УДК 34.882.4.536.361

Оригинальная статья

# ВЛИЯНИЕ СПОСОБА ЛЕГИРОВАНИЯ НА ОДНОРОДНОСТЬ И ОПТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КРИСТАЛЛОВ LINBO<sub>3</sub>:Mg

Н.В. Сидоров, Н.А. Теплякова, М.Н. Палатников

Институт химии и технологии редких элементов и минерального сырья им. И.В. Тананаева — обособленное подразделение ФГБУН Федерального исследовательского центра «Кольский научный центр Российской академии наук» 184209, Россия, Мурманская область, Апатиты, Академгородок, 26а n.tepliakova@ksc.ru

DOI: 10.26456/pcascnn/2021.13.383

Аннотация: Представлены результаты сравнительных комплексных исследований методами спектроскопии комбинационного рассеяния света и лазерной коноскопии композиционной однородности и некоторых оптических свойства близких по составу сильно легированных монодоменизированных кристаллов  $LiNbO_3:Mg$  (5,03 мол. % MgO и  $LiNbO_3:Mg$  (4,75 мол. % MgO), с концентрацией магния, близкой к пороговому значению  $\approx 5$  мол. % MgO, выращенных из шихты, синтезированной с использованием прекурсора  $Nb_2O_5:Mg$  (метод гомогенного легирования), а также выращенных при непосредственном добавлении магния в расплав (метод прямого легирования). Показано, что методом гомогенного легирования с использованием прекурсора  $Nb_2O_5$ : Mg можно получать отличающиеся низким коэрцитивным полем более композиционно однородные сильно легированные монокристаллы  $LiNbO_3:Mg$ , чем методом прямого легирования расплава магнием. При этом более однородное распределение легирующей добавки в кристаллах гомогенного легирования начинает формироваться уже на стадии синтеза прекурсора  $Nb_2O_5:Mg$  и шихты ниобата лития при формировании химически активных комплексов, определяющих преимущественно кислородно-октаэдрическую структуру прекурсора  $Nb_2O_5$ : Mg.

Ключевые слова: кристалл ниобата лития, гомогенное и прямое легирование, комбинационного рассеяния света, лазерная коноскопия.

### 1. Введение

Эффект фоторефракции и величину коэрцитивного поля в кристалле *LiNbO*<sub>3</sub> наиболее существенно можно понизить путем легирования высокими (близкими ко второму концентрационному порогу и выше)  $Mg^{2+}, Zn^{2+}$ концентрациями металлов и др. [1]. Так, введение в конгруэнтный (Li/Nb = 0.946) кристалл  $LiNbO_3$ МдО в количестве  $\approx 5$  мол. % (концентрационный порог при  $\approx 5,5$  мол. % MgO) снижает коэрцитивное поле с 22-23 кВ/мм до 4,8 кВ/мм, что очень важно для создания нелинейно-оптических монокристаллических материалов с периодически поляризованными доменами для преобразования лазерного излучения [2-5]. Однако при столь сильном легировании, вследствие неравномерного распределения по объему кристалла легирующей добавки и связанных с нею точечных и комплексных дефектов, существенно

возрастает композиционная неоднородность монокристалла, понижающая однородность многих физических характеристик материала. На коэффициент вхождения металлов  $Mg^{2+}$ ,  $Zn^{2+}$  и др. в структуру кристалла  $LiNbO_3$  и его композиционную однородность заметное влияние оказывает также и способ легирования [1].

Выяснение особенностей влияния легирующей добавки и способа легирования на композиционную однородность и оптические свойства монокристалла  $LiNbO_3$ , ввиду его широкого применения в качестве функционального нелинейно-оптического материла, является актуальной задачей большой практической значимости.

### 2. Постановка задачи

Целью работы было установление влияние способа легирования кристалла на композиционную однородность и оптические свойства ПО составу сильно легированных монодоменизированных кристаллов  $LiNbO_3:Mg$  (5,03 мол. % MgO и  $LiNbO_3:Mg$  (4,75 мол. % MgO), полученных, соответственно, методом прямого легирования расплава и гомогенного легирования из шихты, синтезированной Получение использованием прекурсора  $Nb_2O_5:Mg$ . монокристаллов LiNbO<sub>3</sub>: Mg разного состава методом прямого легирования расплава и методом гомогенного легирования с использованием прекурсора  $Nb_2O_5$ : Mgподробно описано в работах [1, 6]. Кристаллы выращивались в воздушной атмосфере методом Чохральского на установке «Кристалл-2». Выращенные монокристаллы были монодоменизированы посредством высокотемпературного электродиффузионного отжига с приложением постоянного тока. Спектры комбинационного рассеяния света (КРС) возбуждались линией 514,5 нм аргон-криптонового лазера Spectra Physics (модель 2018-RM) регистрировались спектрографом И производства фирмы Horiba Jobin Yvon с использованием конфокального микроскопа. В экспериментах по лазерной коноскопии применялся лазер Nd: YAG (MLL-100) с линией генерации 532 нм и мощностью до 160 мВт. Для оценки композиционной однородности кристаллов коноскопические картины и спектры КРС в различных поляризационных геометриях зарегистрировались с шагом 5 мм от разных точек исследованных кристаллов.

### 3. Результаты и обсуждение

В Таблице 1 приведены частоты и ширины экспериментально наблюдаемых линий в спектрах КРС монокристаллов  $LiNbO_3$  конг,  $LiNbO_3$ : Mg разного легирования.

Таблица 1. Основные параметры (частота  $\nu$ , ширина S) линий спектров КРС монокристаллов  $LiNbO_3$  конг и кристаллов  $LiNbO_3:Mg$  (5,03 мол. % MgO и  $LiNbO_3:Mg$  (4,75 мол. % MgO), (гомогенного и прямого легирования) в геометриях рассеяния  $Y(ZX)\overline{Y}$  (активны колебания E(TO) типа симметрии) и  $Y(ZZ)\overline{Y}$  (активны колебания  $A_1(TO)$  типа симметрии). Параметры излучения: мощность источника P=3 мВт, длина волны излучателя  $\lambda_0=514,5$  нм.

$\it LiNbO_{ m 3\ KOHF}$		LiNbO <sub>3</sub> : Mg		<i>LiNbO</i> <sub>3</sub> : <i>Mg</i> (5,03 мол. %	
		(4,75 мол. % <i>MgO</i> )		<i>MgO</i> ) (прямое	
		(гомогенное легирование)		легирование)	
V, см <sup>-1</sup>	$\frac{S}{cm^{-1}}$	$\nu$ ,	S,	$oldsymbol{ u}, \ { m cm}^{-1}$	S, см <sup>-1</sup>
CM <sup>-1</sup>	см <sup>-1</sup>	см-1	см-1	см <sup>-1</sup>	см <sup>-1</sup>
$Y(ZX)\overline{Y}$ , $E(TO)$					
152	12	157	12	157	11
240	11	249	12	249	12
268	14	274	18	274	18
324	13	331	20	330	19
371	23	375	28	375	28
434	14	439	17	439	17
576	15	576	28	576	27
$Y(ZZ)\overline{Y}$ , $A_1(TO)$					
254	30	265	21	265	22
275	12	281	19	282	19
332	11	337	15	338	16
631	26	626	31	625	30

Из данных Таблицы 1 видно, что частоты линий в спектрах КРС монокристаллов  $LiNbO_3:Mg$ гомогенного И отомкап соответствующие колебаниям E(TO) и  $A_1(TO)$  типа симметрии, хорошо совпадают между собой и заметно отличаются от соответствующих частот в спектре кристалла  $LiNbO_{3 \text{ конг}}$ , что указывает на заметное отличие соответствующих квазиупругих постоянных связей в номинально чистом и легированных магнием кристаллах *LiNbO*<sub>3</sub>. Практически все линии в спектре легированных кристаллов существенно шире, чем в спектре номинально чистого кристалла LiNbO3, что указывает на повышенный беспорядок в расположении структурных единиц катионной подрешетки и «возмущение» кислородных октаэдров  $O_6$  легированных кристаллов по сравнению с октаэдрами номинально чистого кристалла LiNbO<sub>3</sub>. Причем, как и частоты линий, соответствующие ширины линий близки в спектрах легированных кристаллов и сильно отличаются от соответствующих ширин линий в спектре кристалла *LiNbO*<sub>3 конг</sub>, Особенно сильное уширение (почти в два раза) испытывает линия с частотой 576 см<sup>-1</sup>, отвечающая дважды вырожденным колебаниям атомов кислорода E(TO), типа симметрии, происходящим перпендикулярно полярной оси кристалла. При этом линия с частотой 631 см<sup>-1</sup> ( $LiNbO_3$  конг), отвечающая «дышащим» колебаниям  $A_1(TO)$  типа симметрии кислородных октаэдров  $O_6$ , уширяется гораздо менее существенно. Этот факт указывает на заметное «возмущение» (расширение) магнием кислородных октаэдров  $O_6$  вследствие изменения длин O-O связей.

Необычным является то, что в низкочастотной области спектра КРС, где проявляются колебания внутриоктаэдрических катионов вдоль и перпендикулярно полярной оси, при значительном отличии в частотах линий в спектрах кристалла  $LiNbO_{3}$  конг и кристаллов  $LiNbO_{3}$ : Mg (прямого и гомогенного легирования), отличия в ширинах линий малы. При этом ширина линии с частотой 254 см $^{-1}$ , соответствующая колебаниям  $A_{\rm I}(TO)$ типа симметрии ионов Nb вдоль полярной оси, больше в спектре кристалла LiNbO<sub>3 конг</sub>, чем в спектрах кристаллов, легированных магнием. В то время как ширина линии с частотой 275 см $^{-1}$ , соответствующая колебаниям  $A_{\rm I}(TO)$ типа симметрии ионов Li вдоль полярной оси, наоборот, меньше в спектре кристалла *LiNbO*<sub>3 конг</sub>, чем в спектрах кристаллов, легированных магнием. Факт сужения линии указывает на более упорядоченное состояние подрешетки лития и более разупорядоченное состояние подрешетки ниобия в кристалле *LiNbO*<sub>3 конг</sub> (характеризующемся высокой концентрацией  $Nb_{\tau_i}$ ) по сравнению с точечных дефектов кристаллами, легированными магнием. Эти данные подтверждают результаты работ [1, 6] о том, что при концентрациях магния вблизи концентрационного порога 5 мол. % МдО происходит некоторое упорядочение катионной подрешетки вследствие практически полного вытеснения ионами магния точечных дефектов  $Nb_{Ii}$ , являющихся наиболее глубокими электронными ловушками в беспримесном кристалле LiNbO<sub>3</sub> и оказывающими существенное влияние на эффект фоторефракции.

В работах [7-9] методом высокотемпературной спектроскопии КРС исследован переход кристаллической структуры в расплав и расплав (система  $Nb_2O_5 - Li_2O$ ) при различных температурах номинально чистого кристалла  $LiNbO_3$ . Было показано, что в области предплавления конгруэнтного кристалла  $LiNbO_3$  начинает происходить такая перестройка его структуры, в результате которой в кислородно-октаэдрической кристаллической матрице возникает тетраэдрическая координация атомов ниобия. Наличие тетраэдров  $NbO_4$  в области предплавления и в

расплавленном состоянии системы  $Nb_2O_5$  -  $Li_2O$  обеспечивается сильной ковалентной связью Nb-O. Так как литий связан с кислородом гораздо более слабым электростатическим взаимодействием, в расплаве ниобата лития не было обнаружено тетраэдров  $LiO_4$  [7-9]. Было показано также, что в расплаве могут присутствовать не только изолированные тетраэдрические группировки, но и другие комплексы с устойчивой структурой [8, 9]. Очевидно также, что в расплаве будут сохраняться ковалентные связи *Mg* – *O* и соответствующие комплексы. Исследование спектров КРС в работе [10] для прекурсоров показало, что концентрация фаз с кислороднооктаэдрической структурой выше в прекурсоре  $Nb_2O_5$ : Mg (5,54 мол. % MgOгомогенного легирования), чем в чистом  $Nb_2O_5$ . Этот факт позволяет сделать вывод о том, что более однородное распределение легирующей добавки в кристаллах гомогенного легирования начинает формироваться уже на стадии синтеза прекурсора  $Nb_2O_5:Mg$  и шихты ниобата лития при формировании химически активных комплексов, определяющих преимущественно кислородно-октаэдрическую структуру прекурсора  $Nb_2O_5$ : Mg. Поскольку, в кристаллической структуре использованного нами фаз с октаэдрической прекурсора  $Nb_2O_5$ : Mg выше концентрация координацией ниобия, чем в структуре  $Nb_2O_5$  [10], то можно ожидать, что кристаллы гомогенного легирования будут характеризоваться большей композиционной однородностью, чем присталлы прямого легирования расплава.

наиболее чувствительных Одним ИЗ методов исследования композиционной однородности монокристаллов является метод лазерной коноскопии в сильно расходящихся пучках лазерного излучения [11, 12]. Появление полос роста, градиентов концентрации примеси, скоплений микродефектов приводит к локальному изменению упругих характеристик кристалла и появлению механических напряжений [11, 12], локально искажающих оптическую индикатрису оптически одноосного кристалла ниобата лития. Последнее неизбежно должно приводить к искажению коноскопических картин. Причем максимальное искажение наблюдается для коноскопических картин на границах полос роста, где концентрации структурных дефектов и градиенты концентраций легирующей добавки максимальны.

На рис. 1 представлены коноскопические картины кристаллов  $LiNbO_3:Mg$  (4,75 мол. % MgO, гомогенное легирование) и  $LiNbO_3:Mg$  (5,03 мол. % MgO, прямое легирование), полученные при разной мощности лазерного излучения.

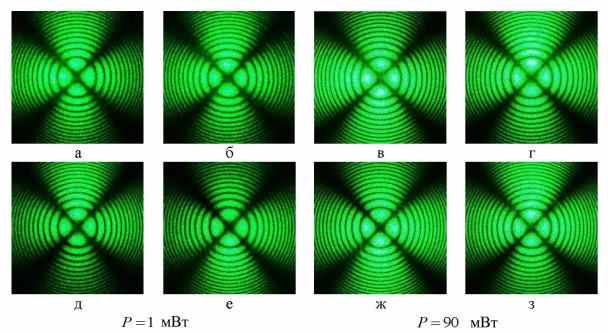


Рис. 1. Коноскопические картины кристаллов  $LiNbO_3:Mg:$  а-г – прямого легирования; д-з – гомогенного легирования. Параметры излучения: длина волны источника  $\lambda=532\,\mathrm{Hm}$ .

Все коноскопические картины соответствуют картинам одноосного кристалла высокой оптической однородности. При увеличении мощности 90 mBT дополнительных лазерного излучения ДО коноскопических картинах не обнаружено, что указывает на отсутствие фотоиндуцированных искажений в структуре кристалла, вызванных действием лазерного излучения. Как и спектры КРС (см. Таблицы 1). коноскопические картины кристаллов значительно отличаются. Коноскопические картины кристалла LiNbO<sub>3</sub>: Mg (4,75 мол. % МдО, гомогенное легирование) (см. рис. 1 д-3) более совершенны. Они отвечают картинам одноосного кристалла высокого оптического качества Коноскопические картины кристалла  $LiNbO_3:Mg$  (5,03 мол. %  $MgO_3$ , прямое легирование) (см. рис. 1 а-г) более размыты по сравнению картинами кристалла  $LiNbO_3:Mg$  (4,75 мол. %  $MgO_3$ , гомогенное легирование): на верхней левой ветви «мальтийского» креста зафиксировано наличие дефектов, которые очевидно, связаны с неравномерным вхождением легирующей добавки магния в структуру кристалла. Необходимо отметить, что при сканировании по плоскости входной грани для кристалла  $LiNbO_3:Mg$  (5,03 мол. %  $MgO_3$ , прямое легирование) (см. рис. 1 а-г), в отличие от спектров КРС, были получены разные коноскопические картины, что указывает на композиционную неоднородность этого кристалла. При этом на коноскопических картинах присутствуют незначительные признаки аномальной оптической двуосности (см. рис. 1 а, 1 в), выражающейся в деформации «мальтийского» креста в

вертикальном направлении от центра, соответствующем направлению деформации оптической индикатрисы.

### 4. Заключение

Методами спектроскопии комбинационного рассеяния света и лазерной коноскопии исследованы близкие по составу сильно легированные кристаллы  $LiNbO_3:Mg$  (5,03 мол. % MgO) и  $LiNbO_3:Mg$  (4,75 мол. % MgO), полученные двумя способами: методом прямого легирования расплава и шихты, синтезированной гомогенного легирования из использованием прекурсора  $Nb_2O_5$ : Mg. Спектры KPC монокристаллов LiNbO<sub>3</sub>: Mg гомогенного и прямого легирования практически не отличаются между собой, но заметно отличаются от спектра кристалла *LiNbO*<sub>3 конг</sub>. Данные спектроскопии КРС указывают на заметное «возмущение» (расширение) магнием кислородных октаэдров  $O_6$  вследствие изменения длин O-O связей, но при этом сужение линий в низкочастотной области спектра указывает на более упорядоченное состояние подрешетки лития и более разупорядоченное состояние подрешетки ниобия в кристалле *LiNbO*<sub>3</sub>  $_{\text{конг}}$  (характеризующемся высокой концентрацией точечных дефектов  $Nb_{ij}$ ) по сравнению с кристаллами, сильно легированными магнием. Результаты, полученные методом лазерной коноскопии, показывают, что кристалл  $LiNbO_3:Mg$  (4,75 мол. %  $MgO_3$ , гомогенное легирование) характеризуется большей оптической однородностью, по сравнению с кристаллом  $LiNbO_3:Mg$  (5,03 мол. %  $MgO_3$ , прямое легирование). Результаты данной работы, свидетельствуют о том, что методом гомогенного легирования с использованием прекурсора  $Nb_2O_5$ : Mg можно получать отличающиеся низким коэрцитивным полем более композиционно однородные сильно легированные монокристаллы  $LiNbO_3:Mg$ , чем методом прямого легирования расплава магнием.

#### Библиографический список:

- 1. **Сидоров, Н.В.** Ниобат лития: дефекты, фоторефракция, колебательный спектр, поляритоны / Н.В. Сидоров, Т.Р. Волк, Б.Н. Маврин, В.Т. Калинников. М.: Наука, 2003. 255 с.
- 2. **Коханчик, Л.С.** Особенности формирования доменов под электронным лучом в сильно легированных кристаллах  $LiNbO_3$ : Mg / Л.С. Коханчик, Е. В. Емелин, М.Н. Палатников // Неорганические материалы. 2015. Т. 51. № 6. С. 669-674. DOI: 10.7868/S0002337X15060081.
- 3. **Shur, V.Ya.** Micro- and nano-domain engineering in lithium niobate / V.Ya. Shur, A.R. Akhmatkhanov, I.S. Baturin // Applied Physics Reviews. 2015. V. 2. I. 4. P. 040604-1-040604-22. DOI: 10.1063/1.4928591.
- 4. **Kemlin, V.** Dual-wavelength source from 5% *MgO*: PPLN cylinders for the characterization of nonlinear infrared crystals / V. Kemlin, D. Jegouso, J. Debray et al. // Optics Express. 2013. V. 21. I. 23. P. 28886-28891. DOI: 10.1364/OE.21.028886.
- 5. **Murray, R.T.** High average power parametric wavelength conversion at 3,31–3,48 μm in *MgO*: PPLN / R.T. Murray, T.H. Runcorn, S. Guha, J.R. Taylor // Optics Express. 2017. V. 25. I. 6. P. 6421-6430. DOI:

## Физико-химические аспекты изучения кластеров, наноструктур и наноматериалов. — 2021. — Вып. 13

#### 10.1364/OE.25.006421.

- 6. **Сидоров, Н.В.** Сравнительные исследования тонких особенностей структуры и композиционной однородности монокристаллов  $LiNbO_3$ : Mg (~5,3 мол. % MgO), выращенных из шихты различного генезиса / Н.В. Сидоров, Л.А. Бобрева, Н.А. Теплякова, М.Н. Палатников, О.В. Макарова // Неорганические материалы. 2019. Т. 55. № 11. С. 1197-1203. DOI: 10.1134/S0002337X19100142.
- 7. Спектроскопия оксидных кристаллов для квантовой электроники / отв. ред. В.В. Осико. М.: Наука, 1991. 142 с. (Труды Института общей физики / Академия наук СССР; гл. ред. А.М. Прохоров; т. 29).
- 8. **Воронько, Ю.К.** Исследование фазовых превращений в ниобате и танталате лития методом комбинационного рассеяния света / Ю.К. Воронько, А.Б. Кудрявцев, В.В. Осико, А.А. Соболь, Е.В. Сорокин // Физика твердого тела. 1987. Т. 29. Вып. 5. С. 1348-1355.
- 9. **Voronko, Y.K.** Study of the boron oxygen units in crystalline and molten barium metaborate by high-temperature Raman-spectroscopy / Y.K. Voronko, A.V. Gorbachev, V.V. Osiko et al. // Journal of Physics and Chemistry of Solids. 1993. V. 54. I. 11. P. 1579-1585. DOI: 10.1016/0022-3697(93)90352-R.
- 10. **Маслобоева, С.М.** Синтез и исследование строения оксида ниобия(V), легированного катионами  $Mg^{2+}$  и  $Gd^{3+}$  / С.М. Маслобоева, Н. В. Сидоров, М. Н. Палатников, Л.Г. Арутюнян, П.Г. Чуфырев // Журнал неорганической химии. -2011. -T. 56. -№ 8. -C. 1264-1268.
- 11. Сидоров, Н.В. Лазерная коноскопия и фотоиндуцированное рассеяние света в исследованиях свойств нелинейно-оптического монокристалла ниобата лития / Н.В. Сидоров, О.Ю. Пикуль, Н.А. Теплякова, М.Н. Палатников. М.: РАН, 2019. 350 с.
- 12. **Pikoul, O.Y.** Determination of the optical sign of a crystal by a conoscopic method / O.Y. Pikoul // Journal of Applied Crystallography. -2010. V. 43. Part 5. № 1. P. 955-958. DOI: 10.1107/S0021889810022375.

#### **References:**

- 1. Sidorov N.V., Volk T.P., Mavrin B.N., Kalinnikov V.T. *Niobat litiya: defekty, fotorefraktsiya, kolebatel'nyi spektr, polyaritony* [Lithium niobate: defects, photorefraction, vibrational spectrum, polaritons]. Moscow, Nauka Publ., 2003, 255 p. (In Russian).
- 2. Kokhanchik L.S., Emelin E.V., Palatnikov M.N. Domain formation in heavily doped *LiNbO*<sub>3</sub>: *Mg* crystals exposed to an electron beam, *Inorganic Materials*. 2015, vol. 51, issue 6, pp. 607-612. DOI: 10.1134/S0020168515060084.
- 3. Shur V.Ya., Akhmatkhanov A.R., Baturin I.S. Micro- and nano-domain engineering in lithium niobate, *Applied Physics Reviews*, 2015, vol. 2, issue 4, pp. 040604-1-040604-22. DOI: 10.1063/1.4928591.
- 4. Kemlin V., Jegouso D., Debray J. et al. Dual-wavelength source from 5 % *MgO*: PPLN cylinders for the characterization of nonlinear infrared crystals, *Optics Express*, 2013, vol. 21, issue 23, pp. 28886-28891. DOI: 10.1364/OE.21.028886.
- 5. Murray R.T., Runcorn T.H., Guha S., Taylor J.R. High average power parametric wavelength conversion at 3,31–3,48 μm in *MgO*:PPLN, *Optics express*, 2017, vol. 25, issue 6, pp. 6421-6430 DOI: 10.1364/OE.25.006421.
- 6. Sidorov N.V., Bobreva L.A., Teplyakova N.A., Palatnikov M.N., Makarova O.V. A comparative study of the structure and chemical homogeneity of  $LiNbO_3$ : Mg (~5,3 mol. %) crystals grown from charges of different origins, *Inorganic Materials*, 2019, vol. 55, issue 11, pp. 1132-1137, DOI: 10.1134/S0020168519100145.
- 7. Spektroskopiya oksidnykh kristallov dlya kvantovoj elektroniki [Spectroscopy of oxide crystals for quantum electronics], ed. by V.V. Osiko, *Proceedings of Prokhorov General Physics Institute of the Russian Academy of Sciences [Trudy IOFAN]*, vol. 29. Moscow, Nauka Publ., 1991, 142 p. (In Russian).
- 8. Voronko Yu.K., Kudryavtsev A.B., Osiko V.V., Sobol A.A., Sorokin E.V. Issledovanie fazovykh prevrashchenij v niobate i tantalate litiya metodom kombinatsionnogo rasseyaniya sveta [Raman scattering study of phase transitions in lithium niobate and tantallate], *Fizika tverdogo tela [Physics of the Solid State]*, 1987, vol. 29, issue. 5, pp. 1348-1355. (In Russian).
- 9. Voronko Y.K. Gorbachev A.V., Osiko V.V. et al. Study of the boron oxygen units in crystalline and molten barium metaborate by high-temperature Raman-spectroscopy, *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 1993, vol. 54, issue 11, pp. 1579-1585. DOI: 10.1016/0022-3697(93)90352-R.
- 10. Masloboeva S.M., Sidorov N.V., Palatnikov M.N., Arutyunyan L.G., Chufyrev P.G. Niobium(V) oxide doped with  $Mg^{2+}$  and  $Gd^{3+}$  cations: synthesis and structural studies, *Russian Journal of Inorganic Chemistry*, 2011, vol. 56, issue 8, pp. 1194-1198. DOI: 10.1134/S0036023611080183.
- 11. Sidorov N.V., Pikoul O.Y., Teplyakova N.A., Palatnikov M.N. *Lazernaya konoskopiya i fotoindutsirovannoe rasseyanie sveta v issledovaniyakh svojstv nelinejno-opticheskogo monokristalla niobata litiva* [Laser conoscopy

## Физико-химические аспекты изучения кластеров, наноструктур и наноматериалов. — 2021. — Вып. 13

and photoinduced light scattering in studies of the properties of a nonlinear optical single crystal of lithium niobate]. Moscow, RAS Publ., 2019, 350 p. (In Russian).

12. Pikoul O.Y. Determination of the optical sign of a crystal by a conoscopic method, *Journal of Applied Crystallography*, 2010, vol. 43, part 5, no. 1, pp. 955-958. DOI: 10.1107/S0021889810022375.

Original paper

### INFLUENCE OF THE METHOD OF DOPING ON UNIFORMITY AND OPTICAL PROPERTIES OF Linbo<sub>3</sub>:Mg CRYSTALS

N.V. Sidorov, N.A. Teplyakova, M.N. Palatnikov

Tananaev Institute of Chemistry – Subdivision of the Federal Research Centre «Kola Science Centre of the Russian Academy of Sciences», Apatity, Russia

DOI: 10.26456/pcascnn/2021.13.383

**Abstract:** The paper considers results for strongly doped turned to a single domain state crystals  $LiNbO_3:Mg$  (5,03 mol % MgO and  $LiNbO_3:Mg$  (4,75 mol % MgO). Magnesium concentration in these crystals is close to each other and to threshold  $\approx 5$  mol % MgO. Crystals were grown from a charge synthesized using precursor  $LiNbO_3:Mg$  (homogeneous doping method) and from a charge obtained at a direct addition of magnesium to the charge (direct doping method). Complex studies were carried out by Raman spectroscopy and laser conoscopy. Compositional homogeneity and some optical properties of studied crystals are considered. Homogeneous doping with precursor  $Nb_2O_5:Mg$  method allows us to obtain heavily doped  $LiNbO_3:Mg$  single crystals with low coercive field and more compositionally homogeneous than method of direct melt doping with magnesium. In this case, a more uniform distribution of the dopant in homogeneously doped crystals begins to form at the stage of  $Nb_2O_5:Mg$  precursor synthesis during the formation of chemically active complexes that predominantly determine the oxygen-octahedral structure of the  $Nb_2O_5:Mg$  precursor.

Keywords: lithium niobate crystal, homogeneous and direct doping, Raman scattering, laser conoscopy.

Сидоров Николай Васильевич — д.ф.-м.н., профессор, и.о. главного научного сотрудника с исполнением обязанностей заведующего сектором колебательной спектроскопии лаборатории материалов электронной техники Института химии и технологии редких элементов и минерального сырья им. И.В. Тананаева — обособленное подразделение ФГБУН Федерального исследовательского центра «Кольский научный центр Российской академии наук»

Теплякова Наталья Александровна — к.ф.-м.н., старший научный сотрудник сектора колебательной спектроскопии лаборатории материалов электронной техники Института химии и технологии редких элементов и минерального сырья им. И.В. Тананаева — обособленное подразделение ФГБУН Федерального исследовательского центра «Кольский научный центр Российской академии наук»

Палатников Михаил Николаевич — д.т.н., и.о. главного научного сотрудника с сохранением обязанностей заведующего лабораторией материалов электронной техники Института химии и технологии редких элементов и минерального сырья им. И.В. Тананаева — обособленное подразделение ФГБУН Федерального исследовательского центра «Кольский научный центр Российской академии наук»

Nikolay V. Sidorov – Dr. Sc., Professor, Chief Researcher and acting Head of Sector of Vibrational Spectroscopy of Materials of Electronic Engineering Laboratory, Tananaev Institute of Chemistry – Subdivision of the Federal Research Centre «Kola Science Centre of the Russian Academy of Sciences»

Natalya A. Teplyakova – Ph. D., Senior Researcher, Sector of Vibrational Spectroscopy of Materials of Electronic Engineering Laboratory, Tananaev Institute of Chemistry – Subdivision of the Federal Research Centre «Kola Science Centre of the Russian Academy of Sciences»

Mikhail N. Palatnikov – Dr. Sc., Chief Researcher and acting Head of Materials of Electronic Engineering Laboratory, Tananaev Institute of Chemistry – Subdivision of the Federal Research Centre «Kola Science Centre of the Russian Academy of Sciences»

Поступила в редакцию/received: 21.08.2021; после рецензирования/revised: 20.09.2021; принята/accepted 29.09.2021.