

УДК 537.226

ВЛИЯНИЕ СТАРЕНИЯ НА ДИНАМИКУ ДОМЕННОЙ СТРУКТУРЫ МОНОКРИСТАЛЛОВ ТРИГЛИЦИНСУЛЬФАТА

Н. Н. Большакова¹, С. А. Борисенко¹, В. В. Иванов¹, А. И. Иванова²

1 - Кафедра физики сегнето- и пьезоэлектриков, Тверской государственный университет, Тверь, Россия

2 - Кафедра прикладной физики, Тверской государственный университет, Тверь, Россия

Методами эффекта Баркгаузена и растровой электронной микроскопии проведены исследования устойчивости поляризованного состояния и динамику доменной структуры монокристаллов триглицинсульфата, хранившихся после поляризации в различных условиях. Изучено влияние интенсивности электронного пучка на формирование доменной структуры. Полученные результаты хорошо коррелируют с данными полученными с помощью нематических жидких кристаллов.

Ключевые слова: *процесс старения, доменная структура, триглицинсульфат*

1. Введение. Монокристаллы триглицинсульфата (ТГС) относятся к одноосным сегнетоэлектрикам, что затрудняет непосредственное наблюдение их доменной структуры (ДС) в поляризованном свете [1]. Наиболее простым методом выявления ДС ТГС является травление [2], которое дает только статическую картину. Использование заряженных порошков [3] и нематических жидких кристаллов [4] позволяет наблюдать динамику доменной структуры, однако данные методы достаточно трудоемки. Атомно-силовая и растровая электронная микроскопии (РЭМ) дают возможность непосредственной визуализации ДС.

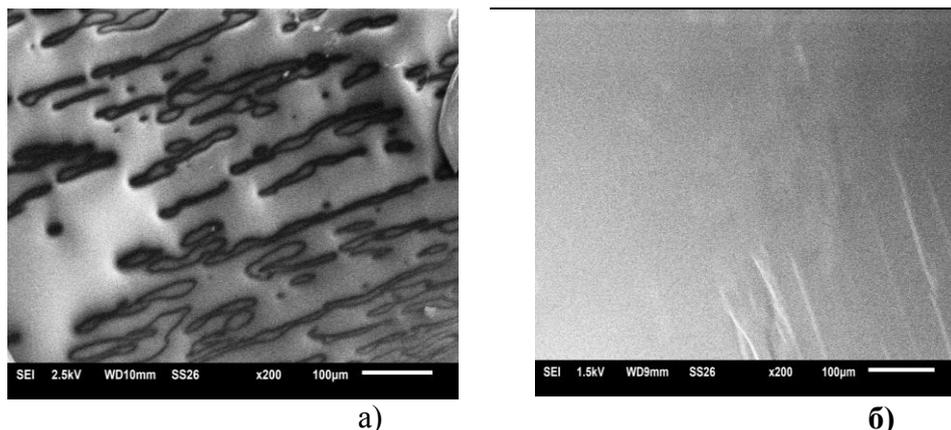
Поляризация и переполаризация сегнетоэлектриков сопровождаются скачкообразными процессами изменения поляризации (эффект Баркгаузена). Непосредственное наблюдение зародышей доменов с помощью нематических жидких кристаллов свидетельствует о том, что появляющиеся скачки переполаризации (скачки Баркгаузена) обусловлены распадом монодоменного состояния, формированием новых доменов, смыканием доменных стенок с направлением спонтанной поляризации, противоположным существующему в кристалле [1]. Параметры скачков Баркгаузена позволяют определять механизмы переключения в сегнетоэлектрическом кристалле и размеры

переключающихся областей [5], что кроме фундаментального значения, представляет интерес для создания элементов памяти на основе сегнетоэлектрических материалов. Для этого необходимо формировать и контролировать устойчивое поляризованное состояние.

В настоящей работе методом эффекта Баркгаузена исследовалась устойчивость поляризованного состояния образца при длительных выдержках образца с замкнутыми или разомкнутыми электродами. Дополнительно наличие и состояние доменной структуры фиксировалось методом сканирующей электронной микроскопии.

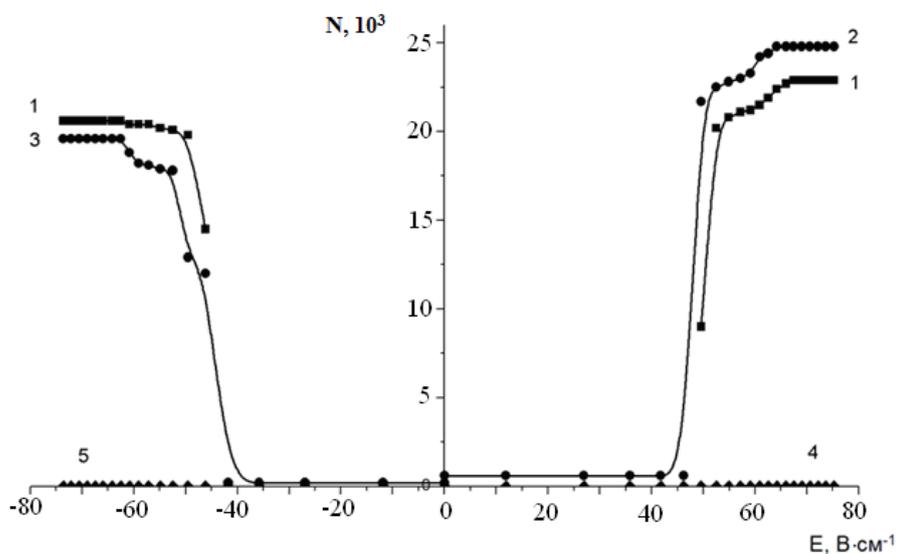
2. Методика. Исследования проводились с помощью установки по исследованию эффекта Баркгаузена в сегнетоэлектриках, функциональная схема которой представлена в [6], и растрового электронного микроскопа JEOL JSM-6610LV. Объектами исследования являлись плоскопараллельные пластинки Y-среза кристаллов триглицинсульфата, выпиленные из одного монокристалла, которые подвергались отжигу при температуре 80⁰С в течение 360 минут, после чего медленно охлаждались до температуры эксперимента в сегнетоэлектрической фазе и термостатировались в течение суток. В результате в образцах возникало деполяризованное состояние, о чем свидетельствовало отсутствие пирозлектрического отклика. Предварительная поляризация пластин осуществлялась при помощи ступенчатого увеличения приложенного электрического поля. Окончание процесса поляризации фиксировалось по прекращению следования скачков Баркгаузена. Далее, кристалл выдерживался под воздействием поляризующего поля величиной 150 В·см⁻¹ в течение 60 минут, после чего проводились испытания.

3. Результаты. Фотографии доменной структуры отожженного и поляризованного образца представлены на рис. 1. В деполяризованном состоянии образца хорошо видны ламелеобразные домены (рис. 1. А). Поляризованные образцы делились на две группы: первые хранились с закороченными электродами, вторые "свободном" состоянии. Далее, производилась их выдержка в изотермических условиях в течение 320 дней, после чего методом эффекта Баркгаузена проводились исследования устойчивости поляризованного состояния.



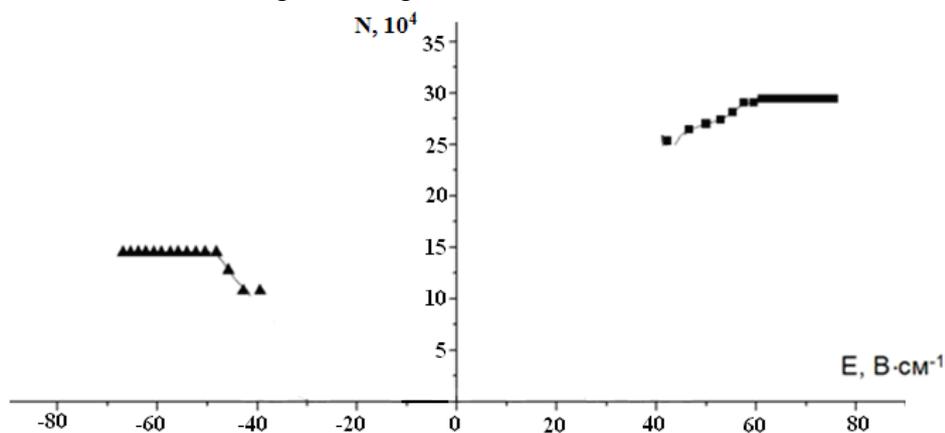
Р и с. 1. Фотографии доменной структуры отожженного (а) и поляризованного образцов (б) монокристалла триглицинсульфата

На рис. 2 представлены полевые распределения числа скачков Баркгаузена для образца первой группы. Исследования выполнялись при ступенчатом изменении приложенного электрического поля в направлении первоначальной поляризации (кривые 4, 5), а затем – в противоположном (кривые 2, 3). Отсутствие скачков Баркгаузена при приложении к образцу электрического поля в направлении первоначальной поляризации свидетельствует об устойчивости поляризованного состояния.



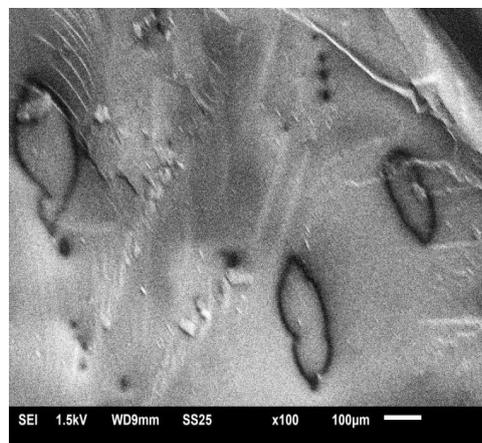
Р и с. 2. Интегральные распределения числа скачков Баркгаузена по полю при изменении электрического состояния образца по петле гистерезиса, образец выдерживался в закороченном состоянии 320 суток: 1 – для отожженного образца, 2, 3 – при реполяризации в направлении, противоположном первоначальному, 4, 5 – в первоначальном направлении

На рис. 3 представлено полевое распределение числа скачков Баркгаузена для образца, хранившегося в "свободном" состоянии, при приложении внешнего электрического поля в направлении первоначальной поляризации. Индуцированная униполярность, а также появление скачков Баркгаузена указывают на распад поляризованного состояния в течение времени хранения.

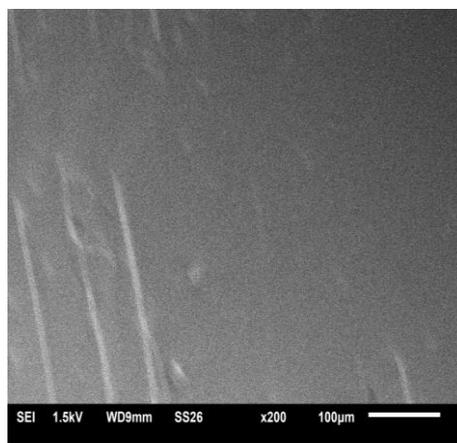


Р и с. 3. Интегральное распределение числа скачков Баркгаузена по полю, полученные при изменении электрического состояния образца по ветвям петли гистерезиса. Образец выдерживался в "свободном" состоянии 320 суток

Изучение образцов второй группы методом РЭМ (рис. 4) выявило доменную структуру, состоящую из крупных линзовидных доменов в матрице основной фазы. Для закороченных образцов (первая группа) подобных изменений не зафиксировано.



а)

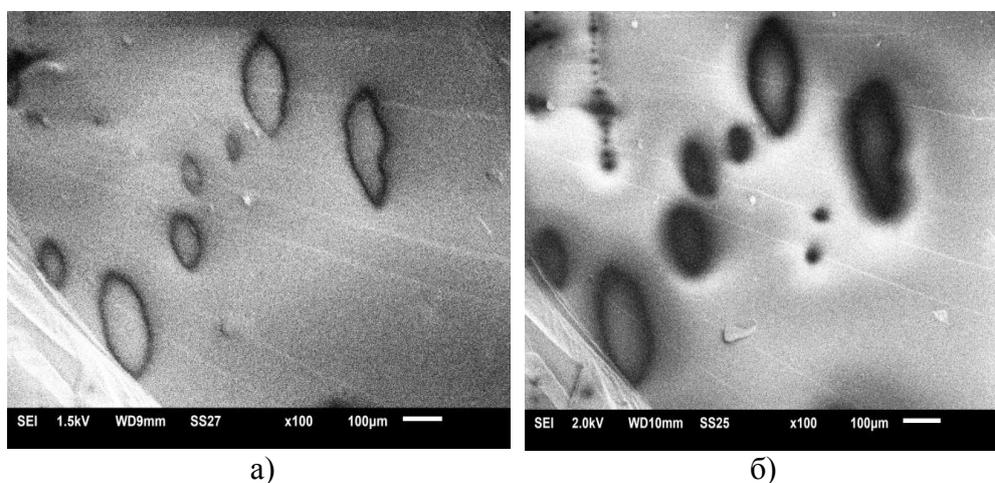


б)

Р и с. 4. Фотографии доменной структуры образцов монокристалла триглицинсульфата, хранившихся в "свободном" состоянии (а) и закороченном состоянии (б)

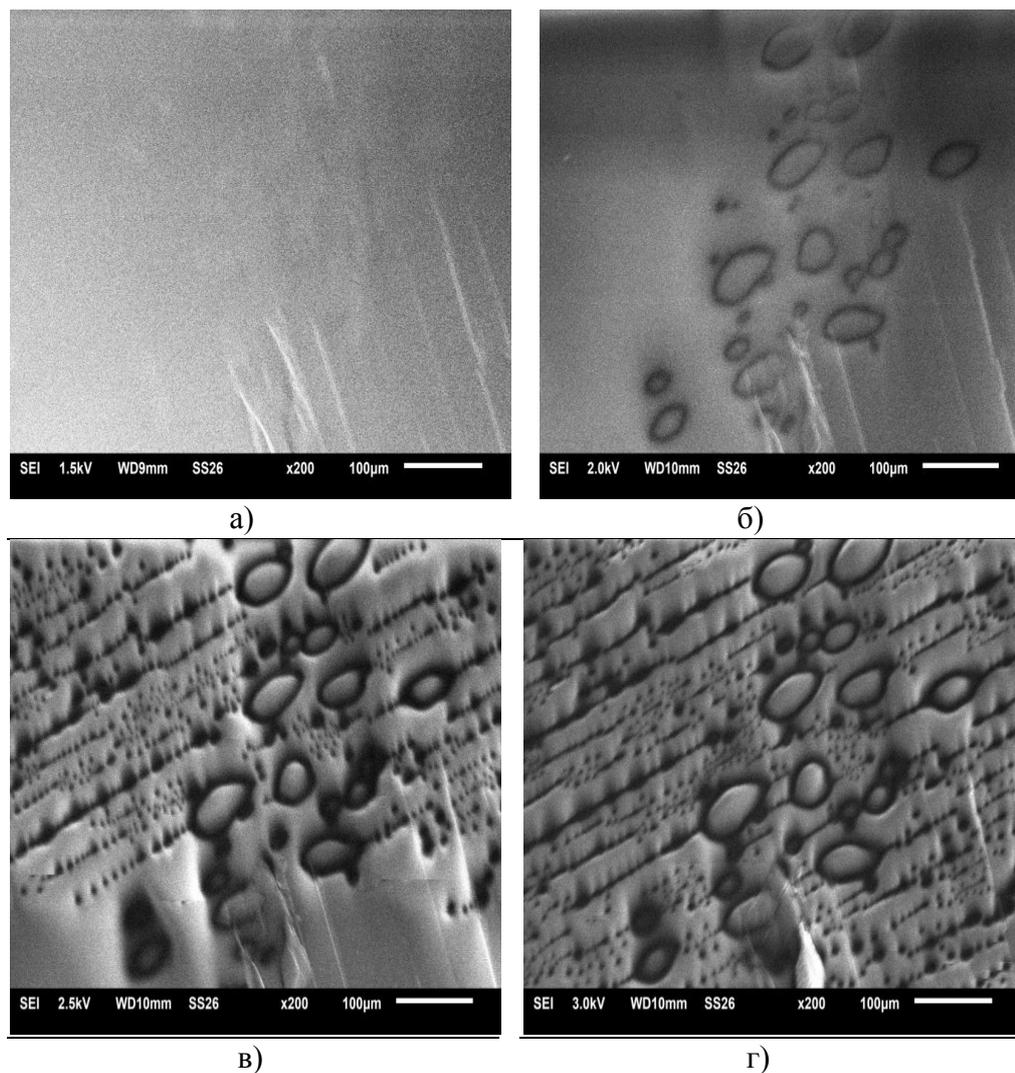
При закорачивании электродов поляризованной пластины сегнетоэлектрика происходит экранирование спонтанной поляризации, и образец может находиться в устойчивом поляризованном состоянии длительное время. При размыкании электродов экранирование спонтанной поляризации достигается дрейфом дефектов к приповерхностным слоям образца с последующим формированием доменной структуры.

Наблюдения за изменениями доменной структуры образца ТГС, хранившегося в течение 320 суток в "свободном" состоянии, показали, что в матрице основного домена расположено незначительное число линзовидных доменов с противоположной ориентацией вектора спонтанной поляризации (рис. 5а). Увеличение ускоряющего напряжения в микроскопе сопровождается формированием рядов зародышей линзовидных доменов (рис. 5. б).



Р и с. 5. Фотографии доменной структуры образца монокристалла триглицинсульфата, хранившегося в "свободном" состоянии: а – ускоряющее напряжение 1.5 кВ, б – 2.0

Влияние ускоряющего напряжения на динамику ДС поляризованного образца, не подвергавшегося длительному хранению, показано рис. 6 (повышение ускоряющего напряжения). Видно, что увеличение ускоряющего напряжения от 1.5 до 2.0 кВ приводит к появлению линзовидных доменов в матрице основной фазы. Дальнейший рост интенсивности электронного пучка (рис. 6 б, в) сопровождается формированием рядов зародышей линзовидных доменов. Это свидетельствует о существенном увеличении напряженности электрического поля внутри образца, что согласуется с данными работы [4].



Р и с. 6. Фотографии доменной структуры поляризованного образца монокристалла триглицинсульфата: а – ускоряющее напряжение 1.5 кВ, б – 2.0, в – 2.5, г – 3.0

4. Заключение. Показано, что длительная выдержка поляризованного образца монокристалла триглицинсульфата при закороченных электродах не оказывает влияния на вид полевых распределений числа скачков Баркгаузена, поляризованное состояние является устойчивым. При хранении поляризованного образца с разомкнутыми электродами, данное состояние оказывается неустойчивым: появляется наведенная униполярность для ветвей распределения числа скачков Баркгаузена. С помощью РЭМ выявлена доменная структура кристаллов ТГС. Установлено, что на формирование ДС существенно влияет интенсивность электронного

пучка: с увеличением ускоряющего напряжения наряду с линзовидными доменами формируются ряды зародышей новой фазы.

Список литературы

1. Рудяк В. М. Процессы переключения в нелинейных кристаллах, М. Наука, 1986. 243 с.
2. Константинова, В. П. Применение избирательного травления при изучении двойниковой и дислокационной структур / В. П. Константинова // Кристаллография. 1962. Т.7.– С.748-754
3. Pearson G. Powder-pattern techniques for delineating ferroelectric domain structures / G. Pearson, W. L. Feldmann // J. Phys. Chem. Solids. 1958. Т.9. С.28-30.
4. Tikhomirova N. A. Visualisation of static and the dynamics of domain structure in triglycine sulfate by liquid crystals / N. A. Tikhomirova, S. A. Pikin, L. A. Shuvalov и др. // Ferroelectrics. 1980. Т.29. №1. С.145-156.
5. Sergey A. Borisenko, Vladimir V. Ivanov. International Conference and Seminar on Micro/Nanotechnologies and Electron Devices EDM`2010: Conference Proceedings, 2010, p. 111.
6. Борисенко С. А. Иванов В. В. Фундаментальные проблемы радиоэлектронного приборостроения. Материалы Международной научно-технической конференции «INTERMATIC–2013». 2013. Т. 2. С. 74.

**EFFECT OF AGING ON THE DOMAIN STRUCTURE DYNAMICS
IN TRIGLYCINE SULPHATE SINGLE CRYSTALS**

N.N. Bolshakova¹, S.A. Borisenki¹, V.V. Ivanov¹, A.I. Ivanova²

Tver State University, 170100, Tver, Russia

¹*Chair of Ferro- and Piezoelectric Physics*

²*Chair of Applied Physics*

Stability of polarized state and domain structure dynamics was studied by the Barkhausen method and scanning electron microscopy making use of triglycine sulphate single crystals stored after polarization under different conditions for prolonged times. The influence of the electron beam irradiation intensity on the domain structure formation was investigated. The obtained results are in good correlation with the data provided by the nematic liquid crystal observations.

Keywords: *aging process, domain structure, triglycine sulphate*

Об авторах:

БОЛЬШАКОВА Наталья Николаевна – доцент кафедры физики сегнето- и пьезоэлектриков физико-технического факультета ТвГУ.

БОРИСЕНКО Сергей Александрович – аспирант физико-технического факультета ТвГУ.

ИВАНОВ Владимир Васильевич – профессор кафедры физики сегнето- и пьезоэлектриков физико-технического факультета ТвГУ.

ИВАНОВА Александра Ивановна - ассистент кафедры прикладной физики физико-технического факультета ТвГУ.