

走査型電子顕微鏡による MgO:LiNbO₃ 周期分極反転構造の非破壊的観察Nondestructive observation of periodically poled structures in MgO:LiNbO₃
by scanning electron microscope

阪大院工 °田中圭祐, 栖原敏明

Graduate School of Engineering, Osaka University, °Keisuke Tanaka and Toshiaki Suhara

E-mail: ktanaka@ioe.eei.eng.osaka-u.ac.jp

光損傷耐性に優れ、顕著な非線形光学特性を有する MgO:LiNbO₃ に擬位相整合(QPM)用周期分極反転構造を形成することで、高効率な波長変換デバイスが実現できる。強誘電体結晶における分極反転構造は通常の光学顕微鏡・SEM では観察できない。簡便な手法として、フッ硝酸エッチング後に観察する方法があるが、これは破壊的手法である。非破壊的可視化方法として SHG 顕微鏡^[1]や非線形誘電率顕微鏡^[2]、テラヘルツ波^[3]を用いた観察などがあるが、複雑で特殊な装置を要する。簡便な非破壊的可視化方法として焦電効果によって誘起された表面電荷に起因する電位コントラストを SEM で観察する手法^[4]がある。本研究では、QPM 用 5 mol% MgO:LN 中 15 μm 周期分極反転構造を結晶温度変化 SEM 観察により初めて可視化した。

準備段階として MgO:LN の 2 次電子放出率 δ の 1 次電子加速電圧依存性を測定した。Fig.1 のようなファラデーカップを自作し、1mm 厚 Z-cut MgO:LN 結晶をその中に入れた。2 次電子をファラデーカップの内壁に引き寄せるために、結晶の-Z 面に -30 V のバイアス電圧を印加した。1 次電子は+Z 面側にパルスビームで照射した。1 次電子電流は $5\sim 20 \times 10^{-11}$ A、照射面積は 0.8×1.0 mm²、パルス幅は 50~100 msec とした。測定結果を Fig.2 に示す。この結果により、第 2 クロスオーバー電圧が約 1.7 kV であることを明らかにした。

SEM による分極反転構造可視化のメカニズムを Fig.3 に示す。初期状態では結晶表面は電的に中性である。加熱をすると焦電効果により、分極反転部分では正の、非反転部分では負の電荷を帯び、電位コントラストが生じる。蓄積された電荷が温度保持中に結晶のリーク抵抗を通じて放電すれば再び表面が中性に近づく。温度が下がると焦電効果により、逆符号電位コントラストが生じ、それぞれの領域付近で 1 次電子が減速・加速され、 δ と 2 次電子捕獲率の違いを通じて観測が可能となる。0.5 mm 厚 Z-cut MgO:LN 結晶に電圧印加法で周期 15 μm の分極反転構造を形成した。SEM 内で結晶を昇温時間 10 min、到達温度 50°C、保持時間 20~30 min の条件で加熱し、その後で約 30°C まで自然冷却し、観察した。観察時の 1 次電子加速電圧は 0.9 kV、電流は 5×10^{-11} A、走査面積は 1.1×1.3 mm² とした。50°C に到達したとき、分極反転部が暗く、非反転部が明るく見えた。しかし、この時点では反転部・非反転部の境界が不明瞭であった。30°C に冷却すると、分極反転部が明るく、非反転部が暗く見え、明確な SEM 像が得られた。観察結果を Fig.4 に示す。写真撮影時の走査速度は 40 sec/frame である。加速電圧はクロスオーバー電圧 1.7 kV よりも低い帯電の様子は見られず、良好なコントラストが得られた。今後、より適切な観察条件を理論的・実験的に検討する。

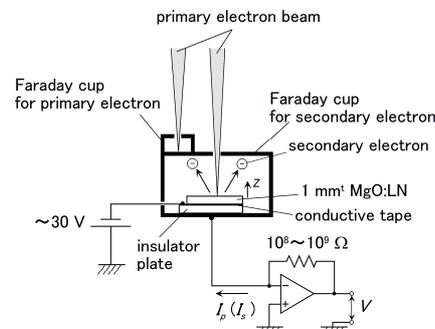
[1] Y. Uesu, H. Mohri, Y. Shindo, and S. Kurimura: *Ferroelectrics*, 2001, **253**, (1), p. 115[2] D. Y. Jeong, and Y. Cho: *Appl. Phys. Lett.*, 2009, **95**, (2), p. 022908[3] Y. S. Lee, T. Meade, M. L. Naudeau, T. B. Norris, and A. Galvanauskas: *Appl. Phys. Lett.*, 2000, **77**, (16), p. 2488

Fig. 1 Twin Faraday cups for measurement of primary and secondary electron currents.

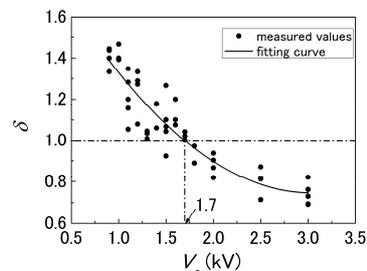


Fig. 2 Secondary electron emission coefficient δ in MgO:LN dependent on acceleration voltage V_a of primary electron beam.

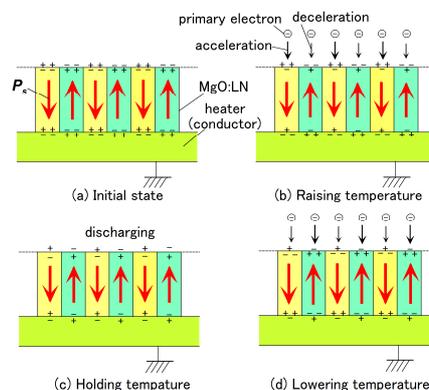


Fig. 3 Mechanism of observation of domain inverted structures using SEM.

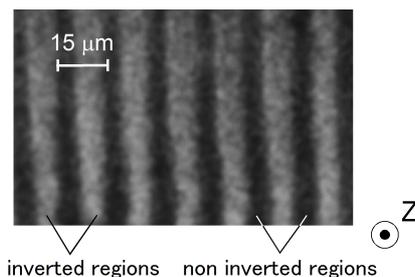


Fig. 4 Observation results of periodic domain.