

дисков перпендикулярно оси, соединяющей диски. При приложении внешнего постоянного магнитного поля к состоянию вихрь – вихрь (рис. 3, а) частота является монотонной функцией внешнего поля. В состоянии вихрь – анти-вихрь – вихрь полевые зависимости частот существенно сложнее. Видно, что полевая зависимость для данного состояния является симметричной относительно направления поля функцией и имеет несколько резонансных веток (рис. 3, б).

Таким образом, по полевым зависимостям спектров МРСМ можно определять тип метастабильного состояния, в котором находится двойной диск.

## Литература

1. Single-Domain Circular Nanomagnets / R. P. Cowburn, D. K. Koltsov, A. O. Adeyeye [et al.] // Physical Review Letters. – 1999. – Vol. 83. – P. 1042–1045.
2. MFM study of magnetic vortex cores in circular permalloy dots: behavior in external field / T. Okuno, K. Shigeto, T. Ono, K. Mibu // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2002. – Vol. 240. – P. 1–6.
3. Звездин, К. А. Спиновые токи и нелинейная динамика вихревых спин-трансферных наноосцилляторов / К. А. Звездин, Е. Г. Екомасов // Физика металлов и металловедение. – 2022. – Т. 123. – С. 219–239.
4. He, G. Nonhysteretic Vortex Magnetic Tunnel Junction Sensor with High Dynamic Reserve / G. He, Y. Zhang, G. Xiao // Physical Review Applied. – 2020. – Vol. 14. – Art. 034051.
5. Large microwave generation from current-driven magnetic vortex oscillators in magnetic tunnel junctions / A. Dussaux, B. Georges, J. Grollier [et al.] // Nature Communications. – 2010. – Vol. 1. – Art. 8.

УДК 538.9

## СТРУКТУРА СЕГНЕТОЭЛЕКТРИЧЕСКИХ КРИСТАЛЛОВ ТРИГЛИЦИНСУЛЬФАТА С ПОСЛОЙНЫМ ВВЕДЕНИЕМ ПРИМЕСЕЙ ТИПА ВНЕДРЕНИЯ ПО ДАННЫМ СЗМ

**А. К. Лашкова<sup>1</sup>, Р. В. Гайнутдинов<sup>1</sup>, А. Л. Толстихина<sup>1</sup>, А. А. Ширяев<sup>2</sup>,  
А. Г. Иванова<sup>1</sup>, В. Н. Шут<sup>3</sup>, И. Ф. Кашевич<sup>4</sup>, С. Е. Мозжаров<sup>3</sup>**

<sup>1</sup>Отделение «Институт кристаллографии имени А. В. Шубникова»

Курчатовского комплекса кристаллографии

и фотоники НИЦ «Курчатовский институт», Москва, Россия

<sup>2</sup>Институт физической химии и электрохимии имени А. Н. Фрумкина РАН,

Москва, Россия

<sup>3</sup>Витебский государственный технологический институт, Витебск, Беларусь

<sup>4</sup>Витебский государственный университет имени П. М. Машиерова, Витебск, Беларусь

*Проведено комплексное исследование ростовой полосчатой структуры сегнетоэлектрических кристаллов триглицинсульфата, послойно легированных примесями типа внедрения – хромом (Cr) и медью (Cu). В ре-*

*жисме сканирующей микроскопии пьезоотклика (СМП) получены панорамные изображения слоистой структуры кристаллов TGS – TGS + Cr. В режиме сканирующей емкостной силовой микроскопии (СЕСМ) изучена переходная область между полосами номинально чистого TGS и TGS с примесью хрома. Применены СЗМ-методики к образцу TGS – TGS + Cu, слоистая структура не обнаружена. Результаты СЗМ-исследований подтверждены рентгенофлуоресцентным анализом (РФА).*

**Ключевые слова:** *триглицинсульфат, слоистые сегнетоэлектрики, атомно-силовая микроскопия, сканирующая зондовая микроскопия.*

**Введение.** Кристаллы семейства сегнетоэлектриков играют важную роль в развитии современной электроники. Они широко применяются для создания элементной базы систем обработки и хранения информации, средств автоматизации, радиоэлектроники, оптоэлектроники и т. д. Расширение области применения сегнетоэлектрических кристаллов и повышение эффективности их использования в перспективе связано с усовершенствованием методик по управлению свойствами этих кристаллов. Послойное введение легирующей примеси в процессе роста является одной из таких методик. Комплексное исследование с помощью методик СЗМ ростовой полосчатой структуры сегнетоэлектрических кристаллов, послойно легированных примесями, позволяет составить максимально полную картину о влиянии условий роста на характеристики получаемых кристаллов.

**Результаты и обсуждение.** В данной работе объектами исследования служили монокристаллы триглицинсульфата (TGS) с профильным распределением примесей хрома и меди, выращенные по методике, разработанной в Институте технической акустики НАН Беларуси [1]. Кристалл TGS – известный модельный кристалл [2], поэтому совокупность выявленных закономерностей для кристаллов TGS с известной историей происхождения может быть использована для анализа подобных характеристик веществ, относящихся к другим кристаллохимическим семействам. Слоистая структура кристаллов достигалась путем доращивания затравки попеременно в растворах разного состава – в номинально чистом и содержащем примесь (хрома или меди). Металлические примеси по характеру вхождения в решетку относятся к примесям типа внедрения [3]. Кристаллы TGS – TGS + Cr были выращены при концентрации ионов хрома в растворе около 5 мас.%, TGS – TGS + Cu – при концентрации около 1 мас.%. Ширина полос, содержащих легирующую примесь, задавалась временем нахождения кристалла в соответствующем растворе.

Для СЗМ-исследований образцов из пирамиды роста грани  $m$  вырезали бруски с большой осью, параллельной сегнетоэлектрической оси  $b$ . Затем раскалывали по плоскости спайности (010) на пластины толщиной 1,5–2,0 мм. Подготовка образцов и исследование поверхности проводились в контролируемых условиях измерительного комплекса TRACKPORE ROOM-05, класс чистоты – 5 ИСО (100). СЗМ-исследования проводились на сканирующем зондо-

вом микроскопе NTEGRA Prima (NT-MDT Spectrum Instruments, Зеленоград), использовались стандартные кремниевые кантилеверы (ООО «Капелла», Зеленоград) с платиновым покрытием.

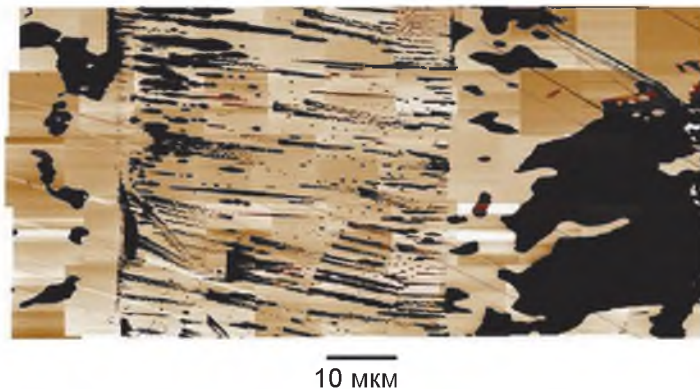


Рис. 1. Панорамное изображение доменной структуры TGS – TGS + Cr

Слоистая структура образцов была визуализирована высокоразрешающим методом сканирующей микроскопии пьезоэлектрического отклика (СМП), который позволяет получать изображения доменной структуры. В связи с тем, что ширина полос разного состава существенно больше максимального поля сканирования микроскопа, представить общую картину доменной структуры в зонах с разным составом позволяет соединение большого количества последовательных сканов в одно целое изображение – панораму. На рис. 1. приведена панорама, полученная с образца TGS – TGS + Cr. На изображении явно видна полоса с мелкодисперсной доменной структурой, выделяющаяся на фоне более крупных доменов на соседних участках. Это свидетельствует о том, что во время роста кристалла в пределах одного цикла (чистый раствор – раствор с примесью) заметно меняется конфигурация доменов. Кристалл с примесью растет в четыре раза медленнее, чем чистый. Сопоставив ширину полос и информацию о времени роста данного кристалла в растворах разного состава, было установлено, что полосы с мелкодисперсной доменной структурой соответствуют легированным участкам кристалла.

На рис. 2 представлены карты распределения флуоресцентного излучения, соответствующего  $K\alpha$ -Cr, полученные для кристалла TGS – TGS + Cr. Результаты панорамного анализа хорошо коррелируют с картами распределения хрома, на картах четко видна слоистая структура, состоящая из полос разного состава, параллельных естественным граням и выходящих на поверхность скола перпендикулярно плоскости спайности, ширина полос разного состава совпадает с данными панорамного СМП-исследования. В пределах полосы TGS + Cr примесь входит достаточно однородно и наблюдаются четко очерченные границы между чистыми и легированными полосами.

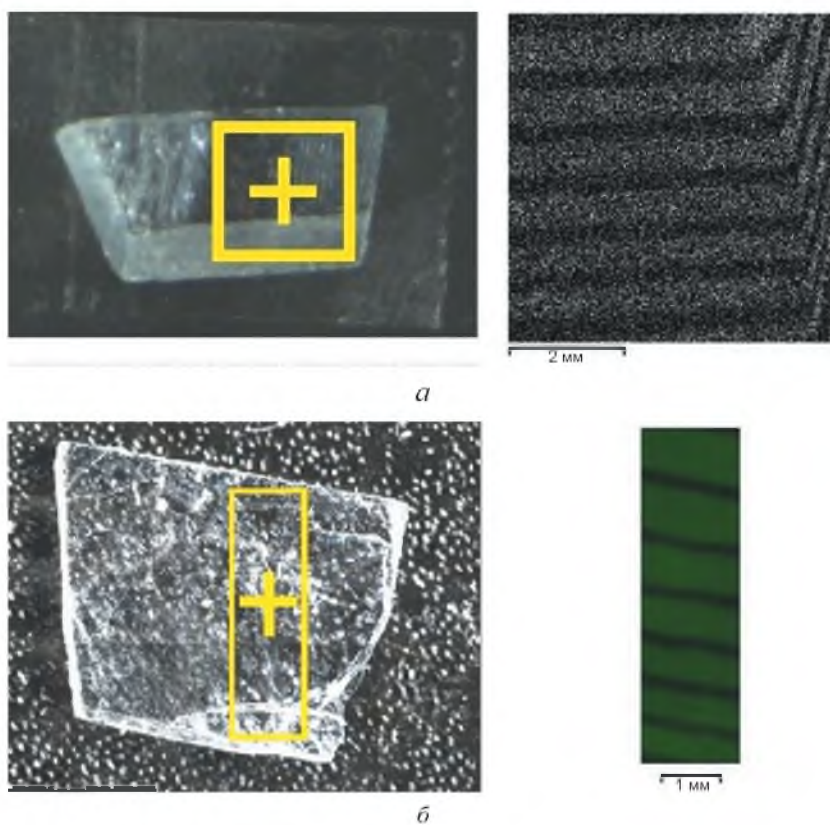


Рис. 2. Карты распределения хрома в образце TGS – TGS + Cr по данным РФЛА:  
*a* – спектрометр XGT-7200; *б* – спектрометр EDAX

В отсутствие характерной доменной структуры граничную зону между полосами разного состава удалось визуализировать с помощью метода сканирующей емкостной силовой микроскопии (СЕСМ).

На рис. 3 приведены изображения одного и того же участка поверхности образца. На СМП-изображении (рис. 3, *a*) слева виден крупный домен, характерный для номинально чистой полосы, а мелкодисперсная доменная структура, которая позволила бы определить границу примесной полосы, отсутствует.

На рис. 3, *б* приведено изображение того же участка поверхности, полученного методом СЕСМ. На нем можно разглядеть, что помимо границ крупного домена за счет пространственного изменения емкости на изображении присутствует промежуточный средний контраст, соответствующий границе участков разного состава. Это свидетельствует о том, что контраст емкостного изображения формируется не только на доменных границах, но и в областях с градиентом примеси. Промежуточный средний контраст СЕСМ-изображения на примесных полосах обусловлен электрически активным состоянием

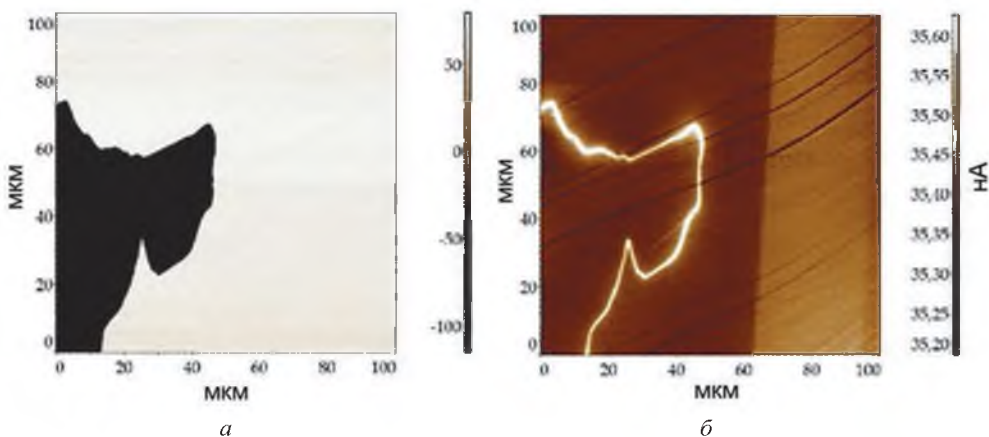


Рис. 3. Изображение одного и того же участка поверхности кристалла TGS – TGS + Cr с полосой TGS + Cr (слева) и TGS (справа): *а* – СМП; *б* – СЕСМ

примеси, равномерно входящей в решетку кристалла и дающей разницу в проводимости. Благодаря чувствительности СЕСМ к наличию примеси в кристалле стало возможным наблюдать ростовые примесные полосы вне связи с доменной структурой.

К образцу TGS – TGS + Cu также были применены методы СМП и СЕСМ в разных точках поверхности, никаких косвенных признаков (кардинальной разницы в доменной структуре при последовательном сканировании зоны шириной более 1 мм, скачков сигнала на емкостных изображениях) слоистой структуры обнаружено не было.

Концентрация хрома в примесной полосе, по данным РФЛА, составила около 0,04 мас.%, а в номинально чистой полосе – менее 0,01 мас.% [4], что дало ощутимое различие в сигнале, формирующем емкостное изображение, несмотря на малую концентрацию. В кристалле TGS – TGS + Cu медь обнаружить с помощью РФЛА не удалось, из чего можно сделать вывод, что при росте в кристалл вошло менее 0,01 мас.% меди (предел чувствительности прибора), и слоистой примесной структурой он не обладает.

**Закключение.** На примере сегнетоэлектрических кристаллов триглицин-сульфата со слоистой примесной структурой продемонстрированы возможности СЗМ-методик в изучении влияния условий роста на характеристики получаемых кристаллов. Данные о структуре изучаемых кристаллов, полученные СЗМ-методами, подтверждены РФЛА.

*Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП «Структурная диагностика материалов» Курчатовского комплекса кристаллографии и фотоники НИЦ «Курчатовский институт» при поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации в рамках государственного задания НИЦ «Курчатовский институт».*

## Литература

1. Шут, В. Н. Сегнетоэлектрические свойства кристаллов триглицинсульфата с неоднородным распределением примеси / В. Н. Шут, И. Ф. Капевич, С. Р. Сырцов // Физика твердого тела. – 2008. – Т. 50, вып. 1. – С. 115–118.
2. Batra, A. K. Growth and Properties of Triglycine Sulfate (TGS) Crystals: Review/ A. K. Batra, R. B. Lal // Ferroelectrics. – 1993. – Vol. 142, iss. 1. – P. 51–82.
3. Цедрик, М. С. Физические свойства кристаллов семейства триглицинсульфата (в зависимости от условий выращивания) / М. С. Цедрик. – Минск : Наука и техника, 1986. – 215 с.
4. Определение модуля Юнга в кристаллах триглицинсульфата с послойным распределением примеси / Р. В. Гайнутдинов, А. К. Лашкова, Д. А. Золотов [и др.] // Кристаллография. – 2022. – Т. 67, № 4. – С. 636–644.

УДК 539.3

## МАТЕМАТИЧЕСКОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ НАНОИНДЕНТИРОВАНИЯ ПОКРЫТИЙ

С. С. Волков<sup>1</sup>, А. С. Васильев<sup>1</sup>, А. Л. Николаев<sup>1</sup>, В. А. Лапицкая<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Донской государственный технический университет, Ростов-на-Дону, Россия

<sup>2</sup>Институт тепло- и массообмена имени А. В. Лыкова НАН Беларуси, Минск, Беларусь

*Наноиндентирование, как метод экспериментального исследования, использующий малое прецизионное локальное силовое воздействие на материал и одновременную регистрацию деформационных откликов с нанометровым разрешением, является одним из самых востребованных методов исследования физико-механических свойств современных материалов в нанометровой шкале. Постобработка данных, полученных из эксперимента, основана на решении контактных задач для однородных материалов и не учитывает одновременный отклик покрытия и подложки. Для определения модуля Юнга покрытия рекомендуется проводить эксперименты на глубине, не превышающей 10 % толщины покрытия. Однако в ряде случаев для тонких покрытий невозможно получить достоверные данные при такой глубине индентирования. Кроме того, когда модуль Юнга покрытия и подложки отличаются достаточно сильно, при внедрении даже на глубину 10 % влияние подложки может оказаться все еще велико, и измерение модуля Юнга покрытия произойдет некорректно. В настоящей работе предложена математическая модель, основанная на оригинальном аналитическом решении осесимметричной задачи линейной теории упругости для полупространства с покрытием, позволяющая более корректно описать эксперимент по наноиндентированию системы «покрытие – подложка». Приведены аналитические представления для жесткости индентирования в случае конического и сферического инден-*