

Создание доменов и доменных структур на неполярной поверхности кристаллов $\text{Sr}_x\text{Ba}_{1-x}\text{Nb}_2\text{O}_6$ методом атомно-силовой микроскопии

Т. Р. Волк, Р. В. Гайнутдинов, Я. В. Боднарчук, Л. И. Ивлева ⁺

Институт кристаллографии им. Шубникова РАН, 119333 Москва, Россия

⁺ Институт общей физики им. Прохорова РАН, 119991 Москва, Россия

Поступила в редакцию 14 марта 2013 г.

В сегнетоэлектрическом кристалле ниобата бария-стронция на неполярной поверхности записаны микродомены и регулярные микродоменные структуры путем приложения постоянного напряжения к зонду атомно-силового микроскопа (АСМ), контактирующему с этой поверхностью. Исследованы процессы формирования микродоменов. Показано, что фронтальный рост доменов на неполярной поверхности описывается законом типа вязкого трения. Обнаружены особенности формирования устойчивых доменов, связанные с эффектами обратного переключения. В полидоменных кристаллах получены встречные домены (“голова к голове”, “хвост к хвосту”). Методом векторной литографии записаны доменные решетки с обратным вектором $G = 2\pi/\Lambda$ (где $\Lambda = 3.6$ и 8 мкм – период решеток), параллельным и нормальным полярной оси Z . Решетки $\mathbf{G}\parallel Z$, представляющие собой систему 180-градусных линейных доменов противоположного знака (“голова к голове”, “хвост к хвосту”), сохраняются в течение времени наблюдения не менее нескольких дней.

DOI: 10.7868/S0370274X13080109

В статье представлены результаты экспериментов по созданию доменов и регулярных доменных структур на неполярной поверхности кристаллов сегнетоэлектрических твердых растворов $\text{Sr}_x\text{Ba}_{1-x}\text{Nb}_2\text{O}_6$ (SBN- x) методом атомно-силовой микроскопии (АСМ). Низкие коэрцитивные поля SBN позволили выявить некоторые особенности процессов переключения, ранее не наблюдаемые. Запись доменов на неполярной поверхности сегнетоэлектрика в поле АСМ выполнена впервые.

Микродоменные структуры с заданной конфигурацией рассматриваются в качестве эффективной нелинейной среды для преобразования излучения [1] и других применений, в частности, в оптических интегральных схемах [2]. Наблюдается определенный интерес к получению доменных структур в оптических волноводах на неполярных и косых (направленных под углом к полярной поверхности) срезах кристаллов LiNbO_3 [3–5]. Помимо технологически сложных полевых методов [3, 4], для создания таких структур на неполярной поверхности использовалась запись электронным лучом [6, 7] и сфокусированным УФ-излучением [8]. Процесс возникновения доменов на неполярной поверхности нетривиален. Он заслуживает изучения, которое в случае LiNbO_3 затруднено из-за аномально высоких коэрцитивных полей ($E_c \approx 220$ кВ/см). Нами было показано [9–11], что кристаллы SBN, используемые для мо-

делирования нелинейных процессов в неупорядоченных средах [12], являются весьма удобным лабораторным объектом и для создания регулярных микродоменных структур (РДС) и их изучения в контексте нелинейной оптики. В работах [9–11] микродомены и доменные структуры создавались методом АСМ [13]. Уникальным свойством SBN оказалась возможность получения 1D- и 2D-структуры с любой заданной конфигурацией при стандартных напряжениях АСМ $U_{DC} \leq 50$ В. Эти результаты инициировали исследование записи доменов на неполярной поверхности сегнетоэлектрика, итоги которого представлены в данной работе. Одной из наших целей была попытка описания трехмерного сценария формирования доменов под полем зонда АСМ для интерпретации данных по нелинейной дифракции на доменных решетках, созданных в SBN методом АСМ [11].

Эксперименты выполнялись в кристаллах конгруэнтного состава SBN-0.61, выращенных модифицированным методом Степанова [14]. Образцы представляли собой оптически полированные пластины полярного (Z) и неполярных (X и Y) срезов толщиной $L = 0.5$ и 1 мм соответственно. Далее для определенности предполагается, что запись доменов производится на неполярной поверхности (100). Результаты получены в полидоменных (отожженных в параэлектрической фазе) и монодоменных кристаллах. Монодоменизация осуществлялась путем охла-

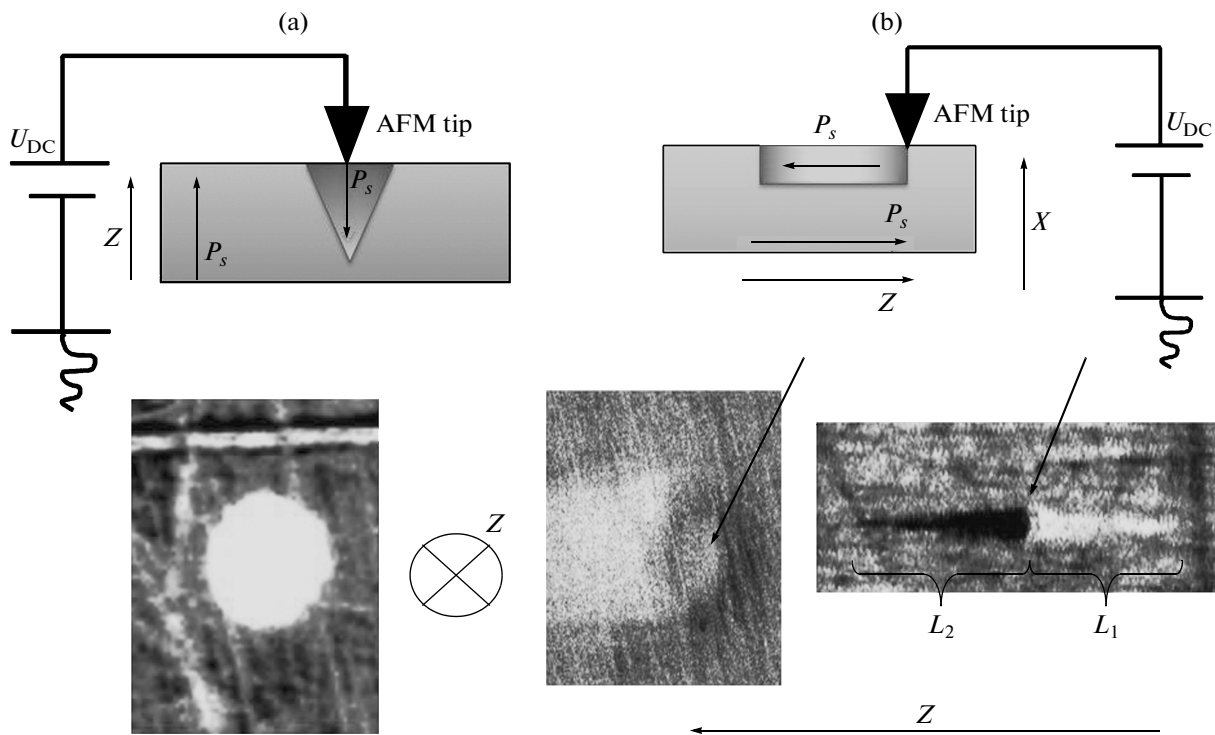


Рис. 1. (а) – Схема записи домена методом АСМ на полярной поверхности и PFM-изображение записанного домена. (б) – Схема записи домена методом АСМ на неполярной поверхности. Внизу – PFM-изображения домена, записанного в монодоменном (слева) и полидоменном (справа) кристаллах (стрелками показаны точки контакта зонда АСМ)

ждения кристалла из параэлектрической фазы (от $T = 100^\circ\text{C} > T_c \approx 81^\circ\text{C}$) до комнатной температуры в поле $E = 3\text{ кВ/см}$. При записи доменов методом АСМ локальная переполаризация происходит под действием постоянного напряжения, приложенного к зонду, находящемуся в контакте с поверхностью кристалла. Работа проводилась на АСМ NTEGRA PRIMA AFM (NT-MDT, Москва). Одиночные домены создавались путем приложения постоянного напряжения U_{DC} в течение времени t_p к проводящему зонду, контактирующему с поверхностью кристалла. Регулярные доменные структуры записывались методом растровой литографии. После записи поверхность сканировалась в режиме микроскопии пьезоотклика (PFM). Описание PFM-измерений можно найти в [9, 10]. При сканировании поверхности в режиме PFM в соответствии с [15] измерялся сигнал электро-механического отклика (ЭМО)

$$H_\omega = \left[\frac{1}{k} \frac{dC}{dz} \left(\frac{V^\uparrow + V^\downarrow}{2} \right) \mp d_{ij} \right] U_{ac}, \quad (1)$$

где d_{ij} – пьезоэлектрический коэффициент, определяемый геометрией эксперимента, k – коэффициент жесткости зонда при условии, что оба его конца

жестко закреплены (один – в держателе, а другой контактирует с поверхностью образца), C – емкость зонд-образец, $(V^\uparrow + V^\downarrow)/2$ – среднее значение контактной разности потенциалов между зондом и поверхностью образца, U_{ac} – переменное напряжение, прикладываемое между зондом и электродом нижней поверхности. Особенностью PFM-экспериментов на неполярной поверхности является использование латерального режима, при котором задействован коэффициент $d_{ij} = d_{15}$ [13], тогда как при измерениях на полярной поверхности сканирование проводится в известном вертикальном режиме PFM ($d_{ij} = d_{33}$).

Ниже представлены результаты по созданию одиночных (изолированных) доменов на неполярной поверхности. Прототипом здесь послужили работы [16, 17] по переполаризации кристаллов LiNbO_3 под действием высокого напряжения, приложенного к иглообразному электроду, контактирующему с неполярной поверхностью. На рис. 1 показаны схемы эксперимента по АСМ-записи доменов на полярной и неполярной поверхностях и PFM-изображения полученных доменов. На полярной поверхности при приложении напряжения U_{DC} к зонду домен, возникший в области контакта, радиально расширяется относи-

тельно точки контакта зонда [9–11]. При приложении напряжения U_{DC} к зонду, контактирующему с неполярной поверхностью, домен, зародившийся в области контакта, удлиняется вдоль полярной оси Z и расширяется в неполярном направлении (в данном случае Y). По аналогии с переключением LiNbO_3 под иглообразным электродом [16, 17] очевидно, что одновременно с разрастанием в плоскости домен утолщается (в данном случае вдоль X). К сожалению, метод химического травления, применяемый в LiNbO_3 для грубой оценки размера доменов (см., например, [7, 16]), оказался неэффективным для SBN и оценить толщину доменов на неполярной поверхности, так же как и глубину их прорастания в объем при записи на полярной поверхности, не удалось.

Нетривиальный процесс формирования домена на неполярной поверхности является, очевидно, результатом воздействия латеральной компоненты поля точечного заряда зонда АСМ. Рассматривая зонд как заряженную сферу, на основе выражения для распределения потенциала, предложенного в [18], получаем следующее упрощенное выражение для радиального распределения латерального поля в неполярной плоскости:

$$E(r) = \frac{2Q_t}{\sqrt{\varepsilon_z \varepsilon_r + 1}} \frac{r}{[r^2 + (z/\gamma + R)^2]^{3/2}}, \quad (2)$$

где r – цилиндрическая координата в плоскости (100), т.е. расстояние от острия зонда, R – радиус зонда, ε_z и ε_r – диэлектрические проницаемости, $\gamma = \varepsilon_r/\varepsilon_z$, заряд $Q_t = C_t U_{DC}$, C_t – емкость зонд-кристалл. Это выражение аналогично выражениям, выведенным для АСМ-записи доменов на полярной поверхности под действием аксиальной компоненты поля точечного заряда [10, 19]. Таким образом, на неполярной поверхности фронтальное удлинение домена вдоль оси Z и его планарное расширение (“боковое движение стенок”) происходят под действием компоненты $E_z(r)$ латерального поля. Приведем пример оценки E_z . Для $R = (40–50)$ нм, $\varepsilon_z \approx 800$ и $\varepsilon_r \approx 400$ в SBN-0.61 значению $U_{DC} = 50$ В соответствует величина поля непосредственно под острием зонда $E_z \approx 100$ кВ/см.

Для проверки применимости используемого подхода к расчету поля были измерены петли пьезоэлектрического гистерезиса H_w-U на неполярной поверхности методом, аналогичным измерению петли гистерезиса на полярной поверхности [10]. В заданной точке кристалла прикладывался пуг импульсов напряжения U_{DC} с амплитудой, меняющейся от +10 до –10 В и затем от –10 до +10 В с шагом 100 мВ. Длительность импульсов напряжения t_p , постоянная

для данного цикла, варьировалась от 10 до 1000 мс для разных циклов. Интервал между импульсами составлял 10 мс. На рис. 2 приведены петли гистерезиса

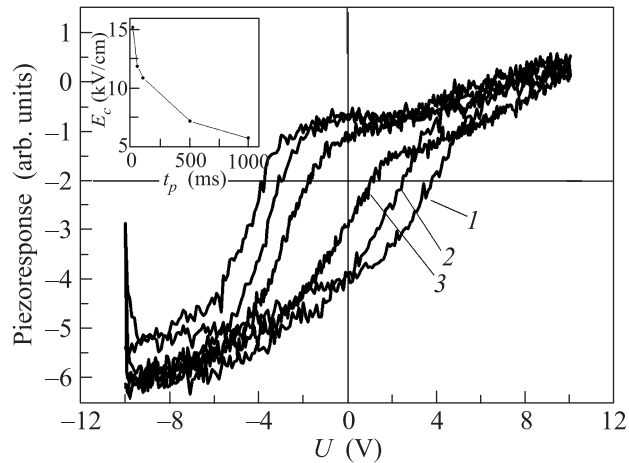


Рис. 2. Петли пьезоэлектрического гистерезиса, полученные при длительностях импульса $t_p = 10$ (1), 100 (2) и 1000 (3) мс. На вставке – зависимость коэффциентного поля E_c от t_p

са H_w-U_{DC} , полученные на неполярной поверхности для различных t_p . Из полуширины петель на основе выражения (2) рассчитано коэффциентное поле E_c . Величина $E_c \approx 6$ кВ/см для 1000 мс находится в хорошем согласии с величиной $E_c \approx (3–4)$ кВ/см, получаемой в этом составе макроскопическими методами в низкочастотных полях [20]. Это согласие обосновывает справедливость дальнейших оценок поля под зондом АСМ. Параметры петли H_w-U_{DC} , полученной на неполярной поверхности, хорошо согласуются с результатами измерений на полярной поверхности [10]. Особенности петли гистерезиса являются ее асимметрия и увеличение E_c с увеличением частоты $f = 1/t_p$ в интервале 1–100 Гц (вставка к рис. 2). Эти свойства петель гистерезиса проявляются в релаксорных сегнетоэлектриках при измерениях макроскопическими методами (например, в SBN [20], PMN-PT 70/30 [21], SBN-Ce [22] и качественно объясняются эффектами пиннинга [23].

На рис. 1b представлены PFM-изображения одиночных доменов, полученных на неполярной поверхности моно- и полидоменного кристаллов. Стрелками показаны области контакта зонда при записи. В монодоменном кристалле при приложении к зонду напряжения U_{DC} со знаком, соответствующим направлению поля переполаризации, возникает домен со спонтанной поляризацией P_s , противоположной поляризации матрицы (рис. 1b, внизу слева). В полидоменном кристалле при приложении к зонду на-

пряжения U_{DC} любого знака в области контакта возникают домены с противоположными направлениями P_s , разрастающиеся в противоположных направлениях вдоль полярной оси (рис. 1b, внизу справа). Иными словами, формируются так называемые встречные домены, или, что то же самое, структуры “голова к голове” и “хвост к хвосту” (в зависимости от знака U_{DC}). Формирование этой структуры объясняется очевидной электростатической причиной (разным знаком потенциалов $U = \int E_z dz$ относительно точки контакта) и возможностью поляризации полидоменного кристалла в обоих направлениях. Отметим, что наблюдаемая картина полностью отличается от разрастания иглообразных длинных доменов на неполярной поверхности LiNbO_3 в сходных условиях переполяризации [7, 8]. О существовании стационарных встречных доменов в объеме сегнетоэлектрика неоднократно упоминалось в литературе (см. библиографию в [24], гл. 2). Однако возникновения таких структур непосредственно под полем или другим внешним воздействием, насколько нам известно, не наблюдалось. Процессы релаксации доменов различны. Домены, записанные в монодоменном кристалле, распадаются за времена порядка десятков минут. Домены “голова к голове” (“хвост к хвосту”) в полидоменных кристаллах более устойчивы и релаксируют в течение 8–10 ч (время наблюдения). Их устойчивость обусловлена спецификой доменной стенки, нормальной направлению P_s . Согласно общепринятой модели [24, 25] поле связанного заряда $\rho = \text{div} P_s$, возникшее на доменной стенке с углом наклона $\theta \neq 0$ относительно P_s , экранируется свободными носителями с образованием в области стенки пространственного заряда $Q_{sc} \rightarrow 2P_s$. Устойчивость встречных доменов обеспечивается полями экранирования, хотя в нашем случае эти структуры созданы искусственно, т.е. неравновесны. В данном случае дополнительный вклад в экранирование может давать инжекция носителей из зонда АСМ [26].

Охарактеризуем процесс формирования одиночных доменов на неполярной поверхности SBN. Ниже представлены зависимости размеров доменов от U_{DC} при $t_p = \text{const}$. В монодоменном кристалле были измерены зависимости длины доменов L и ширины W (вдоль оси Y) от напряжения. Для сравнения была выполнена запись доменов на полярной поверхности того же кристалла. В результате были получены экспозиционные характеристики диаметра доменов D_d , согласующиеся с предыдущими результатами [9–11]. На рис. 3 приведены зависимости $L(U_{DC})$ и $W(U_{DC})$ для неполярной поверхности и $D_d(U_{DC})$ для полярной поверхности при $t_p = 1$ мин. Сплошные

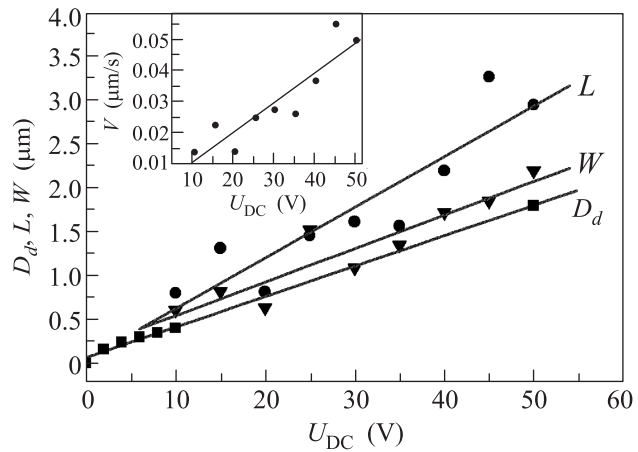


Рис. 3. Зависимость длины L (кружки) и ширины W (треугольники) домена на неполярной поверхности монодоменного кристалла от U_{DC} . Квадратами показана зависимость диаметра домена $D_d(U_{DC})$, записанного на полярной поверхности. Сплошные линии – линейная аппроксимация. На вставке – рассчитанная из $L(U_{DC})$ скорость фронтального роста домена на неполярной поверхности

линии на рисунке – линейная аппроксимация. Полевые зависимости ширины домена $W(U_{DC})$ на неполярной поверхности и диаметра домена $D_d(U_{DC})$ на полярной поверхности практически идентичны. Этот результат свидетельствует о качественном сходстве процессов фронтального роста планарного домена и роста домена в объеме. Сопоставление данных для полярной и неполярной поверхностей позволяет оценить размеры доменов. Можно предположить, что при идентичных условиях экспозиции глубина прораствания домена в объем при записи на полярной поверхности сопоставима с длиной домена L на неполярной поверхности, т.е. составляет несколько мкм, что согласуется с непрямыми оценками [11]. Очевидно, что толщина домена (нормально неполярной поверхности) сопоставима с шириной W , т.е. составляет несколько мкм. Эта величина сходна с толщиной планарных доменов в LiNbO_3 , определенной химическим травлением [16, 17].

На рис. 4 приведены зависимости размеров доменов от напряжения зонда на неполярной поверхности в полидоменном кристалле. В этом случае измерялись длины L_1 и L_2 противоположно направленных доменов (условно “светлого” и “темного” на рис. 1b), образующих встречный домен при данном U_{DC} . На рис. 4 показаны зависимости $L_1(-U_{DC})$ и $L_2(-U_{DC})$ для отрицательного знака потенциала. Наблюдаемый домен по определению является структурой “голова к голове”. Сходные результаты получены для структуры “хвост к хвосту”, возникающей под дей-

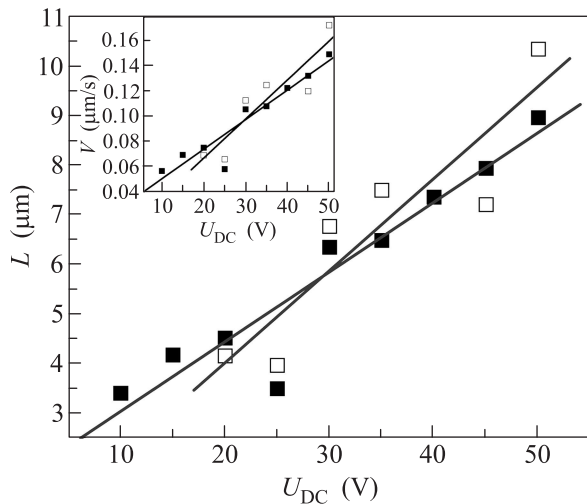


Рис. 4. Зависимости длины доменов L_1 и L_2 , образующих встречный домен, от U_{DC} (светлые и темные квадраты соответствуют “светлому” и “темному” доменам на рис. 1b, справа). На вставке – рассчитанные из $L_1(U_{DC})$, $L_2(U_{DC})$ скорости фронтального роста встречного домена в двух направлениях

ствием $+U_{DC}$. Для полидоменных кристаллов наблюдается большой разброс данных, связанный с тем, что в качестве центров пиннинга доменных стенок при переполяризации служат случайные поля, характерные для релаксорных сегнетоэлектриков [23], к которым принадлежит SBN. Несмотря на низкую воспроизводимость, зависимости $L_1(U_{DC})$ и $L_2(U_{DC})$, так же как и $L(U_{DC})$ в монодоменном кристалле (см. рис. 3), с удовлетворительным приближением аппроксимируются линейными функциями. На вставках к рис. 3 и 4 приведены рассчитанные из $L(U_{DC})$ средние скорости $v_{tr} = dL/dt$ фронтального роста доменов в моно- и полидоменных кристаллах. Согласно классической модели сегнетоэлектрического переключения [24] фронтальный рост доменов происходит по закону типа вязкого трения:

$$v_{tr} = kE \sim \mu E, \quad (3)$$

где v_{tr} – фронтальная скорость, E – поле, μ – подвижность доменных стенок. Линейные зависимости $v_{tr}(U_{DC})$ (на вставках к рис. 3 и 4) указывают на то, что фронтальный рост планарного домена на неполярной поверхности идет по тому же механизму, несмотря на специфические условия процесса в тонком слое под действием сильно неоднородного поля. В то же время боковое движение доменной стенки в данном случае не может быть описано в рамках классической модели [24], согласно которой скорость латерального движения доменных стенок V_{DW} следует активационному закону $V_{DW}(E) = V_{\infty} \exp(-\beta E/E)$

(где βE – поле активации). Неприменимость этого механизма к данным условиям следует из линейной зависимости ширины домена $W(U_{DC})$ (рис. 3), т.е. линейности $V_{DW}(U_{DC})$. Этот вывод был сделан также при измерениях $V_{DW}(U_{DC})$ на полярной поверхности [9].

Согласно выражению (2) для $U_{DC} = 50$ В величина поля на расстоянии от зонда $r \approx 1$ мкм падает до 10 В/см. Тем не менее длина доменов в моно- и полидоменном кристаллах достигает, соответственно, $L \approx 4$ мкм и $L_1 \approx 10$ мкм (рис. 3, 4). Таким образом, фронтальный рост доменов происходит в полях $E \ll E_c$. В предыдущих работах [9, 10] было обнаружено латеральное движение доменных стенок в поле $E \ll E_c$. Результаты измерений $W(U_{DC})$ (рис. 3) согласуются с этим выводом. Предложенные механизмы переключения в поле зонда АСМ (см. библиографию в [24]) не дают объяснения наблюдаемым зависимостям.

Из сравнения результатов, полученных на неполярной поверхности ($L(U_{DC})$ на рис. 3 и $L_1(U_{DC})$, $L_2(U_{DC})$ на рис. 4), с зависимостью $D_d(U_{DC})$ (рис. 3) на полярной поверхности видно резкое различие величин поля E'_z , после приложения которых метод PFM выявляет появление доменов. На полярной поверхности PFM сканирование обнаруживает домены после приложения напряжения $U_{DC} \approx 2$ В, т.е. согласно (2) $E'_z \approx 4$ кВ/см. На неполярной поверхности домены выявляются после приложения напряжения $U_{DC} > 10$ В, т.е. $E'_z > 20$ кВ/см. Это не может быть связано с различием энергии нуклеации доменов, поскольку петли гистерезиса на неполярной (рис. 2) и полярной [11] поверхностях идентичны и дают близкие значения $E_c \approx (4-6)$ кВ/см. Следовательно, на неполярной поверхности поле, соответствующее появлению доменов, существенно превышает E_c . Наиболее вероятной причиной здесь является эффект обратного переключения [24]: при данных временах экспозиции домены, возникшие под действием $U_{DC} < 10$ В, неустойчивы и после выключения поля исходное состояние поляризации восстанавливается. Влияние обратного переключения подтверждается увеличением поля E'_z при уменьшении t_p (например, при $t_p = 100$ мс, $E'_z > 40$ кВ/см). Обратное переключение наблюдалось во многих сегнетоэлектриках [24]. Качественно оно связывается с пиннингом доменных стенок и существованием критического времени t^* (при данном E), необходимого для депиннинга. Применительно к нашей ситуации в качестве критического времени t^* можно рассматривать время t_p (порядка минут), соответствующее появлению устойчивых доменов (при

$E \approx (20-40) \text{ кВ/см} \gg E_c$). Эта величина на порядки превышает t^* в обычных сегнетоэлектриках, например $t^* \approx \text{мс}$ в ТГС или $t^* \approx 10 \text{ с}$ в LiNbO_3 . Таким образом, эффект обратного переключения в SBN гораздо более выражен. Наряду с аномально длинными временами релаксации поляризации [20] и низкочастотной дисперсией петли гистерезиса (рис. 2) обратное переключение является следствием пиннинга доменов. Измерения на неполярной поверхности позволяют исследовать обратное переключение, исключив влияние особого слоя у полярной поверхности. Насколько нам известно, в релаксационных сегнетоэлектриках обратное переключение не исследовалось.

Перейдем к описанию экспериментов по созданию доменных решеток методом растровой литографии. В этом режиме в качестве шаблонов используются графические файлы, которые накладываются на заданный участок поверхности. Зонд непрерывно построчно перемещается на этом участке. К нему прикладывается напряжение, знак и величина которого пропорциональны яркости пикселя графического шаблона. На вставке к рис. 5 показан шаблон, состоящий из черных и белых полос. В данном случае при прохождении черных полос к зонду прикладывалось отрицательное напряжение ($-U_{\text{DC}}$), а при прохождении белых – положительное ($+U_{\text{DC}}$). При записи решеток в монокристалле использовался также режим, при котором прикладывалось напряжение только со знаком, соответствующим направлению поля реполяризации. В результате процедуры записи формируется структура, состоящая из линейных доменов противоположной полярности (рис. 5). Использовались шаблоны с периодами $\lambda = 3.6$ и 8 мкм и линейными размерами $20 \times 20 \text{ мкм}^2$. Напряжение составляло $U_{\text{DC}} = (+50 - 50) \text{ В}$. Общее время записи решеток варьировалось от 6 до 60 мин.

На рис. 5 представлены PFM-изображения структур, записанных при ориентациях полос шаблона параллельно (вверху) и нормально (внизу) оси Z (“продольная”, $\mathbf{G} \perp Z$, и “поперечная”, $\mathbf{G} \parallel Z$, ориентации, где \mathbf{G} – вектор обратной решетки $\mathbf{G} = 2\pi/\Lambda$). Как и при записи на полярной поверхности [9–11], форма решеток (линейные размеры и период Λ) с хорошей точностью повторяет шаблон. Поперечная структура, $\mathbf{G} \parallel Z$, представляет собой решетку линейных 180-градусных доменов “голова к голове” и “хвост к хвосту”, вытянутых вдоль неполярного направления. В настоящее время структуры такого типа являются предметом особого интереса, поскольку упомянутые выше особенности доменной границы, нормальной P_s , обещают ряд интересных применений [27].

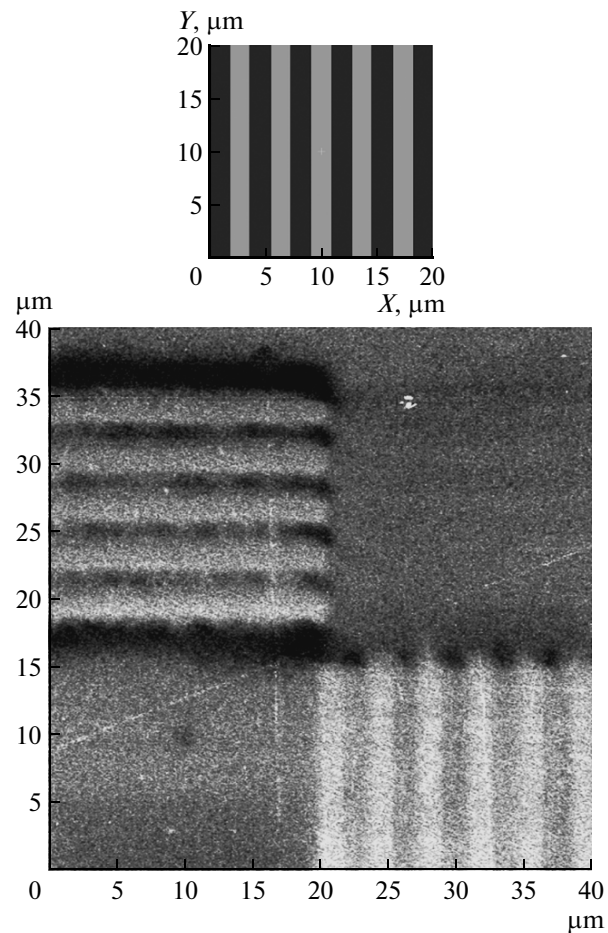


Рис. 5. Доменные решетки, записанные методом векторной литографии на неполярной поверхности. Вверху – используемый шаблон. Верхняя и нижняя решетки записаны, соответственно, при ориентациях полос шаблона параллельно и нормально оси Z ($\Lambda = 3.6 \text{ мкм}$)

Была исследована кинетика релаксации записанных структур обоих типов. На рис. 6 показаны зависимости сигнала ЭМО $H_\omega(t)$ при распаде решеток. После быстрого начального спада сигнала $H = H_0 \exp(-t/\tau)$ ($\tau = (1-10) \text{ мин}$) до величины 20–50% от первоначального значения процесс резко замедляется. В поперечных решетках контраст сохраняется в течение времени наблюдения не менее нескольких суток. В продольных решетках наблюдается “расплывание” доменов в плоскости и спонтанное возникновение на границе доменов, нормальной P_s , доменов с обратным знаком. Очевидно, что устойчивость поперечной решетки обеспечивается эффектами экранирования на границе доменов, нормальной P_s . Грубая оценка времени диэлектрической релаксации $\tau_M = \varepsilon\varepsilon_0/\sigma$ (для SBN $\varepsilon \approx 10^3$, проводимость $\sigma \approx (10^{-12} - 10^{-13} \text{ Ом}^{-1}, \text{ см}^{-1})$) дает $\tau_M \approx (10^2 - 10^3) \text{ с}$. В обсуждаемых условиях устойчивая

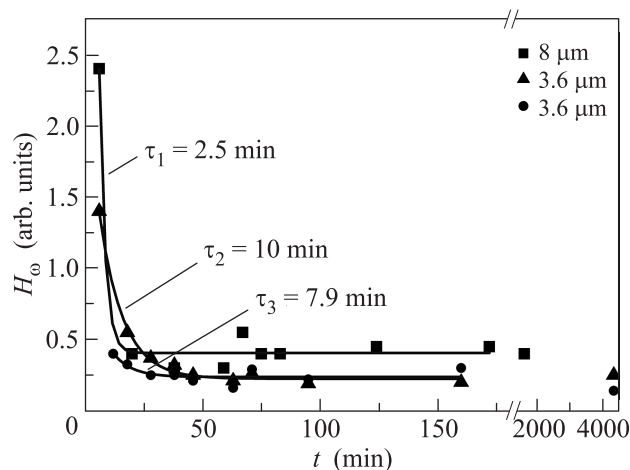


Рис. 6. Кинетика релаксации поперечных (квадраты и треугольники) и продольной (кружки) доменных решеток

решетка формируется при временах записи ≤ 6 мин, что близко к оценочной величине τ_M . Разумеется, эти оценки весьма приблизительны, поскольку здесь не учитываются вклад поверхностной проводимости и возможный вклад инжекции носителей из зонда [26]. Как указано выше, время распада одиночных встречных доменов составляет 8–10 ч, т.е. их устойчивость на порядки ниже устойчивости линейных встречных доменов. Резкое увеличение времени релаксации 1D и 2D доменных структур по сравнению с одиночными доменами наблюдалось и ранее при записи структур на полярной поверхности [9].

Наиболее важными результатами проведенной работы являются контролируемое создание доменов и доменных решеток типа “голова к голове” (“хвост к хвосту”) и обнаружение обратного переключения в релаксорном сегнетоэлектрике.

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (гранты # 11-02-0088а, 12-02-00596а) и частичной поддержке программы ОФН РАН “Фундаментальные проблемы фотоники и физика новых оптических материалов” и ГК 16.513.11.3142.

1. D. S. Hum and M. M. Fejer, *C. R. Physique*, **8**, 180 (2007).
2. W. Sohler, H. Hu, R. Ricken et al., *Optics and Photonic News* **24** (2008).
3. S. Sonoda, I. Tsuruma, and M. Hatori, *Appl. Phys. Lett.* **71**, 3048 (1997).
4. T. Kishino, R. F. Tavlykaev, and R. V. Ramaswamy, *Appl. Phys. Lett.* **76**, 3852 (2000).
5. L. Gui, H. Hu, M. Garcia-Granda, and W. Sohler, *Opt. Express* **17**, 3923 (2009).

6. L. S. Kokhanchik and D. V. Punegov, *Ferroelectrics* **373**, 69 (2008).
7. Л. С. Коханчик, М. В. Бородин, С. М. Шандаров и др., *ФТТ* **52**, 1602 (2010) [L. S. Kokhanchik, M. V. Borodin, S. M. Shandarov et al., *Phys. Solid State* **52**, 1722 (2010)].
8. H. Steigerwald, Y. J. Ying, R. W. Eason et al., *Appl. Phys. Lett.* **98**, 062902 (2011).
9. Р. В. Гайнутдинов, Т. Р. Волк, А. Л. Толстикова, Л. И. Ивлева, *Письма в ЖЭТФ* **86**, 299 (2007) [R. V. Gainutdinov, T. R. Volk, A. L. Tolstikhina, and L. I. Ivleva, *JETP Lett.* **86**, 268 (2007)].
10. R. V. Gainutdinov, T. R. Volk, O. A. Lysova et al., *Appl. Phys. B* **95**, 505 (2009).
11. L. V. Simagina, E. D. Mishina, S. V. Semin et al., *J. Appl. Phys.* **110**, 052015 (2011).
12. X. Vidal and J. Martorell, *Phys. Rev. Lett.* **97**, 013 902 (2006).
13. A. L. Kholkin, S. V. Kalinin, A. Roelofs, and A. Gruverman, *Review of Ferroelectric Domain Imaging by Piezoresponse Force Microscopy*, in: *Scanning Probe Microscopy. Electrical and Electromechanical Phenomena at the Nanoscale I* Springer, N.Y., 2007.
14. I. Ivleva, N. V. Bogodaev, N. M. Polozkov, and V. V. Osiko, *Opt. Mat.* **4**, 168 (1995).
15. А. В. Анкудинов, А. Н. Титков, *ФТТ* **47**, 1110 (2005) [A. V. Ankudinov and A. N. Titkov, *Phys. Solid State* **47**, 1148 (2005)].
16. С. О. Фрегатов, А. Б. Шерман, *Письма в ЖТФ* **23**, 54 (1997).
17. V. G. Zalesky and S. O. Fregatov, *Physica B* **371**, 151 (2006).
18. J. Mele, *Am. J. Phys.* **69**, 557 (2001).
19. G. Rosenman, P. Urensky, A. Agronin et al., *Appl. Phys. Lett.* **82**, 103 (2003).
20. В. В. Гладкий, В. А. Кириков, Т. Р. Волк, Л. И. Ивлева, *ЖЭТФ* **93**, 678 (2001) [V. V. Gladkii, V. A. Kirikov, T. R. Volk, and L. I. Ivleva, *JETP* **93**, 596 (2001)].
21. D. Viehland and Y.-H. Chen, *J. Appl. Phys.* **88**, 669, (2000).
22. P. Lehnen, W. Kleemann, Th. Woike, and R. Pankrath, *Phys. Rev. B* **64**, 224109 (2001).
23. W. Kleemann, *J. Material Science* **41**, 129 (2006).
24. А. К. Тагантцев, L. E. Cross, and J. Fousek, *Domains in Ferriic Crystals and Thin Films*, Springer Science, 2010.
25. В. М. Фридкин, *Сегнетоэлектрики-полупроводники*, М.: Наука, 1976 [V. M. Fridkin, *Ferroelectrics Semiconductors*, Consultant Bureau, N.Y. and London, 1980].
26. A. L. Kholkin, I. K. Bdikin, V. V. Shvartsman, and N. A. Pertsev, *Nanotechnology* **18**, 095502 (2007).
27. G. Catalan, J. Seidel, R. Ramesh, and J. F. Scott, *Rev. Mod. Phys.* **84**, 119 (2012).