

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОТОНООБМЕННЫХ СЛОЕВ НА Z-СРЕЗАХ НИОБАТА ЛИТИЯ МЕТОДОМ РЕНТГЕНОСТРУКТУРНОГО АНАЛИЗА

М.Е., БЕЛОКРЫЛОВ, А.Н.СМИРНОВА

Пермский государственный национальный исследовательский университет, 614990, Пермь, Букирева, 15

Объектом исследования являлись протоннообменные волноводные слои на поверхности монокристалла ниобата лития. Монокристалл ниобата лития является одноосным сегнетоэлектриком с полярной осью Z. В разных направлениях полярной оси наблюдается разный порядок расположения ионов [1]. В связи с этим проводимость вдоль направлений Z+ и Z- отличается в 10 раз [2]. Известно, что скорость травления Z+ и Z- сторон различна [3].

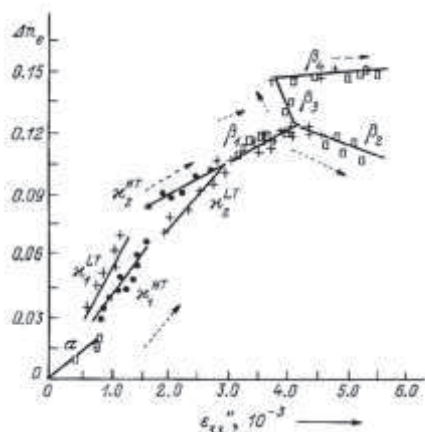


Рис. 1. Структурно-фазовая диаграмма протоннообменных слоёв ниобата лития на Z-срезе [4].

Известно, что глубина и деформации решеток на Z+ и Z- при β-фазе одинаковы [5]. Но не обнаружены исследования по оценкам влияния операции отжига на диффузию ионов водорода в решетке ниобата лития при переходе из β-фазы в α- фазу.

Цель работы – изучение протоннообменных слоев на Z+ и Z- срезах ниобата лития.

Протонный обмен (ПО) проводился в титановом реакторе, в расплаве бензойной кислоты при температуре 190°C в течение 2-х часов.

После протонного обмена проводился отжиг образцов на воздухе при различных температурных и временных режимах. В ходе отжига протоны

Процесс протонного обмена в ниобате лития является ионным обменом, в ходе которого ионы лития в кристалле замещаются протонами из подходящего источника. В протоннообменных слоях на ниобате лития выделяют 7 различных фаз, характеризующиеся значениями деформации и показателем преломления в зависимости от концентрации ионов водорода [4].

Непосредственно после протонного обмена на поверхности ниобата лития образуется β-фаза, характеризующаяся большими значениями концентрации протонов и деформациями решетки в приповерхностном слое.

из приповерхностного слоя диффундировали вглубь подложки, увеличивая глубину и уменьшая напряжения в протонообменном слое.

Известно, что ПО слои на Z-срезах характеризуются только компонентой ε_{33} тензора деформации [6]. Для измерения относительного изменения периода кристаллической решетки ε_{33} (далее для краткости ε) и определения фазы ПО слоев, в настоящей работе был применен метод прецизионного дифракционного структурного анализа на базе двухкристального рентгеновского спектрометра ДРОН-УМ1.

Относительное изменение межплоскостного расстояния $\varepsilon = \Delta d/d$, было определено по рентгеновским кривым дифракционного отражения (кривым качания) индекс отражения (006).

Экспериментальные результаты

В ходе работы исследовались 4 образца. Образцы отличались условиями отжига:

- Z-46 – без отжига;
- Z-43 – 300°, 8ч.;
- Z-42 – 354°, 4ч.;
- Z-40 – 380°, 2ч.

Для всех образцов были построены кривые качания, определены относительные деформации решетки ε и с помощью диаграммы (Рис. 1) определен фазовый состав.



Рис. 2. Кривая качания образца Z-46, β -фаза

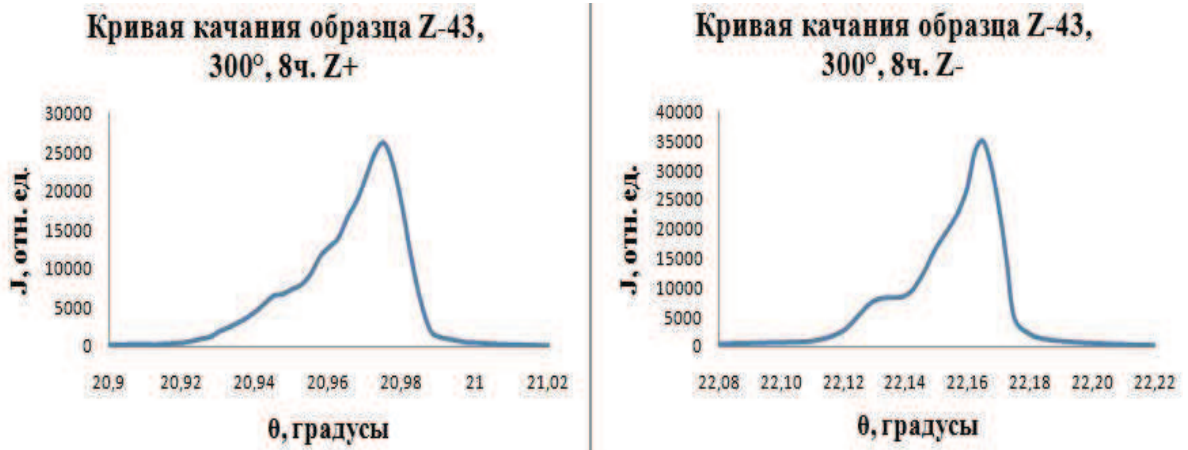


Рис. 3. Кривые качания образца Z-43 на Z+ и Z- срезах



Рис. 4. Кривые качания образца Z-42 Z+ и Z- на срезах

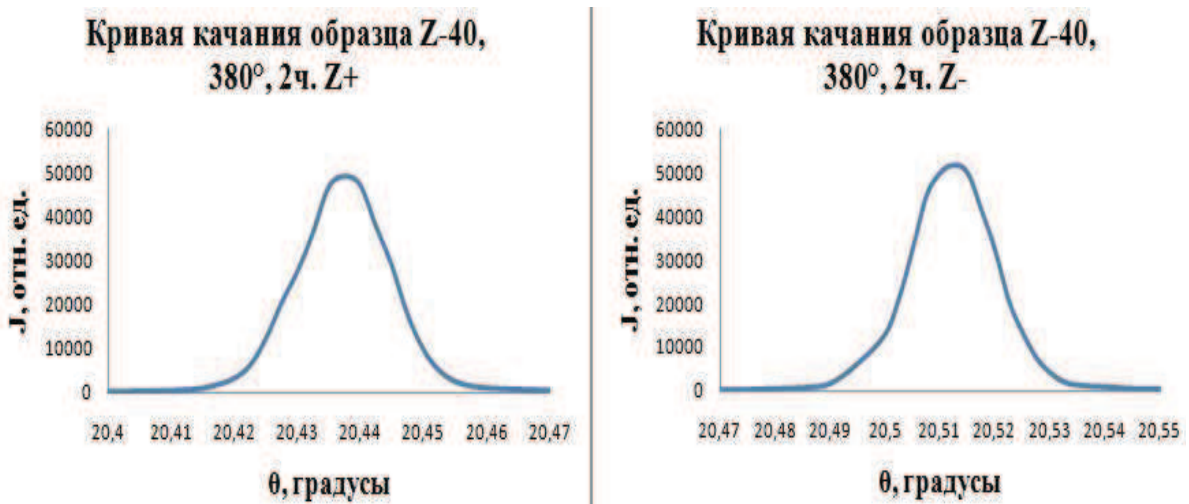


Рис. 5. Кривые качания образца Z-40 на Z+ и Z- срезах

Таблица. Значения деформаций ПО слоёв на Z+ и Z- срезах

	Z-46, без отжига	Z-43 300°, 8ч.	Z-42 354°, 4ч.	Z40 380°, 2ч.
Z+	β $\varepsilon=4.29 \cdot 10^{-3}$	κ -фаза $\varepsilon=1.37 \cdot 10^{-3}$ α -фаза $\varepsilon=0.65 \cdot 10^{-3}$	α -фаза $\varepsilon=0.46 \cdot 10^{-3}$	Слабая α фаза
Z-	β	κ -фаза $\varepsilon=1.58 \cdot 10^{-3}$ α -фаза $\varepsilon=0.56 \cdot 10^{-3}$	α -фаза $\varepsilon=0.45 \cdot 10^{-3}$	Слабая α фаза

Концентрация ионов водорода во всех ПО слоях одинакова, определяется режимом протонного обмена. Поэтому логично предположить, что чем сильнее внутренние напряжения в ПО слое, тем этот слой тоньше.

В результате исследований определено влияние отжига на наличие фаз в протонообменных слоях. Показано, что для образца Z-43 (Рис.3) наблюдаются существенные различия в деформации решетки для Z+ и Z- срезов. Получено, что для образца Z-42 (Рис. 4) пик ниобата лития имеет меньшую интенсивность, чем пик α -фазы, это говорит о том, что при данных условиях отжига глубина ПО слоя составляет порядка 5 мкм. На кривых качания образца Z-40 (Рис.5) не наблюдается разделения ниобата лития и α -фазы. Вероятно, это связано с жестким температурным режимом отжига, который привел к «разгону» протонов вглубь ниобата лития и, как следствие, уменьшению внутренних напряжений и затруднению анализа полученных рентгенограмм.

В работе впервые наблюдаются отличия во внутренних напряжениях в ПО слоях. Это свидетельствует о том, что процесс диффузии ионов водорода в ПО слоях зависит от среза, на котором сформирован ПО слой. При этом установлено, что фазовый состав ПО слоёв на Z+ и Z- срезах одинаков.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Sones C.L., Mailis S., Brocklesby W.S. et al. // Differential etch rates in z-cut LiNbO3 for variable HF/HNO3 concentrations// J. Mater. Chem. 2002. N 12. P. 295–298.*
2. *Кузьминов Ю. С. Ниобат лития. М.: “Наука”, 1987. 320 с.*
3. *Gopalan V., Dierolf V., Scrymgeour D. A. Defect-domain wall interactions in trigonal ferroelectrics, Vol. 37. 2007. P. 236–337.*

4. *Коркишко Ю.Н., Федоров В.А.* Структурно-фазовая диаграмма протонообменных $\text{NxLi}_{1-x}\text{NbO}_3$ волноводных слоев на кристалле ниобата лития // Кристаллография. 1999. Т. 44. № 2. С. 271–280.
5. *Kichigin V.I., Petukhov I.V. et al.* Structure and properties of proton exchange on Z cut of lithium niobate crystal fabricated in molten benzoic acid with the addition of lithium benzoate // Inter. conf. and seminar on Micro/ Nanotechnologies and electron devices .2012. P. 238–241.
6. *Ганьшин В.А., Коркишко Ю.Н., Федоров В.А.* Расчет деформированного состояния в поверхностных структурах произвольной сингонии по данным двухкristальной рентгеновской дифрактометрии // Кристаллография. 1995. Т. 40, №2. С. 341–349.