

ИССЛЕДОВАНИЕ ПОВЕРХНОСТНОЙ ГЕТЕРОГЕННОСТИ ТОПОГРАФИЧЕСКОЙ И ЭЛЕКТРИЧЕСКОЙ ПРИРОДЫ МЕТОДОМ АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ НА ПРИМЕРЕ ТРИГЛИЦИНСУЛЬФАТА

© 2013 г. А. Л. Толстихина, Р. В. Гайнутдинов, Н. В. Белугина, К. Л. Сорокина

Институт кристаллографии РАН, Москва

E-mail: alla@ns.crys.ras.ru

Поступила в редакцию 10.07.2013 г.

Кристаллы триглицинсульфата с идеальной плоскостью спайности (010) использованы как модельные объекты для выявления проблем интерпретации АСМ-изображений зарядово-неоднородной поверхности. Обнаружены особенности микрорельефа двух типов — линзовидные образования с разного рода контрастом и округлые выступы/впадины разного размера, но фиксированной высоты. Изучение их эволюции при изменении температуры, приложении электрического поля, механических воздействиях позволило отделить элементы рельефа от доменной структуры кристалла. Предлагаемая интерпретация подтверждена результатами мультимодовой АСМ. Изучены особенности изображений динамических доменов и состаренных доменов, не способных к переполаризации. Измеряемая в АСМ ширина доменной стенки зависит от применяемой методики и специфики взаимодействия зонда с поверхностью и варьируется от 9 до 2000 нм. Наиболее достоверные данные по ширине доменной стенки в кристаллах триглицинсульфата дает метод микроскопии пьезоотклика, и она составляет не более 30 нм.

DOI: 10.7868/S0023476113060258

ВВЕДЕНИЕ

Среди столь разнообразных объектов исследования атомно-силовой микроскопии (АСМ) одними из первых были сегнетоэлектрики [1, 2]. Изучение их поверхности методом АСМ открывает уникальную возможность сочетать контроль особенностей микрорельефа с анализом доменной структуры в статике и динамике. Можно без преувеличения сказать, именно потребности последнего стали стимулом к разработке одного из вариантов электрической модификации АСМ — микроскопии пьезоэлектрического отклика. В этой методике измеряется сигнал локального электромеханического отклика, и именно она сейчас вышла на первый план при исследовании процессов доменообразования в сегнетоэлектриках [3]. Однако при всей практической важности подобных работ, ориентированных на создание регулярных доменных структур для задач нелинейной оптики, записи информации и др., с точки зрения распространенности классическая АСМ не теряет своих лидирующих позиций. Сегнетоэлектрики позволяют наиболее четко выявлять проблемы, которые возникают при интерпретации АСМ-изображений микрорельефа зарядово-неоднородной поверхности. Под этим углом зрения систематизированы экспериментальные данные исследования полярной поверх-

ности кристаллов триглицинсульфата (TGS), полученные в течение ряда лет.

Сегнетоэлектрические кристаллы группы TGS обладают высокими значениями пьезокоэффициента и используются в приемниках ИК-излучения высокой чувствительности. В контексте данной работы они представляли интерес прежде всего как модельные материалы для изучения влияния электрической неоднородности поверхности на АСМ-изображения и разработки методов разделения различных вкладов в контраст.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДИКИ

Кристалл TGS $(\text{NH}_3^+ \text{CH}_2\text{COOH})_2(\text{NH}_3^+ \text{CH}_2\text{COO}^-) \text{SO}_4^{2-}$ можно считать идеальным объектом для изучения методом АСМ, поскольку он обладает совершенной спайностью в плоскости (010), а вектор спонтанной поляризации направлен перпендикулярно этой плоскости. Поэтому при его расколе удается получать образцы с атомарно-гладкой поверхностью, на которой в сегнетоэлектрической фазе присутствуют области с положительным и отрицательным зарядом. Удобной для эксперимента оказывается и низкая температура Кюри $T_C = 49.5^\circ\text{C}$. Объектами проведенного исследования служили кристаллы номинально “чистого” TGS, выращенные при температурах выше

температуры Кюри методом испарения при постоянной температуре и методом понижения температуры, как свежеприготовленные, так и отожженные (в течение 2 ч при 110°C), а также состаренные в течение нескольких лет (при комнатной температуре без внешних воздействий). Кроме того, изучались кристаллы различной степени дефектности со специально введенными примесями, полученные методом снижения температуры — дейтерированного триглицинсульфата (DTGS) и LADTGS + ADP (*L* — аланин, α -аланин с добавлением $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$), которые содержат примеси замещения, и TGS-Cr, в котором атомы хрома занимают позицию примеси внедрения. Все кристаллы выращены в ИКРАН.

Для проведения исследований на микроскопах из кристаллов вырезались определенным образом ориентированные бруски, которые раскалывались на воздухе на образцы толщиной 1.5–2 мм вдоль плоскостей спайности. АСМ-исследования проводились на микроскопах фирмы НТ-МДТ (Зеленоград) Solver P4 с кантилеверами из Si_3N_4 ($l = 85$ мкм, $f \sim 120$ кГц, $R \leq 50$ нм, $k = 0.3\text{--}0.8$ Н/м) в контактном режиме (топография и боковые силы), Solver P47 и NTEGRA Prima с кремниевыми кантилеверами марки NSC11 ($f \sim 60$ кГц, $R \leq 10$ нм, $k \sim 3$ Н/м для контактного режима — топография и боковые силы; $f \sim 330$ кГц, $R \leq 10$ нм, $k \sim 48$ Н/м для прерывисто-контактного режима — топография, фазовый контраст). Для стандартных электрических модификаций АСМ использовались кремниевые кантилеверы с проводящим покрытием Pt/Ti марки CSC21 ($f \sim 105$ кГц, $R \leq 40$ нм, $k \sim 2.0$ Н/м). Для контроля параметров окружающей среды и обеспечения воспроизводимости результатов приборы размещались в условиях искусственного климата в метрологических измерительных комплексах TRACKPORE ROOM-02 и TRACKPORE ROOM-05.

Влияние температуры на состояние поверхности образцов позволяет изучать специальный температурный столик (НТ-МДТ), обеспечивающий нагрев до 150°C с шагом 0.1°. В эксперименте температура изменялась в пределах от 20 до 80°C с шагом 5–10°. Подвод кантилевера к поверхности осуществлялся через 3–5 мин после изменения температуры столика в целях стабилизации амплитуды колебаний кантилевера. Чтобы изучать воздействие внешнего электрического поля, на образец между электродами из проводящего скотча подавалось напряжение постоянного тока в диапазоне от –10 до +10 В с шагом 2 В. При используемых толщинах образцов прикладываемое поле превышало коэрцитивное в несколько раз, что гарантировало процесс поляризации.

Для визуализации сегнетоэлектрических доменов привлекали также комплекс специальных электрических методик АСМ, реализованных в микроскопе NTEGRA Prima (мультимодовую

АСМ) — сканирующую микроскопию Кельвина (СМК), электростатическую силовую микроскопию (ЭСМ), микроскопию пьезоэлектрического отклика (МПО) и сканирующую резистивную микроскопию (СРМ).

РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТА

Если отвлечься от террас скола, которые присутствуют на неудачно расколотых образцах и легко визуализируются, можно сказать, что на топографических АСМ-изображениях поверхностей скола TGS устойчиво наблюдались особенности двух морфологических типов: линзовидные образования различного размера (от одного до десятков микрометров) и округлые выступы (островки) и впадины (ямки) разного латерального размера (от десятка нанометров до нескольких микрометров), но фиксированной высоты, составляющей 0.63 нм — половину параметра кристаллической решетки в направлении оси *b* (вдоль вектора поляризации). Детали регистрируемого рельефа могли проявляться по-разному в зависимости от режима съемки, а для разных образцов существенно зависели от их предыстории.

При использовании контактного режима линзовидные образования отчетливо визуализируются в режиме регистрации боковых сил (рис. 1а); в режиме топографии они различимы хуже и обнаруживаются лишь в состаренных кристаллах, и их слабый контраст нестабилен. На их границах фиксируется перепад высот в 0.3–3 нм, ширина самой границы варьируется в пределах 9–300 нм. Изменение температуры и приложение электрического поля не оказывают воздействия на данные топографические особенности, зато многократное сканирование может ухудшить контраст.

В прерывисто-контактном режиме линзовидные детали выделяются за счет своих ярко светящихся границ (квазивыступов, рис. 1б) для обоих вариантов метода — топографического и фазового (последний, однако, оказывается предпочтительнее, так как для первого границы могут оказаться трудно различимыми в присутствии развитого рельефа, например сколовых террас). Разница в высотах между поверхностями окружающего фона и самой “линзы” при этом обычно отсутствует, а контраст на границе определяется установочными параметрами режима, причем неоднозначным образом. Так, зависимости измеряемой высоты границы от амплитуды колебаний кантилевера при разнонаправленном изменении амплитуды не совпадают (рис. 2). Влияет на величины параметров границы и проводимость зонда. Например, для одного и того же образца при использовании кремниевого зонда регистрируемая “высота” границы, которая практически постоянна по всей площади образца, составила 15.5 нм, ее ширина — 2000 нм, а для зонда, покрытого платиной,

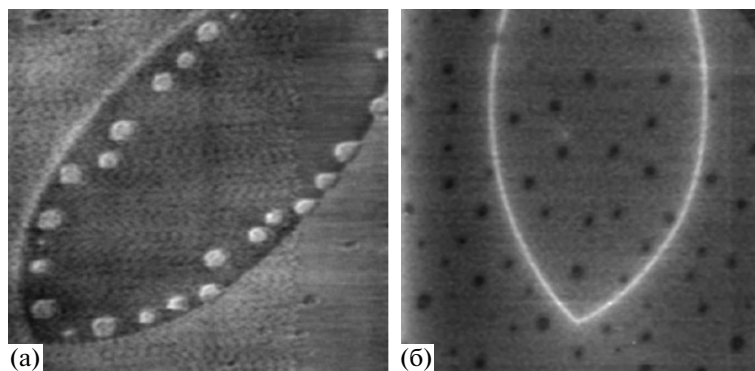


Рис. 1. Изображение линзовидных доменов в униполярном кристалле TGS: а – получено в контактном режиме (регистрация боковых сил) при направлении сканирования $+X$. Размер области сканирования $3200 \times 3200 \text{ нм}^2$, б – в прерывисто-контактном режиме. Размер области сканирования $18500 \times 18500 \text{ нм}^2$.

– 4.5 и 700 нм соответственно. Линзовидные образования эволюционируют во времени – при снятии повторных изображений через 15 мин часть мелких линз исчезает, а крупные увеличиваются в размерах. Происходит перестройка структуры и при повышении температуры (рис. 3) – наблюдается интенсивное перемещение ярко светящихся линий, линзы увеличиваются в размерах, сливаются между собой, при температуре больше 35°C начинают интенсивно образовываться, а при нагреве выше T_C – исчезают. Продолжительная экспозиция при температуре 48°C приводит к уменьшению их размеров. Наконец, на яркие границы влияет внешнее электрическое поле: под действием поля одной полярности они возникают, а другой – исчезают.

В состаренных кристаллах встречаются линзы, имеющие перепад высот по отношению к фону (образуются впадины или выступы); в ряде случаев они совпадают с контурами линз, видимых в контактном режиме. Однако при нагреве или

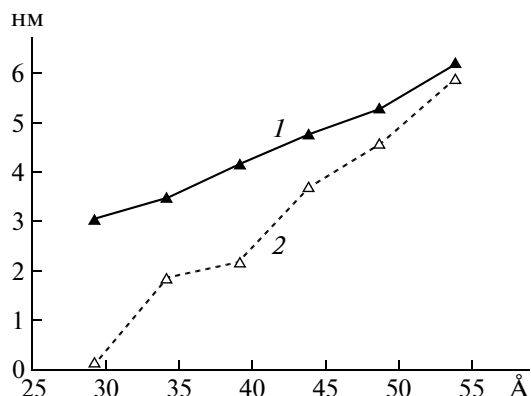


Рис. 2. Графики зависимости «высоты» доменной границы (ось ординат) от амплитуды колебаний кантилевера (ось абсцисс) (1 – уменьшение, 2 – увеличение амплитуды колебаний кантилевера).

приложении электрического поля они “расходятся” (рис. 4) – область ступенчатого рельефа остается неизменной (и по латеральным размерам, и по высоте, причем и для температур выше T_C), тогда как яркая линия смещается по отношению к ней. Характерно, что высота таких ступеней не зависит от амплитуды колебаний кантилевера, но ступени могут уменьшиться в размерах и даже через какое-то время исчезнуть под ударным воздействием кантилевера.

Примесные кристаллы DTGS и LADTGS + ADP демонстрируют ярко выраженную статическую униполярность. Для образцов с примесью хрома обстоит сложнее, хотя известно ее действие, стабилизирующее униполярное состояние: в них все же наблюдаются линзовидные образования разного размера с контрастом на границе, которые могут встречаться поодиночке или формировать цепочки и другие узоры. Видимо, это связано с неоднородным распределением примеси.

Округлые образования (островки и ямки) устойчиво регистрируются как в контактном, так и в прерывисто-контактном режиме. Они могут декорировать границу линзовидного образования, выстраиваясь вдоль нее внутри линзы или снаружи, пересекаться ее границей, хаотичным образом располагаться по всей площади линзы или даже по всей поверхности (рис. 1а, 5). Чаше на одной поверхности наблюдались детали одного характера – островки или ямки, но встречались и случаи их одновременного присутствия. Анализ зеркальных поверхностей скола одного и того же образца не позволил обнаружить взаимодополняющей корреляции между островками и ямками (рис. 6). Эти детали сохраняют свои размеры при выдержке на воздухе при постоянной влажности и нагреве выше T_C и последующем охлаждении до комнатной температуры, при приложении электрического поля, но могут изменяться под действием механических напряжений. При многократном сканировании происходит взаимное

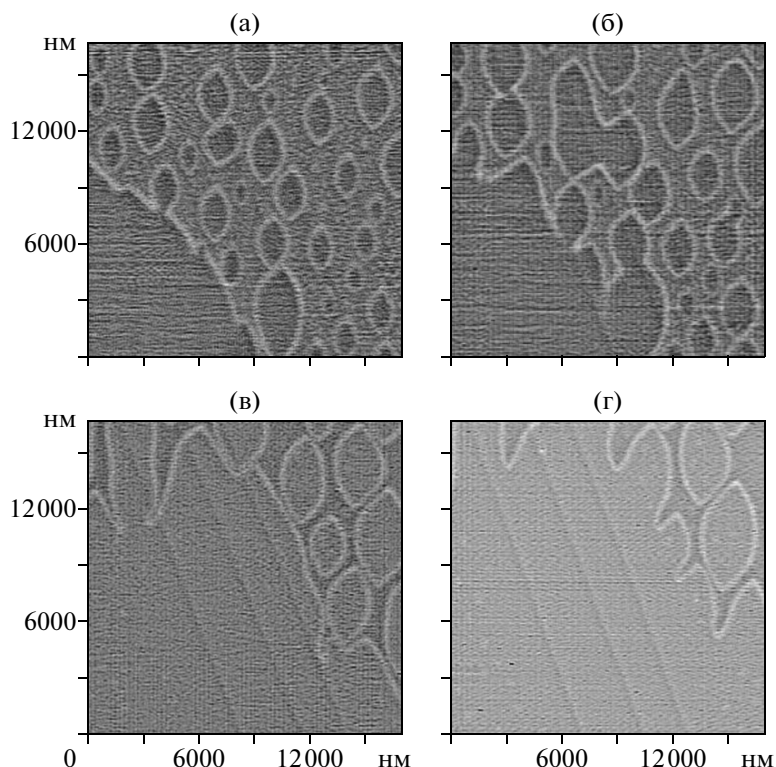


Рис. 3. Топографические изображения одного и того же участка полярной поверхности TGS, полученные при 48°C, через различные промежутки времени с момента достижения данной температуры: а – через 6, б – 12, в – 24, в – 53 минуты. Прерывисто-контактный режим АСМ.

смещение островков относительно линзовидных образований; возможно также появление новых островков или ямок, вытянутых в цепочки в направлении движения зонда. Часть из них затем может исчезнуть при выдержке на воздухе около часа. Увеличение относительной влажности воздуха приводит к возрастанию латеральных размеров крупных островков/ямок и исчезновению мелких образований с радиусами меньше критических. Для примесных образцов наблюдается отчетливая связь между количеством введенной примеси с одной стороны и числом и средними/максимальными размерами островков/ямок с другой: чем выше дефектность образца, тем больше данных деталей рельефа и тем они в среднем крупнее.

При использовании электрических методик АСМ особенности типа островков/ямок не регистрировались, зато линзовидные образования встречались достаточно часто как в свежеприготовленных образцах, так и в состаренных. Причем контраст на изображении одного и того же образца формировался по-разному: в СМК и МПО линза целиком выделяется на фоне остальной поверхности, а в ЭСМ видны лишь границы линзовидных образований в виде ярко светящихся линий, контраста между линзой и фоном не возникает (рис. 7). Выделяются лишь линейные

границы и на изображениях, полученных методом СРМ (причем только для тех линзовидных образований, которые отмечены яркими границами, на линзах со ступенчатым контрастом такого эффекта нет), что свидетельствует о наличии

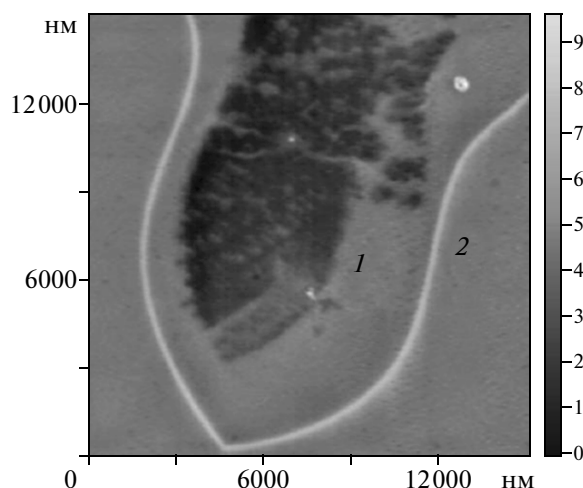


Рис. 4. Топографическое изображение полярного склона состаренного кристалла TGS с одновременным проявлением контраста на линзовидных образованиях в виде рельефа (стрелка 1) и в виде светящихся линий (стрелка 2). Прерывисто-контактный режим АСМ.

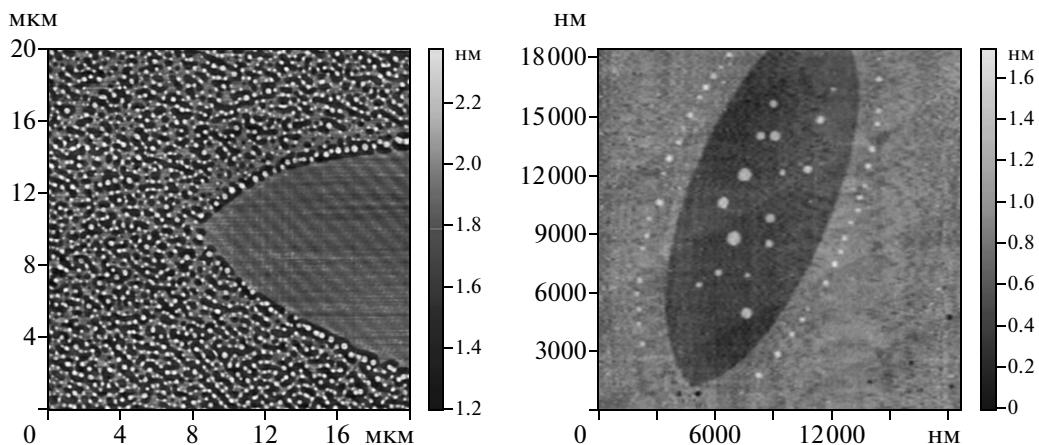


Рис. 5. Топографическое изображение полярного склоа состаренного кристалла TGS с проявлением контраста на линзовидных образованиях в виде рельефа. Прерывисто-контактный режим АСМ.

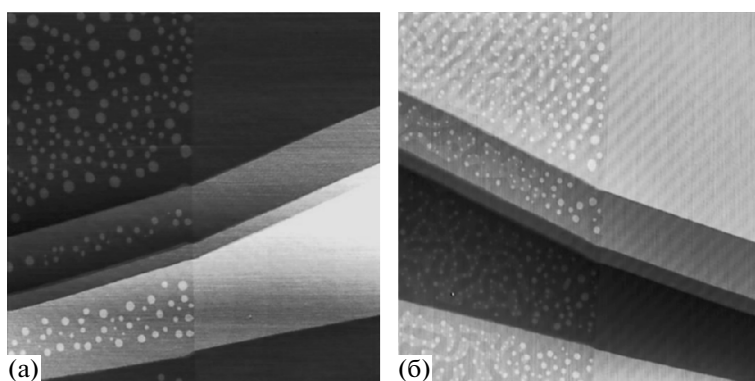


Рис. 6. Топографическое изображение зеркальных склоов в кристаллах TGS. Размер области сканирования 20×20 мкм. Прерывисто-контактный режим АСМ.

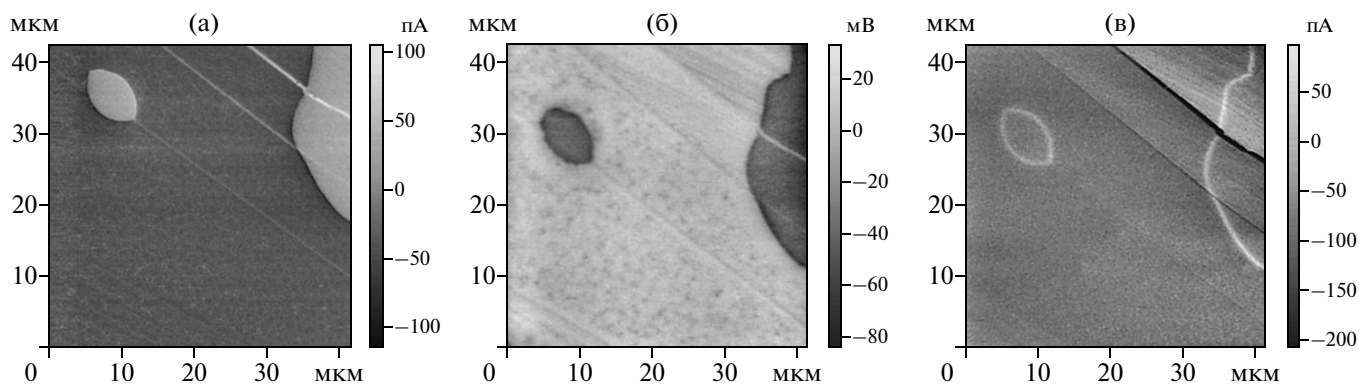


Рис. 7. Изображения одного и того же участка полярной поверхности кристалла TGS с реально существующими доменами, полученные методами микроскопии пьезотклика (а), сканирующей микроскопии Кельвина (б), электростатической силовой микроскопии (в).

проводимости в переходной области. Методом СРМ зарегистрирована минимальная ширина доменной границы – 400 нм, методом ЭСМ – 100 нм. Наиболее достоверные данные по ширине домен-

ной стенки в кристаллах TGS дает метод МПО, выявляющий реально существующие (динамические) домены, и она составляет не более 30 нм (рис. 8).

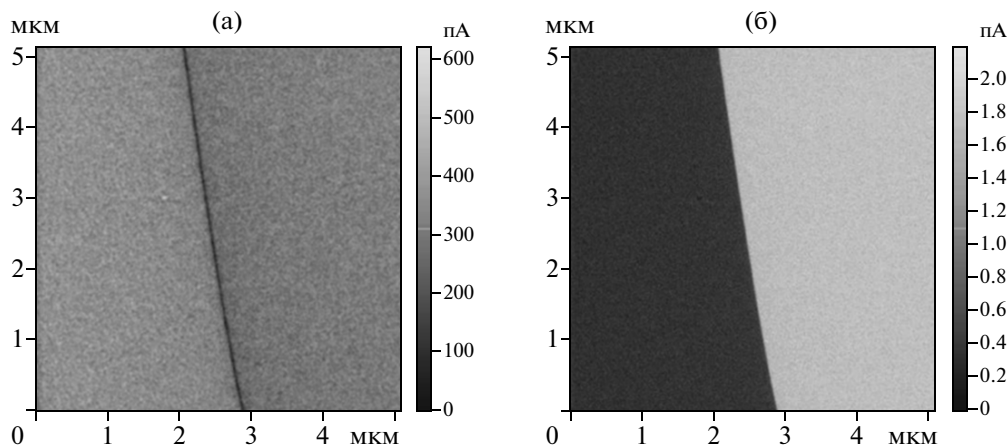


Рис. 8. Изображения домена, полученные методом микроскопии пьезоотклика: а – отображение сигнала амплитуды, б – отображение сигнала фазы.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

При АСМ-исследовании сегнетоэлектриков проблемы, связанные с интерпретацией изображений, приобретают особую остроту, поскольку здесь вопрос о механизме формирования контраста выходит на первый план. Добавление к действующей на кантилевер силы Ван-дер-Ваальса, ответственной за истинно топографический контраст, электростатических сил взаимодействия между зарядом на поверхности и индуцированным им зарядом/дипольным моментом зонда в резонансном режиме порождает известный эффект так называемой “кажущейся” высоты (*apparent height*) [4], когда рельеф области поверхностного заряда оказывается завышенным. При формировании изображения униполярной атомарно-гладкой поверхности этот эффект дает лишь постоянный аддитивный вклад в картину микрорельефа. Однако на границе доменов противоположного знака происходит “переключение” взаимодействия (переполаризация зонда), что может стать источником возникновения контраста. В данном случае такой контраст трудно считать паразитным, поскольку обычно как раз электрическая гетерогенность и представляет собой главный предмет исследования. Поэтому необходимо уметь четко выделять элементы доменной структуры на фоне топографических особенностей рельефа.

Морфология и доменная структура кристаллов TGS хорошо изучены на оптическом и электронно-микроскопическом уровнях [5, 6]. Обычно домены имеют хорошо распознаваемую линзовидную форму, и в пирамиде роста выстроены так, что большая ось линзы параллельна направлению [102]. Поэтому неудивительно, что образования-линзы на поверхности, наблюдаемые на поверхности методом АСМ в разных условиях, были сразу восприняты как реальные домены [7]. При

этом контраст в контактном режиме объяснялся либо взаимодействием с собственным дипольным моментом зонда [8–10], либо разным коэффициентом трения у доменов противоположной полярности (например, за счет различного химического состава) [11–13]. Казалось, оставались дискуссионными лишь вопросы, имеется ли ступенька на границе доменов и какова реальная ширина доменной стенки. Ранее Накатани методом электронной микроскопии обнаружил в кристалле TGS ступеньку на границе двух доменов противоположного знака высотой, равной или кратной параметру b [14]. Результаты измерений при помощи АСМ в литературе существенно различаются – ступенька может обнаруживаться или нет, ширина доменной стенки лежит в пределах 0.7–10 нм [7, 15, 16]. По полученным нами данным измеряемая высота ступеньки для состаренных кристаллов составляет 0.3–3 нм, ширина доменной границы – 9–300 нм. В свежеприготовленных образцах ступеньки на границе вообще не наблюдается, а измеряемая ширина доменной границы может достигать 2000 нм. Последние значения нельзя считать истинными, поскольку они зависят от параметров режима, а результаты МПО дают величины порядка 30 нм. Но пока важнее подчеркнуть наблюдаемое различие между состаренными и свежеприготовленными образцами — оно позволяет пролить свет на расхождения в литературных данных. Дело в том, что даже макроскопические характеристики TGS могут различаться от образца к образцу в несколько раз в зависимости от их предыстории, например, от того, был кристалл выращен в сегнетофазе или парафазе, от места, из которого они были вырезаны (пирамиды роста, расстояние от затравки, расстояние от естественной грани в кристалле). Авторы не уделяли выбору образцов достаточного внимания, поэтому количественное сравнение

результатов нельзя считать корректным. Выбранный в данной работе подход состоял в систематизированном отборе образцов; он помог свести к минимуму моменты неопределенности, связанные с предысторией кристалла, которые зачастую приводили к появлению различных версий для объяснения экспериментальных результатов. Что не менее важно, прояснил ситуацию с идентификацией линзовидных особенностей как доменов, поскольку сам факт различного отображения линз и их разные динамическое поведение и реакция на внешние воздействия не могут не настораживать.

Как известно, в TGS домены легко образуются даже при незначительных (на уровне долей градуса) термических ударах [17], и естественно, под действием электрического поля, превышающего коэрцитивное, должны переполяризовываться. Этим требованиям вполне удовлетворяют линзы с контрастом в виде ярких линий, видимые в прерывисто-контактном режиме, появляющиеся и исчезающие под действием изменения температуры и приложения электрического поля. Но поведение ряда линзовидных образований с контрастом в виде ступенчатых деталей рельефа, которые не реагируют ни на изменение температуры, ни на приложение электрического поля, вызывает сомнение в правильности интерпретации их как сегнетоэлектрических доменов. Существенно, что наблюдаются они в состаренных образцах. Здесь уместно вспомнить, что в кристаллах TGS может существовать так называемая “память” доменов — участки объема кристалла, представлявшие собой домен, но стабилизированные примесью, что препятствует их дальнейшей переполяризации [18, 19]. Логично считать, что линзы в виде деталей микрорельефа с измененной высотой — это сечения поверхностью раскола подобных областей. Тогда различие в типах контраста можно объяснить тем, что границы в виде ярких линий очерчивают реальные домены, способные к участию в процессе переполяризации, стенки которых легко перемещаются, а линзы с контрастом за счет перепада высот — области “памяти” доменов, лишенные такой возможности.

Островки и ямки, которые регистрируются и в контактном, и прерывисто-контактном режиме и имеют отличный от окружающей поверхности контраст по всей своей площади, могут быть как участками противоположной полярности, так и реальными выступами/впадинами — элементами микрорельефа. В литературе мнения по этому вопросу разделились — их считали либо элементами поверхности, деградирующими за счет частичного растворения адсорбированными молекулами воды или восстанавливающимися благодаря рекристаллизации [20, 21], либо зародышами доменов противоположной полярности, образующимися в результате ветвления доменной структуры

[22]. Вся совокупность полученных нами результатов свидетельствует, что островки и ямки — не домены, а детали микрорельефа, которые эволюционируют с участием молекул воды. Обратим теперь внимание на высоту/глубину образований — она соответствует размеру одной молекулы в направлении, перпендикулярном плоскости спайности (вдоль оси b размещаются две формульные единицы). Разумно предположить, что при расколе одна из поверхностей может “прихватить” лишнюю молекулу или даже целый их плоский кластер со второй. Более вероятно подобное событие в точках, где присутствуют дефекты, скапливающиеся на внутрикристаллическом поле. А затем молекулы воды, всегда присутствующие на воздухе в виде адсорбата, инициируют дальнейшую перестройку поверхности водорастворимого кристалла. С такой точкой зрения согласуется увеличение числа подобных деталей рельефа с ростом концентрации примеси. Окончательным доказательством предлагаемой интерпретации топографических АСМ-изображений служат данные электрических модификаций АСМ.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

При интерпретации данных АСМ для зарядово-неоднородной поверхности необходимо соблюдать известную осторожность из-за смешанного контраста топографических изображений. Идентификация природы линзовидных образований на поверхности кристаллов семейства TGS методом АСМ только по морфологическому признаку не может быть однозначной. Для достоверной интерпретации контраста топографических изображений и разделения элементов рельефа и доменной структуры следует использовать комплекс методов мультимодовой АСМ. Наши исследования показали, что реально существующими в кристалле доменами оказываются лишь те линзовидные образования, которые визуализируются ярким контуром. Линзовидные образования, имеющие контраст в виде ступенчатого рельефа, являются, по-видимому, областями «памяти» доменов в состаренных кристаллах. Образования типа островков/ямки представляют собой подлинные топографические особенности, тесно связанные с дефектами в объеме кристалла.

Установив природу тех или иных деталей рельефа, можно по их параметрам делать заключения о ряде характеристик кристалла. Измеряемая в АСМ ширина доменной стенки зависит от применяемой методики и специфики взаимодействия зонда с поверхностью и варьируется от 9 до 2000 нм. Наиболее достоверные данные по ширине доменной стенки в кристаллах TGS дает метод МПО, и она составляет не более 30 нм. Концентрация и распределение по размерам деталей типа

островков и ямок может служить своего рода “маркером” дефектности объема кристалла.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Saurenbach F., Terris B.D. // Appl. Phys. Lett. 1990. V. 56 (17). P. 1703.
2. Lüthi R., Haefke H., Grütter P. et al. // Surf. Sci. Lett. 1993. V. 285. P. L498.
3. Gruverman A., Kolosov O., Hatano J. et al. // J. Vac. Sci. Technol. B. 1995. V. 13(3). P. 1095.
4. Gan Y. // Surf. Sci. Rep. 2009. V. 64. P. 99.
5. Цедрик М.С. Физические свойства кристаллов семейства триглицинсульфата. Минск: Наука и техника, 1986. 216 с.
6. Nakatani N. // Ferroelectrics. 2011. V. 413. P. 238.
7. Eng L.M., Friedrich M., Fousek J., Günter P. // J. Vac. Sci. Technol. B. 1996. V. 14(2). P.1191.
8. Lüthi R., Haefke H., Meuer K.-P. et al. // J. Appl. Phys. 1993. V. 74. P. 7461.
9. Haefke H., Lüthi R., Meyer K.-P., Günterodt H.-J. // Ferroelectrics. 1994. V. 151. P. 143.
10. Lüthi R., Haefke H., Grütter P. et al. // Surf. Sci. Lett. 1993. V. 285. P. L498.
11. Bluhm H., Meyer K.-P., Wiesendanger R. // Ferroelectrics. 1997. V. 200. P. 327.
12. Bluhm H., Wiesendanger R., Meyer K.-P. // J. Vac. Sci. Technol. B. 1996. V. 14. P. 1180.
13. Bluhm H., Schwarz U.D., Wiesendanger R. // Phys. Rev. B. 1998. V. 57. № 1. P. 161.
14. Nakatani N. // Jpn. J. Appl. Phys. 1979. V. 18. P. 491.
15. Bae M.-K., Horiuchi T., Hara K. et al. // Jpn. J. Appl. Phys. 1994. V. 33. P. 1390.
16. Eng L.M., Bammerlin M., Loppacher Ch. et al. // Appl. Surf. Sci. 1999. V. 140. P. 253.
17. Chynoweth A.G., Feldmann W. L. // J. Phys. Chem. Solids. 1960. V. 15. P. 225.
18. Иона Ф., Ширани Д. Сегнетоэлектрические кристаллы. М.: Мир, 1965. 555 с.
19. Дистлер Г.И., Константинова В.П., Власов В.П. // Кристаллография. 1969. Т. 14. № 1. С. 90.
20. Balakumar S., Xu J.B., Wilson I.H. et al. // Jpn. J. Appl. Phys. A. 1997. V. 36. Pt. 1. № 7. P. 4377.
21. Ohgami J., Sugawara Y., Morita S. et al. // J. Phys. Soc. Jpn. 1997. V. 66. № 9. P. 2747.
22. Correia A., Massanell J., Garcia N. et al. // Appl. Phys. Lett. 1996. V.68 (20). P. 2796.