

На правах рукописи

**Агаларов Агалар Шахэмирович**

**ДИЭЛЕКТРИЧЕСКАЯ РЕЛАКСАЦИЯ И ПРОЦЕССЫ  
ПЕРЕКЛЮЧЕНИЯ В СЕГНЕТОЭЛЕКТРИКАХ В  
БЫСТРОНАРАСТАЮЩИХ СИЛЬНЫХ ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ ПОЛЯХ**

Специальность  
01.04.10 – Физика полупроводников

**АВТОРЕФЕРАТ**  
диссертации на соискание ученой степени  
кандидата физико-математических наук

Махачкала – 2008

Работа выполнена на кафедре экспериментальной физики ГОУ ВПО «Дагестанский государственный университет» в рамках научно-исследовательских работ, выполняемых по программе Министерства образования и науки РФ «Федерально-региональная политика в науке и образовании», а также при поддержке РФФИ (грант 03-02-17762).

**Научный руководитель:** доктор физико-математических наук, профессор **Садыков С. А.**

**Официальные оппоненты:** доктор технических наук, профессор **Каргин Н.И.**

доктор физико-математических наук, профессор **Палчаев Д. К.**

**Ведущая организация:** Московский государственный институт радиотехники, электроники и автоматики (технический университет)

Защита диссертации состоится «21» марта 2008 г. в 14<sup>00</sup> час на заседании диссертационного совета Д 212.053.02 по физико-математическим наукам в Дагестанском государственном университете по адресу: 367000, г. Махачкала, ул. М. Гаджиева, 43а, конференц-зал.

С диссертацией можно ознакомиться в научной библиотеке Дагестанского государственного университета.

Автореферат разослан « 16 » февраля 2008 г.

Отзывы на автореферат, заверенные печатью учреждения, следует направлять ученому секретарю Курбанисмаилову В.С. по адресу: 367000, г. Махачкала, ул. М. Гаджиева, 43а.

Ученый секретарь  
диссертационного совета Д 212.053.02  
доктор физико-математических наук

Курбанисмаилов В.С.

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

**Актуальность темы.** Среди ряда направлений физики сегнетоэлектрических явлений важную роль, как с позиций фундаментальной науки, так и с прикладной точки зрения, играют исследования закономерностей формирования доменной структуры в реальных (кристаллических и неупорядоченных) системах при различных внешних воздействиях. Несмотря на большое количество работ в этой области, все еще остается до конца не установленной природа формирования микродоменной структуры и ее влияние на нелинейные физические свойства сегнетоэлектрических материалов. Возросший в последние годы интерес к исследованиям динамического поведения нелинейных систем связан, с одной стороны, с открытием новых высокоэффективных поли- и монокристаллических материалов и расширением диапазона их технических применений, с другой стороны, реализацией новых методов исследований с целью выяснения фундаментальных механизмов этого процесса.

В результате многолетних исследований получен обширный экспериментальный материал, установлены основные закономерности кинетики поляризации сегнетоэлектрических материалов. Сравнительно недавно активно развернулись исследования по управлению свойствами сегнетоэлектриков за счет создания доменной структуры с заданными параметрами, самоорганизованной электрической доменной структуры, путем полевого воздействия. Появилась серия публикаций, посвященных развитию теории переключения сегнетоэлектриков на основе кинетической теории фазовых переходов первого рода. Несмотря на достигнутые успехи в этом направлении, остается ряд нерешенных проблем экспериментального и теоретического характера.

Установлено влияние эффектов экранирования на величины внутренних полей, динамику доменов, а также на многочисленные релаксационные явления. Несмотря на значительный интерес к проблеме экранирования, закономерности этого процесса однозначно не установлены. В частности, требует дальнейших исследований вопрос о механизмах эволюции доменной структуры в случае сверхбыстрой реполяризации, когда времена отклика ионной и электронной подсистем ( $\tau < 10^{-6}$  с) соизмеримы, а медленные, прежде всего электродиффузионные, механизмы объемного экранирования маловероятны. Такая ситуация возникает при переключении поляризации в поликристаллических (керамических) сегнетоэлектриках (СК) системы ЦТС в сильных быстро нарастающих электрических полях (БЭП).

Метод воздействия БЭП позволяет разворачивать переключение поляризации во времени и оценивать состояние материала на различных стадиях этого процесса в микросекундном диапазоне. Таким образом, открываются новые возможности не только направленного изучения релаксационных характеристик и свойств сегнетоэлектриков непосредственно в процессе переключения, но и управления поляризацией. В связи с этим изучение механизмов формирования доменной структуры, процессов объемно-зарядового экранирования и связанных с ними изменений диэлектрических свойств в моно- и поликристаллических

сегнетоэлектриках в режиме сверхбыстрого переключения, несомненно, является актуальной задачей.

Тема работы соответствовала приоритетным направлениям, поддерживаемым РФФИ (грант № 03-02-17762) и научной программой МО РФ «Федерально-региональная политика в науке и образовании» на 2004 г.

**Объектом исследования** являются сегнетокерамика системы цирконата-титаната-свинца (ЦТС) с модифицированными добавками (ПКР-1, ПКР-7М), полученные методом горячего прессования в НИИФ Ростовского ГУ и модельные сегнетоэлектрические монокристаллы триглицинсульфата: номинально чистые (ТГС) и с примесью *L*- $\alpha$ -аланина (АТГС), выращенные в ИКАН им А. В. Шубникова и не исследованные ранее в самосогласованном электрическом поле.

**Целью работы** является экспериментальное изучение особенностей динамики доменной структуры и эффектов экранирования в моно- и поликристаллических сегнетоэлектриков (кристаллы ТГС, твердые растворы ЦТС) при сверхбыстром переключении.

#### **Основные задачи исследования:**

1. Изучение интегральных характеристики переключения поляризации (гистерезис, динамическое коэрцитивное поле, время и ток переключения) в зависимости от скорости нарастания поля в образце.
2. Исследование динамики доменной структуры синхронными измерениями кинетики переключения и кинетики индуцированной доменной перестройкой электролюминесценции и роста реверсивной диэлектрической проницаемости.
3. Методами термодеполяризационного анализа изучение влияния режимов переключения поляризации на формирование в СК внутренних полей объемного заряда.
4. Методом измерения импеданса образца исследование динамической нелинейности кристаллов ТГС в процессе переключения в сильных переменных электрических полях.

#### **Научная новизна результатов:**

1. Исследованы особенности поведения СК (ПКР-1, ПКР-7М) и кристаллов ТГС в сильных импульсных электрических полях с регулируемой скоростью нарастания. Экспериментально показана и физически обоснована возможность эффективной поляризации СК в микросекундном диапазоне времени при комнатной температуре непосредственно в процессе переключения.
2. Разработан метод и исследована релаксация реверсивной диэлектрической проницаемости СК ПКР-1 и кристаллов ТГС при сверхбыстром (микросекундный диапазон) переключении поляризации. Показано, что на кривых  $\varepsilon'(t)$  СК имеются три максимума, разделенных минимумами  $\varepsilon''(t)$ , тогда как для кристаллов ТГС зависимость  $\varepsilon''(t)$  подобна зависимости ток переключения  $i_n(t)$ , а реальная часть  $\varepsilon'(t)$  опережает во времени  $i_n(t)$ . Определены времена релаксации доменных стенок (0.3-0.4 мкс).

3. Определены закономерности электролюминесценции СК (ПКР-1, ПКР-7М) и кристаллов ТГС (АТГС), индуцированной доменными переключениями в самосогласованном поле. Обнаружено, что свечение характеризуется, как правило, тремя для СК и двумя для кристаллов ТГС пиками. Спектр излучения соответствует преимущественной рекомбинации на примесных центрах.
4. Обнаружен эффект увеличения числа доменных стенок, дающих вклад в свечение кристалла АТГС, после предварительного воздействия импульсного электрического поля в естественно униполярном направлении.
5. Методом измерения импеданса образца исследована динамическая нелинейность кристаллов АТГС в процессе переключения в сильных переменных электрических полях частотой 50 Гц. Показано, что температурные зависимости диэлектрической проницаемости  $De^*(T)$  и времени релаксации доменной структуры  $\tau(T)$  при переполяризации в однополупериодном переменном электрическом поле немонотонны и имеют экстремумы.

#### **Практическая ценность** результатов диссертации:

Предложенные в диссертационной работе методы исследований расширяют возможности многоаспектного изучения поведения поликристаллических сегнетоэлектриков в сильных импульсных электрических полях. Полученные экспериментальные результаты могут быть полезны как при описании процесса преобразования энергии в ударно-волновых преобразователях, так и при разработке рекомендаций по направленному повышению надежности преобразователей энергии и выборе их рабочего тела. Метод сверхбыстрого переключения поляризации сегнетоэлектрических материалов является перспективным при оптимизации задач, связанных с управлением поляризацией, в частности, с созданием частотно-селективных устройств широкого спектра применения.

Создание периодических доменных структур с микронными периодами в сегнетоэлектрических материалах в самосогласованном поле также имеет важное прикладное значение, в частности, в нелинейно-оптических устройствах, в которых требуется выполнение условия квазифазового синхронизма. На наш взгляд, важной является принципиальная возможность выделения с помощью электролюминесцентных исследований доменных границ, дающих максимальный вклад в люминесценцию, поскольку управление степенью закрепления доменных границ определенной системой дефектов позволит одновременно управлять и свечением кристалла и керамики, создавать ячейки памяти на этом эффекте и т.д.

**Обоснованность и достоверность** основных научных положений и результатов и выводов диссертации базируются на анализе большого количества экспериментальных результатов, полученных с использованием современных приборов и методов исследования. Расчёты, связанные с количественными моделями выполнены на основе фундаментальных теоретических представлений с использованием современной вычислительной техники. Установленные закономерности не противоречат основным физическим принципам.

### **Основные положения, выносимые на защиту:**

1. При воздействии на образцы СК ЦТС быстронарастающего высоковольтного импульса напряжения равновесное значение внутреннего поля объемных зарядов формируется за времена, значительно меньшие времени максвелловской релаксации, что обеспечивает возможность поляризации керамических образцов в микросекундном диапазоне. Повышенная стабильность электрофизических параметров в керамических образцах ЦТС обеспечивается заполнением носителями глубоких энергетических уровней (1.5-3 эВ).
2. В быстронарастающем переполаризующем электрическом поле на зависимости реверсивной диэлектрической проницаемости  $\epsilon^*(t)$  СК ЦТС наблюдается три максимума действительной составляющей  $\epsilon'(t)$ , разделенные минимумами мнимой составляющей  $\epsilon''(t)$ . Для кристаллов ТГС обнаруживается размытый асимметричный максимум  $\epsilon^*(t)$ , причем зависимость мнимой части  $\epsilon''(t)$  подобна зависимости тока переключения  $i_n(t)$ , а реальная часть  $\epsilon'(t)$  опережает во времени  $i_n(t)$ .
3. Доменные переключения в быстронарастающем электрическом поле индуцируют в СК ЦТС и кристаллах ТГС (АТГС) электролюминесценцию, возникающую в течение всего времени переполаризации и характеризуется несколькими (чаще всего тремя для СК и двумя для ТГС) ярко выраженными пиками, возрастающими с увеличением скорости нарастания поля. Максимум энергии излучения приходится на область спектра 650-700 нм.
4. В переменных электрических полях с ростом температуры пороговое поле переключения кристаллов АТГС, соответствующее минимуму импеданса образца, уменьшается, а пороговое поле самопроизвольного распада монодоменного состояния возрастает, и при приближении к температуре  $T_c$  становятся одинаковыми. В однополупериодном переменном электрическом поле температурные зависимости диэлектрической проницаемости  $De^*(T)$  и времени релаксации доменной структуры  $\tau(T)$  имеют экстремумы.

**Апробация работы.** Основные результаты работы докладывались на Всесоюзных и Российских Конференциях по физике сегнетоэлектриков: XII (Ростов-на-Дону, 1989), XIV (Иваново, 1995), XV (Ростов-на-Дону, 1999), XVII (Пенза, 2005); III Всесоюзной конференции «Актуальные проблемы получения и применения сегнето- и пьезоэлектрических материалов и их роль в ускорении научно-технического прогресса», Москва, 1987; I Всесоюзном совещании «Диэлектрические материалы в экстремальных условиях» (Суздаль, 1990); 6,7 и 8 Международных семинарах по физике сегнетоэлектриков-пролупроводников (Ростов-на-Дону, 1993, 1996, 1998); I, IV Всероссийской конференции по физической электронике (Махачкала, 1999, 2006); Международных научно-практических конференциях «Пьезотехника-97» (Обнинск, 1997) и «Пьезотехника-99» (Ростов-на-Дону, 1999); 2 Международном симпозиуме по доменной структуре сегнетоэлектриков и родственных материалов (Нант, Франция, 1992); 8 Международной конференции по сегнетоэлектричеству (Мериланд, США, 1993); 8 Европейской конференции по сегнетоэлектричеству (Нижмеген, Нидерланды,

1995); 3 Азиатской конференции по сегнетоэлектричеству (Гонконг, Китай, 2000); EMF-10, Cambridge, UK, 2003; Меж. Конф. «Фаз.переходы, крит. и нелин. явл. в конд. средах», Махачкала, 2004, 2005, 2007); Int. Conf RPS-21, Voronezh, 2004; Int. Conf ICTMC-14, Denver 2004, USA; Int. Conf. ECAPD-7, Liberec, Czech Rep. 2004; ECAPD'8, 2006, Metz, France; Межд. Конф. «Fizika-2005», Баку, 2005; Int. Symp. Micro- and Nano-scale Domain Structuring in Ferroelectrics, Ekaterinburg, Russia, 2005, 2007; 6-ой Межд. Сем. «Нелинейные процессы и проблемы самоорганизации в современном материаловедении», Астрахань, Россия, 2006; 5-th Int. Seminar on Ferroelastics Physics (ISFP-5), 2006. Voronezh, Russia.

**Публикации.** По теме диссертации опубликовано 47 работ, из них 9 статей в рецензируемых изданиях и получен патент на способ поляризации.

**Личный вклад автора.** Все экспериментальные исследования, обработка результатов и их обсуждение выполнены автором лично или при его непосредственном участии. Формулировка задач исследования, определение экспериментальных методик и физическая интерпретация полученных результатов, формулировка основных научных положений и выводов работы проводились автором совместно с научным руководителем.

Основная часть экспериментальных исследований выполнена на кафедре экспериментальной физики Дагестанского ГУ. Отдельные измерения проведены в НИИФ РГУ. Доменная структура исследована совместно с Экнадиосянц Е.И. (НИИФ РГУ). В обосновании методики исследований по измерениям диэлектрических характеристик и обсуждению некоторых вопросов принял участие д.ф.-м.н., профессор Бородин В.З. (РГУ). Соавторы совместных публикаций принимали участие в обсуждении отдельных результатов.

**Структура и объем диссертации.** Диссертация состоит из введения, четырех глав, раздела «Основные результаты и выводы» и списка литературы. Содержит 157 страниц машинописного текста, включая 52 рисунков и 3 таблицы. Список цитированной литературы включает 139 ссылок.

## ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

**Во введении** обоснована актуальность темы диссертации, сформулированы цель работы и задачи исследования, отражены научная новизна и практическая значимость полученных результатов, приведены основные положения, выносимые на защиту.

**В первой главе** представлен краткий обзор литературных источников по основным закономерностям переполаризации сегнетоэлектрических материалов в импульсных и постоянных электрических полях. Описана и предложена методика переполаризации в сильном быстронарастающем электрическом поле, проведён сравнительный анализ характеристик СК ПКР-1 и ПКР-7М, поляризованных обычными методами и методом переполаризации в сильном быстронарастающем электрическом поле.

Показано, что при воздействии БЭП в переполяризующем направлении ( $E - P_r$ ) в течение всего времени переполяризации ток переключения  $I_n(t)$  управляет падением напряжения  $V(t)$  на образце (рис.1), и перестройка доменной структуры протекает в самосогласованном электрическом поле. Поведение кристаллических сегнетоэлектриков, в частности монокристаллов ТГС, в самосогласованном электрическом поле аналогично поведению образцов СК.

Видно, что основная часть процесса переполяризации протекает в электрическом поле, равном динамическому коэрцитивному полю  $E'_c$ , после чего поле в образце вновь возрастает по сравнению с этой величиной. Длительность плато можно интерпретировать как время переключения поляризации  $t_n$ . На конечном этапе поле в образце вновь возрастает по сравнению с  $E'_c$ , отражая завершенность трансформации доменной структуры и ее стабилизацию. В поляризующем же направлении ( $E - P_r$ ) напряжение на образце растет монотонно с заданной скоростью вплоть до наступления пробоя и не имеет никаких характерных точек.

Установлено, что динамическое коэрцитивное поле  $E'_c$  растет с увеличением

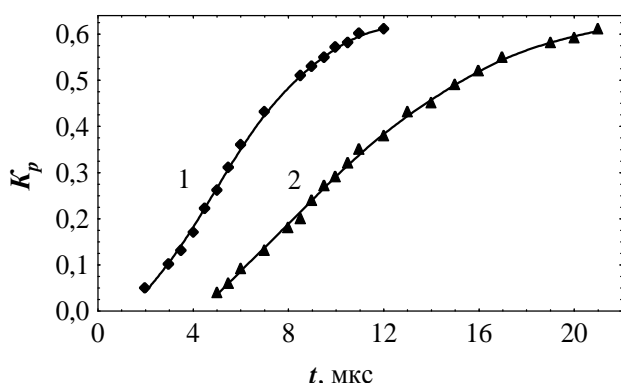


Рис. 2. Зависимость степени поляризации СК ПКР-1 ( $\varnothing 10 \times 1$  мм) от длительности импульса напряжения при частичной поляризации. Время полной поляризации  $t_n$ , мкс: 1 – 12, 2 – 21.

полной поляризации достигаются такие же значения пьезопараметров, что и при известных методах поляризации. На рис. 2 приведена зависимость степени

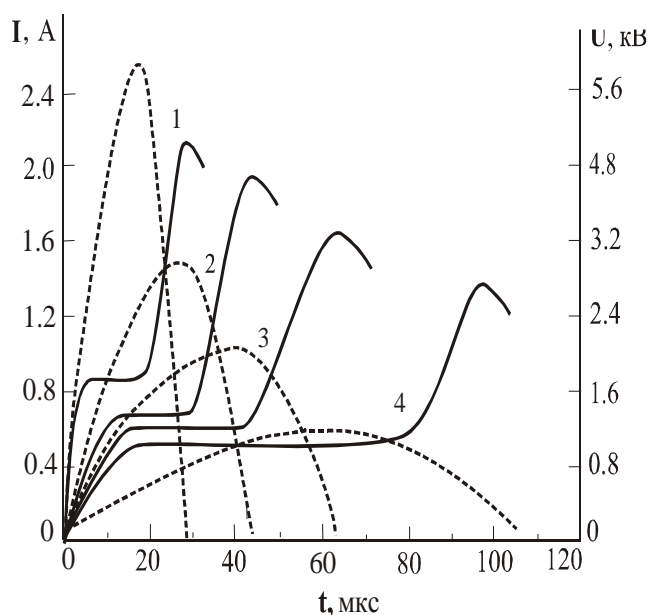


Рис. 1. Типичные осциллограммы напряжения  $V(t)$  (сплошные кривые) и тока  $I(t)$  переключения поляризации в СК ПКР-1 ( $\varnothing 10 \times 1$  мм) при различных скоростях нарастания поля  $\dot{E}$  (кВ/мм.мкс): (1 – 6,5; 2 – 2,4; 3 – 0,27; 4 – 0,1).

скорости роста поля  $\dot{E}$ . При этом, чем выше  $\dot{E}$  (следовательно, и  $E'_c$ ) тем больше ток переключения  $I_n$  и меньше время переключения  $t_n$  (рис. 1).

Использованный в работе метод возбуждения доменной структуры позволяет управлять степенью поляризации непосредственно во время переключения. Показано, что предложенный метод обеспечивает эффективную поляризацию СК до заданного уровня, причем при

полной поляризации достигаются такие же значения пьезопараметров, что и при известных методах поляризации. На рис. 2 приведена зависимость степени



поляризации СК ПКР-1 (в качестве характеристики поляризованного состояния взят коэффициент электромеханической связи  $K_p$ ) от длительности поляризующего импульса  $t_n$  при различных скоростях нарастания поля  $E$  в образце. Определены оптимальные режимы поляризации керамики ЦТС при комнатных температурах.

Для выяснения энергетического спектра локальных активных центров, ответственных за создание электретоного состояния в СК ПКР-1, методом измерения токов термостимулированной деполяризации (ТСД) исследована релаксация объемных зарядов, образующихся при различных условиях поляризации. Измерения проведены в режиме короткого замыкания в температурном интервале 300-600<sup>0</sup>С при непрерывном нагревании со скоростью 8<sup>0</sup>С /мин на образцах, поляризованных в постоянном и самосогласованном электрических полях. По полученным пикам ТСД оценивались величины энергии активации  $E_a$ , а по площади под кривой тока ТСД определялась плотность эффективного заряда  $Q$ , высвобождающегося при нагревании.

Расчет энергии активации уровней прилипания для образцов ПКР-1, поляризованных в БЭП при  $t_n = 16$  мкс, выполненный методом подгонки теоретических зависимостей под экспериментальные кривые, показывает, что в этом случае происходит заполнение более глубоких уровней по сравнению с обычными методами поляризации (рис. 3). Полученные значения  $E_a$ , как и в случае обычной поляризации, близки к значениям энергии активации примесной и собственной сквозной электропроводности исследованных образцов СК.

Поскольку величина внешнего поляризующего поля недостаточна для возбуждения носителей даже по низковольтному механизму ударной ионизации, требующему полей порядка  $10^5$  В/см, то предполагается, что в процессе поляризации в СК возникают концентраторы поля – области с аномально-высокими значениями внутреннего поля. В сильном локальном поле  $\sim 10^5$ - $10^6$  В/см за счет ударной ионизации примесных атомов вещества генерируются свободные носители заряда, ответственные за экранирование связанного заряда. Так как время релаксации этого процесса  $\tau < 10^{-6}$  с, то деполяризующие поля быстро нейтрализуются избыточными объемными и поверхностными зарядами уже на стадии роста зародышей.

Исследована доменная структура образцов СК, поляризованных в различных временных режимах. Показано, что доменные границы ориентируются поперечно направлению воздействия электрического поля, причем почти полностью реализуются 180<sup>0</sup>-ные доменные повороты. Существенное развитие получают также 90<sup>0</sup>-ные доменные структуры.

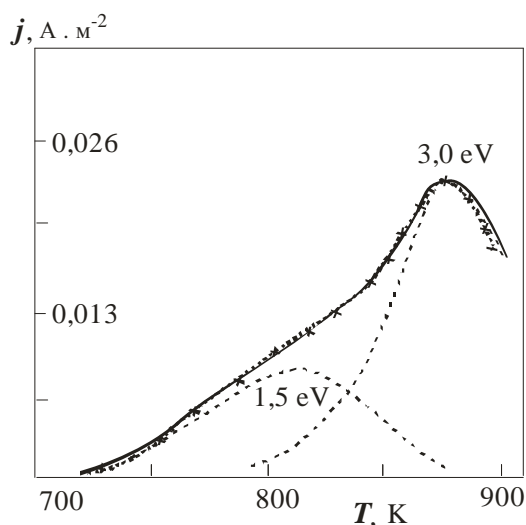


Рис. 3. Сравнение экспериментальной кривой (сплошная линия) тока ТСД для СК ПКР-1, поляризованной импульсным режимом с теоретической кривой.

**Вторая глава** посвящена изучению динамики доменной структуры в СК ПКР-1 и ПКР-7М, а также в кристаллах ТГС в БЭП косвенным методом – методом исследования электролюминесценции (ЭЛ), индуцированной доменными переориентациями при реполяризации. Дан краткий обзор литературных источников по ЭЛ сегнетоэлектрических материалов, главным образом кристаллических сегнетоэлектриков в переменных и импульсных электрических полях. Показано, что ЭЛ является чувствительным методом изучения эволюции доменной структуры и сопровождающий этот процесс механизмов объемного экранирования в БЭП.

Установлено, что ЭЛ в СК возникает в виде нескольких ярко выраженных пиков различной интенсивности, появляющихся синхронно с началом реполяризации и исчезающих с ее завершением (рис. 4). Для исключения свечения, связанного с микроразрядами в приэлектродных областях, образцы помещались в силиконовое масло. Исследовались временные и температурные зависимости интенсивности  $I_{изл}$  и энергии  $E_{изл}$  свечения СК и их связь с интегральными характеристиками переключения поляризации (временем  $t_n$ , током  $i_n$  и динамическим коэрцитивным полем  $E'_c$ ). Интенсивность  $I_{изл}$  определялась по амплитуде, а интегральная энергия излучения  $E_{изл}$  – по площади осциллограммы фотоимпульса свечения.

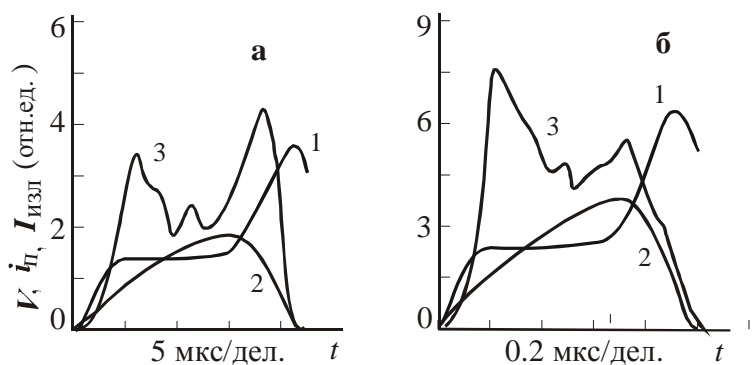


Рис. 4. Схематическое изображение синхронных осциллограмм напряжения  $V(t)$  (1), тока переключения  $i_n(t)$  (2) и интенсивности ЭЛ  $I_{изл}(t)$  (3) для образца ПКР-1.  $t_n$ , мкс: а – 20, б – 1.  $T=293$  К.

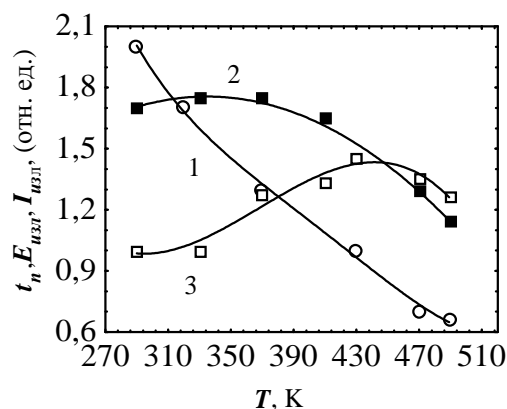


Рис. 5. Температурные зависимости времени реполяризации  $t_n$  (1), энергии ЭЛ  $E_{изл}$  (2) и амплитудной интенсивности ЭЛ  $I_{изл}$  (3) СК ПКР-1 при реполяризации.

Интенсификация процесса реполяризации при увеличении величины  $E$  приводит к росту интенсивности излучения  $I_{изл}$ . При этом вследствие изменения условий зародышеобразования и роста доменов максимум свечения смещается в сторону нарастающей ветви тока переключения. При высоких скоростях нарастания поля, когда время переключения поляризации составляет доли микросекунды ( $t_n \leq 1$  мкс), излучение продолжается и после того, как ток переключения достигает нулевой отметки, указывая на незавершенность процессов экранирования и закрепления доменных границ на дефектах. В диапазоне температур (300-450 К)  $I_{изл}$  для СК ПКР-7М проходит через максимум и убывает при приближении к температуре Кюри ( $T_c = 448$  К) (рис. 5). Аналогичная тенденция температурной

зависимости интенсивности ЭЛ  $I_{\text{изл}}(T)$  наблюдается и для СК ПКР-1 ( $T_c = 628$  К). Показано, что температурная зависимость энергии излучения  $E_{\text{изл}}(T)$  имеет тенденцию к снижению, и подобна температурной зависимости остаточной поляризации СК  $P(T)$ .

Изучен спектр ЭЛ исследованных образцов СК. Установлено, что максимум энергии излучения лежит в красной области спектра 650-700 нм. В области 450-500 нм обнаруживается небольшой размытый максимум. Имеется излучение и в инфракрасной области спектра. Спектр излучения соответствует преимущественной рекомбинации на примесных центрах зарядов, ранее экранирующих поляризацию и освобождающихся при переключениях с энергией активации 1.5-1.8 эВ. Незначительная часть энергии излучения приходится на акты рекомбинации зона-зона, ставших неравновесными электронно-дырочных пар. Таким образом, спектр излучения при переполаризации исследованных образцов СК имеет максимумы интенсивности в области примесного излучения, размытые как со стороны длинных, так и со стороны коротких волн.

Несмотря на значительный интерес к проблеме внутреннего поля в сегнетоэлектриках и, в частности в кристаллах группы ТГС, закономерности его поведения не установлены окончательно. Поэтому исследовались номинально чистые кристаллы ТГС, выращенные методом пересыщения в сегнетоэлектрической области температур, а также примесные кристаллы ТГС, содержащего 20%  $L$ - $\alpha$ -аланина (АТГС) в БЭП. В кристаллах АТГС часть молекул глицина замещена молекулами аланина, из-за чего стабилизируется одно направление спонтанной поляризации. Компонента внутреннего поля  $E_a$ , связанная с наличием непереворачиваемых внешним полем молекул  $L$ - $\alpha$ -аланина, не изменяет своего направления при переполаризации, что является причиной “самопроизвольного” возвращения кристалла АТГС к исходному “ростовому” униполярному состоянию после снятия внешнего поля.

Образцы исследованных кристаллов представляли собой пластины полярного среза размерами 9x8x1 мм (ТГС) и 5,5x6x1,8 мм (АТГС), на поверхность которых наносились серебряные электроды методом термического напыления. Электрическое поле прикладывалось вдоль направления [010]. Импульсы излучения, индуцированные переполаризацией, регистрировались с помощью фотоумножителя ФЭУ-79, перед входным окном которого образец располагался плоскостью (100).

Осциллограммы напряжения и тока переключения поляризации кристаллов семейства ТГС в БЭП идентичны аналогичным осциллограммам для СК. Зависимость  $i_{\text{max}}$  и  $t_n^{-1}$  от порогового поля переключения кристаллов ТГС имеют вид, показанный на рис. 6. В сильных полях  $\sim 10$  кВ/см (при комнатной температуре) время переполаризации ТГС обратно пропорционально пороговому полю  $E'_c$ :  $t_n^{-1} = \text{const } E'_c$ . В сильных полях кристаллы ТГС ведут себя как омические сопротивления, т.е. ток переполаризации линейно связан с приложенным полем. Однако по мере роста приложенного поля наблюдается тенденция отступления от

этой зависимости. В указанном диапазоне полей увеличивается скорость движения доменных стенок  $v$ , приближаясь к скорости продольных звуковых волн.

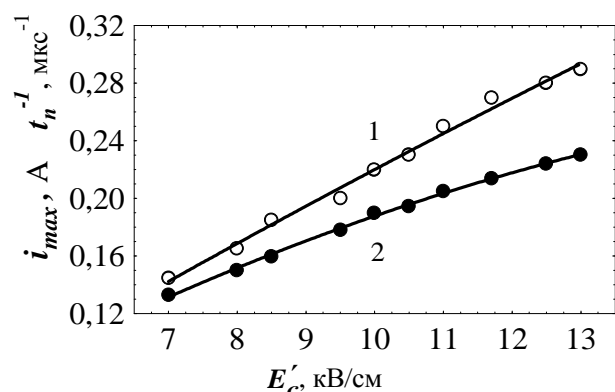


Рис. 6. Зависимость обратного времени переключения  $1/t_n$  (1) и максимального тока переполаризации  $i_{max}$  (2) от напряженности динамического коэрцитивного поля  $E'_c$  для кристаллов ТГС.  $T = 293$  К.

разрушению внутреннего поля в ТГС, имеющего пространственно-неоднородное распределение в объеме образца, в результате термической ионизации ловушек, связанных с дефектами структуры. При этом распределение дефектов в образце становится статистически равномерным по объему, в результате чего теряется “дефектная память” вещества. Метастабильность такого состояния определяет большую подвижность доменных границ.

Люминесценция кристаллов ТГС и АТГС возникает в виде множества отдельных вспышек, сливающихся в один ярко выраженный пик. Интенсивность ЭЛ  $I_{изл}$ , возрастающая с увеличением  $E$ , достигает максимума на завершающей стадии переключения, как это имеет место в импульсных полях прямоугольной формы. Отметим, что в области высоких скоростей нарастания поля, когда время переключения поляризации становится порядка единиц и меньше микросекунды, вследствие изменения условий зародышеобразования и роста доменов отчетливо вырисовывается и увеличивается пик ЭЛ, приходящийся на нарастающую ветвь тока переключения.

Униполярность переключения АТГС сохраняется и в БЭП, т.е. имеет место возвращение кристалла в исходное состояние после снятия внешнего электрического поля. Поэтому многократные приложения поляризующего поля не приводят к устойчивой монодоменизации кристалла. При воздействии БЭП в естественно униполярном направлении ток переключения не наблюдается, не наблюдается и ЭЛ кристалла. Однако последующее воздействие переключающего импульса напряжения приводит к значительному увеличению как максимума тока и плотности заряда переключения, так и энергетического выхода свечения (рис. 7). Таким образом, обнаружен эффект увеличения числа доменных стенок, дающих вклад в энергетический выход кристалла АТГС, после предварительного воздействия импульсного электрического поля в естественно униполярном

У предварительно отожженных (выше  $T_c$ ) образцов ТГС интенсивная перестройка доменной структуры начинается с момента достижения полем динамического коэрцитивного поля  $E'_c$ , тогда как у состаренных образцов обнаруживается значительное временное отставание этого процесса. Такая временная задержка может быть следствием влияния внутренних полей смещения  $E_{см} > E'_c$ , создаваемых поляризационными зарядами и закрепляющих доменную структуру.

Термическая обработка выше температуры Кюри приводит к

разрушению внутреннего поля в ТГС, имеющего пространственно-неоднородное распределение в объеме образца, в результате термической ионизации ловушек, связанных с дефектами структуры. При этом распределение дефектов в образце становится статистически равномерным по объему, в результате чего теряется “дефектная память” вещества. Метастабильность такого состояния определяет большую подвижность доменных границ.

Люминесценция кристаллов ТГС и АТГС возникает в виде множества отдельных вспышек, сливающихся в один ярко выраженный пик. Интенсивность ЭЛ  $I_{изл}$ , возрастающая с увеличением  $E$ , достигает максимума на завершающей стадии переключения, как это имеет место в импульсных полях прямоугольной формы. Отметим, что в области высоких скоростей нарастания поля, когда время переключения поляризации становится порядка единиц и меньше микросекунды, вследствие изменения условий зародышеобразования и роста доменов отчетливо вырисовывается и увеличивается пик ЭЛ, приходящийся на нарастающую ветвь тока переключения.

Униполярность переключения АТГС сохраняется и в БЭП, т.е. имеет место возвращение кристалла в исходное состояние после снятия внешнего электрического поля. Поэтому многократные приложения поляризующего поля не приводят к устойчивой монодоменизации кристалла. При воздействии БЭП в естественно униполярном направлении ток переключения не наблюдается, не наблюдается и ЭЛ кристалла. Однако последующее воздействие переключающего импульса напряжения приводит к значительному увеличению как максимума тока и плотности заряда переключения, так и энергетического выхода свечения (рис. 7). Таким образом, обнаружен эффект увеличения числа доменных стенок, дающих вклад в энергетический выход кристалла АТГС, после предварительного воздействия импульсного электрического поля в естественно униполярном

направлении. Временные характеристики переполяризации, и соответственно, ЭЛ при этом не изменятся.

Первая, относительно слабая, вспышка света приходится на начало интенсивной перестройки доменной структуры. Можно полагать, что она связана с процессами, сопровождающими акты зарождения и прорастания игловидных доменов сквозь кристалл.

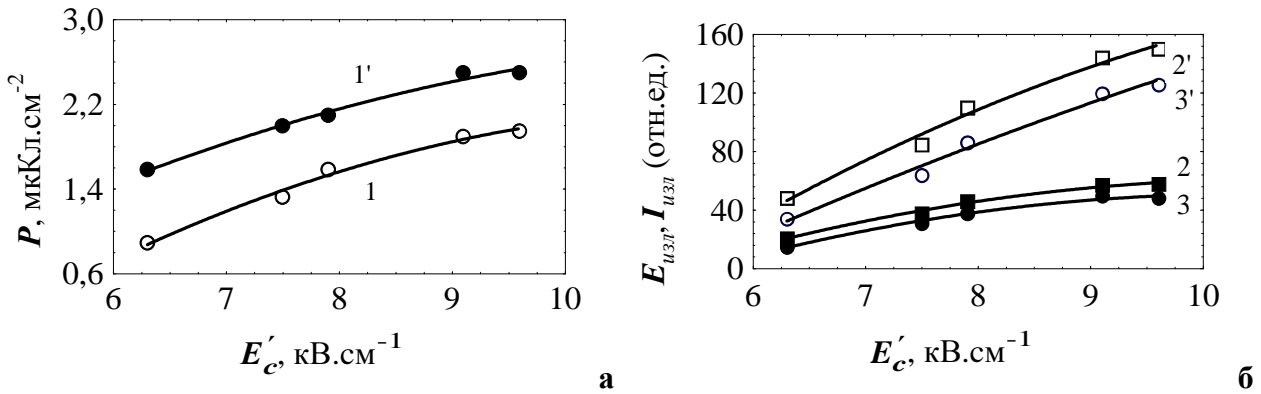


Рис. 7 Зависимость плотности заряда переключения  $P$  (1,1'), энергии  $E_{изл}$  (2,2') и интенсивности  $I_{изл}$  (3,3') ЭЛ кристаллов АТГС до (1,2,3) и после (1',2',3') предварительного воздействия импульса напряжения в естественно униполярном направлении от величины динамического коэргитивного поля  $E'_c$ .

Второй пик люминесценции с наибольшей яркостью свечения приходится на спадающую ветвь тока переключения, причем свечение продолжается и после прекращения процесса переполяризации. Этому этапу переполяризации можно сопоставить рост доменов за счет бокового движения стенок и их слияние, хотя трудно разделить отдельные механизмы переключения (зарождение, прямое прорастание, боковое движение доменных стенок, массовое слияние) и они естественным образом перекрываются. Этот пик свечения обусловлен рекомбинацией зарядов экранирования, ставших неравновесными после массовой коалесценции доменов на завершающем этапе. Продолжительность послесвечения кристалла определяется временем жизни рекомбинирующих электронов.

В нашей модели предполагается, что в результате прорастания антипараллельных игловидных доменов в объеме сегнетоэлектрика возникают локально неоднородные электрические поля, в области которых реализуются условия для интенсивной генерации электронов, туннелирующих в зону проводимости благодаря сильному изгибу зон. Туннелирование электронов в зону проводимости и ударная ионизация в концентраторах поля являются двумя основными механизмами генерирования свободных носителей заряда, ответственных за ЭЛ и внутреннее экранирование доменной структуры в сегнетоэлектриках при сверхбыстром переключении поляризации в самосогласованном электрическом поле.

**В третьей главе** представлены результаты исследований динамики доменной структуры СК ЦТС и кристаллов ТГС при сверхбыстром переключении поляризации в БЭП релаксационным методом, основанном на исследовании временных зависимостей действительной  $\varepsilon'(t)$  и мнимой  $\varepsilon''(t)$  составляющих

реверсивной диэлектрической проницаемости  $\epsilon^*$ . Краткий анализ литературных данных показывает, что до настоящего времени недостаточно сведений о динамических свойствах доменной структуры и практически мало исследованы их релаксационные свойства в импульсных полях.

По измерениям мгновенных значений амплитуд низковольтного входного сигнала  $U_0$  и сигнала на образце в момент переключения  $U$ , а также разности фаз между ними  $j$ , соответствующей диэлектрическим потерям, нами были рассчитаны эффективные кинетические параметры поляризационного процесса - действительная  $\epsilon'$  и мнимая  $\epsilon''$  составляющие реверсивной диэлектрической проницаемости. В процессе переключения поляризации в сегнетоэлектрическом образце растут диэлектрические потери, связанные с движением доменных стенок, что позволяет представить образец как конденсатор с потерями (параллельно соединённые конденсатор  $C$  без потерь и резистор  $R$ , моделирующий потери). Точность расчетов  $C$  и  $R$  контролировалась путем замены образца сегнетокерамики дискретными емкостью и сопротивлением с известными параметрами. Измерения проведены на частотах низковольтного измерительного напряжения (0.3 – 1.5) МГц, т.е. вдали от частот механического резонанса образца.

Особенности динамики доменной структуры в импульсных полях с регулируемой скоростью нарастания определяют характер временных зависимостей реверсивной диэлектрической проницаемости СК. За время переключения  $e'(t)$  проходит через три максимума различной амплитуды, тогда как  $e''(t)$  и  $tg d$  испытывает два размытых максимума (рис. 8). С уменьшением времени переключения  $t_n$  и интенсификацией доменных переориентаций характер временных зависимостей  $e^*(t)$  не изменяется.

Рассмотрены вероятные механизмы релаксации доменной структуры СК, дающие вклад в реверсивную диэлектрическую проницаемость в процессе сверхбыстрого переключения. На фронте импульса напряжения имеют место процессы возникновения и развития критических зародышей  $180^\circ$  доменов, определяющих величину динамического коэрцитивного поля. Дальнейшее увеличение поля инициирует рост числа игловидных доменов, ориентированных по полю, и увеличение подвижности доменных границ, участвующих в переключении. Эти эффекты, наряду с демпфированными осцилляциями в высокочастотном поле движущихся  $180^\circ$  доменных стенок, могут являться причиной наблюдающегося увеличения  $\epsilon'$  на начальных стадиях переключения. Одновременно появляются условия взаимного пьезоэлектрического зажатия доменов, приводящее к снижению  $\epsilon'$ .

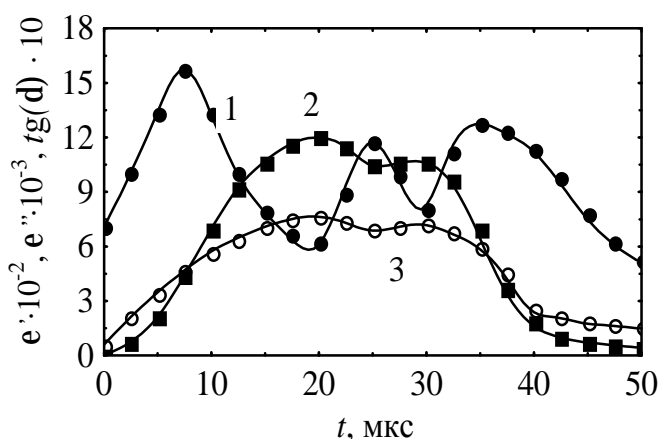


Рис. 8. Временные зависимости роста  $e'$  (1),  $e''$  (2) и  $tg d$  (3) в процессе переключения поляризации СК ПКР-1.  $t_n = 40$  мкс.

Боковое движение доменных стенок происходит на следующих стадиях переключения, и, несомненно, будут давать вклад в изменение импеданса СК. Появление второго максимума  $\varepsilon'$  может быть связано с боковым движением расширяющихся  $180^\circ$  доменов. К числу наиболее вероятных причин последующего снижения  $\varepsilon'$  можно отнести частичное уменьшение доли  $180^\circ$  переключений и усиление эффекта доменного зажатия. Электронно-микроскопические исследования доменной структуры поляризованных в импульсном поле образцов СК ПКР-1 показывают, что она представляет собой систему пластинчатых  $90^\circ$  доменов с доменными стенками, ориентированными преимущественно перпендикулярно направлению приложенного поля с переходом через границы зерен. Наблюдается согласованность доменных структур соседних кристаллитов, предотвращающая возникновение микротрещин. В то же время исследования доменной структуры частично поляризованных образцов СК показывают, что процессы перестройки подвижных  $90^\circ$  доменных стенок доминируют в области появления третьего пика  $\varepsilon'$ . Это позволяет заключить, что участие  $90^\circ$  доменной структуры на завершающей стадии переключения приводит к появлению третьего максимума  $\varepsilon'$ .

Так как диэлектрические потери определяются главным образом движением доменных стенок, то изменение их подвижности в процессе реполяризации существенно сказывается на зависимости  $e''(t)$ . Диэлектрическая вязкость возрастает при переходе от прямого прорастания к боковому движению  $180^\circ$  и  $90^\circ$  доменных стенок. Увеличение подвижности доменных стенок при освобождении от стопоров, обусловленных дефектностью структуры, сопровождается уменьшением потерь.

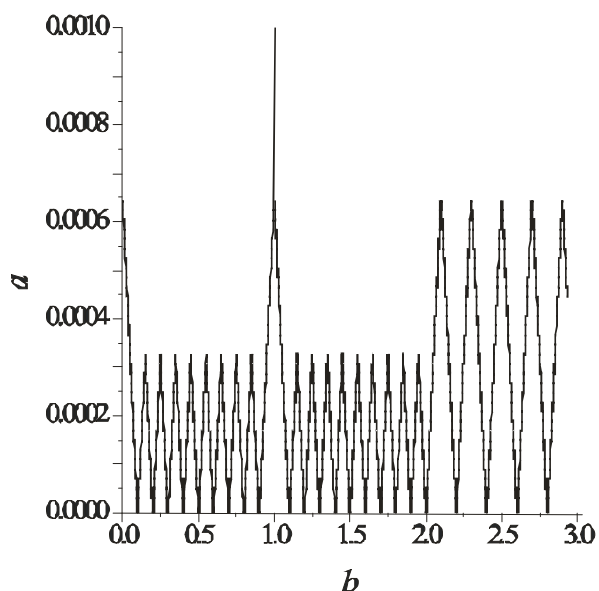


Рис. 9. Вейвлет-поверхность экспериментальных токов реполяризации для СК ПКР-1 в виде скелетона.  $T=20^\circ\text{C}$ ,  $P_s=40,5$  мкКл/см<sup>2</sup>,  $t_n=45$  мкс.

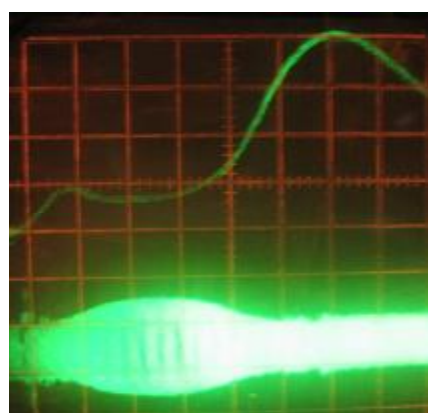
амплитуд пиков по оси  $a$ , связаны с релаксационными частотами процесса, в то время как значение  $b$  определяет текущее значение времени процесса переключения. Средние значения характерных времен, полученных из расчета, находятся в

Оценка времени релаксации доменных стенок к моменту достижения  $e''(t)$  максимума дает значения  $\approx 0.2-0.5$  мкс, что приблизительно на порядок меньше, чем для кристаллов титаната бария. Для оценки времен релаксации доменной структуры в процессе сверхбыстрого переключения нами применялся также метод Вейвлет-анализа выражения для тока переключения СК ПКР-1, полученного на основе фрактальных представлений перемещения доменных границ путем пристеночного зародышеобразования.

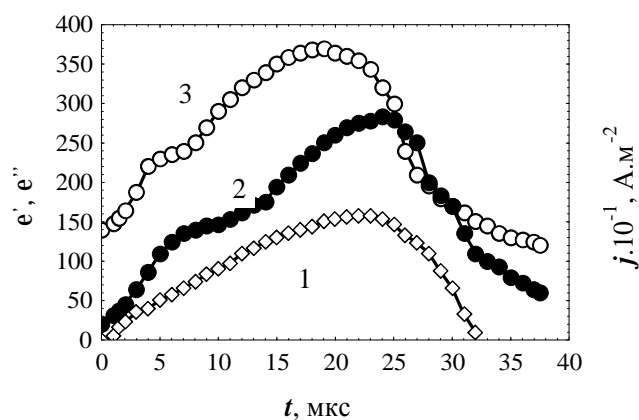
Вейвлет-поверхность теоретической кривой тока реполяризации представляет собой двухпараметрическую поверхность  $W(a,b)$  (рис. 9). Экстремальные значения



интервале от 0,25 до 0,7 мкс. Эти времена по порядку величины совпадают со временами релаксации системы доменов, определенные из экспериментальных зависимостей релаксационной диэлектрической проницаемости в процессе переключения.



а



б

Рис.10. Осциллограммы напряжения переключения  $V(t)$  (верхняя кривая) и измерительного напряжения  $U(t)$  (а), напряжения  $V(t)$  и плотности тока  $j_{п}$  переключения (б) для ТГС. Метки времени – 5 мкс,  $T = 22^{\circ} \text{C}$ .

На рис. 10 представлены типичная осциллограмма изменения высокочастотного измерительного сигнала (9,5 МГц), а также временные зависимости действительной  $\epsilon'$  и мнимой  $\epsilon''$  частей диэлектрической проницаемости кристалла ТГС в процессе переключения в БЭП. Видно, что временная зависимость мнимой части  $\epsilon''$  диэлектрической проницаемости имеет по форме примерно такой же вид, что и ток переключения  $j_{п}$ . Реальная же часть  $\epsilon'$  опережает во времени  $j_{п}$  и достигает своего максимального значения несколько раньше.

Зарождение и прямое прораствание  $180^{\circ}$ -ных игловидных доменов, ориентированных по полю  $E \approx E'_c$ , и увеличение подвижности доменных границ, участвующих в переключении, приводит к росту  $\epsilon'$ . На временной эволюции зависимости  $\epsilon''(t)$  появление максимума синхронно с максимумом тока переключения может являться результатом дополнительного рассеяния энергии на последней стадии переключения, когда происходит аннигиляция мелких доменов, укрупняющихся в объеме.

**В четвёртой главе** сделана попытка оценить внутреннее поле, изучить его влияние на релаксационные процессы в кристалле АТГС методом измерения приращения импеданса, обусловленного доменными переключениями в синусоидальном и однополярном сильном переменном поле частотой 50 Гц.

На рис. 11 представлены осциллограммы, демонстрирующие влияние температуры на петлю диэлектрического гистерезиса и на высокочастотный измерительный сигнал, а следовательно на комплексную емкость  $C^*$  (реверсивную диэлектрическую проницаемость  $\epsilon^*$ ) кристалла АТГС при неизменной амплитуде синусоидального переключающего электрического поля.



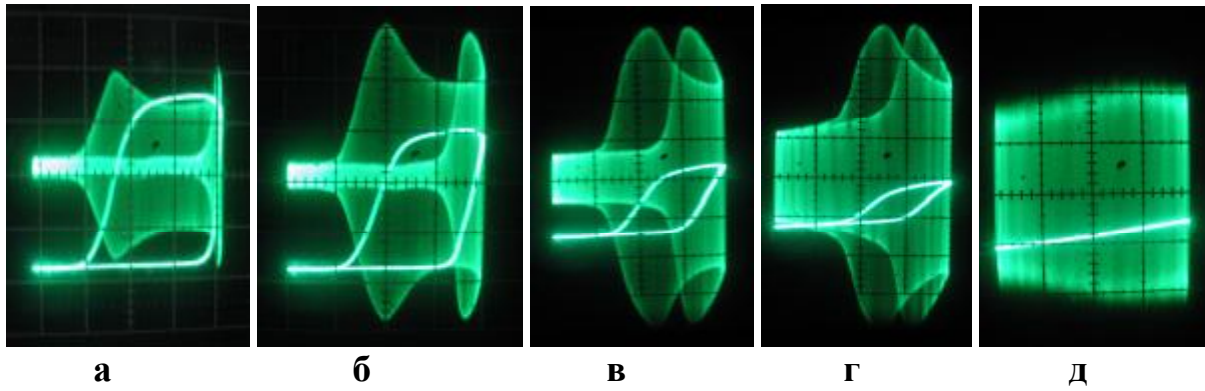


Рис. 11. Диэлектрический гистерезис и динамическая нелинейность кристалла АТГС в синусоидальном электрическом поле амплитудой 1,1 кВ/см при различных температурах.  $T, ^\circ\text{C}$ : а – 21,0; б – 35,0; в – 45,0; г – 47,5; д – 49,0.

Помимо температурных зависимостей пороговых полей  $E_n^{np}$  и  $E_n^{obr}$  старта процесса переполяризации и последующего самопроизвольного распада монодоменного состояния, по осциллограммам можно определить также временную и полевую зависимости реверсивной диэлектрической проницаемости  $\epsilon^*$  в «прямом» и «обратном» процессах, характеризующие эволюцию доменной структуры за период переключающего поля.

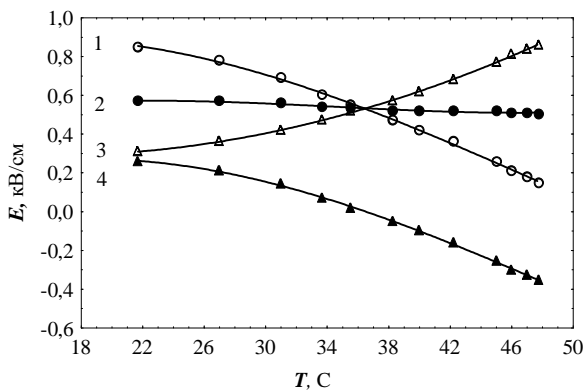


Рис. 12. Температурные зависимости пороговых полей  $E_n^{np}$  (1) и  $E_n^{obr}$  (3) и компонент внутреннего поля  $E_a$  (2) и  $E_s$  (4) в кристалле образца АТГС.

При повышении температуры пороговое поле  $E_n^{np}$  уменьшается, а пороговое поле  $E_n^{obr}$  возрастает, и при некоторой температуре ( $\sim 38^\circ\text{C}$ ) становятся равными (рис. 12). Различный характер температурных зависимостей полей  $E_n^{np}$  и  $E_n^{obr}$  указывает на то, что эффективное внутреннее поле в кристалле АТГС содержит две компоненты, поведение которых и при переключении и при изменении температуры различно. Если компоненты  $E_s$ , связанная с неэквивалентностью полярных поверхностей и условий компенсации поляризационных зарядов кристалла со стороны выхода «+» и «-» и концов вектора  $P_s$ , уменьшается с ростом температуры, то вторая компонента -  $E_a$ , обусловленная наличием в кристалле нереверсируемых внешним полем молекул  $L$ - $\alpha$ - аланина, остается неизменной. При этом установлено, что зависимости  $De^*(E)$  имеют два участка: участок роста и участок насыщения. Причем насыщение  $De^*$  наступает как в прямом, так и в обратном процессах в полях выше 1,2 кВ/см.

Нами проведены температурные исследования релаксации доменной структуры кристаллов АТГС под действием внутреннего поля смещения. Для этого

на кристалл подавалось однополупериодное переменное напряжение амплитудой 150 В ( $E = 1,4$  кВ/см), а релаксационные характеристики измерялись в промежутке между двумя полупериодами. Влияние температуры на релаксационные процессы продемонстрированы на рис. 13 в виде осциллограмм изменения импеданса образца, пропорционального обратимым смещениям доменных стенок. Как видно, процесс релаксации доменной структуры состоит из двух участков: участка быстрого роста полной проводимости (уменьшения импеданса), когда электрическое поле стремится к нулю и участка последующего ее медленного уменьшения в нулевом поле.

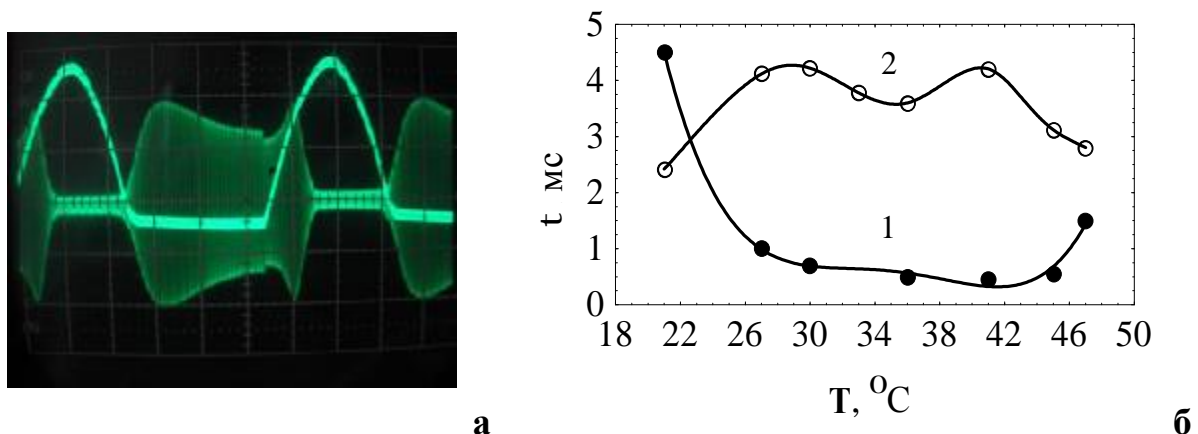


Рис. 13. Релаксация поляризации (а) и температурные зависимости времени релаксации  $\tau_1$  (1) и  $\tau_2$  (2) для кристалла АТГС в однополупериодном электрическом поле.

Для нарастающего участка полной проводимости (уменьшения импеданса)  $\tau_1$  зависимость  $De^*(t)$  наилучшим образом аппроксимируется функцией вида

$$e^*(t) = e_{\max}^* + (e_{\max}^* - e_o^*) \exp(1 - t/t_1),$$

а для спадающего участка полной проводимости (роста импеданса)  $\tau_2$  зависимость  $De^*(t)$  наилучшим образом аппроксимируется функцией вида

$$e^*(t) = e_{\max}^* - (e_{\max}^* - e_o^*) \exp(-t/t_2),$$

$\tau$  – время релаксации, характеризующее соответствующий участок температурной зависимости импеданса. Температурные зависимости  $\tau_1$  и  $\tau_2$  немонотонны и имеют экстремумы, приходящиеся на две температурные области ниже  $T_c$ . Возрастание времени релаксации в этом температурном интервале, по-видимому, связано с увеличением числа релаксаторов – доменных стенок в кристалле. Однако при приближении к  $T_c$  наблюдается уменьшение  $\tau$ , характерное для всех кристаллов группы ТГС.

## ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

1. Исследованы интегральные характеристики переключения поляризации сегнетокерамических (СК) материалов системы ЦТС (ПКР-1, ПКР-7М) и монокристаллов ТГС в сильных быстронарастающих электрических полях. Показано, что динамическое коэрцитивное поле  $E'_c > E_c$  растет с увеличением скорости роста поля  $\dot{E}$ . При этом, чем выше  $\dot{E}$ , тем больше ток переключения  $i_n$  и меньше время переключения  $t_n$ . В сильных полях время переполаризации СК

ЦТС и кристаллов ТГС обратно пропорционально полю, в котором протекает процесс:  $t_n = const \cdot E_c'^{-1}$ .

2. Разработан способ и физически обоснован механизм поляризации в самосогласованном поле, обеспечивающий в микросекундном диапазоне эффективную поляризацию СК при комнатной температуре. Методами термодеполяризационного анализа установлено, что объемный заряд экранирования, образующийся в самосогласованном поле, сосредотачивается на глубоких энергетических уровнях с энергиями активации 1.5-3 эВ.
3. При возбуждении реполяризации СК ЦТС (ПКР-1, ПКР-7М) и кристалла ТГС импульсным полем наблюдается люминесценция, возникающая на всех этапах реполяризации. Интенсивность люминесценции СК возрастает с увеличением скорости нарастания поля  $E$  и достигает максимума на нарастающей ветви тока переключения. Спектр излучения СК соответствует преимущественной рекомбинации на примесных центрах.
4. Обнаружен эффект увеличения числа доменных стенок, дающих вклад в энергетический выход кристалла АТГС, после предварительного воздействия импульсного электрического поля в естественно униполярном направлении.
5. Проведены исследования динамики доменной структуры в СК ПКР-1 и кристалле ТГС при сверхбыстром переключении поляризации релаксационным методом, основанном на исследовании временных зависимостей действительной и мнимой составляющих реверсивной диэлектрической проницаемости  $\epsilon^*$ . На кривых действительной части  $\epsilon'(t)$  реверсивной диэлектрической проницаемости СК ПКР-1 обнаружены три максимума, разделенных минимумами, соответствующими максимумам мнимой части  $\epsilon''(t)$ . Для кристалла ТГС зависимость мнимой части  $\epsilon''(t)$  подобна зависимости ток переключения  $i_n(t)$ , тогда как реальная часть  $\epsilon'$  опережает во времени  $i_n$ .
6. Определен спектр времен релаксации доменной структуры в СК ПКР-1 с использованием метода вейвлет-преобразования токов реполяризации. Показано, что характерные времена релаксации доменной структуры имеют тот же порядок, что и определенные из реверсивных характеристик процесса реполяризации (0.2-0.5 мкс).
7. Методом измерения импеданса образца исследована динамическая нелинейность кристаллов АТГС в процессе переключения в переменных электрических полях частотой 50 Гц. Показано, что при повышении температуры пороговое поле  $E_n^{np}$  переключения уменьшается, а пороговое поле «самопроизвольного» распада монодоменного состояния в исходное униполярное состояние возрастает, и при приближении к температуре  $T_c$  становятся равными.
8. Температурные зависимости диэлектрической проницаемости  $De^*(T)$  и времени релаксации доменной структуры  $\tau(T)$  АТГС при реполяризации в однополупериодном переменном электрическом поле немонотонны и имеют экстремумы.

## ОСНОВНЫЕ РАБОТЫ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

1. Садыков С.А., Агаларов А.Ш. Процесс переполаризации сегнетокерамики в быстроснарастающем электрическом поле. // Письма в ЖТФ. -1990.- т.16. Вып. 17. - С. 32-34.
2. Бородин В.З. Садыков С. А. Экнадиосянц Е.И. Агаларов А.Ш. Пинская А.Н. Возникновение периодических доменных структур под влиянием коротких импульсов электрического поля. // Изв. РАН. Сер. физич. -1993.- Т.57. № 3. - С. 66-69.
3. Садыков С. А. Бондаренко Е.И.Агаларов А.Ш. Поляризация сегнетокерамики в самосогласованном импульсном поле: роль не  $180^0$ -ных переключений. // ЖТФ. -1993. -Т.63. Вып. 11. - С. 60-65
4. Sadykov S.A Bondarenko E.I.Agalarov A.Sh. Polarization of ferroelectric ceramic in high-voltage pulse field: The role of non  $180^0$  switching. // Ferroelectrics. -1994. -V.157. -P. 129-134.
5. Sadykov S.A., Agalarov A.Sh., Borodin V.Z. Dynamic properties of polarization in PZT ceramics in fast-rising strong electric fields. // Ferroelectrics. -1996. -Vol. 186. - P. 127-131.
6. Садыков С.А., Агаларов А.Ш. Способ поляризации сегнетокерамики. RU. Патент 2092934, кл. H 01 L 41/24, 1997.
7. Садыков С.А., Агаларов А.Ш. Поляризация сегнетокерамики в импульсном самосогласованном поле. // Труды МНПК “Пьезотехника-97”. - Обнинск, 1997. - С. 234-239.
8. Садыков С.А., Агаларов А.Ш. Термостимулированная релаксация объемных зарядов в сегнетокерамике, поляризованной в быстроснарастающем импульсном поле. // Вестник ДГУ. -1998. -Вып.1. -С. 5-9.
9. Садыков С. А. Бородин В.З. Агаларов А. Ш. Механические деформации и релаксационные явления в пьезокерамике ЦТС в самосогласованном электрическом поле. // Труды МНПК “Пьезотехника-99”. Т.1. -Ростов-на-Дону. 1999. - С. 139-145
- 10.Садыков С.А., Бородин В.З., Агаларов А.Ш. Реверсивные характеристики поляризации сегнетокерамики в быстроснарастающем электрическом поле. // ЖТФ, -2000. -Т. 70. Вып. 6. -С. 108-112.
- 11.Садыков С.А., Агаларов А.Ш., Каллаев С.Н., Алигаджиев О.У. Электролюминесценция сегнетоэлектрика ТГС в быстроснарастающем электрическом поле. // Сб. тр. Меж. Конф. «Фаз.переходы, крит. и нелин. явл. в конд. средах», Махачкала, 21-25 сентября 2004, - С.121-123.
- 12.Садыков С.А., Агаларов А.Ш., Каллаев С.Н. Особенности внутреннего экранирования доменов в сегнетокерамике при сверхбыстром переключении. // Труды Межд. Конф. «Fizika-2005» (Баку, 7-9 июнь 2005), - С. 339-342.
- 13.Садыков С.А., Агаларов А.Ш., Каллаев С.Н., Алигаджиев О.У. Электролюминесценция сегнетокерамики ЦТС в быстро нарастающем электрическом поле. // Изв. РАН. Сер. Физич., -2005, Т 69, № 8, -С. 1227-1230.

14. Sadykov S.A., Agalarov A.Sh., Kallaev S.N. Switching Induced Electroluminescence in PZT Ceramics in High-voltage Pulse Field. // *Integrated Ferroelectrics*, -2005, -V. 72, N 1, - P. 27-30.
15. Садыков С.А., Агаларов А.Ш., Каллаев С.Н. Люминесценция кристаллов ТГС при изменении поляризации в быстроснарастающем электрическом поле. // Тез. докл. XVII Всеросс. конф. по физике сегнетоэлектриков (Пенза, 26 июня – 1 июля 2005). - С. 193-194.
16. Sadykov S.A Kazbekov K.K. Agalarov A.Sh. Internal Screening and Symmetry of Switching Current Impulses in PZT Ferroelectric Ceramics in Fast-Rising Electric Fields. Abstract book of International Symposium Micro- and Nano-scale Domain Structuring in Ferroelectrics, Ekaterinburg, Russia, November 15-19, 2005, - P.104-105.
17. Садыков С.А., Агаларов А.Ш., Каллаев С.Н. Электролюминесценция кристаллов АТГС в быстроснарастающем электрическом поле. // Сб. тр. Меж. Конф. «Фаз. переходы, крит. и нелин. явления в конд. средах», Махачкала, 21-24 ноября 2005, - С. 184-187.
18. Садыков С.А., Агаларов А.Ш., Каллаев С.Н. Релаксация доменной структуры кристаллов АТГС в переменных электрических полях. // Сб. тр. Меж. Конф. «Фаз. переходы, крит. и нелин. явления в конд. средах», Махачкала, 12-15 сентября 2007, - С. 615-617.
19. Садыкова С.А. Агаларов А. Ш. Каллаев С. Алиева С. М. Формирование доменной структуры сегнетокерамики ЦТС в процессе сверхбыстрого переключения. // ПОВЕРХНОСТЬ. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2008, №11 (в печати).

Подписано к печати .2008. Печать офсетная.  
Формат бумаги 60x84 1/16. Заказ. Тираж 100 экз.

Издательско-полиграфический центр ДГУ  
Махачкала, ул. М. Ярагского, 59-а.