



**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2008119933/28, 21.05.2008

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
21.05.2008

(45) Опубликовано: 27.10.2009 Бюл. № 30

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: DE 4029852 A, 26.03.1992. US 5193023 A,
09.03.1993. US 2003116424 A1, 26.06.2003. SU
1185291 A, 15.10.1985. RU 2044337 C1,
20.09.1995.

Адрес для переписки:

620077, г.Екатеринбург, ул. 8 Марта, 2-22,
В.Я. Шуру

(72) Автор(ы):

**Шур Владимир Яковлевич (RU),
Батурин Иван Сергеевич (RU),
Негашев Станислав Александрович (RU),
Кузнецов Дмитрий Константинович (RU)**

(73) Патентообладатель(и):

**ГОУ ВПО Уральский Государственный
Университет им. А.М. Горького (RU),
Общество с ограниченной
ответственностью "Лабфер" (RU)****(54) СПОСОБ ФОРМИРОВАНИЯ ДОМЕННОЙ СТРУКТУРЫ В МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ ПЛАСТИНЕ НЕЛИНЕЙНО-ОПТИЧЕСКОГО СЕГНЕТОЭЛЕКТРИКА**

(57) Реферат:

Изобретение относится к нелинейной оптике и оптоэлектронике и может быть использовано в оптических системах записи и считывания информации, в волоконно-оптической связи и в лазерных проекционных системах. Способ включает воздействие высокого напряжения, которое прикладывают между металлическими электродами, расположенными на противоположных полярных гранях пластины. Один из электродов выполнен в виде структуры, состоящей из полос определенной конфигурации (полосовой электрод). На поверхность пластины с полосовым электродом воздействуют, по меньшей мере, одиночным импульсом лазерного излучения. Высокое напряжение прикладывают между

электродами одновременно или после воздействия импульса лазерного излучения. При этом выбирают такие параметры импульса лазерного излучения, которые не приводят к испарению полосового электрода. На поверхность пластины с полосовым электродом можно многократно воздействовать импульсами лазерного излучения. Величина высокого напряжения, прикладываемого между электродами одновременно с воздействием импульса лазерного излучения, не превышает коэрцитивное значение. Изобретение позволяет формировать сквозные доменные структуры в монокристаллической пластине нелинейно-оптического сегнетоэлектрика в точном соответствии с рисунком полосового электрода. 7 з.п. ф-лы, 5 ил.

RU 2 371 746 C1

RU 2 371 746 C1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(12) ABSTRACT OF INVENTION(21), (22) Application: **2008119933/28, 21.05.2008**(24) Effective date for property rights:
21.05.2008(45) Date of publication: **27.10.2009 Bull. 30**

Mail address:

**620077, g.Ekaterinburg, ul. 8 Marta, 2-22, V.Ja.
Shuru**

(72) Inventor(s):

**Shur Vladimir Jakovlevich (RU),
Baturin Ivan Sergeevich (RU),
Negashev Stanislav Aleksandrovich (RU),
Kuznetsov Dmitrij Konstantinovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**GOU VPO Ural'skij Gosudarstvennyj Universitet
im. A.M. Gor'kogo (RU),
Obshchestvo s ogranichennoj otvetstvennost'ju
"Labfer" (RU)****(54) METHOD OF FORMING DOMAIN STRUCTURE IN SINGLE-CRYSTAL WAFER OF NON-LINEAR OPTICAL FERROELECTRIC MATERIAL**

(57) Abstract:

FIELD: physics.

SUBSTANCE: method involves effect of high voltage, which is applied across metal electrodes placed on opposite polar faces of the wafer. One of the electrodes is in form of a structure consisting of a strip with defined configuration (strip electrode). The surface of the wafer with the strip electrode is exposed to at least one pulse of laser radiation. High voltage is applied across the electrodes simultaneously or after the pulse of laser radiation. Parametres of the pulse of laser radiation

are chosen such that, they to not result in evaporation of the strip electrode. The surface of the wafer with the strip electrode can be repeatedly exposed to pulses of laser radiation. The value of high voltage applied across the electrodes simultaneously with exposure to the pulse of laser radiation does not exceed the coercive value.

EFFECT: invention allows for formation of through-domain structures in a single-crystal wafer of non-linear optical ferroelectric material, exactly matching the figure of the strip electrode.

8 cl, 5 dwg

Изобретение относится к нелинейной оптике и оптоэлектронике, в частности к области нелинейно-оптического преобразования частоты лазерного излучения, и может быть использовано в оптических системах записи и считывания информации, в волоконно-оптической связи и в лазерных проекционных системах.

5 Формирование доменной структуры в нелинейно-оптическом сегнетоэлектрике является одним из способов создания элементов для преобразования частоты лазерного излучения, например, для создания эффективных недорогих источников лазерного излучения в сине-зеленой части оптического спектра [W.P.Risk, 10 T.R.Gosnell, A.V.Nurmicco. Compact blue-green Lasers. - Cambridge: Cambridge University Press, 2003. - 540 с.].

Известен способ формирования доменной структуры в кристалле калий-титанил-фосфата для нелинейного преобразования частоты лазерного излучения (патент РФ №2044337 С1, МПК7 С30В 33/02, С30В 33/04, С30В 33/00, Н01L 15 41/00, С30В 29/30) путем формирования доменной структуры, состоящей из сегнетоэлектрических доменов противоположной ориентации с периодом, определяемым разностью волновых векторов излучения основной и преобразованной частоты. На поверхность кристалла наносят пленку из материала, имеющего 20 коэффициент теплового расширения и значение электропроводности, отличные от тех же параметров кристалла, а доменную структуру формируют либо с помощью нагрева до 850°С и охлаждения до комнатной температуры либо только путем охлаждения кристалла калий-титанил-фосфат ниже комнатной температуры. Из-за 25 разницы коэффициентов теплового расширения между диэлектриком и кристаллом в подложке возникают растягивающие и сжимающие механические напряжения, приводящие вследствие пьезоэлектрического эффекта к возникновению знакопеременного электрического поля, имеющего компоненту, направленную 30 противоположно вектору спонтанной поляризации кристалла. Создаваемые по данному способу доменные структуры являются приповерхностными, что не позволяет использовать их для создания источников лазерного излучения высокой мощности из-за оптического повреждения, вызванного высокой плотностью 35 лазерного излучения. Кроме того, данный способ использует тот факт, что высокая проводимость калий-титанил-фосфата (в 10^3 - 10^4 раз больше, чем у ниобата лития), препятствует образованию доменов в области, не покрытой пленкой. Это не позволяет использовать данный способ в материалах с низкой проводимостью, например в ниобате лития или танталате лития.

Известен способ формирования доменных структур в ниобате лития прямой 40 записью сфокусированным электронным пучком (H.Ito, S.Takyu, H.Inaba. Fabrication of periodic domain grating in LiNbO₃ by electron beam writing for application of nonlinear optical processes. Electronics Letters, 1991, V.27, P.1221-1222). В данном способе на одну из полярных поверхностей (+z) пластины нелинейно-оптического сегнетоэлектрика ниобата лития наносят сплошную металлическую маску, например Cr. На вторую 45 полярную поверхность воздействуют сфокусированным электронным пучком. При этом в месте воздействия пучка образуется домен противоположного направления поляризации. Таким образом, задавая путь перемещения сфокусированного пучка по поверхности, можно создавать доменную структуру определенной конфигурации.

50 Недостатками способа являются невозможность поляризовать кристаллы толщиной более 0,2-0,5 мм, невозможность получать доменные структуры площадью более 1 см² и сравнительно большое время, необходимое для создания доменных структур из-за использования последовательной записи.

Наиболее близким по технической сущности и достигаемому эффекту к настоящему способу является способ формирования доменной структуры в нелинейно-оптической пластине сегнетоэлектрика с помощью электрического поля (Патент США 5193023, G02F 1/03; G11C 11/22, опубликованный 09.03.1993) (прототип). Способ
5 включает следующие этапы: на противоположных полярных поверхностях пластины формируют электроды, хотя бы один из которых выполняется по определенному рисунку (конфигурации), полосовой электрод. Затем к электродам прикладывают напряжение, приводящее к формированию доменной структуры в соответствии с
10 конфигурацией полосового электрода. Варианты способа предусматривают приложение постоянного напряжения или импульса напряжения между электродами. Защищен также вариант нанесения одного из электродов по определенному рисунку на дополнительный слой диэлектрического материала, наносимого на
15 соответствующую поверхность пластины.

Согласно этому способу приложение электрического напряжения между электродами приводит к перевертыванию направления спонтанной поляризации сегнетоэлектрика и формированию доменов в областях, соответствующих рисунку электрода. Известная технология фотолитографии позволяет создавать произвольный
20 рисунок электрода с высокой точностью и воспроизводимостью.

Дополнительное нанесение диэлектрической пленки перед нанесением электрода позволяет избежать повреждения кристалла при прохождении тока в процессе приложения электрического напряжения.

Защищен также вариант, предусматривающий дополнительный нагрев образца до температуры в диапазоне от 150 до 1200°C для уменьшения величины коэрцитивного поля.

Недостатком прототипа является уширение образующихся доменов за пределы отдельных полос электрода, что не позволяет создавать домены с геометрическими параметрами (формой и размерами), точно соответствующими рисунку электрода, а также ограничивает минимальный период структуры (не менее 2 мкм). Кроме того, в ниобате лития, легированном MgO, за счет пространственной неоднородности легирования формирование доменов под полосовым электродом происходит не
30 одновременно, что приводит к разрастанию ранее образовавшихся доменов за пределы отдельных полос электрода, в то время как позднее образовавшиеся еще не достигают краев отдельных полос электрода.

Таким образом, задачей изобретения является создание прецизионного способа одновременного формирования доменной структуры в монокристаллической
40 пластине нелинейно-оптического сегнетоэлектрика с геометрическими параметрами, соответствующими рисунку полосового электрода.

Предлагаемый нами способ формирования доменной структуры в монокристаллической пластине нелинейно-оптического сегнетоэлектрика включает воздействие на нее высокого напряжения, приложенного между металлическими
45 электродами, расположенными на противоположных полярных гранях пластины, причем один из них выполняют в виде полос определенной конфигурации (полосовой электрод) для формирования доменной структуры соответствующей конфигурации. На поверхность пластины с полосовым электродом воздействуют, по меньшей мере,
50 одиночным импульсом лазерного излучения, обеспечивающим неоднородный нагрев поверхностного слоя пластины и образование под полосовым электродом приповерхностных доменов при последующем охлаждении после окончания импульса лазерного излучения, а высокое напряжение прикладывают между электродами

одновременно или после воздействия импульса лазерного излучения, в результате чего формируется доменная структура, точно соответствующая рисунку полосового электрода.

5 На поверхность монокристаллической пластины нелинейно-оптического сегнетоэлектрика с полосовым электродом можно воздействовать многократно.

В качестве нелинейно-оптического сегнетоэлектрика можно использовать ниобат лития или ниобат лития, легированный MgO. В качестве нелинейно-оптического сегнетоэлектрика можно использовать танталат лития или танталат лития,
10 легированный MgO.

Параметры импульса лазерного излучения для облучения монокристаллической пластины нелинейно-оптического сегнетоэлектрика выбирают так, чтобы не происходило испарение полосового электрода.

15 Высокое напряжение, прикладываемое между электродами одновременно с воздействием импульса лазерного излучения, может не превышать коэрцитивное значение.

Сущность изобретения поясняется следующим образом. Монокристаллический нелинейно-оптический сегнетоэлектрик, например ниобат лития или танталат лития,
20 является материалом, имеющим в некотором диапазоне температур спонтанную поляризацию, направление которой можно изменять с помощью внешних воздействий, например с помощью приложения электрического поля. Спонтанная поляризация в таких материалах может принимать только определенные направления
25 вдоль одной или более полярных осей. В частности, ниобат лития и танталат лития являются одноосными монокристаллами, таким образом имея только два возможных направления поляризации. Переключение поляризации в таких материалах происходит за счет формирования и роста областей с противоположным направлением поляризации - доменов.

30 Воздействие импульсом лазерного излучения на поверхность пластины с нанесенным полосовым электродом приводит к поглощению энергии излучения полосовым электродом и монокристаллической пластиной оптически-нелинейного сегнетоэлектрика. Так как коэффициент поглощения металлического электрода существенно выше, чем у материала пластины, то происходит более сильный нагрев
35 полосового электрода по сравнению с материалом пластины. Неоднородный нагрев поверхностного слоя пластины, например, может быть обеспечен различием коэффициентов поглощения и подбором такой длительности импульса лазерного излучения, при которой за время импульса не происходит существенного
40 выравнивания температуры вдоль поверхности пластины за счет температуропроводности. Таким образом, достигается более сильный нагрев поверхностного слоя пластины в области под полосовым электродом по сравнению с областями, не покрытыми электродом, что является важной особенностью данного способа. После окончания импульса лазерного излучения температура пластины в
45 областях под полосовым электродом уменьшается за счет изменения температуры в поверхностном слое, что приводит к увеличению спонтанной поляризации и появлению пирозлектрического поля в направлении, противоположном спонтанной поляризации. Возникающее пирозлектрическое поле приводит к формированию
50 приповерхностных доменов.

Проведенный нами расчет пространственного распределения проекции пирозлектрического поля на полярную ось, возникающего при охлаждении после неоднородного нагрева поверхности пластины с полосовыми электродами в

результате воздействия импульса лазерного излучения, показал наличие следующих особенностей:

- под краями полос полосового электрода возникает максимальное значение проекции на полярную ось пироэлектрического поля, способствующего
5 формированию приповерхностных доменов;

- знак проекции пироэлектрического поля на полярную ось между полосами
полосового электрода препятствует переключению поляризации, что приводит к
подавлению роста формирующихся приповерхностных доменов за пределы
10 электродов. Формирование приповерхностных доменов в результате воздействия
импульса лазерного излучения существенно улучшает пространственную
однородность процесса формирования доменной структуры, что позволяет создавать
доменную структуру, точно соответствующую рисунку полосового электрода.

На Фиг.1 показана схема образования приповерхностных доменов под краями
15 полос полосового электрода: 1 - пластина нелинейно-оптического сегнетоэлектрика с
нанесенным на одну из поверхностей полосовым электродом 2 и сплошным
электродом 3 на другую поверхность. На поверхность, покрытую полосовым
электродом 2, воздействуют импульсом лазерного излучения 4, в результате чего под
20 краями полос образуются приповерхностные домены 5.

Таким образом, импульсное воздействие лазерным излучением приводит к
образованию приповерхностных доменов под краями полос полосового электрода, не
выходящих за пределы полос. Одновременное или последующее приложение высокого
напряжения между электродами приводит к разрастанию, слиянию и прорастанию
25 сквозь пластину образовавшихся доменов, что приводит к формированию сквозной
доменной структуры, соответствующей рисунку полосового электрода. На Фиг.2
показана схема формирования сквозной доменной структуры 7 при приложении
высокого напряжения б между электродами 2 и 3, нанесенными на поверхности
30 пластины 1.

На поверхность монокристаллической пластины нелинейно-оптического
сегнетоэлектрика с полосовым электродом при необходимости можно многократно
воздействовать импульсами лазерного излучения. Например, для увеличения
плотности приповерхностных доменов под полосовым электродом.

В качестве нелинейно-оптического сегнетоэлектрика можно использовать,
35 например, ниобат лития или ниобат лития, легированный MgO. Ниобат лития является
одним из наиболее актуальных материалов для применений в нелинейной оптике за
счет большого значения нелинейно-оптического коэффициента. Важно то, что ниобат
лития оптического качества производится промышленно в виде кристаллов
40 диаметром до 100 мм. Легирование ниобата лития MgO существенно увеличивает
порог оптического повреждения, что позволяет, например, применять его для
создания мощных лазеров, излучающих в сине-зеленой части спектра.

В качестве нелинейно-оптического сегнетоэлектрика можно использовать,
45 например, танталат лития или танталат лития, легированный MgO. Танталат лития
также является одним из наиболее актуальных материалов для применений в
нелинейной оптике за счет большого значения нелинейно-оптического коэффициента.
Важно, что танталат лития оптического качества также производится промышленно в
50 виде кристаллов диаметром до 76 мм. Отличительная особенность танталата лития по
сравнению с ниобатом лития заключается в сдвиге края поглощения (длина волны,
соответствующая границе области оптического спектра, в которой материал
существенно поглощает оптическое излучение) в стороны меньших длин волн, что

позволяет получать излучение в области ближнего ультрафиолета. Легирование танталата лития MgO существенно увеличивает порог оптического повреждения, что позволяет, например, применять его для создания мощных лазеров, излучающих в сине-зеленой и ближней ультрафиолетовой частях спектра.

5 Для реализации способа выбирают такие параметры импульса лазерного излучения для облучения монокристаллической пластины нелинейно-оптического сегнетоэлектрика, которые не приводят к испарению материала полосового электрода. Испарение материала полосового электрода не позволяет реализовать
10 одновременное или последующее приложение электрического поля для формирования доменной структуры, состоящей из сквозных доменов. Такими параметрами импульса могут быть, например, длина волны излучения, длительность импульса и плотность энергии излучения.

15 Для реализации способа можно выбирать такое высокое напряжение, прикладываемое между электродами одновременно с воздействием импульса лазерного излучения, которое не превышает значения коэрцитивного напряжения материала пластины. В предлагаемом способе прикладываемое высокое напряжение необходимо только для разрастания, слияния и прорастания сквозь пластину
20 приповерхностных доменов, формирующихся в результате воздействия импульсом лазерного за счет пирозлектрического поля, в то время как в прототипе формирование доменной структуры происходит за счет приложения высокого напряжения выше коэрцитивного значения.

Изобретение поясняется примером реализации предлагаемого способа.

25 В качестве монокристаллической пластины нелинейно-оптического сегнетоэлектрика берут плоскопараллельную монокристаллическую пластину ниобата лития, легированного 5% MgO, толщиной 1 мм и диаметром 76 мм, вырезанную перпендикулярно полярной оси и отполированную. На Z^+ поверхность
30 пластины известным методом фотолитографии формируют полосовой электрод, состоящий из периодически расположенных полос с периодом 6.95 мкм и шириной 1.5 мкм, толщиной 100 нм. При этом размеры области, на которую наносится полосовой электрод, задают, например, 5×10 мм. Полосы электрода ориентируют вдоль Y кристаллографического направления пластины. В качестве материала электродов
35 используют Sr или Al, который наносят с помощью электронно-лучевого испарения в вакууме непосредственно на поверхность пластины или на подслой Sr для улучшения адгезии.

Поверхность пластины с полосовым электродом облучают импульсом
40 инфракрасного лазерного излучения, например, с длиной волны 10.6 мкм и длительностью импульса 200 мкс. Плотность энергии лазерного излучения выбирают равной, например, 5 Дж/см² при диаметре пятна 3 мм. Для используемых импульсов лазерного излучения и материала полосового электрода плотность энергии, при
45 которой наблюдалось испарение электрода, составила 7 Дж/см². В результате облучения под полосовым электродом формируются приповерхностные домены (Фиг.3). На Фиг 3 видны отдельные приповерхностные домены, образовавшиеся под краями отдельных полос полосового электрода.

При многократном воздействии импульсами лазерного излучения, например 20
50 импульсов с паузой между ними 5 секунд, увеличивается плотность образующихся приповерхностных доменов (Фиг.4).

К электродам прикладывают программируемую серию однополярных прямоугольных импульсов высокого напряжения с амплитудой 1.5 кВ и

длительностью 15 мс (коэрцитивное напряжение в данном материале составляет 5 кВ для пластины толщиной 1 мм (см. H.Ishizuki, I.Shoji, T.Taira, Periodical poling characteristics of congruent MgO : LiNbO₃ crystals at elevated temperature // Applied Physics Letters. - 2003. - V.82, №23. - P.4062-4064). В результате приложения электрического напряжения разрастаются, сливаются и прорастают вглубь пластины приповерхностные домены, образовавшиеся в результате облучении импульсом лазерного излучения. В результате формируется структура, состоящая из периодически расположенных сквозных полосовых доменов, в соответствии с рисунком полосового электрода. На Фиг.5а,б показаны примеры изображений доменной структуры на Z⁺ поверхности пластины (Фиг.5а,б) и на поперечном сечении пластины (Фиг.5а,б), полученных в результате воздействия импульсного лазерного излучения и последующего приложения электрического поля.

Доменная структура наблюдалась с помощью известных методик оптической микроскопии после удаления электродов химическим травлением и известного метода селективного химического травления пластины концентрированной плавиковой кислотой (HF) в течение 5 минут.

Танталат лития является материалом изоморфным ниобату лития, в связи с чем формирование доменной структуры в соответствии с описанным способом происходит аналогично.

Таким образом, предлагаемый способ позволяет формировать сквозные доменные структуры в монокристаллической пластине нелинейно-оптического сегнетоэлектрика в точном соответствии с рисунком полосового электрода, например периодические полосовые структуры для нелинейно-оптического преобразования частоты лазерного излучения, что может быть использовано в оптических системах записи и считывания информации, в волоконно-оптической связи и в лазерных проекционных системах.

Формула изобретения

1. Способ формирования доменной структуры в монокристаллической пластине нелинейно-оптического сегнетоэлектрика путем воздействия на нее высоким напряжением, приложенным между металлическими электродами, расположенными на противоположных полярных гранях пластины, причем один из них выполнен в виде структуры, состоящей из полос определенной конфигурации (полосовой электрод), для формирования доменной структуры соответствующей конфигурации, отличающийся тем, что на поверхность пластины с полосовым электродом воздействуют, по меньшей мере, одиночным импульсом лазерного излучения, обеспечивающим неоднородный нагрев поверхностного слоя пластины и образование под полосовым электродом приповерхностных доменов при последующем охлаждении после окончания импульса лазерного излучения, а высокое напряжение прикладывают между электродами одновременно или после воздействия импульса лазерного излучения, в результате чего формируется доменная структура, состоящая из сквозных доменов в точном соответствии с рисунком полосового электрода.

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что на поверхность монокристаллической пластины нелинейно-оптического сегнетоэлектрика с полосовым электродом воздействуют многократно.

3. Способ по п.1, отличающийся тем, что в качестве нелинейно-оптического сегнетоэлектрика используют ниобат лития.

4. Способ по п.1, отличающийся тем, что в качестве нелинейно-оптического сегнетоэлектрика используют ниобат лития, легированный MgO.

5. Способ по п.1, отличающийся тем, что в качестве нелинейно-оптического сегнетоэлектрика используют танталат лития.

6. Способ по п.1, отличающийся тем, что в качестве нелинейно-оптического сегнетоэлектрика используют танталат лития, легированный MgO.

5 7. Способ по п.1, отличающийся тем, что выбирают такие параметры импульса лазерного излучения для облучения монокристаллической пластины нелинейно-оптического сегнетоэлектрика, которые не приводят к испарению полосового электрода.

10 8. Способ по п.1, отличающийся тем, что высокое напряжение, прикладываемое между электродами одновременно с воздействием импульса лазерного излучения, не превышает коэрцитивное значение.

15

20

25

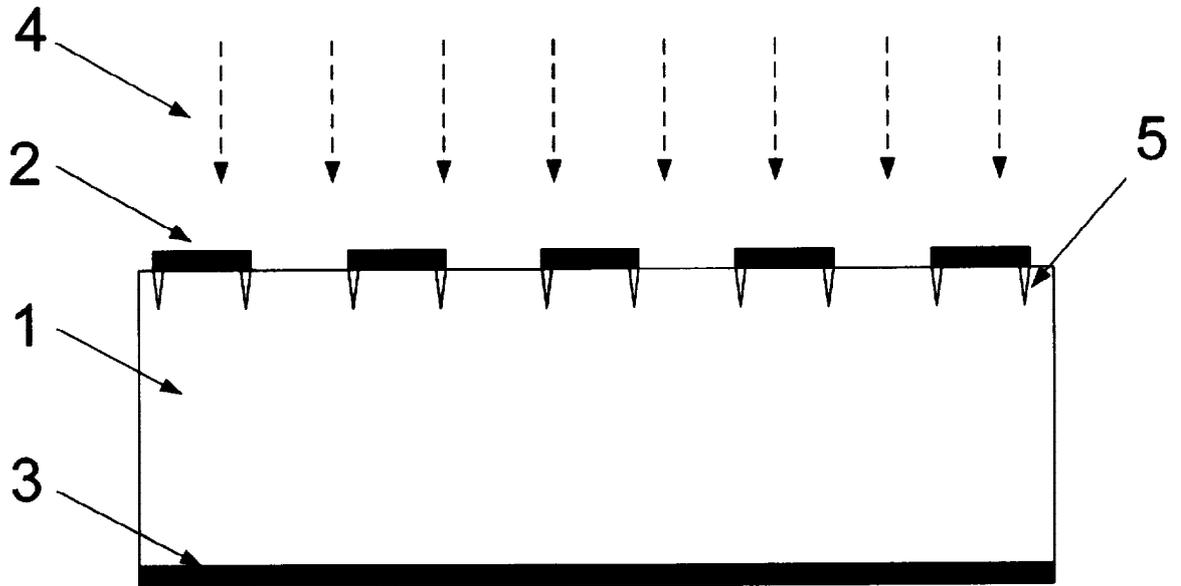
30

35

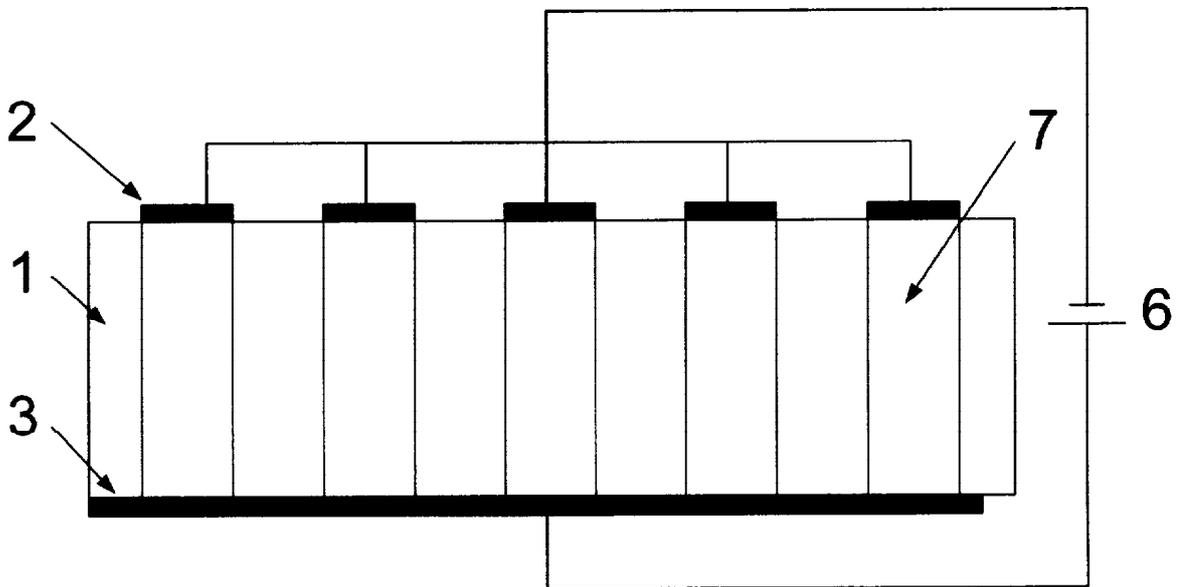
40

45

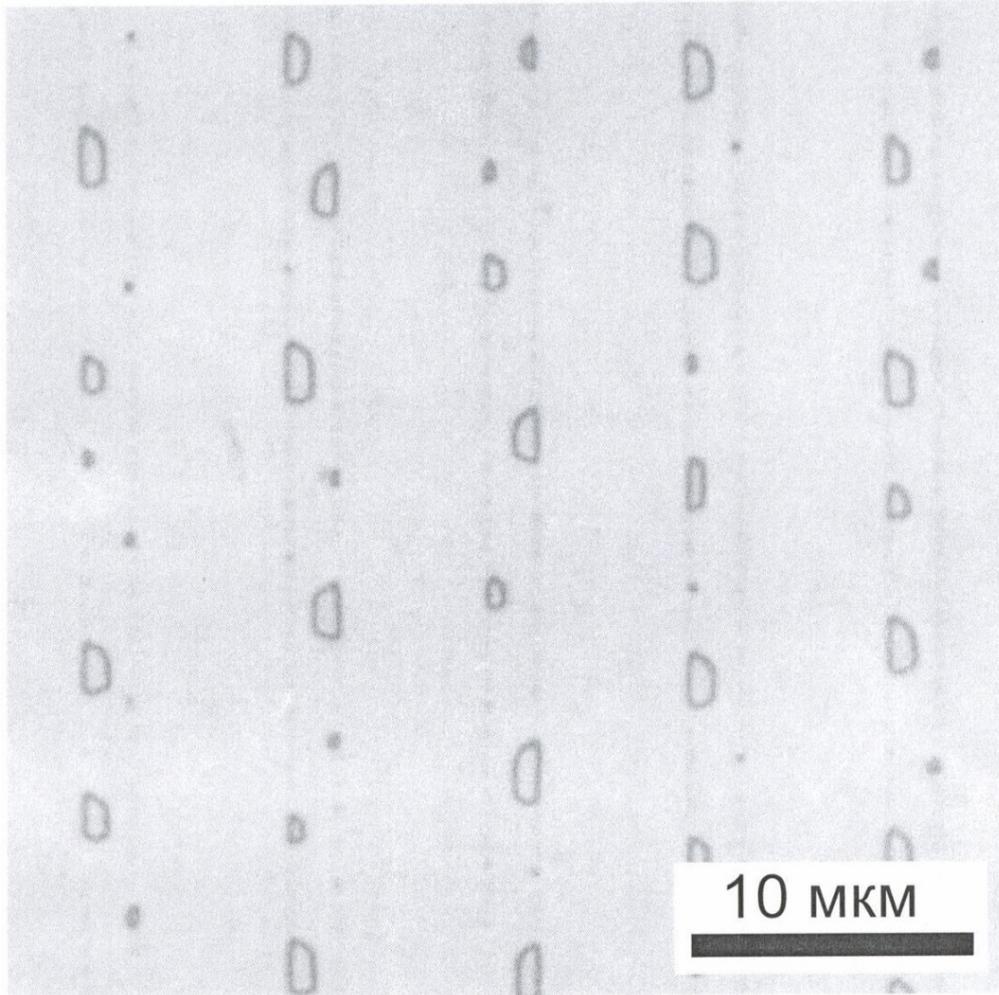
50



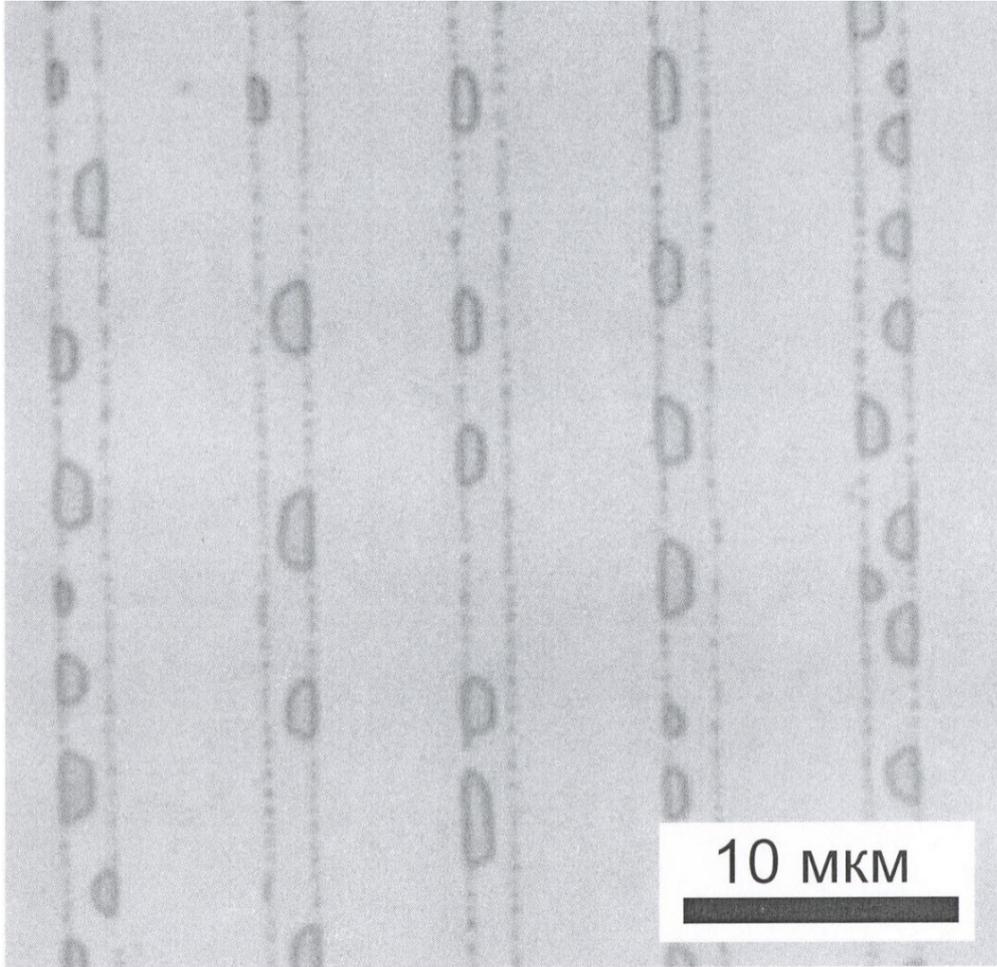
Фиг. 1



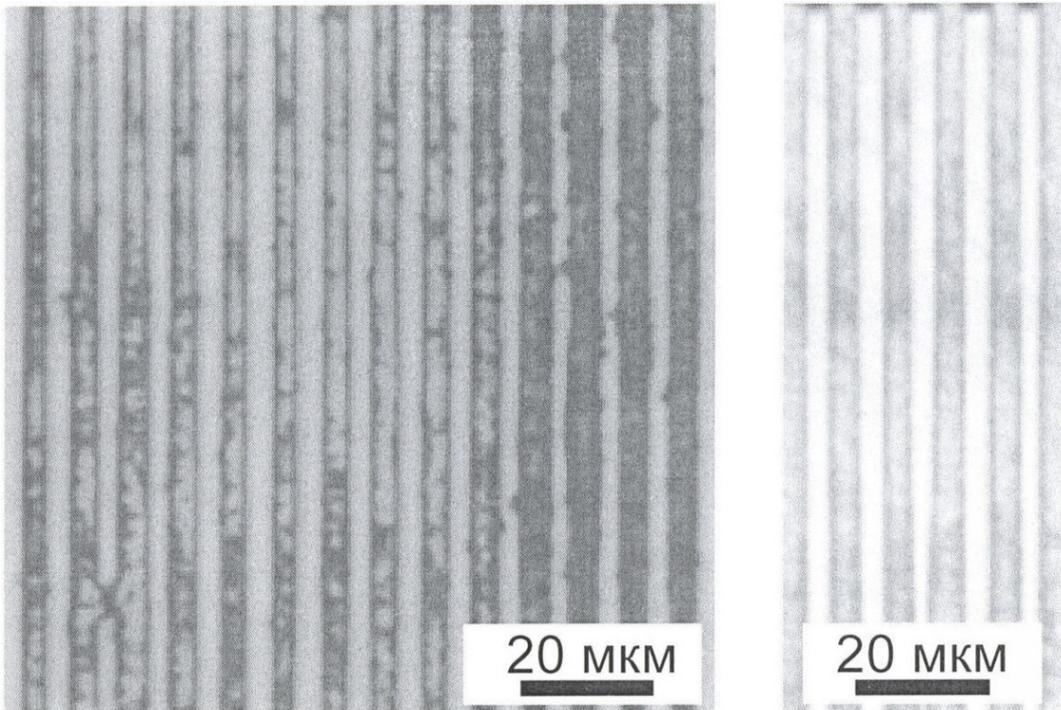
Фиг. 2



Фиг. 3



Фиг. 4



а

б

Фиг. 5