

МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ И ТЕХНОЛОГИЯ. ДИЭЛЕКТРИКИ
MATERIALS SCIENCE AND TECHNOLOGY. DIELECTRICS

Известия высших учебных заведений. Материалы электронной техники. 2024. Т. 27, № 4. С. 306—316.

DOI: 10.17073/1609-3577j.met202406.598

УДК 620.178.152.341.4

**Микротвердость кристаллов твердых растворов
ниобата–танталата лития $\text{LiNb}_{1-x}\text{Ta}_x\text{O}_3$** © 2024 г. Е. В. Забелина¹✉, Н. С. Козлова¹, А. А. Мололкин^{1,2,3},
В. М. Касимова¹, Р. Р. Фахртдинов³, А. В. Сосунов⁴, И. С. Диденко¹¹ *Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»,
Ленинский просп., д. 4, стр. 1, Москва, 119049, Российская Федерация*² *АО «Фомос–Материалы»,
Буженинова, д. 16, стр. 1, Москва, 107023, Российская Федерация*³ *Институт проблем технологии микроэлектроники
и обособленных материалов Российской академии наук, ул. Акад. Осипьяна, д. 6,
Черноголовка, Московская область, 142432, Российская Федерация*⁴ *Пермский государственный национальный исследовательский университет,
ул. Букирева, д. 15, Пермь, 614068, Российская Федерация*

✉ Автор для переписки: zabelina.ev@misis.ru

Аннотация. Получение кристаллов твердых растворов промежуточных составов $\text{LiNb}_{1-x}\text{Ta}_x\text{O}_3$ позволяет регулировать физические параметры материала и получать кристаллы с требуемыми свойствами, поэтому получение таких кристаллов и исследование их свойств с учетом анизотропии является актуальной задачей. В работе были выращены кристаллы твердых растворов ниобата–танталата лития $\text{LiNb}_{1-x}\text{Ta}_x\text{O}_3$ составов $\text{LiNb}_{0,88}\text{Ta}_{0,12}\text{O}_3$ и $\text{LiNb}_{0,93}\text{Ta}_{0,07}\text{O}_3$. Из этих кристаллов были подготовлены полированные образцы, ориентированные в стандартной установке. Образцы были подвергнуты монодоменизации. Определена полярность пьезоактивных граней. Методом оптической микроскопии в проходящем свете на всех образцах Z–срезов наблюдались картины в виде губкоподобной структуры, на образцах X– и Y–срезов — картины в виде вертикальных областей, параллельных оптической оси (оси Z). С учетом анизотропии и полярности при нагрузке 25 гс проведены измерения механических характеристик образцов: микротвердости по Виккерсу HV с пересчетом на шкалу Мооса HM и балл хрупкости Z_x . По полученным данным рассчитаны параметры «вязкости» по методу Пальмквиста S и степени ионности связей I. Влияние соотношения Nb : Ta на значение микротвердости Z–срезов неоднозначно, что может быть связано с существенной неоднородностью таких образцов. В случае образцов X–срезов результаты измерений микротвердости близки и лежат в пределах погрешности метода. В случае Y–срезов проявляется существенная разница значений микротвердости и хрупкости Y«+» и Y«–» срезов, при этом микротвердость образца с более высоким содержанием Nb выше.

Ключевые слова: одноосные кристаллы, твердые растворы, ниобат танталат лития, изоморфное замещение, механические свойства, микротвердость, твердость по Виккерсу

© 2024 National University of Science and Technology “MISIS”.

This is an open access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution License (CC-BY 4.0), which permits unrestricted use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original author and source are credited.

Благодарности: Исследование выполнено при поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации в рамках государственного задания № 075–00296–24–01 (в части выращивания экспериментальных образцов кристаллов $\text{LiNb}_{1-x}\text{Ta}_x\text{O}_3$), в рамках государственного задания для вузов № FSME–2023–0003 (в части исследования образцов $\text{LiNb}_{1-x}\text{Ta}_x\text{O}_3$ методами оптической микроскопии и микротвердости), в рамках государственного задания для вузов № FSNF–2024–0001 (в части определения реальной структуры образцов $\text{LiNb}_{1-x}\text{Ta}_x\text{O}_3$).

Для цитирования: Забелина Е.В., Козлова Н.С., Мололкин А.А., Касимова В.М., Фахртдинов Р.Р., Сосунов А.В., Диденко И.С. Микротвердость кристаллов твердых растворов ниобата–танталата лития $\text{LiNb}_{1-x}\text{Ta}_x\text{O}_3$. *Известия высших учебных заведений. Материалы электронной техники*. 2024; 27(4): 306–316. <https://doi.org/10.17073/1609-3577j.met202406.598>

Microhardness of lithium niobate tantalate $\text{LiNb}_{1-x}\text{Ta}_x\text{O}_3$ solid solutions crystals

E. V. Zabelina¹✉, N. S. Kozlova¹, A. A. Mololkin^{1,2,3}, V. M. Kasimova¹,
R. R. Fakhrtdinov³, A. V. Sosunov⁴, I. S. Didenko¹

¹ *National University of Science and Technology “MISIS”,
4–1 Leninsky Ave., Moscow 119049, Russian Federation*

² *JSC Fomos–Materials, 16–1 Buzheninova Str., Moscow 107023, Russian Federation*

³ *Institute of Microelectronics Technology and High–Purity Materials
of the Russian Academy of Sciences, 6 Academician Ossipyan Str., Chernogolovka,
Moscow Region 142432, Russian Federation*

⁴ *Perm State University, 15 Bukireva Str., Perm 614068, Russian Federation*

✉ *Corresponding author: zabelina.ev@misis.ru*

Abstract. Growth of solid solutions of intermediate compositions $\text{LiNb}_{1-x}\text{Ta}_x\text{O}_3$ crystals allows you to adjust the physical parameters of the material and obtain crystals with the required properties, which is why obtaining such crystals and studying their properties taking into account anisotropy is an urgent task. Crystals of solid solutions of lithium niobate tantalate $\text{LiNb}_{1-x}\text{Ta}_x\text{O}_3$ of $\text{LiNb}_{0.88}\text{Ta}_{0.12}\text{O}_3$ and $\text{LiNb}_{0.93}\text{Ta}_{0.07}\text{O}_3$ compositions were grown in the work. Polished samples oriented in a standard installation were prepared from these crystals. The samples were subjected to monodomenization. The polarity of the piezoactive faces has been determined. By optical microscopy in transmitted light, patterns in the form of a sponge–like structure were observed on all samples of Z–cuts, patterns in the form of vertical regions parallel to the optical axis (Z–axis) were observed on samples of X– and Y–cuts. Taking into account anisotropy and polarity, measurements of the mechanical characteristics of the samples at a load of 25 gs were carried out: the microhardness of the samples according to Vickers HV calculated on the Mohs scale HM and the brittleness score Z_x . According to the obtained data, the parameters of the «viscosity» S according to the Palmquist method and the degree of ionic bonds are calculated. The effect of the Nb : Ta ratio on the microhardness of Z–cuts is ambiguous, this may be due to the significant heterogeneity of such samples. In the case of X–cut samples, the results of microhardness measurements are close and within the error limits of the method. In the case of Y–cuts, there is a significant difference in the values of microhardness and brittleness of Y«+» and Y«–» sections, while the microhardness of the sample with a higher Nb content is higher.

Keywords: uniaxial crystals, solid solutions, lithium niobate tantalate, isomorphous substitution, mechanical properties, microhardness, Vickers hardness

Acknowledgments: The study was supported by the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation within the framework of state assignment No. 075–00296–24–01 (in terms of

growing experimental samples of $\text{LiNb}_{1-x}\text{Ta}_x\text{O}_3$ crystals), within the framework of state assignment for universities No. FSME-2023-0003 (in terms of studying $\text{LiNb}_{1-x}\text{Ta}_x\text{O}_3$ samples by optical microscopy and microhardness), within the framework of state assignment for universities No. FSNF-2024-0001 (in terms of determining the real structure of $\text{LiNb}_{1-x}\text{Ta}_x\text{O}_3$ samples).

For citation: Zabelina E.V., Kozlova N.S., Mololkin A.A., Kasimova V.M., Fakhrtdinov R.R., Sosunov A.V., Didenko I.S. Microhardness of lithium niobate tantalate $\text{LiNb}_{1-x}\text{Ta}_x\text{O}_3$ solid solutions crystals. *Izvestiya vuzov. Materialy elektronnoy tekhniki = Materials of Electronics Engineering*. 2024; 27(4): 306—316. <https://doi.org/10.17073/1609-3577j.met202406.598>

Введение

Ниобат лития LiNbO_3 (**LN**) и танталат лития LiTaO_3 (**LT**) — известные сегнетоэлектрические кристаллы, которые широко используются в области микроэлектроники, оптики и акустики для создания изделий электрооптики, нелинейной оптики, устройств на поверхностных акустических волнах, пьезоэлектрических и магнитоэлектрических датчиков, приборов на заряженных доменных стенках и др. [1—13]. Объем производства LN и LT и устройств на их основе непрерывно растет. В частности, согласно отчету «Prudent Market» за 2022 г., объем рынка ниобата лития в 2021 г. составил 139,9 млн долл. США с прогнозируемым увеличением до 165 млн долл. США к 2028 г. [14].

Кристаллы LN и LT являются изоморфами, в сегнетоэлектрической фазе имеют структуру псевдоильменита, относятся к точечной группе симметрии $3m$ и пространственной группе симметрии $R3c$. Элементами симметрии являются ось третьего порядка (полярная ось кристалла) и три плоскости, отражение от которых сочетается с трансляцией по оси третьего порядка на половину периода решетки вдоль этой оси [1, 7, 15, 16]. Ось Z параллельна полярной оси (оси третьего порядка), ось X перпендикулярна к плоскости m , XYZ образуют правую ортогональную тройку — стандартная установка. Изменение состава в значительной степени позволяет регулировать физические параметры материала и получать кристаллы с разными свойствами. В тройной квазибинарной системе $\text{Li}_2\text{O}—\text{Nb}_2\text{O}_5—\text{Ta}_2\text{O}_5$ возможно существование ряда сложных оксидов с различными вариациями состава в зависимости от соотношения изоморфных катионов к оксиду лития [17]. При концентрации оксида лития 50 % возможно образование непрерывного ряда твердых растворов с разными соотношениями изоморфных катионов Ta и Nb. Это позволяет получать кристаллы твердых растворов $\text{LiNb}_{1-x}\text{Ta}_x\text{O}_3$ (**LNT**) промежуточных составов. В настоящее время свойства кристаллов LNT активно исследуются [17—24]. Кристаллы твердых растворов LNT также могут занять свою нишу в оптоэлектронике за счёт возможности создания волноводов и периодически поляризованных структур. На процесс производства и характери-

стики оптических волноводов существенное влияние оказывает состояние поверхностного слоя [16, 25]. К параметрам, характеризующим конкретную поверхность анизотропного материала, относятся, в том числе, его механические свойства — твердость, хрупкость, наличие или отсутствие внешних дефектов (микротрещин, ликваций и т. п. [26]. Данных по механическим свойствам кристаллов LNT, в первую очередь, микротвёрдости и ее анизотропии, в доступных литературных источниках нами не обнаружено. Цель работы — исследование влияния изоморфных замещений в катионной под решетке на величину микротвёрдости кристаллов твердых растворов $\text{LiNb}_{1-x}\text{Ta}_x\text{O}_3$.

Образцы и методы исследования

Рост кристаллов. Кристаллы твердых растворов $\text{LiNb}_{1-x}\text{Ta}_x\text{O}_3$ выращивали в Институте проблем технологии микроэлектроники (ИПТМ) РАН методом Чохральского с применением модернизированной установки НИКА-3М из платинового тигля. В качестве исходной шихты использовали порошки Li_2CO_3 , Nb_2O_5 , Ta_2O_5 чистотой 99,99 %. Выращивание кристаллов проходило вдоль полярной оси Z . Кристаллы выращивали из шихты двух разных составов: $\text{LiNb}_{0,95}\text{Ta}_{0,05}\text{O}_3$ и $\text{LiNb}_{0,97}\text{Ta}_{0,03}\text{O}_3$. Согласно фазовой диаграмме, из шихты $\text{LiNb}_{0,95}\text{Ta}_{0,05}\text{O}_3$ растут кристаллы состава $\text{LiNb}_{0,88}\text{Ta}_{0,12}\text{O}_3$, а из шихты $\text{LiNb}_{0,97}\text{Ta}_{0,03}\text{O}_3$ — кристаллы состава $\text{LiNb}_{0,93}\text{Ta}_{0,07}\text{O}_3$. Подробно процесс выращивания кристаллов промежуточных составов $\text{LiNb}_{1-x}\text{Ta}_x\text{O}_3$ изложен в работе [19]. После выращивания кристаллы подвергали длительным отжигам в ростовой камере в течение 8—12 ч при температурах 950—1100 °С. Было получено два кристалла составов $\text{LiNb}_{0,88}\text{Ta}_{0,12}\text{O}_3$ и $\text{LiNb}_{0,93}\text{Ta}_{0,07}\text{O}_3$ длиной и диаметром цилиндрической части ~20 мм. Из этих кристаллов были подготовлены образцы в виде прямоугольных параллелепипедов с гранями, полированными с помощью технологии ГПП (глубокой шлифовки полировки). Образцы были ориентированы по кристаллофизическим осям в стандартной установке. Фотографии образцов представлены на рис. 1.

После выращивания кристаллы LNT являются полидоменными. С целью монодоменизации

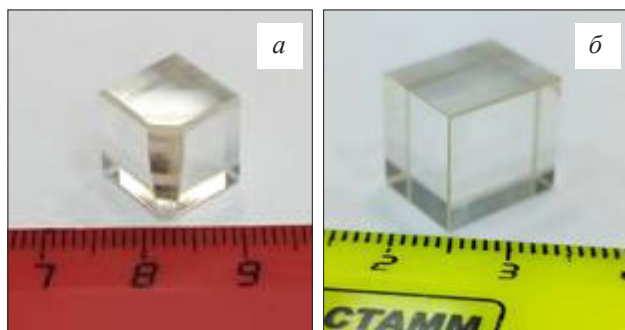


Рис. 1. Общий вид образцов кристаллов $\text{LiNb}_{1-x}\text{Ta}_x\text{O}_3$: а — $\text{LiNb}_{0,88}\text{Ta}_{0,12}\text{O}_3$; б — $\text{LiNb}_{0,93}\text{Ta}_{0,07}\text{O}_3$

Fig. 1. General view of $\text{LiNb}_{1-x}\text{Ta}_x\text{O}_3$ crystal samples: (a) $\text{LiNb}_{0,88}\text{Ta}_{0,12}\text{O}_3$; (б) $\text{LiNb}_{0,93}\text{Ta}_{0,07}\text{O}_3$

и для избавления кристаллов от макро- и микродефектной структуры их подвергают высокотемпературной электродиффузионной обработке [1—3]. Подробно процесс монодоменизации образцов LNT описан в работе [19].

Измерения микротвердости и хрупкости. Измерения микротвердости проводили в аккредитованной межкафедральной учебно-испытательной лаборатории «Монокристаллы и заготовки на их основе» (ИЛМЗ) методом Виккерса (Vickers hardness, HV) на поверенном микротвердомере Aaffri DM 8B [27—32]. В методе Виккерса в качестве индентора используется алмазный наконечник Виккерса, который представляет собой правильную четырехгранную алмазную пирамиду с квадратным основанием с углом $\alpha = 136^\circ$ между противоположными гранями при вершине. Значение твердости по Виккерсу вычисляли по формуле [27—31]

$$HV = \frac{1}{g_n} \frac{2F \sin \frac{136^\circ}{2}}{d^2} \approx 0,1891 \frac{F}{d^2}, \quad (1)$$

где F — нагрузка, Н; g_n — ускорение свободного падения; d — среднее арифметическое значение длин обеих диагоналей отпечатка d_1 и d_2 после снятия нагрузки, мм.

Микротвердомер Aaffri DM 8B предназначен для испытаний хрупких материалов и дает возможность проведения индентирования при малых нагрузках от 1 г. При проведении экспериментов использовали стандартное время выдержки 10 с, скорость подачи нагрузки 50 мкм/с. Значение микротвердости определялось автоматически по результатам измерения диагоналей отпечатка с применением CCD-камеры и программного обеспечения Hardtest-Program Precidure Ver. 2.4 Frits Mueller GmbH. Контроль правильности измерений HV выполняли непосредственно перед проведением измерений образцов на стандартном контрольном образце из фторида лития (LiF), изготовленном и измеренном в ИЛМЗ. Точность измерений $\Delta = 10\%$.

По результатам наблюдений отпечатков каждому присваивался балл хрупкости Z_x , согласно методике, представленной в работе [33], по условной пятибалльной шкале (табл. 1), учитывающей число трещин и сколов у отпечатков, а также характер их развития.

Таблица 1 / Table 1

Оценка хрупкости материала [33] Evaluation of material fragility

Средний балл хрупкости, Z_x	Характер отпечатка индентора
0	Отпечаток без видимых трещин и сколов
1	Одна небольшая трещина в углу отпечатка
2	Одна трещина, не совпадающая с продолжением диагонали отпечатка. Две трещины в смежных углах отпечатка
3	Две трещины в противоположных углах отпечатка. Три трещины в разных углах отпечатка. Скол с одной стороны отпечатка
4	Больше трех трещи. Скол с двух сторон отпечатка
5	Полное разрушение формы отпечатка

Предварительно на кристаллах LNT были проведены испытания микротвердости с использованием нагрузок 1, 3, 5, 10, 25, 50, 100 гс (1 гс = 9,80665 мН); по результатам измерений были построены кривые нагружения. За величину микротвердости принимается значение с горизонтальной части кривой нагружения (плато). В силу чрезвычайной хрупкости материала для измерения микротвердости образцов LNT была выбрана оптимальная нагрузка 25 гс. Дальнейшие измерения на всех образцах проводились с этой нагрузкой.

Контроль полярности поверхностей образцов. В нецентросимметричных средах существуют особые полярные направления и, соответственно срезы, в которых электрическая поляризация обратимо связана с механическими напряжениями — наблюдается пьезоэлектрический эффект [34]:

$$P_i = d_{ijk} t_{jk}, \quad (2)$$

где P — компоненты вектора электрической поляризации; t_{jk} — компоненты тензора механических напряжений; d_{ijk} — пьезоэлектрические коэффициенты (пьезомодули).

При механической деформации пьезоактивного образца, индуцируется дополнительный поверхностный заряд, знак которого совпадает со знаком

поверхностного заряда в недеформированном состоянии. Таким образом, образцы пьезоактивных срезов характеризуются полярностью: в случае монокристаллического образца одна поверхность всегда будет положительной (сторона с положительным пьезооткликом), а противоположная — отрицательной. Знание полярности образца чрезвычайно важно на всех этапах производства:

- ориентация кристаллических затравок при промышленном выращивании кристаллов;
- механическая обработка образцов (резка, шлифовка и полировка пластин);

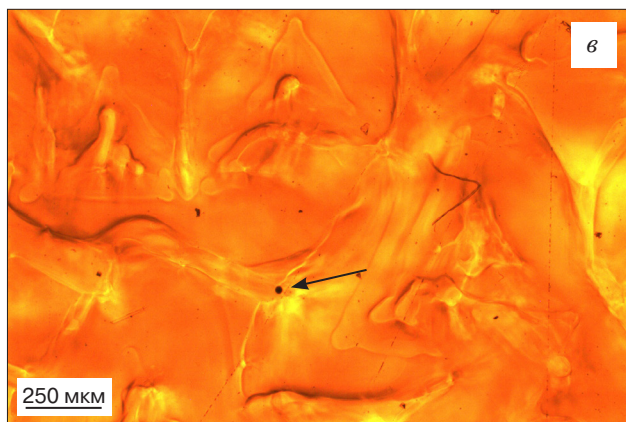
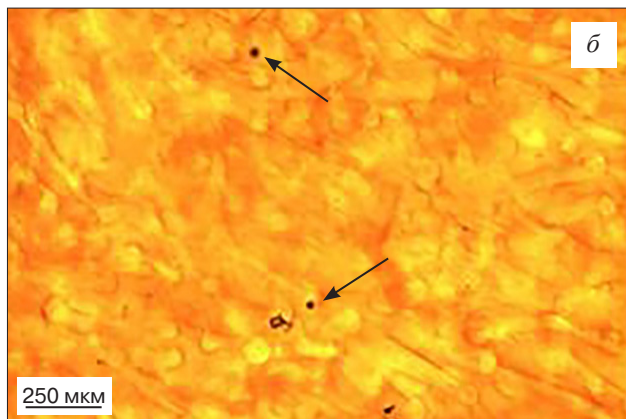
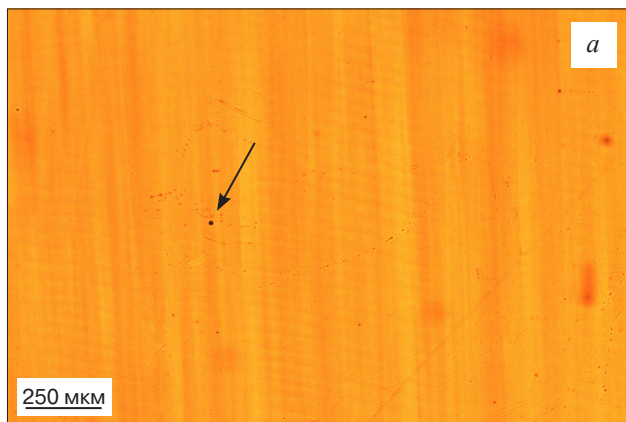


Рис. 2. Типичные картины, наблюдавшиеся на поверхностях образцов кристаллов LNT X– (а) и Z– (б, в) среза. Стрелки — включения на поверхности и в приповерхностной области

Fig. 2. Typical patterns observed on the surfaces of LNT X– (a) and Z– (б, в) cut crystal samples. Arrows indicate inclusions on the surface and in the near-surface region

– изготовление пьезоэлектрических и электрооптических приборов;

– входной контроль пластин при производстве пьезоэлектрических датчиков;

– интерпретация результатов исследований физических свойств кристаллов.

Полярность поверхностей образцов определяли с помощью пьезотестера.

Для кристаллов симметрии $3m$ матрица пьезомодулей в стандартной установке (плоскость m перпендикулярна к оси X), имеет вид [34]

$$\begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & d_{15} & -2d_{22} \\ -d_{22} & d_{22} & 0 & d_{15} & 0 & 0 \\ d_{31} & d_{31} & d_{33} & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}. \quad (3)$$

Измерения микротвердости проводили для всех кристаллофизических срезов X , Y , Z . В соответствие с матрицей пьезомодулей (3) пьезоотклик должен наблюдаться при тестировании образцов Z – и Y –срезов и полностью отсутствовать при тестировании образцов X –срезов. За направления Z «–», Z «+», Y «–», Y «+» были приняты направления, вдоль которых наблюдается соответствующий, отрицательный или положительный, отклик пьезотестера. В случае направления X , знаки «–» или «+» приписываются исходя из того, что XYZ формируют правую тройку.

Результаты и их обсуждение

Оптическая микроскопия. Качество поверхности исследуемых образцов LNT определяли с помощью оптического микроскопа Axio Imager M1m в проходящем свете. Были выявлены как механические дефекты в виде незначительного количества царапин, так и включения размером ~ 20 – 40 мкм для всех экспериментальных образцов (рис. 2).

Эти включения наблюдаются как на поверхности, так и в приповерхностной области. Природа таких дефектов в кристаллах LNT не изучена. Качество поверхности исследованных образцов существенно зависело от их кристаллографической ориентации (см. рис. 2). Так, для образцов LNT X – и Y –срезов обнаружены строго вертикальные полосы, параллельные оси Z (см. рис. 2, а). На поверхностях кристаллов Z –среза наблюдалась губкоподобная структура (см. рис. 2, б). При этом на некоторых отдельных областях поверхности образцов можно увидеть картины неоднородностей в виде треугольников, которые являются характерным признаком оси третьего порядка (см. рис. 2, в). Наблюдавшиеся в исследованных образцах LNT картины подобны картинам доменов, представленным в работах [5, 35] при исследовании кристаллов LN.

Исследование микротвердости. Измерения микротвёрдости проводили с учетом анизотропии

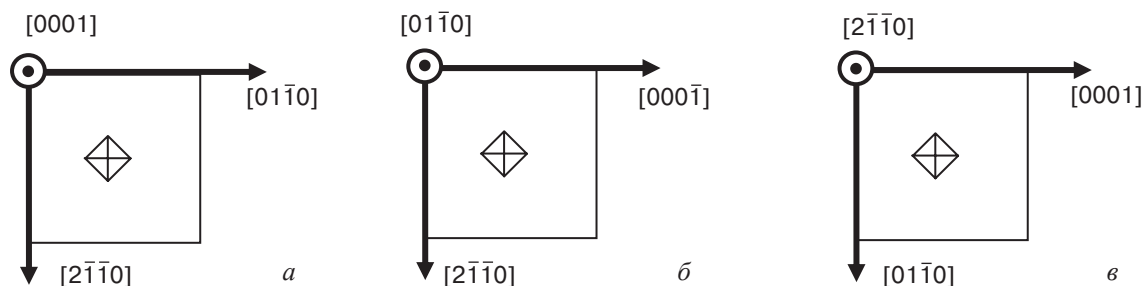


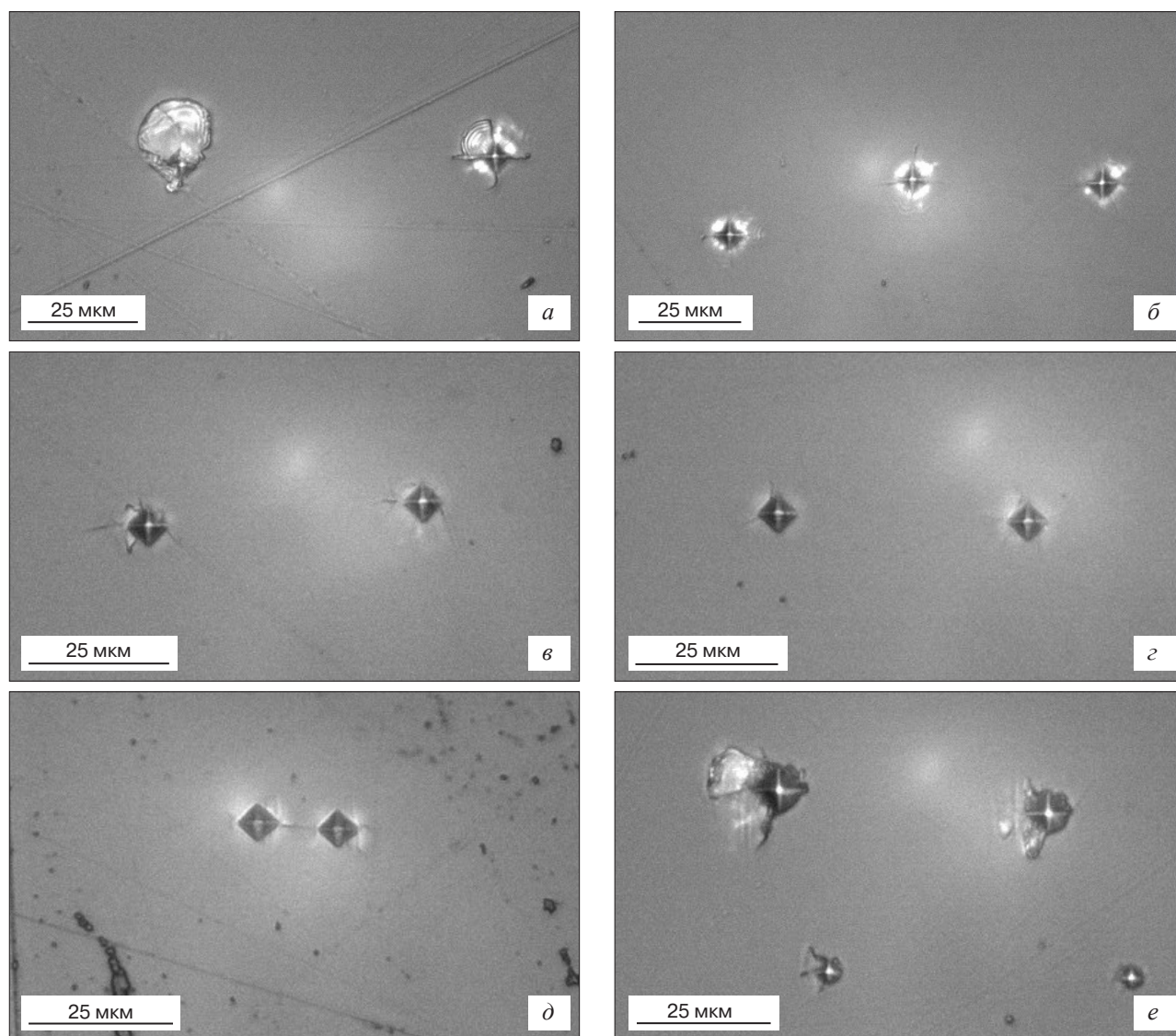
Рис. 3. Схема отпечатков на гранях Z (а), Y (б) и X (в)

Fig. 3. Scheme of imprints on the Z (a), Y (б) and X (в) faces

и полярности образцов. Отпечаток на поверхности образцов ставился одним и тем же образом, с учетом кристаллографической ориентации поверхности образца (рис. 3).

Характерные отпечатки на поверхностях образца LNT состава $\text{LiNb}_{0,88}\text{Ta}_{0,12}\text{O}_3$ представлены на рис. 4.

В образцах $\text{LiNb}_{0,88}\text{Ta}_{0,12}\text{O}_3$ наблюдали существенную анизотропию микротвердости: по виду отпечатков наиболее хрупким оказался Z-срез, а наименее — X-срез. При этом в случае Z- и Y-срезов наблюдается существенная анизотропия, связанная с полярностью поверхности образца: в случае Z«-» полное разрушение отпечатков может

Рис. 4. Вид отпечатков на поверхности образца $\text{LiNb}_{0,88}\text{Ta}_{0,12}\text{O}_3$, полученных при нагрузках 25 гс: а — сторона Z«-»; б — сторона Z«+»; в — сторона X«-»; г — сторона X«+»; д — сторона Y«-»; е — сторона Y«+»Fig. 4. View of the imprints on the surface of the $\text{LiNb}_{0,88}\text{Ta}_{0,12}\text{O}_3$ sample obtained under loads of 25 gf: (a) side Z«-»; (б) side Z«+»; (в) side X«-»; (г) side X«+»; (д) side Y«-»; (е) side Y«+»

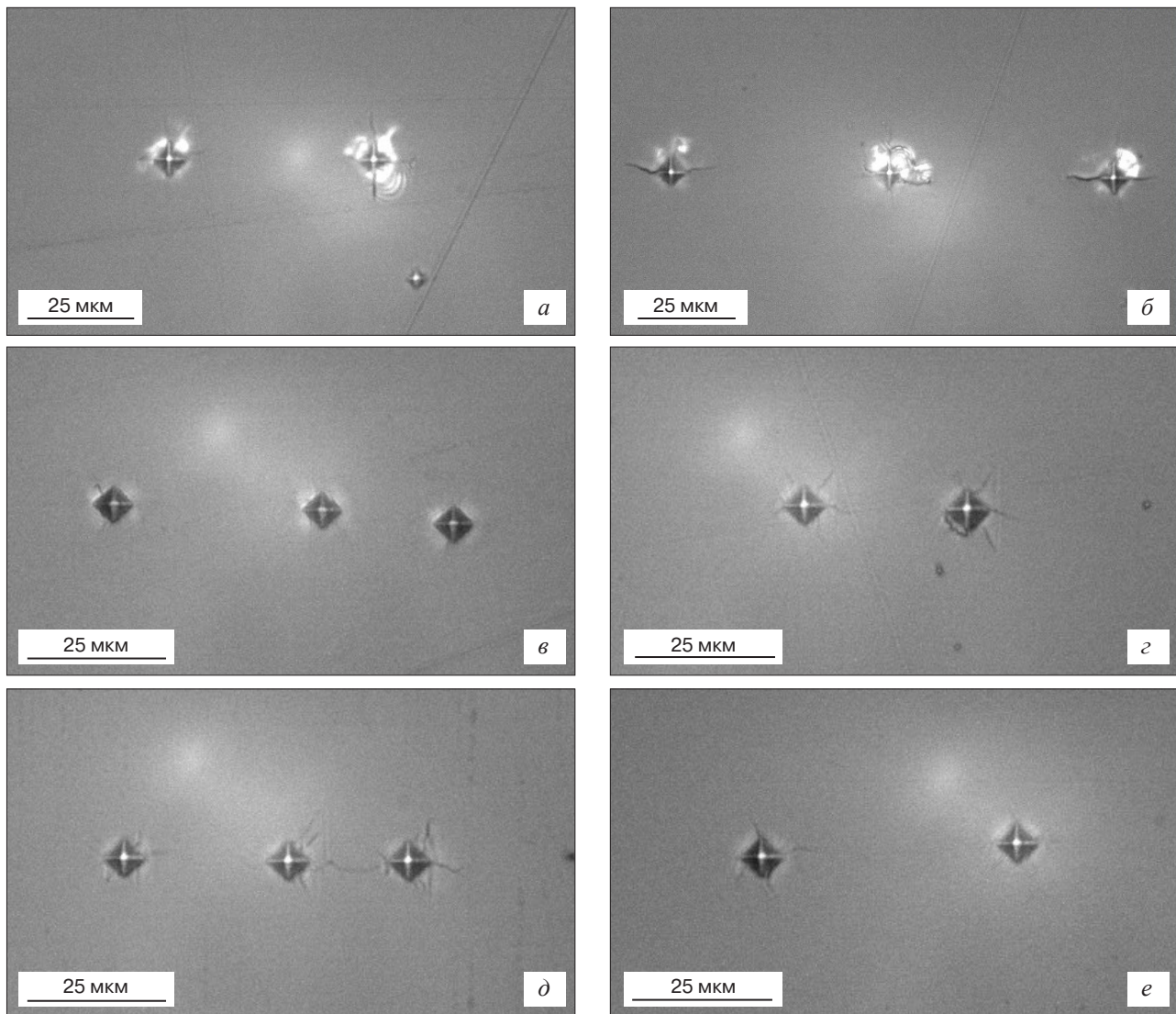


Рис. 5. Вид отпечатков на поверхности образца $\text{LiNb}_{0.93}\text{Ta}_{0.07}\text{O}_3$, полученных при нагрузках 25 гс: а — сторона $Z\langle+\rangle$; б — сторона $Z\langle-\rangle$; в — сторона $X\langle-\rangle$; г — сторона $X\langle+\rangle$; д — сторона $Y\langle-\rangle$; е — сторона $Y\langle+\rangle$

Fig. 5. View of the imprints on the surface of the $\text{LiNb}_{0.93}\text{Ta}_{0.07}\text{O}_3$ sample obtained under loads of 25 gf: (a) side $Z\langle+\rangle$; (б) side $Z\langle-\rangle$; (в) side $X\langle-\rangle$; (г) side $X\langle+\rangle$; (д) side $Y\langle-\rangle$; (e) side $Y\langle+\rangle$

наблюдаться уже при нагрузке 25 гс, тогда как на гранях $Z\langle+\rangle$ на отпечатках наблюдаются трещины. В случае Y -среза отпечатки, полученные на грани $Y\langle-\rangle$ характеризуются отсутствием сколов и меньшим количеством трещин, чем грань $Y\langle+\rangle$. Виды отпечатков на X -срезах практически неотличимы независимо от их полярности.

Характерные отпечатки на поверхности образца состава $\text{LiNb}_{0.93}\text{Ta}_{0.07}\text{O}_3$ представлены на рис. 5.

Как и в случае $\text{LiNb}_{0.88}\text{Ta}_{0.12}\text{O}_3$, на образце состава $\text{LiNb}_{0.93}\text{Ta}_{0.07}\text{O}_3$ наблюдается анизотропия хрупкости: наиболее хрупким оказался Z -срез, а наименее хрупким — образцы, вырезанные в перпендикулярных направлениях. Однако заметной разницы между отпечатками в зависимости от полярности направлений не наблюдалось.

Обобщая полученные результаты по исследованию микротвердости и хрупкости образцов LNT разных составов, можно сделать заключение,

что все образцы характеризуются существенной хрупкостью. При этом, анизотропия хрупкости наиболее ярко выражена на Y -срезе образца $\text{LiNb}_{0.88}\text{Ta}_{0.12}\text{O}_3$. Влияние соотношения $\text{Nb} : \text{Ta}$ на значение микротвердости Z -срезов неоднозначно. Это может быть связано с существенной неоднородностью образцов Z -срезов. В случае образцов X -срезов результаты измерений близки и лежат в пределах погрешности метода. В случае Y -срезов, в первую очередь, необходимо отметить существенную разницу микротвердости и хрупкости $Y\langle+\rangle$ и $Y\langle-\rangle$ срезов, при этом микротвердость образца с более высоким содержанием Nb выше.

Полученные значения микротвердости HV были переведены в твердость по шкале Мооса HM по формуле [33]

$$HM = 0,675\sqrt[3]{HV}, \quad (4)$$

Таблица 2 / Table 2

Величины микротвердости, балла хрупкости, параметра «вязкости» по методу Пальмквиста, степени ионности связи при нагрузке 25 гс образцов LNT с учетом анизотропии и полярности
Values of microhardness, brittleness score, "viscosity" parameter according to the Palmquist method, degree of ionicity of the bond under a load of 25 gf of LNT samples taking into account anisotropy and polarity

Параметр	Состав и грань образца											
	LiNb _{0,88} Ta _{0,12} O ₃						LiNb _{0,93} Ta _{0,07} O ₃					
	X«+»	X«-»	Y«+»	Y«-»	Z«+»	Z«-»	X«+»	X«-»	Y«+»	Y«-»	Z«+»	Z«-»
<i>HV</i> , кгс/мм ²	1014	973	571	997	733	1030	922	1021	963	1047	896	847
<i>HM</i>	6,8	6,7	5,6	6,7	6,1	6,8	6,6	6,8	6,7	6,9	6,5	6,4
<i>S</i> , кгс/мм	7,9	8,0	10,5	7,9	9,2	7,8	8,2	7,8	8,1	7,7	8,4	8,6
<i>I</i>	0,8	0,8	0,9	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8
<i>Z_x</i>	2,5	3	4	2	4	5	3	3	3	3	4,5	4

Значения *HV* позволяют рассчитать параметр «вязкости» по методу Пальмквиста, а *HM* — оценить степень ионности связей. Метод, предложенный Пальмквистом [33], заключается в оценке работы («вязкости») *S*, которая производится силой (нагрузкой) $F_{кр}$ при вдавлении индентора, причем рассматриваются только те нагрузки, при которых 50 % отпечатков имеют трещины. Вычисления производятся по формуле:

$$S = 2\sqrt{\frac{F_{кр}^3}{HV}}, \quad (5)$$

Значения «вязкости» были рассчитаны для нагрузки 25 гс.

Степень ионности связей рассчитывали в соответствии с формулой, представленной в работе [36]:

$$HM = mI^2 + kI + l, \quad (6)$$

где *I* — степень ионности связи; *m*, *k*, *l* — константы.

Чем ближе полученное значение *I* к 1, тем более ионный характер связи наблюдается у материала. Кристаллы с существенно ковалентным состоянием связей обладают наибольшей твердостью по сравнению с кристаллами, в которых преобладает ионная связь [33]. Ионность (или ковалентность) связей характеризует степень симметрии электронных связей, локализованных между атомами. Показано [36], что значения констант $m = 15,79$, $k = 11,33$ и $l = 7,63$ подходят для широкого диапазона материалов. С учетом этих величин мы для оценки степени ионности связей использовали окончательную формулу [37, 38]:

$$I = \frac{11,33 + \sqrt{11,33^2 + 4 \cdot 15,79 \cdot (7,63 - HM)}}{2 \cdot 15,79}. \quad (7)$$

Полученные результаты измерений микротвердости образцов *HV* и *HM*, баллы хрупкости Z_x отпечатков, рассчитанные параметры «вязкости» по методу Пальмквиста *S* и степени ионности связей *I* образцов LNT при нагрузке 25 гс представлены в табл. 2.

Заключение

Выращены кристаллы твердых растворов ниобата–танталата лития составов LiNb_{0,88}Ta_{0,12}O₃ и LiNb_{0,93}Ta_{0,07}O₃. Из этих кристаллов подготовлены образцы в виде параллелепипедов, ориентированных по кристаллофизическим осям в стандартной установке. Для пьезоактивных образцов определена полярность противоположных поверхностей с использованием пьезотестера.

Впервые получены картины оптических неоднородностей на таких образцах, которые, по-видимому, могут быть отнесены к доменной структуре образцов. Картины на *Z*-срезах представляют собой губчатую структуру; на срезах, перпендикулярных к оси *Z*, — вертикальные области, параллельные оси *Z*.

Исследованы механические характеристики образцов при нагрузке 25 гс с учетом их анизотропии и полярности. Получены значения микротвердости по Виккерсу с пересчетом на шкалу Мооса, балл хрупкости, а также рассчитаны параметр «вязкости» по методу Пальмквиста и степени ионности связи исследованных кристаллов.

Влияние соотношения Nb : Ta на микротвердость образцов наиболее явно проявляется в случае *Y*-срезов: у образцов LiNb_{0,93}Ta_{0,07}O₃ микротвёрдость таких срезов выше, чем у образцов LiNb_{0,88}Ta_{0,12}O₃.

Библиографический список / References

- Кузьминов Ю.С. Ниобат и танталат лития — материалы для нелинейной оптики. М.: Наука; 1975. 224 с.
Kuz'minov Yu.S. Lithium niobate and tantalate — materials for nonlinear optics. Moscow: Nauka; 1975. 224 p. (In Russ.)
- Кузьминов Ю.С. Электрооптический и нелинейно оптический кристалл ниобата лития. М.: Наука; 1987. 262 с.
Kuz'minov Yu.S. Electro-optical and nonlinear optical crystal of lithium niobate. Moscow: Nauka; 1987. 262 p. (In Russ.)
- Блистанов А.А. Кристаллы квантовой и нелинейной оптики. М.: МИСиС; 2000. 432 с.
Blistanov A.A. Crystals of quantum and nonlinear optics. Moscow: MISIS; 2000. 432 p. (In Russ.)
- Volk T., Wöhlecke M. Lithium niobate: defects, photorefractive and ferroelectric switching. Berlin: Springer; 2008. 250 p.
- Otko A.I., Nosenko A.E., Volk T.R., Shuvalov L.A. Spatial visualization of domains in lithium niobate crystals. *Ferroelectrics*. 1993; 145(1): 163—180. <https://doi.org/10.1080/00150199308222445>
- Otko I., Krainyuk G.G., Poplavko Yu.M., Shuvalov L.A. Thermo- and mechano-electret effects in lithium tantalate crystals. *Ferroelectrics, Letters Section*. 1994; 18(3-4): 127—132. <https://doi.org/10.1080/07315179408203396>
- Кубасов И.В., Кислюк А.М., Турутин А.В., Малинкович М.Д., Пархоменко Ю.Н. Бидоменные сегнетоэлектрические кристаллы: свойства и перспективы применения. *Известия высших учебных заведений. Материалы электронной техники*. 2020; 23(1): 5—56. <https://doi.org/10.17073/1609-3577-2020-1-5-56>
- Kubasov I.V., Kislyuk A.M., Turutin A.V., Malinkovich M.D., Parkhomenko Yu.N. Bidomain ferroelectric crystals: properties and prospects of application. *Izvestiya Vysshikh Uchebnykh Zavedenii. Materialy Elektronnoi Tekhniki = Materials of Electronics Engineering*. 2020; 23(1): 5—56. (In Russ.). <https://doi.org/10.17073/1609-3577-2020-1-5-56>
- Tomita I. Highly efficient cascaded difference-frequency generation in periodically poled LiNbO₃ devices with resonators. *IEEE Transactions on Electrical and Electronic Engineering*. 2018; 13(6): 1214—1215. <https://doi.org/10.1002/tee.22687>
- Kurt M.Z. Electrooptical properties of LiTaO₃. *Ferroelectrics*. 2003; 296(1): 127—137. <https://doi.org/10.1080/714040649>
- Chauvet M., Henrot F., Bassignot F., Devaux F., Gauthier-Manuel L., Pêcheur V., Maillotte H., Dahmani B. High efficiency frequency doubling in fully diced LiNbO₃ ridge waveguides on silicon. *Journal of Optics*. 2016; 18(8): 085503. <https://doi.org/10.1088/2040-8978/18/8/085503>
- Блистанов А.А., Гераскин В.В., Гореева Ж.А., Ключина Ю.В. Определение параметров векторного ООЕ-синхронизма в LiNbO₃. *Кристаллография*. 2004; 49(2): 268—270.
- Blistanov A.A., Geraskin V.V., Goreeva Zh.A., Klyukhina Yu.V. Determination of parameters of vector OOE synchronism in LiNbO₃. *Crystallography Reports*. 2004; 49(2): 268—270. <https://doi.org/10.1134/1.1690420>
- Geraskin V.V., Blistanov A.A., Goreeva J.A., Klyukhina J.V. Development of method of determination of Li/Nb ratio in LiNbO₃ crystals. *Ferroelectrics*. 2003; 285(1): 327—337. <https://doi.org/10.1080/00150190390206176>
- Шпортенко А.С., Кубасов И.В., Кислюк А.М., Турутин А.В., Малинкович М.Д., Пархоменко Ю.Н. Влияние контактных явлений на измерение электропроводности восстановленного ниобата лития. *Известия высших учебных заведений. Материалы электронной техники*. 2021; 24(3): 199—210. <https://doi.org/10.17073/1609-3577-2021-3-199-210>
- Shportenko A.S., Kubasov I.V., Kislyuk A.M., Turutin A.V., Malinkovich M.D., Parkhomenko Yu.N. The effect of contact phenomena on the measurement of electrical conductivity of reduced lithium niobate. *Izvestiya Vysshikh Uchebnykh Zavedenii. Materialy Elektronnoi Tekhniki = Materials of Electronics Engineering*. 2021; 24(3): 199—210. (In Russ.). <https://doi.org/10.17073/1609-3577-2021-3-199-210>
- Prudent Market. Global LiNbO₃ Crystal Market Research Report 2022. Report ID: 136850. Published Date: 2022.12.19. 250 p.
- Weis R.S., Gaylord T.K. Lithium niobate: Summary of physical properties and crystal structure. *Applied Physics A*. 1985; 37: 191—203. <https://doi.org/10.1007/BF00614817>
- Сосунов А.В., Пономарев Р.С., Юрьев В.А., Волынец А.Б. Влияние структуры и механических свойств приповерхностного слоя монокристалла ниобата лития на процесс производства интегрально-оптических схем. *Автоматрия*. 2017; 53(1): 100—106. <https://doi.org/10.15372/AUT20170112>
- Sosunov A.V., Ponomarev R.S., Yur'ev V.A., Volynsev A.B. Effect of the structure and mechanical properties of the near-surface layer of lithium niobate single crystals on the manufacture of integrated optic circuits. *Optoelectronics, Instrumentation and Data Processing*. 2017; 53(1): 82—87. <https://doi.org/10.3103/S8756699017010125>
- Zuev M.G., Moiseeva Yu.V. Subsolidus phase relations in the Li₂O-Nb₂O₅-Ta₂O₅ system. *Russian Journal of Inorganic Chemistry*. 1998; 43(1): 124—135.
- Gureva P., Kulikov A., Mololkin A., Fakhrtidinov R., Artemev A., Demkiv A., Pisarevsky Y., Marchenkov N. Local variations of the piezoelectric properties of an LiNb_(1-x)Ta_xO₃ crystal. *Journal of Applied Crystallography*. 2023; 56(Pt 2): 539—544. <https://doi.org/10.1107/S160057672300211X>
- Мололкин А.А., Рошчупкин Д.В., Емелин Е.В., Фахртдинов Р.Р. Особенности высокотемпературной монодоменизации конгруэнтных сегнетоэлектрических кристаллов твердого раствора LiNb_{0,5}Ta_{0,5}O₃. *Известия высших учебных заведений. Материалы электронной техники*. 2021; 24(1): 34—39. <https://doi.org/10.17073/1609-3577-2021-1-34-39>
- Mololkin A.A., Roshchupkin D.V., Emelin E.E., Fakhrtidinov R.R. Properties of high-temperature poling ferroelectric crystals congruent solid solution LiNb_{0,5}Ta_{0,5}O₃. *Izvestiya Vysshikh Uchebnykh Zavedenii. Materialy Elektronnoi Tekhniki = Materials of Electronics Engineering*. 2021; 24(1): 34—39. (In Russ.). <https://doi.org/10.17073/1609-3577-2021-1-34-39>
- Irzhak A., Irzhak D., Khvostikov V., Pundikov K., Roshchupkin D., Fakhrtidinov R. Effect of local changes in the composition of the LiNb_{1-x}Ta_xO₃ single crystal on the Raman spectra. *Journal of Raman Spectroscopy*. 2022; 53(35): 969—976. <https://doi.org/10.1002/jrs.6313>

21. Vasylechko L., Sydoruk V., Lakhnik A., Suhak Y., Wlodarczyk D., Hurskyi S., Yakhnevych U., Zhydashchuk Y., Sugak D., Syvorotka I.I., Solskii I., Buryi O., Suchocki A., Fritze H. Investigations of $\text{LiNb}_{1-x}\text{Ta}_x\text{O}_3$ nanopowders obtained with mechanochemical method. *Crystals*. 2021; 11(7): 755. <https://doi.org/10.3390/cryst11070755>
22. Huband S., Keeble D.S., Zhang N., Glazer A.M., Bartasyte A., Thomas P.A. Crystallographic and optical study of $\text{LiNb}_{1-x}\text{Ta}_x\text{O}_3$. *Acta Crystallographica Section B, Structural Science, Crystal Engineering and Materials*. 2017; 73(Pt 3): 498—506. <https://doi.org/10.1107/S2052520617004711>
23. Suhak Y., Roshchupkin D., Redkin B., Kabir A., Jerliu B., Ganschow S., Fritze H. Correlation of electrical properties and acoustic loss in single crystalline lithium niobate–tantalate solid solutions at elevated temperatures. *Crystals*. 2021; 11(4): 398. <https://doi.org/10.3390/cryst11040398>
24. Zabelina E.V., Mololkin A.A., Kozlova N.S., Kasimova V.M., Fakhrtudinov R.R., Umylin V.E., Sosunov A.V. Optical properties of crystals of lithium niobate–tantalate solid solutions $\text{LiNb}_{1-x}\text{Ta}_x\text{O}_3$. *Crystallography Reports*. 2023; 68(7): 1173—1179. <https://doi.org/10.1134/S1063774523600874>
25. Сосунов А.В., Пономарев Р.С., Мушинский С.С., Волынец А.Б., Мололкин А.А., Малежак В. Влияние структуры приповерхностного слоя ниобата лития на характеристики оптических волноводов. *Кристаллография*. 2020; 65(5): 818—823. <https://doi.org/10.31857/s0023476120050227>
- Sosunov A.V., Ponomarev R.S., Mushinsky S.S., Volynsev A.B., Mololkin A.A., Maléjacq V. Effect of the structure of the lithium niobate surface layer on the characteristics of optical waveguides. *Crystallography Reports*. 2020; 65(5): 786—791. <https://doi.org/10.1134/S1063774520050223>
26. Болдырев А.И., Смоленцев В.П., Бородин В.В. Основы технологии машиностроения. Воронеж: ГОУВПО «Воронежский государственный технический университет»; 2010. 192 с.
- Boldyrev A.I., Smolentsev V.P., Borodkin V.V. Fundamentals of mechanical engineering technology. Voronezh: GOUVPO “Voronezhskii gosudarstvennyi tekhnicheskii universitet”; 2010. 192 p. (In Russ.)
27. Лебедева С.И. Определение микротвердости минералов. М.: Изд-во Академии наук СССР; 1963. 123 с.
- Lebedeva S.I. Determination of microhardness of minerals. Moscow: Izd-vo Akademii nauk SSSR; 1963. 123 p. (In Russ.)
28. Шаскольская М.П. Кристаллография. М.: Высш. шк.; 1984. 375 с.
- Shaskol'skaya M.P. Crystallography. Moscow: Vysshaya shkola; 1984. 375 p. (In Russ.)
29. ГОСТ 2999–75. Металлы и сплавы. Метод измерения твердости по Виккерсу. М.: Государственный комитет СССР по стандартам; 1975. 31 с.
- GOST 2999–75. Metals and alloys. Vickers hardness test by diamond pyramid. Moscow: Gosudarstvennyi komitet SSSR po standartam; 1975. 31 p.
30. ГОСТ 9450–76 (СТ СЭВ 1195–78). Государственный стандарт Союза ССР Измерение микротвердости вдавливанием алмазных наконечников. М.: Изд-во стандартов; 1977. 35 с.
- GOST 9450–76 (ST SEV 1195–78). Measurements microhardness by diamond instruments indentation. Moscow: Izd-vo standartov; 1977. 35 p.
31. ГОСТ Р ИСО 6507–1–2007 Национальный стандарт РФ. Металлы и сплавы. Измерение твердости по Виккерсу. Часть 1. Метод измерения. М.: Стандартинформ; 2008. 19 с.
- GOST R ISO 6507–1–2007. National standard of the Russian Federation metals and alloys. Metallic materials. Vickers hardness test. Pt 1: Test method. Moscow: Standartinform; 2008. 19 p.
32. Kozlova N.S., Goreeva Zh.A., Zabelina E.V. Testing quality assurance of single crystals and stock on their base. In: *Proceed. 2nd Int. Ural conf. on measurements (Ural-Con 2017). Chelyabinsk, Russia. 16–19 October 2017*; 2017. P. 15—22. <https://doi.org/10.1109/URALCON.2017.8120681>
33. Глазов В.М., Вигдорович В.Н. Микротвердость металлов. М.: Металлургиздат; 1962. 224 с.
- Glazov V.M., Vigdorovich V.N. Microhardness of metals. Moscow: Metallurgizdat; 1962. 224 p. (In Russ.)
34. Переломова Н.В., Тагиева М.М. Кристаллофизика. М.: МИСиС; 2013. 408 с.
- Perelomova N.V., Tagieva M.M. Crystal physics: a collection of problems with solutions. Moscow: MISIS; 2013. 408 p. (In Russ.)
35. Яруничев В.П., Березовская Г.С. Выявление доменной структуры ниобата лития поляризационно–оптическим методом. *Известия АН БССР. Серия физико–математических наук*. 1979; 5: 126—128.
- Yarunichev V.P., Berезovskaya G.S. Identification of the domain structure of lithium niobate by the polarization–optical method. *Весці Акадэміі навук Беларусі. Серыя фізіка–матэматычных навук = Proceedings of the Academy of Sciences of the BSSR. Series of physical and mathematical sciences*. 1979; 5: 126—128. (In Russ.)
36. Raghuram D.V., Raghavendra Rao A., Prasad P.M., Madhu G., Manikumari V. A correlation between hardness and bond ionicity in crystals. *International Journal for Research in Applied Science & Engineering Technology*. 2019; 7(3): 2680—2683. <https://doi.org/10.22214/ijraset.2019.3488>
37. Забелина Е.В., Козлова Н.С., Бузанов О.А., Крупнова Е.Д. Влияние послеростовых отжигов в кислородсодержащей атмосфере на микротвердость монокристаллического молибдата кальция CaMoO_4 . *Известия высших учебных заведений. Материалы электронной техники*. 2023; 26(1): 66—75. <https://doi.org/10.17073/1609-3577-2023-1-66-75>
- Zabelina E.V., Kozlova N.S., Buzanov O.A., Krupnova E.D. Effect of postgrowth annealing in an oxygen-containing atmosphere on the microhardness of single-crystal calcium molybdate CaMoO_4 . *Izvestiya Vysshikh Uchebnykh Zavedenii. Materialy Elektronnoi Tekhniki = Materials of Electronics Engineering*. 2023; 26(1): 66—75. (In Russ.) <https://doi.org/10.17073/1609-3577-2023-1-66-75>
38. Sirdeshmukh D.B., Sirdeshmukh L., Subhadra K.G., Rao K.K., Laxman S.B. Systematic hardness measurements on some rare earth garnet crystal. *Bulletin of Materials Science*. 2001; 24(5): 469—473. <https://doi.org/10.1007/BF02706717>

Информация об авторах / Information about the authors

Забелина Евгения Викторовна — канд. физ.–мат. наук, зав. лабораторией «Монокристаллы и заготовки на их основе», Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС», Ленинский просп., д. 4, стр. 1, Москва, 119049, Российская Федерация; ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-5844-5673>; e-mail: zabelina.ev@misis.ru

Козлова Нина Семеновна — канд. физ.–мат. наук, ведущий эксперт, лаборатория «Монокристаллы и заготовки на их основе», Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС», Ленинский просп., д. 4, стр. 1, Москва, 119049, Российская Федерация; ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4057-9718>; e-mail: kozlova_nina@mail.ru

Мололкин Анатолий Анатольевич — канд. физ.–мат. наук, научный сотрудник, лаборатория «Монокристаллы и заготовки на их основе», Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС», Ленинский просп., д. 4, стр. 1, Москва, 119049, Российская Федерация; заместитель начальника производства, АО «Фомос–Материалы», Буженинова, д. 16, стр. 1, Москва, 107023, Российская Федерация; инженер, Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов Российской академии наук, ул. Акад. Осипьяна, д. 6, Черноголовка, Московская область, 142432, Российская Федерация; ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-3053-1892>; e-mail: anatoli.mololkin.sooth@mail.ru

Касимова Валентина Маратовна — канд. физ.–мат. наук, научный сотрудник, лаборатория «Монокристаллы и заготовки на их основе», Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС», Ленинский просп., д. 4, стр. 1, Москва, 119049, Российская Федерация; ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1362-953X>; e-mail: kasimova.vm@misis.ru

Фахртдинов Рашид Рашидович — канд. физ.–мат. наук, научный сотрудник, Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов Российской академии наук, ул. Акад. Осипьяна, д. 6, Черноголовка, Московская область, 142432, Российская Федерация; ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1077-7975>; e-mail: rash@iptm.ru

Сосунов Алексей Владимирович — канд. техн. наук, старший научный сотрудник, Молодежная лаборатория интегральной фотоники, Пермский государственный национальный исследовательский университет, ул. Букирева, д. 15, Пермь, 614068, Российская Федерация; ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-5760-1523>; e-mail: avsosunov@psu.ru

Диденко Ирина Сергеевна — канд. физ.–мат. наук, доцент, кафедра материаловедения полупроводников и диэлектриков, Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС», Ленинский просп., д. 4, стр. 1, Москва, 119049, Российская Федерация; ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5307-444X>; e-mail: didenko.is@misis.ru

Evgenia V. Zabelina — Cand. Sci. (Phys.–Math.), Head of the Laboratory “Single Crystals and Stock on their Base”, National University of Science and Technology “MISIS”, 4–1 Leninsky Ave., Moscow 119049, Russian Federation; ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-5844-5673>; e-mail: zabelina.ev@misis.ru

Nina S. Kozlova — Cand. Sci. (Phys.–Math.), Leading Expert, Laboratory “Single Crystals and Stock on their Base”, National University of Science and Technology “MISIS”, 4–1 Leninsky Ave., Moscow 119049, Russian Federation; ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4057-9718>; e-mail: kozlova_nina@mail.ru

Anatoliy A. Mololkin — Cand. Sci. (Phys.–Math.), Researcher, Laboratory “Single Crystals and Stock on their Base”, National University of Science and Technology “MISIS”, 4–1 Leninsky Ave., Moscow 119049, Russian Federation; Deputy Head of Production, JSC Fomos–Materials, 16–1 Buzheninova Str., Moscow 107023, Russian Federation; Engineer, Institute of Microelectronics Technology and High–Purity Materials of the Russian Academy of Sciences, 6 Academician Ossipyan Str., Chernogolovka, Moscow Region 142432, Russian Federation; ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-3053-1892>; e-mail: anatoli.mololkin.sooth@mail.ru

Valentina M. Kasimova — Cand. Sci. (Phys.–Math.), Researcher, Laboratory “Single Crystals and Stock on their Base”, National University of Science and Technology “MISIS”, 4–1 Leninsky Ave., Moscow 119049, Russian Federation; ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1362-953X>; e-mail: kasimova.vm@misis.ru

Rashid R. Fakhrtidinov — Cand. Sci. (Phys.–Math.), Researcher, Institute of Microelectronics Technology and High–Purity Materials of the Russian Academy of Sciences, 6 Academician Ossipyan Str., Chernogolovka, Moscow Region 142432, Russian Federation; ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1077-7975>; e-mail: rash@iptm.ru

Aleksei V. Sosunov — Cand. Sci. (Eng.), Senior Researcher, Integrated Photonics and Nanotechnology, Perm State University, 15 Bukireva Str., Perm 614068, Russian Federation; ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-5760-1523>; e-mail: avsosunov@psu.ru

Irina S. Didenko — Cand. Sci. (Phys.–Math.), Associate Professor, Department of Materials Science of Semiconductors and Dielectrics, National University of Science and Technology “MISIS”, 4–1 Leninsky Ave., Moscow 119049, Russian Federation; ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5307-444X>; e-mail: didenko.is@misis.ru

*Поступила в редакцию 28.06.2024; поступила после доработки 31.07.2024; принята к публикации 10.08.2024
Received 28 June 2024; Revised 31 July 2024; Accepted 10 August 2024*

* * *