### ПОВЕРХНОСТЬ, ТОНКИЕ ПЛЕНКИ

УДК 681.7.036, 539.26, 539.232

## ВЛИЯНИЕ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОГО ОТЖИГА ПЛАСТИН НИОБАТА ЛИТИЯ НА ХАРАКТЕРИСТИКИ ПРОТОНООБМЕННЫХ ВОЛНОВОДОВ

# © 2022 г. А. В. Сосунов<sup>1,\*</sup>, И. В. Петухов<sup>1</sup>, Александр А. Журавлев<sup>1</sup>, Р. С. Пономарев<sup>1,2</sup>, А. А. Мололкин<sup>3,4</sup>, М. К. Кунева<sup>5</sup>

<sup>1</sup>Пермский государственный национальный исследовательский университет, Пермь, Россия <sup>2</sup>Пермский федеральный исследовательский центр УрО РАН, Пермь, Россия

<sup>3</sup>Национальный исследовательский технологический университет "МИСиС", Москва, Россия

<sup>4</sup>Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ "Кристаллография и фотоника" РАН, Москва, Россия

<sup>5</sup>Институт физики твердого тела АН Болгарии, София, Болгария

\*E-mail: avsosunov@psu.ru

Поступила в редакцию 01.02.2022 г. После доработки 01.02.2022 г.

Принята к публикации 22.02.2022 г.

С использованием структурных и оптических методов проведено комплексное исследование влияния предварительного отжига пластин ниобата лития *X*-среза производства Фомос-Материалы (Россия) на процесс формирования протонообменных планарных волноводов. Установлено, что предварительный гомогенизирующий отжиг вызывает снижение деформаций и плотности дислокаций в отожженных протонообменных волноводах. Показано, что структурно-фазовые превращения в процессе восстановительного отжига протекают быстрее для гомогенизированных образцов. Полученные результаты важны для производства фазовых и амплитудных модуляторов на основе ниобата лития со стабильными характеристиками.

DOI: 10.31857/S0023476122040166

#### введение

Кристаллы ниобата лития (**HЛ**) широко применяются в качестве материала для модуляторов фазы и амплитуды излучения [1]. Уникальные свойства НЛ выделяют его на фоне других оптических материалов, а именно коммерческая доступность, высокие электрооптические коэффициенты ( $r_{33} = 32$  пм/В), высокая температура Кюри (1145°С), широкое окно прозрачности (0.35– 5.5 мкм), возможность формирования волноводных структур с помощью диффузии титана, протонного обмена, ионной имплантации и др. [2].

Одним из основных технологических методов создания волноводных структур в НЛ является протонный обмен (ПО) [3]. Суть метода состоит в частичном замещении ионов Li<sup>+</sup> в кристаллической решетке НЛ протонами (H<sup>+</sup>). Глубина и свойства таких ПО-волноводов зависят от различных параметров: времени и температуры [4], источника протонов [5], свойств приповерхностного слоя НЛ [6] и его кристаллографической ориентации. Особенностями прямого ПО являются ступенчатый профиль показателя преломления волноводов и деградация электрооптических коэффициентов НЛ. Для увеличения глубины проникновения протонов, уменьшения внутренних напряжений и восстановления электрооптических коэффициентов проводят постобменный (восстановительный) отжиг [7, 8] при температурах 250—400°С. Восстановительный отжиг сопровождается чередой фазовых превращений с образованием стабильной  $\alpha$ -фазы [9]. При этом профиль показателя преломления становится градиентным [10, 11]. Кроме того, оптические волноводы, полученные в результате ПО, являются поляризующими, что важно для их применения в волоконно-оптических гироскопах.

Практика показывает, что даже при номинально одинаковых условиях формирования волноводов их характеристики часто бывают разными в рамках одной партии пластин и даже на одной и той же пластине. Это объясняется наличием нарушенного приповерхностного слоя в кристалле, характеристики которого не отражают в техническом паспорте.

Известно, что структура приповерхностного слоя НЛ сильно отличается от остального объема кристалла [12, 13]. Эти изменения вызваны процессами резки, шлифовки и полировки пластин НЛ. Поэтому в приповерхностном слое повышается плотность точечных [13] и линейных дефектов [14], что приводит к неконтролируемому изменению результатов формирования волноводов и их нестабильности под действием различных внешних факторов. Все указанные факты требуют как создания методов входного контроля пластин НЛ на производстве фотонных интегральных схем, так и применения методов гомогенизации структуры кристалла в рамках одной пластины.

При изготовлении протонообменных канальных волноводов часто используется обработка плазмой для очистки поверхности НЛ от загрязнений, а также для травления жертвенных масок. В [15] показано, что при плазменной обработке поверхности НЛ происходит повышение дефектности приповерхностного слоя, что, в свою очередь, влияет на процесс ПО, вызывая образование обогащенных протонами фаз твердого раствора  $Li_{1-x}H_xNbO_3$  (*X*-срез), увеличение внутренних напряжений в этих фазах и даже локальное растворение поверхности в тех местах, где концентрация протонов в поверхностных слоях максимальна. На *Z*-срезе кристалла подобных эффектов обнаружено не было.

Для повышения однородности и стабильности ПО-волноводов может использоваться термический отжиг в различных средах, предлагаемый в [16, 17]. Было показано, что контролируемый предварительный отжиг НЛ приводит к устранению различных дефектов кристаллической решетки, которые считаются одной из основных причин дрейфовых явлений в электрооптических модуляторах.

Таким образом, гомогенизирующий предварительный отжиг является перспективным методом повышения качества и однородности поверхности пластин НЛ. Целью данной работы является комплексное исследование структуры и оптических характеристик протонообменных планарных волноводов на предварительно отожженных пластинах НЛ производства Фомос-Материалы (Россия).

#### МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Исследуемые образцы представляли собой шесть пластин конгруэнтного НЛ *X*-среза размером  $10 \times 15 \times 1$  мм производства Фомос-Материалы (Россия), вырезанные из вейфера диаметром 76 мм. Формирование волноводов проводили по следующей методике. Половину пластин предварительно отжигали в воздушной атмосфере при температуре 500°С в течение 4 ч для повышения однородности (гомогенизации) приповерхностного слоя [17]. Далее все исследуемые образцы протонировали в закрытом циркониевом реакторе в расплаве бензойной кислоты при температуре 190°С в течение 2 ч. После этого все образцы отжигали при температуре 370°С в течение 6 ч

КРИСТАЛЛОГРАФИЯ том 67 № 6 2022

(для выявления присутствия в волноводе низкотемпературной  $\kappa_1$ -фазы [18]), а затем дополнительно проводили отжиг в течение 1.5 ч при той же температуре для получения стабильной  $\alpha$ -фазы. На каждом этапе образцы тщательно промывали в ультразвуковой ванне с изопропанолом в течение 5 мин, а затем в дистиллированной воде еще в течение 5 мин.

Для визуализации структуры к<sub>1</sub>-фазы на поверхности пластин НЛ использовали светлопольную оптическую микроскопию в поляризованном свете (Olympus MX61).

Рентгенофазовый анализ проводили с помощью двухкристального спектрометра ДРОН УМ-1. В качестве монохроматора использовали монокристалл бездислокационного Si, установленный в отражающее положение  $K_{\beta}$ -линии Со-излучения ( $\lambda = 1.62075$  Å) от кристаллографической плоскости (111). Все измерения проводили при комнатной температуре, ускоряющем напряжении 30 кВ, анодном токе 10 мА и щели шириной 0.05 мм.

ИК-спектроскопию проводили с помощью фурье-спектрометра Spectrum Two (PerkinElmer) в диапазоне 1000–4000 см<sup>-1</sup> с разрешением 1.0 см<sup>-1</sup>. Спектр поглощения получали в направлении, перпендикулярном полярной оси кристалла. Декомпозицию пиков проводили с помощью программы Fityk.

Профиль показателя преломления и глубину ПО-волноводов определяли методом призменного ввода [19]. Сначала вычисляли набор эффективных показателей преломления  $N_m$  на длине волны  $\lambda_{\text{He-Ne}} = 632$  нм. Затем с использованием полученных значений  $N_m$  и обратного метода Вентцеля—Крамерса—Бриллюэна [20] восстанавливали профиль показателя преломления по глубине протонообменного волноводного слоя.

Плотность дислокаций на поверхности ПОслоев (α-фаза) определяли с помощью оптической микроскопии (Olympus BX51M) в режиме темного поля. Влажное селективное химическое травление осуществляли в расплаве гидроксида калия (KOH) с добавлением 35 мас. % гидроксида натрия (NaOH) в течение 2 мин с последующим погружением образцов в кипящую воду. Режим влажного селективного травления для всех образцов был идентичным.

#### РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

В ходе ПО ионы лития в кристалле НЛ замещаются ионами водорода (протонами) с образованием твердого раствора  $Li_{1-x}H_xNbO_3$ . Этот процесс можно описать формулой

$$LiNbO_3 + xH^+ \leftrightarrow H_xLi_{1-x}NbO_3 + xLi^+,$$
 (1)



**Рис. 1.** Нормированная интенсивность спектральных компонентов рентгеновской диффракции  $I/I_{\text{max}}$  как функция деформации ( $\varepsilon = \Delta d/d$ ) кристаллической решетки НЛ после ПО.

где x — это концентрация протонов. В результате происходит увеличение необыкновенного показателя преломления  $\Delta n_e$ , а обыкновенный показатель преломления уменьшается [4]. Таким образом, происходит формирование волновода, в котором поддерживается только одна поляризация излучения, лежащая в плоскости пластины НЛ (для X- и Z-срезов), совпадающая по направлению с полярной осью кристалла с (*TE*-мода). Это позволяет использовать максимальный электрооптический коэффициент в НЛ ( $r_{33}$ ).

Рассмотрим результаты исследования структуры и оптических свойств планарных ПО-волноводов с гомогенизирующим предварительным отжигом пластин НЛ на каждом этапе их формирования.

І этап: свойства волноводов после ПО. Исследования фазовой структуры образцов проводили с помощью рентгеноструктурного анализа (PCA) (рис. 1) и ИК-спектроскопии (рис. 2). На рис. 1 показана динамика формирования фаз в зависимости от гомогенизирующего предварительного отжига пластин НЛ. Деформации (є) кристаллической решетки НЛ (по смещению) рассчитывали по формуле Вульфа–Брэгга:

$$2d\sin\theta = n\lambda,\tag{2}$$

где n — порядок отражения, d — межплоскостное расстояние,  $\theta$  — угол отражения. Выражая из формулы (2) межплоскостное расстояние d, с учетом смещения линий получаем

$$\varepsilon = \frac{\Delta d}{d},\tag{3}$$

где  $\Delta d$  — разница межплоскостных расстояний ПО-фазы и исходного НЛ. Это выражение справедливо для малых изменений  $\Delta d$ , т.е. для  $\varepsilon \ll 1$ .

Декомпозиция кривой с помощью распределения Лоренца указывает на скачкообразное изменение деформаций кристаллической решетки и концентрации протонов. Рассчитанные величины относительных деформаций каждой фазы практически одинаковые до и после предварительного отжига, за исключением подпика 2 (табл. 1), который согласно структурно-фазовой диаграмме [21] отвечает за  $\beta_2$ -фазу. При этом для всех исследуемых кристаллов НЛ наблюдается снижение интегральной интенсивности (S) спектральных компонентов фаз в среднем в 2 раза (табл. 1). То есть количество протонов, занимающих позиции в междоузлиях [22, 23], а не в кислородных плоскостях [24], снижается после проведения предварительного отжига. Междоузельные протоны обладают высокой степенью подвижности. Увеличение концентрации междоузельных протонов приводит к более высоким напряжениям и деформациям в кристаллической решетке НЛ. Этот эффект связан с приповерхностным слоем (до 20 мкм) НЛ, который либо насыщен дефектами структуры [14], места которых могут занимать дополнительные протоны, либо таких позиций существенно меньше за счет гомогенизации этого слоя и поверхности кристалла. Таким образом, для повышения стабильности и долговременной работы ПО-волноводов необходимо добиваться снижения внутренних напряжений.

КРИСТАЛЛОГРАФИЯ том 67 № 6 2022



Рис. 2. ИК-спектр образца с предварительным отжигом подложки НЛ после ПО.

По данным РСА и модовой спектроскопии были идентифицированы кристаллические фазы  $\beta_1$  и  $\beta_2$  на поверхности пластины с помощью структурно-фазовой диаграммы [21]. Эти результаты также подтверждены с помощью ИК-спектроскопии, данные которой (рис. 2) после ПО полностью согласуются с результатами РСА в части фазового состава. Был обнаружен поляризованный перпендикулярно полярной оси кристалла максимум при 3508 см<sup>-1</sup>, что соответствует  $\beta_1$ -фазе, и 3252 см<sup>-1</sup> для  $\beta_2$ -фазы [25].

Результаты модовой спектроскопии (рис. 3) не демонстрируют какой-либо существенной разницы в оптических характеристиках волноводов до и после гомогенизирующего предварительного отжига. Профиль показателя преломления  $\Delta n_e(h)$  по глубине (*h*) волноводного слоя имеет ступенчатый вид с глубиной  $\delta = 1.60 \pm 0.01$  мкм. Приращение показателя преломления ( $\Delta n_e$ ) на поверхности НЛ после предварительного отжига увели-

чивается с  $0.1127 \pm 0.0002$  до  $0.1135 \pm 0.0002$ . Несколько большее значение  $\Delta n_e$  на поверхности волновода после предварительного отжига, вероятно, связано с тем, что снижение концентрации дефектов поверхностного слоя замедляет диффузию протонов вглубь кристалла.

*П этап: свойства волноводов после восстановительного отжига.* Восстановительный отжиг необходим для снятия высоких внутренних напряжений после ПО, а также для повышения электрооптических коэффициентов НЛ. В процессе восстановления структуры НЛ происходит цепочка фазовых превращений. Последовательность фазовых превращений при отжиге ПО-слоев, сформированных на кристаллах НЛ (*X*-срез), будет следующей:  $\beta_1$ ,  $\beta_2$ -фазы  $\rightarrow \kappa_2$ -фаза  $\rightarrow \kappa_1$ -фаза  $\rightarrow \alpha$ -фаза [18]. Особенностью фазовых превращений на *X*-срезе кристалла НЛ является то, что превращение  $\kappa_2$ -фазы в  $\kappa_1$ -фазу происходит через образование частиц  $\kappa_1$ -фазы (образующих моду-

**Таблица 1.** Деформации (є) и интегральные интенсивности (*S*) компонентов дифракционного спектра протонообменных фаз (рис. 1)

Компонента спектра	ε, 10 <sup>-3</sup>		<i>S</i> , 10 <sup>-5</sup> , отн. ед.	
	Предварительный отжиг НЛ	Исходный НЛ	Предварительный отжиг НЛ	Исходный НЛ
1	2.8	2.9	5.7	9.3
2	5.2	6.0	1.3	6.7
3	8.2	8.1	2.7	6.2
4	9.2	9.2	2.0	3.2



**Рис. 3.** Профиль показателей преломления волноводов после ПО с предварительным отжигом подложки и без него.

лированные структуры), а не слоя данной фазы. Поскольку для  $\kappa_2$ -фазы характерны высокие внутренние напряжения, а напряжения для  $\kappa_1$ фазы почти на порядок меньше [9], в процессе отжига происходит релаксация напряжений за счет образования некогерентных границ раздела между  $\kappa_2$ - и  $\kappa_1$ -фазами. Образование межфазных границ приводит к образованию дополнительных дефектов структуры.

Для визуальной оценки распределения в ПОслое к<sub>1</sub>-фазы восстановительный отжиг проводили в два этапа. Сначала все образцы отжигали в течение 6 ч с последующим дополнительным отжигом в течение еще 1.5 ч. На рис. 4 представлены микрофотографии поверхности протонированного НЛ после 6 ч отжига, на которых частицы к<sub>1</sub>-фазы распределены в ПО-слое, состоящем из α-фазы. Сравнение микрофотографий указывает на меньшее количество выделений к<sub>1</sub>-фазы на образцах, подвергнутых предварительному отжигу. Следовательно, в данном случае структурнофазовые превращения происходят с большей скоростью, что может быть обусловлено несколько меньшими напряжениями в поверхностных слоях после ПО благодаря предварительному отжигу образцов.

Деформации кристаллической решетки после восстановительного отжига вычисляли не по смешению линий, а по уширению лифракционных максимумов. Экспериментальная ширина максимума B зависит как от физического уширения b, так и от инструментального уширения Ф:  $B^2 = b^2 + \omega^2$ . Физическое уширение дифракционных максимумов связано с размером областей когерентного рассеяния через формулу Селякова и деформациями кристаллической решетки. Экспериментально вычисляя брэгговские углы отражения  $\theta_1$  и  $\theta_2$  и полуширину дифракционных максимумов (FWHM)  $B_1$  и  $B_2$  от двух порядков отра-Х-среза жений для ΗЛ (110)И (220)соответственно, были рассчитаны деформации



Рис. 4. ИК-спектр гомогенизированного образца НЛ после 7.5 ч постобменного отжига.



Рис. 5. Поверхность НЛ после 6 ч восстановительного отжига: исходный (а) и после гомогенизирующего предварительного отжига (б).

(по уширению максимумов) кристаллической решетки НЛ по формуле [26]:

$$\varepsilon^{2} = \frac{cb_{1}^{2}B_{2} - b_{2}^{2}B_{1}}{16 \operatorname{tg}^{2} \theta_{1}(cB_{2} - tB_{1})},$$
(4)

где  $t = \frac{\mathrm{tg}^2 \,\theta_2}{\mathrm{tg}^2 \,\theta_1}, \ c = \frac{\cos \theta_1}{\cos \theta_2}, \ b_{\mathrm{l},2}^2 = B_{\mathrm{l},2}^2 - \varphi_{\mathrm{l},2}^2$  (эталона).

В качестве эталона в данной работе использовали пластины НЛ производства Фомос-Материалы в исходном состоянии после поставки без какихлибо дополнительных вмешательств. Дифракционные кривые от второго порядка отражений (220) в данной работе не представлены. В результате расчетов деформации кристаллической решетки составили  $\varepsilon = 3.1$  и  $3.8 \times 10^{-4}$  для НЛ с гомогени-



**Рис. 6.** Профиль показателя преломления волноводов  $\Delta n_{\rho}$  после восстановительного отжига.

КРИСТАЛЛОГРАФИЯ том 67 № 6 2022

зирующим предварительным отжигом и без него соответственно. Полученная разница находится за пределами погрешности измерений, которая составляет ~10%. Таким образом, наблюдается заметное снижение деформаций кристаллической решетки НЛ после восстановительного отжига за счет гомогенизации структуры образцов. На рис. 1 показано, что после восстановительного отжига β-фазы отсутствуют (сплошная линия), но кристаллическая решетка не восстанавливается полностью. Происходит уширение дифракционного максимума кристалла НЛ. Протоны проникают вглубь кристалла, занимая свободные позиции в кристаллической решетке НЛ, формируя высокостабильную α-фазу. Полученные результаты подтверждаются данными ИК-спектроскопии. Неполяризованный широкий максимум при 3252 см<sup>-1</sup> после восстановительного отжига исчезает (рис. 5), но появляется максимум при  $3484 \text{ см}^{-1}$ , что по данным [27] соответствует однородной α-фазе.

Известно [28], что форма ямок травления для пластин НЛ Х-среза имеет ромбическую форму. В результате влажного селективного травления были выявлены ямки травления (рис. 6) на поверхности Х-среза пластин НЛ в виде сильно вытянутых и искаженных ромбов с длинными осями, параллельными кристаллографическому направлению [0111]. Искажение формы ямок травления также связано с деформацией кристаллической решетки в приповерхностном слое пластин НЛ. Расчет плотности ямок травления (дислокаций) на поверхности планарного ПО-волновода указывает на снижение с  $8 \times 10^4$  до  $5 \times 10^4$  см<sup>-2</sup> после предварительного гомогенизирующего отжига. Таким образом, снижение концентрации протонов в ПО-слоях после предварительного отжига пластин, обнаруженных с помощью рентгеновского анализа, можно объяснить снижением



Рис. 7. Ямки травления на поверхности ПО-слоя (α-фаза) на пластинах НЛ до (слева) и после (справа) предварительного отжига в темном поле.

плотности дефектов и дислокаций в приповерхностном слое НЛ. Снижение плотности дефектов и дислокаций приводит в конечном счете к меньшим деформациям Li<sub>1 – x</sub>H<sub>x</sub>NbO<sub>3</sub>-слоев после постобменного отжига.

По результатам модовой спектроскопии глубина волновода после постобменного отжига увеличивается с 1.6 до 6-7 мкм. При этом для образцов с гомогенизирующим предварительным отжигом наблюдается небольшое снижение  $\Delta n_e$  на поверхности пластин НЛ (рис. 6). Профили показателя преломления имеют градиентное распределение. Наблюдаемое небольшое снижение  $\Delta n_e$ на поверхности НЛ не является критическим, а находится в допустимом технологическом диапазоне. Тем не менее снижение деформаций и, соответственно, числа протонов, находящихся вне кислородных плоскостей в кристаллической решетке НЛ, будет положительно влиять на стабильность работы таких волноводов под действием различных внешних факторов (температура, электрические поля и т.д.). Кроме того, существует проблема дрейфа рабочей точки интегральнооптических схем, которая со стороны материальных (физических) параметров устройства может быть решена предложенным в данной работе способом. Различные технологические проблемы. связанные со взаимодействием поверхности НЛ и других материалов (металлических электродов, процесса травления, нанесения фоторезиста и т.д.), могут быть решены путем ее гомогенизации.

#### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В рамках работы было проведено исследование гомогенизирующего предварительного отжига пластин НЛ на характеристики волноводных структур после ПО и постобменного отжига. Показано, что после ПО образуются β<sub>1</sub>- и β<sub>2</sub>-фазы. Методом рентгенофазового анализа показано, что гомогенизирующий предварительный отжиг приводит к снижению интегральной интенсивности спектральных компонентов двух  $\beta$ -фаз после ПО. Показано, что после постобменного отжига деформации и плотность дислокаций кристаллической решетки НЛ снижаются для предварительно гомогенизированных образцов.

Данные модовой спектроскопии исследуемых образцов на всех этапах протонного обмена показывают очень близкие результаты. Так как в данной работе исследования проводили на планарных волноводах, то существенные различия могут быть обнаружены для канальных волноводов, что касается их оптических потерь и стабильности работы.

Полученные результаты расширяют понимание процессов, происходящих в ходе протонного обмена и постобменного отжига в зависимости от состояния поверхности кристалла НЛ. Кроме того, полученные результаты имеют практическую ценность при изготовлении стабильных модуляторов фазы и амплитуды излучения для систем навигации, сенсоров и телекоммуникаций.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Пермского края, договор № С-26/848 (исследование образцов), и госзадания № 121101300016-2 (изготовление образцов).

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Wooten E., Kissa K., Yi-Yan A. // Sel. Top. Quant. Electron. 2000. V. 6. P. 69. https://doi.org/10.1109/2944.826874
- 2. Arizmendi L. // Phys. Status Solidi. 2004. V. 201. P. 253. https://doi.org/10.1002/pssa.200303911

- Suchoski P.G., Findakly T.K., Leonberger F.J. // Opt. Lett. 1988. V. 13. P. 1050. https://doi.org/10.1364/OL.13.001050
- Korkishko Yu.N., Fedorov V.A., Feoktistova O.Y. // J. Lightwave Technol. 2000. V.18. № 4. P. 562.
- Korkishko Yu.N., Fedorov V.A. // IEEE J. Select. Top. Quant. Electron. 1996. V. 2. № 2. P. 187.
- Сосунов А.В., Пономарев Р.С., Мушинский С.С. и др. // Кристаллография. 2020. Т. 65. № 5. С. 818. https://doi.org/10.31857/S0023476120050227
- Yi-Yan A. // Appl. Phys. Lett. 1983. V. 42. P. 633. https://doi.org/10.1063/1.94055
- Vohra S.T., Mickelson A.R., Asher S.E. // J. Appl. Phys. 1989. V. 66. № 11. P. 5161. https://doi.org/10.1063/1.343751
- Коркишко Ю.Н., Федоров В.А. // Кристаллография. 1999. Т. 44. № 2. С. 271280.
- 10. *De. Micheli M., Botineau J., Neveu S. et al.* // Opt. Lett. 1983. V. 8. № 2. P. 114. https://doi.org/10.1364/OL.8.000114
- 11. *Bortz M.L., Fejer M.M.* // Opt. Lett. 1991. V. 16. P. 1844. https://doi.org/10.1364/OL.16.001844
- Gruber M., Leitner A., Kiener D. et al. // Mater. Des. 2018. V. 153. P. 221. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.04.082
- Galinetto P., Marinone M., Grando D. et al. // Opt. Laser Eng. 2007. V. 45. P. 380. https://doi.org/10.1016/j.optlaseng.2005.05.007
- Ponomarev R.S., Sosunov A.V., Semenova O.R. et al. // J. Phys.: Conf. Ser. 2021. V. 2086. P. 012031. https://doi.org/10.1088/1742-6596/2086/1/012031
- Mushinsky S., Petukhov I., Kichigin V. et al. // IEEE 22nd International Conference of Young Professionals in Electron Devices and Materials (EDM). 2021. P. 283. https://doi.org/10.1109/EDM52169.2021.9507647

- Muller H.G., Stapleton A.D., Foran B.J. et al. // J. Appl. Phys. 2011. V. 110. P. 033539. https://doi.org/10.1063/1.3622335
- Sosunov A., Ponomarev R., Semenova O. et al. // Opt. Mater. 2019. V. 88. P. 176. https://doi.org/10.1016/j.optmat.2018.11.018
- Mushinsky S.S., Petukhov I.V., Permyakova M.A. et al. // Ferroelectrics. 2019. V. 541:1. P. 105. https://doi.org/10.1080/00150193.2019.1574651
- Onodera H., Awai I., Ikenoue J. // Appl. Opt. 1983.
   V. 22. P. 1194. https://doi.org/10.1364/AO.22.001194
- 20. White J.M., Heidrich P.F. // Appl. Opt. 1976. V. 15. P. 151. https://doi.org/10.1364/AO.15.000151
- Коркишко Ю.Н., Федоров В.А. // Журн. техн. физики. 1999. Т. 69. № 3. С. 47.
- De Micheli M., Li M.J., Ostrowsky D.B. et al. // J. Lightwave Technol. 1986. V. LT-4. P. 743. https://doi.org/10.1109/JLT.1986.1074799
- Herrington J.R., Dischler B., Rauerber A., Schneider J. // Solid State Commun. 1973. V. 12. P. 351. https://doi.org/10.1016/0038-1098(73)90771-0
- 24. *Köhler T., Mehner E., Hanzig J. et al.* // J. Solid State Chem. 2016. V. 244. P. 108. https://doi.org/10.1016/j.jssc.2016.09.017
- Kuneva M., Christova K., Tonchev S. // J. Phys.: Conf. Ser. 2012. V. 398. P. 012047. https://doi.org/10.1088/1742-6596/398/1/012047
- 26. *Китайгородский А.И*. Рентгеноструктурный анализ. М.; Л.: Гос. изд-во техн.-теор. лит. 1950. 650 с.
- 27. Kostritskii S.M., Korkishko Y.N., Fedorov V.A. et al. // Ferroelectrics Lett. 2020. V. 47: 1–3. P. 9. https://doi.org/10.1080/07315171.2020.1799627
- Nassau K., Levinstein H.J., Loiacono G.M. // J. Phys. Chem. Solids. 1966. V. 27. № 6–7. P. 983. https://doi.org/10.1016/0022-3697(66)90070-9