

*На правах рукописи*



Никитин Максим Валерьевич

КРУТИЛЬНАЯ ДЕФОРМАЦИЯ КВАЗИОДНОМЕРНОГО  
ПРОВОДНИКА РОМБИЧЕСКОГО TaS<sub>3</sub> ПРИ ДВИЖЕНИИ  
ВОЛНЫ ЗАРЯДОВОЙ ПЛОТНОСТИ

01.04.07 – физика конденсированного состояния

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание учёной степени  
кандидата физико-математических наук

Москва 2017 г.

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Институте радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова Российской академии наук (ИРЭ им. В.А. Котельникова РАН)

Научный руководитель: **Покровский Вадим Ярославович**,  
доктор физико-математических наук

Официальные оппоненты: **Кирова Наталия Николаевна**,  
доктор физико-математических наук, профессор,  
директор исследований лаборатории Физики  
твёрдого тела, Национального центра научных  
исследований и Университета Париж-11,  
Университет Париж-Саклэ, Орсэ, (Франция)

**Шевырин Андрей Анатольевич**,  
кандидат физико-математических наук, младший  
научный сотрудник Лаборатории неравновесных  
полупроводниковых систем ФГБУН Института  
физики полупроводников им. А.В. Ржанова  
Сибирского отделения Российской академии наук

Ведущая организация: Федеральное государственное бюджетное  
образовательное учреждение высшего образования  
Московский государственный университет им.  
М.В.Ломоносова (физический факультет)

Защита диссертации состоится «02» июня 2017 г., в 10-00 на заседании диссертационного совета Д 002.231.01 на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова РАН (ИРЭ им. В.А. Котельникова РАН) по адресу: 125009, Москва, ГСП-9, ул. Моховая, д. 11, корп. 7.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ИРЭ им. В.А. Котельникова РАН и на сайте <http://www.cplire.ru/rus/dissertations/Nikitin/index.html>

Автореферат разослан «    » 2017 г.

Учёный секретарь диссертационного совета  
доктор физико-математических наук, доцент



Кузнецова  
Ирен Евгеньевна

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

**Актуальность темы.** В настоящее время интенсивно развивается физика систем с пониженной размерностью. Интерес к таким системам вызван, прежде всего, поиском новых физических явлений, которые могут послужить основой для создания радикально новых устройств в микроэлектронике, а так же микро- и наносистемной технике. Отдельное направление в этой области составляет изучение механических колебаний подвешенных нитей. В качестве материала нити используют различные соединения, например, углеродные нанотрубки [1]; недавно к их числу добавились и квазиодномерные проводники с ВЗП [2].

Квазиодномерные проводники – это класс материалов, состоящих из слабо связанных между собой цепочек атомов. Большинство кристаллов квазиодномерных проводников имеет вид длинных тонких нитей, называемых вискерами. При определённой температуре, называемой температурой пайерлсовского перехода, квазиодномерные проводники могут перейти в состояние с волной зарядовой плотности (ВЗП). При этом переходе на уровне Ферми открывается диэлектрическая щель  $2\Delta$ , электроны понижают свою энергию и образуют ВЗП. ВЗП – это особое, коллективное состояние электронов, возникающее в результате самосогласованного искажения кристаллической решётки и модуляции электронной плотности. При скольжении ВЗП в электрическом поле происходит коллективный перенос заряда. При этом наблюдается ряд интересных явлений, таких как генерация электрического шума, синхронизация скольжения во внешнем переменном электрическом поле, деформация ВЗП и многие другие [3,4].

Важнейшим свойством ВЗП является её деформация, вызванная взаимодействием с примесями [5,6,7,8], а также связанная с воздействием электрического поля [9] и температуры [10]. Прямым способом исследования деформации ВЗП являются дифракционные методики, однако многие детали деформации и её пространственного распределения были изучены по их косвенным проявлениям. Например, изучая пространственное распределение проводимости [11], термоэдс [9,12] или оптического пропускания [13], можно получить информацию о профиле деформации ВЗП. Однако полной картины деформации ВЗП на данный момент не существует.

Ряд экспериментов указывает на связь механических свойств квазиодномерных соединений с деформацией ВЗП, однако объяснение механизмов взаимодействия ВЗП и решётки кристалла остаётся качественным. Можно лишь утверждать, что связь постоянной решётки и ВЗП имеет сложный вид. Например, в рамках одномерной модели, ВЗП можно представить в виде электронного кристалла внутри основной решётки, который может деформироваться [14]. При этом может существовать связь между деформацией ВЗП и деформацией кристаллической решётки. Используя эту связь, можно понять, как деформация ВЗП проявляется в механических свойствах кристаллов, в частности, приводит к возникновению крутильной деформации кристалла.

В данной работе исследуется влияние движения ВЗП на механические свойства квазиодномерных проводников. В частности, изучается кручение кристаллов квазиодномерного проводника ромбического  $TaS_3$  (в дальнейшем – просто  $TaS_3$ ). Этот материал обладает уникальными электромеханическими свойствами [15]. Помимо того, что он сильно деформируется в электрическом поле, он является ещё и чувствительным тензорезистором [16]. Следовательно, образец  $TaS_3$  может служить одновременно и генератором, и приёмником механических колебаний. Структуры из этого материала, в перспективе, можно будет использовать в качестве элементов микро- и нанoeлектромеханических систем (МЭМС и НЭМС). Для возбуждения колебаний в вискерах  $TaS_3$  не требуется внешних приводов. Учитывая, что образцы квазиодномерных проводников можно расщеплять и получать кристаллы толщиной порядка 100 нм, можно ожидать, что новые эффекты, о которых сообщается в работе, могут найти применение в области наномеханики.

**Цель работы** состоит в изучении крутильной деформации квазиодномерного проводника  $TaS_3$  в условиях движущейся ВЗП. Для достижения этой цели были поставлены следующие задачи:

- Исследование статической деформации кристаллов, возникающей при движении ВЗП, выяснение характеристик усредненной по времени деформации ВЗП, в том числе, при воздействии на образец высокочастотного электрического поля.
- Поиск и исследование вибраций кристалла при движении ВЗП с целью выяснения характеристик зависящей от времени деформации ВЗП.

- Разработка новых методов детектирования механических колебаний кристаллов квазиодномерных проводников.

**Научная новизна работы** определяется следующими результатами, полученными впервые:

- При подаче на образец высокочастотного (от 100 кГц до 1МГц) напряжения были зарегистрированы особенности в кручении при значениях постоянного напряжения, соответствующих ступенькам Шапиро на ВАХ.
- Было показано, что изучение кручения – чувствительный метод для исследования деформации ВЗП при её движении.
- При пропускании постоянного тока наблюдались шумовые крутильные колебания образцов со спектром типа  $1/f$ , а также гармонические крутильные колебания на так называемой фундаментальной частоте скольжения ВЗП.
- Для регистрации кручения квазиодномерного проводника с ВЗП был модифицирован и применён метод гетеродинного смешения сигналов. Благодаря этому удалось детектировать колебания вискера без применения оптической схемы, что открывает путь к уменьшению размеров образца и увеличению резонансной частоты колебаний.

**Научная и практическая значимость** работы определяется тем, что в ней изучаются фундаментальные свойства ВЗП, проявляющиеся в крутильных колебаниях квазиодномерных проводников. Изучение кручения ценно как новый метод исследования деформации ВЗП. В частности, в деформации образца могут проявляться те виды деформации ВЗП, которые не выявляются другими методиками.

Установлено, что кручение вызвано пространственно-неоднородной деформацией ВЗП, возникающей при её движении и частично сохраняющейся в нулевом поле. Однако неизвестно, какой именно вид деформации ВЗП воздействует на форму и размеры кристалла. Решение этой задачи представляет существенный научный интерес. Опираясь на полученные экспериментальные данные, в том числе, представленные в диссертации, удалось качественно понять суть данного явления.

Методом гетеродинирования с частотной модуляцией удалось детектировать механические колебания на частотах до 10 МГц. На этих частотах

целесообразно провести поиск и исследование аномалий модуля упругости, связанных с возбуждением плазменных колебаний ВЗП в  $\text{TaS}_3$ , по аналогии с другим квазиодномерным соединением с ВЗП,  $\text{NbSe}_3$  [2].

Прикладное значение работы состоит в возможности использовать полученные результаты в области микро- и наноэлектромеханики. Показано, что образец можно использовать одновременно как генератор и как детектор механических колебаний. Высказано предположение, что при уменьшении размеров структур до нанометровых возможно повышение рабочих частот до величин порядка 1 ГГц и выше [17]. Такие системы могут быть применены для исследования квантовых эффектов в колебаниях нанообъектов [18], а также построения устройств, таких как нановесы [19], позволяющие взвешивать отдельные молекулы и даже атомы.

**Методы исследования.** Для исследования электромеханических свойств квазиодномерных проводников была разработана экспериментальная методика, позволяющая одновременно детектировать электрический сигнал с фотодиода, пропорциональный углу кручения образца, и электрический сигнал с самого образца. Выяснение природы наблюдаемых в работе эффектов проводилось с помощью параллельных измерений и последующего сравнения полученных данных. Таким способом было показано, что наблюдаемые эффекты, вызваны взаимодействием ВЗП и кристаллической решётки.

Для измерения крутильной деформации в широкой области температур был применён двухсекционный фотодиод с системой непрерывной калибровки, позволяющей проводить измерения в условиях постоянного дрейфа положения образца. Для измерений шумовых вибраций была сделана виброизоляция измерительного стенда и проведена работа по снижению уровня паразитного электрического шума и шумов усилителя, позволившая повысить чувствительность методики. Для детектирования колебаний подвешенных образцов без зеркал в работе применялась методика гетеродинамирования с частотной модуляцией [20].

#### **Положения, выносимые на защиту:**

1) При воздействии переменного ВЧ электрического поля с частотой от 100 кГц до 1 МГц на зависимостях угла кручения образцов  $\text{TaS}_3$  от тока,  $\varphi(I)$ ,

обнаружены особенности, имеющие вид ступенек Шапиро. В условиях синхронизации ВЧ полем волна зарядовой плотности повышает свою пространственную когерентность.

2) При протекании постоянного тока выше порогового обнаружены шумовые механические колебания образцов на частотах от 0.1 Гц до 100 Гц со спектром типа  $1/f$ .

3) Обнаружены периодические механические колебания образцов в диапазоне частот от 2 кГц до 70 кГц при приложении постоянного напряжения выше порогового. Частота колебаний пропорциональна току ВЗП и совпадает с фундаментальной частотой скольжения ВЗП в данном поле.

4) Модифицированная методика гетеродинирования с частотной модуляцией позволила детектировать резонансные механические крутильные колебания вискеро́в TaS<sub>3</sub>. При этом благодаря особым свойствам ВЗП образец одновременно является и актюатором и детектором крутильных колебаний.

**Достоверность полученных результатов** определяется использованием для измерений двух и более различных методик, использованием параллельных измерений, проверкой наблюдаемых эффектов на нескольких образцах, согласием полученных результатов с оценками, сделанными до исследований, признанием результатов научной общественностью при обсуждениях на научных семинарах, конференциях, конкурсах, а также положительными рецензиями на статьи при опубликовании результатов в научных журналах.

**Апробация работы.** Основные результаты докладывались на следующих российских и международных конференциях и конкурсах: Международная конференция «Опто-, наноэлектроника, нанотехнологии и микросистемы», Республика Дагестан, Махачкала, 2009; Второй международный конкурс научных работ молодых учёных в области нанотехнологий, Москва, 2009; Школа молодых учёных: «Современные проблемы наноэлектроники, нанотехнологий, микро- и наносистем.» , Новороссийск, 2010; Collaborative workshop “Charge density waves: small scales and ultrashort time”, Vukovar, Croatia, 2010; Конкурсы молодых учёных ИРЭ РАН 2010, 2011, 2012, 2013 г.г.; Международная научно-техническая конференция «Фундаментальные проблемы радиоэлектронного приборостроения» INTERMATIC 2010, Москва, МИРЭА, 2010; Четвёртый международный конкурс работ молодых учёных в области нанотехнологии, секция

наноэлектроника и нанофотоника, Москва, 2011; International school and workshop on electronic crystals ECRYS-2011, Cargese, France, 2011.

**Личный вклад.** В диссертации изложены экспериментальные результаты, полученные автором лично, либо при его непосредственном участии. Автор принимал участие в разработке новых методик измерений, изготавливал образцы для исследования кручения квазиодномерных проводников, разрабатывал измерительные схемы, проводил исследования, обрабатывал и анализировал экспериментальные данные, проводил численные расчёты, участвовал в проведении научных дискуссий. При участии автора были написаны научные статьи и доклады, осуществлялась их подготовка к публикации. Многие доклады по материалам диссертации на российских и зарубежных конференциях были сделаны лично автором.

**Публикации.** По материалам диссертации опубликовано 18 научных работ, в том числе 7 статей в журналах, входящих в Перечень рецензируемых научных изданий, рекомендованный ВАК Минобрнауки РФ, 4 статьи в журналах, входящих в Международные реферативные базы данных и системы цитирования Scopus и Web of Science, а также 9 публикаций в сборниках трудов российских и зарубежных конференций. Общий объём опубликованных работ по теме диссертации составил около 120 машинописных страниц.

**Структура и объём диссертации.** Диссертация состоит из введения, четырёх глав, заключения, списка сокращений, списка публикаций по теме диссертации и списка цитируемой литературы. Работа содержит 114 страниц, 47 рисунков и список литературы, включающий 99 источников.

## ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во **Введении** отражено состояние исследований на сегодняшний день, а также обоснована актуальность темы, научная новизна и достоверность результатов, научная и практическая значимость работы, приведены цели исследования, апробация работы, положения, выносимые на защиту. Основная часть диссертации состоит из четырёх глав. В **Главе 1** описаны физические свойства квазиодномерных проводников, в том числе – электромеханические. Повышенное внимание уделено исследованиям связи между деформацией ВЗП как электронного кристалла внутри кристаллической решётки и деформацией

самой кристаллической решётки. Этим взаимодействием было объяснено наблюдаемое в работе [21] снижение модуля Юнга при начале движения ВЗП. Было показано, что при деформации ВЗП возникает и механическая деформация кристалла. Наблюдались метастабильные состояния длины кристаллов при создании деформации ВЗП с помощью электрического поля [22] или в результате изменения температуры [23]. Помимо продольной деформации были обнаружены изгиб и кручение образцов в электрическом поле [24]. Центральной частью первой главы является подробное описание этапов исследования кручения квазиодномерных проводников. Детально описывается оптическая методика исследования крутильной деформации образцов квазиодномерных проводников [24]. Приводятся исследования и «обратных» эффектов, то есть, влияния деформации образцов на свойства ВЗП. В частности, была обнаружена высокая чувствительность проводимости ВЗП к крутильной деформации кристалла [16,25,26]. Продемонстрировано, что кручение можно детектировать по сигналу обратной связи (модуляции проводимости), возникающему при кручении [25,26]. Кручение было исследовано в нескольких материалах [15]. Наиболее детальные исследования были проведены на квазиодномерном проводнике  $TaS_3$ , поэтому он и был выбран в качестве основного материала для диссертационных исследований.

Для определения роли диссертации в исследованиях кручения важно было отметить, какие вопросы в этой области ещё *не были выяснены*. Кручение было изучено, в основном, в области напряжений, близких к пороговому, что позволило связать крутильную деформацию с деформацией ВЗП, возникающей при начале её движения [24]. Выше порога, в условиях движущейся ВЗП, особенности кручения *не исследовались*. В кручении наблюдался отклик, линейный по напряжению, не исчезающий на частотах как минимум до 200 кГц. Он был назван “быстрым” [16]. Верхняя граница “быстрого” отклика по частоте *не была определена*: имеющаяся оптическая методика не позволила детектировать колебания на частоте выше 200 кГц. Поэтому возникла актуальная задача: заменить оптическую методику на новую, позволяющую возбуждать и детектировать колебания на более высоких частотах.

На основе сказанного выше были предложены два подхода к исследованию свойств движущейся ВЗП по кручению:

1. Исследование усреднённой по времени деформации скользящей ВЗП. В этом случае мы можем изучать зависимости угла кручения  $\varphi$  от напряжения  $V$ , медленно разворачивая  $V$  в области напряжений выше пороговой величины  $V_t$ , и по ним судить об особенностях деформации ВЗП при её движении. В частности, можно изучить влияние на деформацию ВЗП синхронизации ВЗП высокочастотным полем. Изучению влияния синхронизации ВЗП на зависимости  $\varphi(V)$  посвящена Глава 2 диссертации.

2. Исследование зависящей от времени деформации ВЗП по шумовым колебаниям вискеров квазиодномерных проводников,  $\varphi(t)$ , вызванных скольжением ВЗП. Этому вопросу посвящена Глава 3.

В **Главе 2** приводится описание эффекта синхронизации скольжения ВЗП высокочастотным полем (от 100 кГц до 1 МГц); сообщается об обнаружении ступенек Шапиро в кручении квазиодномерного проводника  $\text{TaS}_3$  и приводятся результаты их исследования.

Приложение к образцу ВЧ вызывает появление т.н. ступенек Шапиро на вольт-амперных характеристиках (ВАХ). Ступеньки наблюдаются при токах, при которых фундаментальная частота скольжения ВЗП, её гармоника или

субгармоника совпадает с частотой внешнего ВЧ поля. Это поле заставляет ВЗП скользить с заданной скоростью, и при некоторых значениях напряжения её дифференциальное сопротивление увеличивается, в случае полной синхронизации – до бесконечности. Наблюдение ступенек Шапиро на ВАХ (рисунок 1а) свидетельствует о росте временной когерентности ВЗП: в разных точках образца ВЗП преодолевает периодический потенциал пиннинга синфазно.

Для исследования ступенек

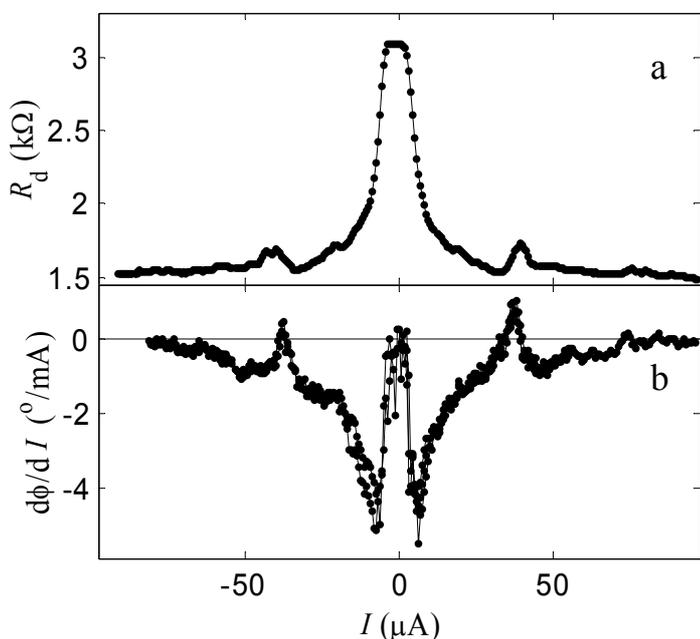


Рис. 1. а) Зависимость дифференциального сопротивления образца от тока при ВЧ облучении частотой 500 кГц,  $T=121$  К. б) Дифференциальный сигнал с фотодиода, измеренный с помощью синхронного детектора, снятый в этих же условиях.

Шапиро в кручении был разработан и применён метод изготовления образцов без подвешенных контактов [27], в котором образец фиксировался с обоих концов, а его половина шунтировалась тонким слоем золота и играла роль пассивной растяжки. Кручение образца в условиях синхронизации ВЧ полем исследовалось с помощью оптической методики. На измеренной оптическим методом [15] зависимости угла кручения от тока при подаче на образец ВЧ облучения на частоте 500 кГц особенности, соответствующие ступенькам Шапиро, едва различимы. Для изучения этих особенностей кручение было исследовано на переменном токе (на частоте много ниже всех крутильных резонансов) с помощью синхронного детектора. В результате была напрямую измерена производная угла кручения по току,  $d\varphi/dI$  (рисунок 1b). На рисунке 1b пики, соответствующие ступенькам Шапиро, видны хорошо. Отметим, что пики пересекают уровень, соответствующий  $d\varphi/dI = 0$ , т.е. в условиях синхронизации образец начинает крутиться в обратную сторону. На основе данного результата сделан вывод, что неоднородная деформация ВЗП, с которой связано кручение, не только перестаёт расти, но и уменьшается, даже при относительно низкой степени синхронизации ВЗП (из рисунка 1a следует, что степень синхронизации с внешним полем составляет порядка 10%, что характерно для  $TaS_3$  [28]). Сравнивая данные на рисунках 1a и 1b, можно отметить, что ступеньки Шапиро на зависимости угла кручения от тока видны лучше, чем на зависимости дифференциального сопротивления от тока. Отсюда можно заключить, что регистрация кручения является чувствительной методикой исследования синхронизации: измеряя кручение можно наблюдать тонкую структуру взаимодействия ВЧ облучения с ВЗП.

В **Главе 3** приведены результаты поиска и исследования колебаний вискеро́в квазиодномерных проводников, вызванных скольжением ВЗП в постоянном электрическом поле. Рассматриваются колебания как периодические, так и имеющие шумовой вид.

Известно, что при движении ВЗП возникает электрический шум, связанный с её взаимодействием с неоднородным потенциалом примесей и контактами. Обычно в спектре шума различают узкополосный вклад на фундаментальной частоте и широкополосный НЧ вклад со спектром типа  $1/f$  [29]. При движении

волна зарядовой плотности испытывает неоднородную деформацию, зависящую от времени. Естественно предположить, что в деформации ВЗП также должны содержаться компоненты узкополосного или широкополосного шума. В этом случае можно ожидать пространственно-неоднородную деформацию кристалла, проявляющуюся в вибрации на фундаментальной частоте, а также со спектром типа  $1/f$ .

В главе приводятся результаты поиска и исследования динамической деформации образца при протекании через него постоянного тока ВЗП. Для измерения флуктуаций угла кручения образцов использовалась оптическая установка. Использовалась конфигурация с одним свободным концом [15] как наиболее чувствительная. Первые эксперименты проводились на соединении  $(\text{TaSe}_4)_2\text{I}$ . При приложении к образцу  $(\text{TaSe}_4)_2\text{I}$  постоянного напряжения выше порогового были обнаружены флуктуации угла кручения. С увеличением  $V$  наблюдался рост флуктуаций по сравнению с уровнем фонового шума ( $V=0$ ). Трудность приготовления крутильных структур на основе  $(\text{TaSe}_4)_2\text{I}$ , связанная с хрупкостью образцов, не позволила продолжить эти исследования. Поэтому в дальнейшем было решено исследовать шумы в кручении на образцах  $\text{TaS}_3$ .

С целью детального исследования природы шумов в  $\text{TaS}_3$  были одновременно измерены спектральные плотности шума как в напряжении  $S_V(f)$ , так и в кручении  $S_\phi(f)$  (рисунок 2 а и б, соответственно).

Сравнивая данные, приведённые на рисунках 2а и 2б, можно сделать следующие заключения: 1) при пропускании тока через образец, помимо

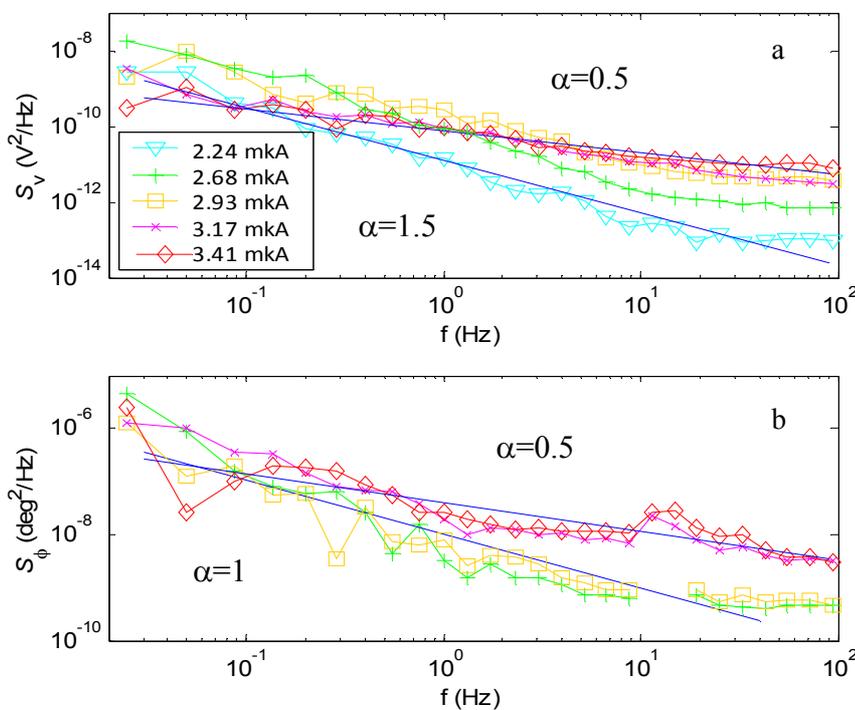


Рис. 2. Образец  $\text{TaS}_3$ . (а) Зависимости  $S_V(f)$  с вычетом нулевого уровня шума  $S_V(f,I) - S_V(f,0)$ . (б) Зависимости  $S_\phi(f)$  с вычетом нулевого уровня шума  $S_\phi(f,I) - S_\phi(f,0)$ .  $T=83$  K,  $I_t=2.8$   $\mu\text{A}$ .

флуктуаций напряжения, возникают флуктуации угла кручения; 2) флуктуации угла кручения превышают фоновые вибрации только при напряжении близком к пороговому или выше его, в то время как флуктуации напряжения проявляются и до порога; 3) в среднем, шум с ростом тока «белеет», то есть, наклон кривых в области частот 0.01 – 10 Гц уменьшается. Если  $S_\phi(f)$  и  $S_V(f)$  приблизить как  $1/f^\alpha$ , значение  $\alpha$  при повышении тока уменьшается с 1.5 до 0.5 для зависимостей  $S_V(f)$ , и с 1 до 0.5 для зависимостей  $S_\phi(f)$ . Качественно аналогично ведут себя шумы угла кручения и в случае  $(\text{TaSe}_4)_2\text{I}$ . Для  $\text{TaS}_3$  флуктуации угла и напряжения от тока изменяются сходным образом. В обоих случаях шумы резко возрастают в области порогового тока, и рост их спектральной плотности насыщается при токах, примерно в 2 раза превышающих пороговую величину. Однако на зависимостях  $S_V$  рост начинается постепенно и при токах заметно ниже порогового, в то время как рост  $S_\phi$  происходит скачкообразно и при несколько большем токе.

Успешное наблюдение шумовых механических колебаний образцов на низких частотах позволило перейти к поиску высокочастотных вибраций, вызванных скольжением ВЗП. Поиск и исследования узкополосного шума (УПШ) в кручении проводились по той же схеме, что и широкополосных шумов: записывались осциллограммы  $\phi(t)$  и  $V(t)$ , из которых путём прямого преобразования Фурье получались спектры. На зависимости спектральной плотности флуктуаций напряжения от частоты можно было различить два или три максимума, которые смещаются вправо при увеличении тока через образец – см. рисунок 3а.

Частота главного максимума,  $f_r$ , (он отмечен стрелкой на рисунке 3а) пропорциональна току ВЗП. Ток через образец подобран таким образом, чтобы частота основного пика узкополосной генерации совпадала с одним из механических резонансов (рисунок 4). Так как один конец образца не был жёстко зафиксирован, он мог практически свободно крутиться. У такой системы может быть много различных мод колебаний. Для данного образца первый резонанс наблюдался на частоте 1.4 кГц. Наблюдение за пиками оказалось достаточно сложным из-за того, что пики сильно флуктуировали, а ток через образец необходимо было подстраивать вручную.

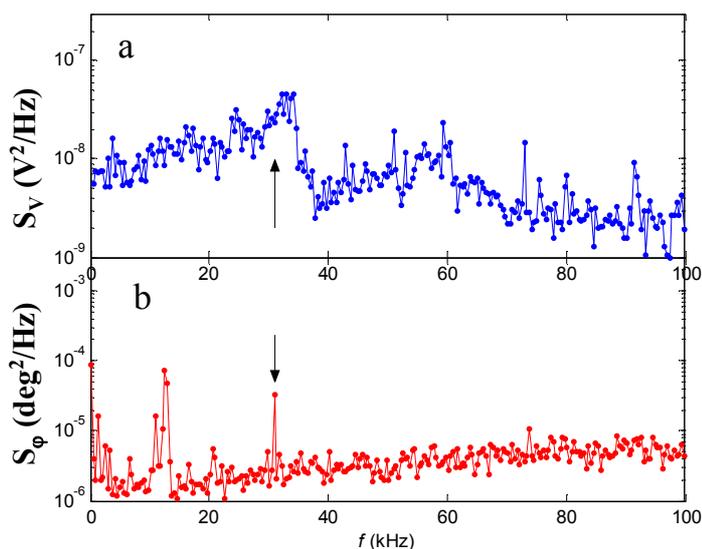


Рис. 3. а) Спектральная плотность шума в напряжении  $S_V(f)$ , б) спектральная плотность шума в кручении  $S_\varphi(f)$ , измеренные при токе  $I = 6,15$  мкА.

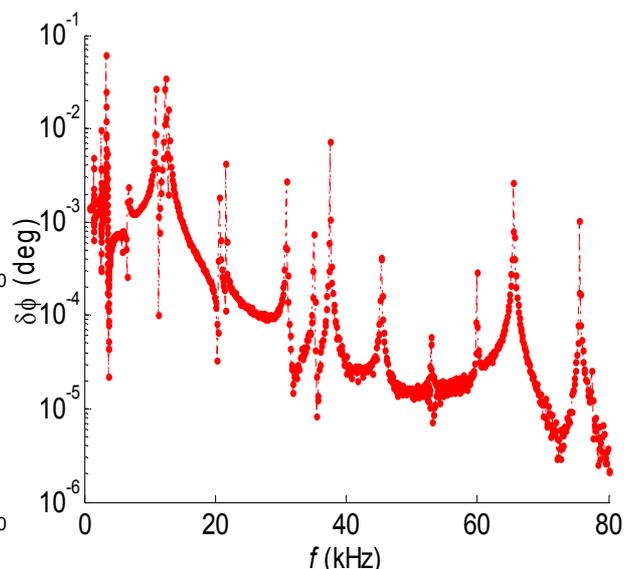


Рис. 4. Частотная зависимость угла кручения  $\delta\varphi$ , измеренная при действующем значении переменного напряжения  $V_{AC}=185$  мВ,  $V_{DC}=125$  мВ.

Поэтому методика исследования шумов была модифицирована. Были проведены измерения амплитуды шумовых колебаний с помощью селективных нановольтметров, настроенных на частоты крутильных резонансов. Полученные зависимости амплитуды шумового напряжения в кручении и в напряжении продемонстрировали наличие максимумов шума при токах, при которых фундаментальная частота соответствует настройке нановольтметров. Это означает, что наблюдаемые обоими способами крутильные колебания вызваны движением ВЗП, и частота этих колебаний совпадает с фундаментальной частотой скольжения ВЗП.

Наблюдение УПШ в кручении можно объяснить только непосредственным механическим воздействием динамической деформации ВЗП на кристаллическую решётку. К аналогичному выводу привёл и анализ широкополосного шума в кручении. Этот результат позволяет по-новому подойти к изучению динамики ВЗП. Используя данные методики, можно изучать динамическую деформацию ВЗП непосредственно по динамической деформации кристалла, а не по электрическим шумам в напряжении.

**Глава 4** посвящена применению метода гетеродинного смешения для детектирования резонансных колебаний квазиодномерных проводников с ВЗП.

Наблюдающийся в TaS<sub>3</sub> «торсионрезистивный» отклик [16,30], позволил впервые детектировать крутильные колебания подвешенного образца без использования оптической схемы [25,26]. Недостатком такого подхода к детектированию является возбуждение и детектирование колебаний на одной частоте, что требует наличия у образца трёх контактов. Это усложняет измерения, а также приводит к появлению наводок в измерительной схеме на частоте напряжения, возбуждающего колебания. Также недостатком является использование высокой рабочей частоты для детектирования сигнала, что ограничивает исследования максимальной частотой работы синхронного детектора.

Была поставлена задача исследовать кручение вискеров TaS<sub>3</sub> на частотах выше 100кГц. Для детектирования крутильных колебаний на таких частотах была модифицирована методика гетеродинирования [31]. Описанная в этой статье ([31]) методика не требует разделения сигнала, вызванного модуляцией проводимости образца, и возбуждающего напряжения: сигнал обратной связи резонансных колебаний можно детектировать на удобной для измерений низкой частоте, вне зависимости от частоты резонанса. Единственное требование к схеме – возможность подачи на образец ВЧ (СВЧ) напряжения. В модифицированной схеме для возбуждения крутильных колебаний использовалось внутреннее закручивающее усилие, связанное с деформацией ВЗП, а для детектирования – сигнал обратной связи, связанный с крутильной модуляцией проводимости ВЗП. Использование гетеродинирования позволило проводить исследования на образцах с двумя контактами и, как следствие, повысить частоту измеряемого сигнала [20,32].

Сначала методика была опробована на образцах с зеркалом. Колебания образцов одновременно измерялись с помощью оптической методики и методом гетеродинирования с частотной модуляцией (ЧМ). Таким образом, когда на частотных зависимостях тока гетеродинного смещения,  $I(f)$ , были обнаружены особенности, мы смогли убедиться, что они соответствуют именно крутильным резонансам. Следующим шагом стало детектирование резонансов в образцах без зеркал, с использованием только методики гетеродинирования. При этом сразу возникла новая трудность: при наблюдении особенности на зависимости  $I(f)$  необходимо было убедиться, что она связана именно с механическим резонансом.

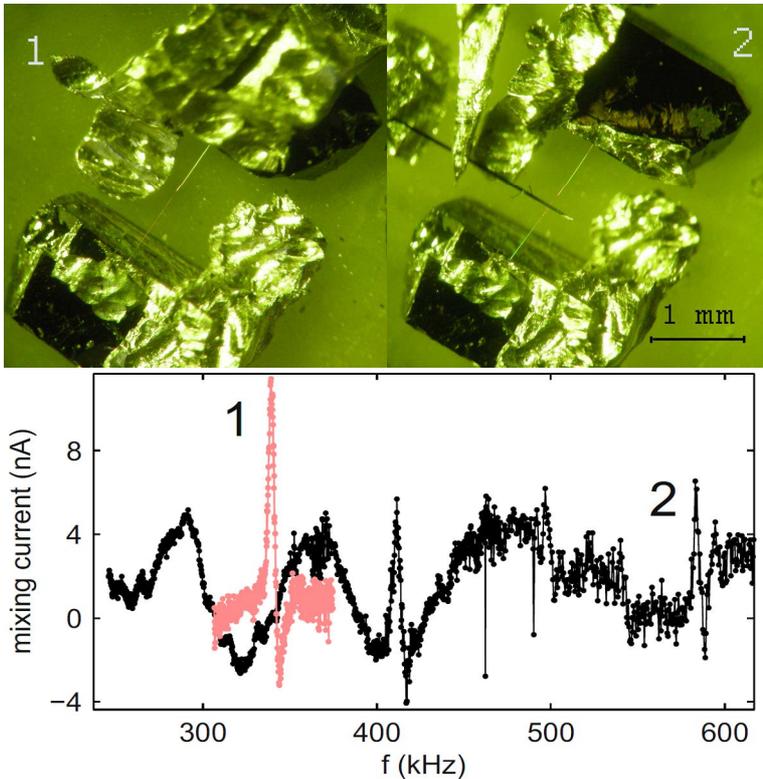


Рис. 5. На микрофотографии 1: образец  $TaS_3$ , натянутый между индиевыми контактами. Длина образца – 1.65 мм, ширина – 5.4 мкм. На фото 2: тот же образец с поперечным вискером. На нижнем графике изображены зависимости амплитуды тока гетеродинного смешения от частоты. Кривая 1 относится к фото 1, кривая 2 – к фото 2, частоты резонансов на 1-й кривой – 341.2 кГц, на второй – 414.3 и 590 кГц.  $T=181$  К,  $V = \pm 220$  мВ,  $V_t = 50$ .

ВАХ не изменились, однако исследование тока смешения показало изменение его частотной зависимости. Кривая 2 на рисунке 5 иллюстрирует это изменение. Видно, что вместо пика на 341 кГц появились особенности при 590 и 414 кГц. Частота пика 590 кГц примерно соответствует удвоению резонансной частоты, что, вероятно, соответствует крутильному резонансу одной из половинок образца.

Сдвиг частоты под влиянием поперечного вискера доказывает механическое происхождение резонансного пика, но величина сдвига не соответствует расчётным значениям, что потребовало дополнительных доказательств. Такой проверкой стали измерения зависимости частоты особенности (зигзага) от температуры. Результаты измерений соответствуют полученным ранее температурным зависимостям частоты крутильного резонанса [15], а также согласуются с температурным ходом модуля сдвига и модуля Юнга

Был изготовлен образец без зеркала длиной 1.65 мм, шириной – 5.4 мкм (рисунок 5 фотография №1). Затем с помощью методики гетеродинирования с ЧМ была измерена зависимость тока смешения от частоты (или  $I(f)$ ) (рисунок 5, кривая 1 на графике). На зависимости была обнаружена особенность в виде зигзага в районе 340 кГц. С целью определения природы наблюдаемой особенности на образец был положен толстый вискер, так чтобы он немного изгибал образец (фотография №2 на рисунке 5). После этого измерения повторили.

Сопротивление образца и его

для TaS<sub>3</sub> [21]. Это дополнительно подтверждает связь пика с механическими колебаниями образца.

В дальнейшем на образце длиной 150 мкм были зафиксированы колебания на частоте 9.6 МГц. С изменением постоянного напряжения наблюдались изменения формы пика, на основании которых был проведён анализ сдвига фазы отклика относительно возбуждающего ВЧ напряжения. Получена информация о временах релаксации закручивающего усилия и «торсионорезистивного» отклика образца при разных скоростях ВЗП [32].

Применение нового метода оказалось эффективным для детектирования колебаний. Дальнейшее укорочение образцов даст возможность повысить частоту измерений до частот порядка 100 МГц и выше, что открывает перспективы применения квазиодномерных проводников в качестве материалов для устройств МЭМС-НЭМС.

В **Заключении** диссертации сформулированы основные выводы работы.

## ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ

Исследования, проведённые в ходе работы над диссертацией, показали, что в условиях синхронизации внешним ВЧ полем происходит снижение угла кручения образца. Из этого сделан вывод, что ВЗП повышает свою пространственную когерентность, снижая степень неоднородной деформации. Показано, что исследование кручения или, говоря шире, – неоднородной деформации образцов квазиодномерных проводников в зависимости *от электрического поля*, позволяет изучать новые эффекты в динамике деформации ВЗП.

В результате изучения зависимостей угла кручения *от времени* было обнаружено, что при движении ВЗП в поле выше порогового возникают периодические механические колебания образца, связанные с прямым механическим воздействием скользящей ВЗП на образец. Это означает, что скольжение ВЗП сопровождается периодической во времени деформацией кристаллической решётки. Частота колебаний совпадает с фундаментальной частотой скольжения ВЗП в данном поле. Таким образом, образец TaS<sub>3</sub> является уникальным генератором периодических механических колебаний, частотой которых можно управлять, изменяя постоянный ток через образец.

Показано, что вибрации образцов помимо узкополосного вклада на фундаментальной частоте содержат широкополосную шумовую компоненту. Измерения флуктуаций угла кручения показали, что при протекании постоянного тока выше порогового в области частот 0.1 –100 Гц наблюдаются механические колебания образцов со спектром типа  $1/f^\alpha$ , причём  $\alpha$  уменьшается с ростом тока. Уменьшение  $\alpha$  можно упрощённо описать, представив шум как результат суперпозиции двухуровневых флуктуирующих систем, частота которых растёт с ростом тока через образец. Если посмотреть шире, изучение  $1/f$ -шума является большой междисциплинарной областью, причём далеко не все свойства шума типа  $1/f$  объяснены. Редко удаётся изучать релаксационные явления по спектру электрического шума и одновременно (на тех же образцах) по другим физическим эффектам [33]. Поэтому наблюдения  $1/f$ -шума одновременно в кручении и в электрическом сигнале можно отнести к существенным достижениям, полученным в ходе диссертационных исследований.

Для детектирования крутильных колебаний вискеров  $TaS_3$  в работе успешно применена методика гетеродинного смещения с частотной модуляцией. Результат подтверждён измерениями с помощью оптической схемы. При этом колебания возбуждаются не с помощью затвора, а за счёт внутренних свойств образцов с ВЗП – крутильной деформации в электрическом поле. Модуляция тока происходит не из-за эффекта поля, а за счёт крутильной модуляции тока ВЗП. Эти свойства выгодно отличают резонаторы на основе квазиодномерных проводников от многих систем, исследованных ранее [25,26,31]. Методика позволила увеличить предельные частоты детектируемых колебаний до 10 МГц на образцах без зеркал. Мы не видим препятствий для дальнейшего увеличения частот (в перспективе до гигагерцовой области [17]) за счёт укорочения образцов.

В виду уникальности характера взаимодействия сконденсированных электронов и кристаллической решётки исследование электромеханических свойств квазиодномерных проводников с ВЗП открывает возможности как для изучения фундаментальных свойств ВЗП, так и для создания на базе квазиодномерных проводников устройств МЭМС-НЭМС. При этом, в частности, имеется возможность генерации механических ВЧ колебаний образцов под действием как переменного, так и постоянного электрического поля.

## СПИСОК ОПУБЛИКОВАННЫХ РАБОТ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

### Список публикаций в журналах, входящих в Перечень ВАК

- A1. Зыбцев С.Г., Никитин М.В., Покровский В.Я. Ступеньки Шапиро в кручении квазиодномерного проводника  $TaS_3$  // Письма в ЖЭТФ. – 2010. – Т.92. – Вып.6. – С.448-453.
- A2. Покровский В.Я., Зыбцев С.Г., Никитин М.В., Горлова И.Г., Насретдинова В.Ф., Зайцев-Зотов С.В. Высокочастотные, «квантовые» и электромеханические эффекты в квазиодномерных кристаллах с волной зарядовой плотности // УФН. – 2013. – Т.183. – С.33-54.
- A3. Никитин М.В., Покровский В.Я., Зыбцев С.Г. Детектирование резонансных крутильных колебаний квазиодномерного проводника  $TaS_3$  методом гетеродинного смещения // Журнал радиоэлектроники. – 2013. – №2 февраль. – С.1-15.
- A4. Зыбцев С.Г., Никитин М.В., Покровский В.Я. Ступеньки Шапиро в кручении квазиодномерного проводника  $TaS_3$  // Нелинейный мир. – 2011. – Т.9. – №1. – С.21-22.
- A5. Никитин М.В., Зыбцев С.Г., Покровский В.Я. Крутильные вибрации, вызванные скольжением волны зарядовой плотности // Нелинейный мир. – 2012. – Т.10. – №2. – С.80-81.
- A6. Никитин М.В., Покровский В.Я., Зыбцев С.Г., Мельников А.А. Аномалия в кручении  $TaS_3$  вблизи температуры пайерсловского перехода // Нелинейный мир. – 2013. – Т.11. – №2. – С.77-78.
- A7. Никитин М.В., Покровский В.Я., Зыбцев С.Г., Дезмух М.М. Самодетектирование резонансных колебаний квазиодномерного проводника  $TaS_3$  // Нелинейный мир. – 2014. – Т.12. – №2. – С.17-19.

### Список публикаций в зарубежных рецензируемых журналах, входящих в Международные реферативные базы данных и системы цитирования **Scopus** и **Web of Science**

- A8. Nikitin M.V., Zybtev S.G. and Pokrovskii V.Y. Tunable harmonic vibrations of quasi one-dimensional conductors induced by sliding charge-density waves // Phys. Rev. B. – 2012. – Vol.86. – P.045104.
- A9. Pokrovskii V.Ya., Nikitin M.V. and Zybtev S.G. Self-Detection of mechanical oscillations of charge-density wave conductors // Physica B. – 2015. – Vol.460. – P.39-44.

### Список публикаций в трудах конференций:

- A10. Никитин М.В., Покровский В.Я., Зыбцев С.Г. Квазиодномерные проводники с волной зарядовой плотности как крутильные актюаторы для приведения в движение механических частей создаваемых МЭМС-НЭМС // Сборник тезисов докладов участников Второго международного конкурса научных работ молодых ученых в области нанотехнологий. Международный форум по нанотехнологиям Rusnanotech, Москва. – 2009. – С.174-176.
- A11. Никитин М.В., Покровский В.Я., Зыбцев С.Г. Квазиодномерные проводники с волной зарядовой плотности как крутильные актюаторы с уникальными свойствами. // Труды международной конференции Опто-, наноэлектроника, нанотехнологии и микросистемы, Респ. Дагестан, г. Махачкала, Дагестанский научный центр РАН. – 2009. – С.194.
- A12. Никитин М.В., Зыбцев С.Г., Покровский В.Я. Динамика кручения вискероов TaS<sub>3</sub> при облучении синхронизирующем ВЧ полем // Труды школы молодых ученых. Современные проблемы наноэлектроники, нанотехнологий, микро- и наносистем, г. Ульяновск, УлГУ. – 2010. – С.154-166.
- A13. Никитин М.В., Зыбцев С.Г., Покровский В.Я. Влияние ВЧ-облучения на деформацию кручения микрокристаллов квазиодномерных проводников с волной зарядовой плотности. // Материалы международной научно – технической конференции Фундаментальные проблемы радиоэлектронного приборостроения INTERMATIC 2010, Москва. – 2010. – С.29-32.
- A14. Nikitin M.V., Zybtev S.G., Pokrovskii V.Ya. Torsional vibrations induced by sliding CDW // Abstracts of International research school and workshop on electronic crystals ECRYS 2011, Cargese France. – 2011. – P.138.
- A15. Покровский В.Я., Зыбцев С.Г., Никитин М.В. Крутильные колебания квазиодномерных проводников с волной зарядовой плотности в электрическом поле и их «самодетектирование». // Труды XVIII международного симпозиума «Нанофизика и наноэлектроника», Нижний Новгород. – 2014. – С.599.
- A16. Pokrovskii V.Ya., Nikitin M.V. and Zybtev S.G. Self-detection of mechanical oscillations of charge-density wave conductors // Abstracts of International school and workshop on electronic crystals ECRYS-2014, Cargese, France. – 2014. – P.100.
- A17. Никитин М.В., Покровский В.Я., Зыбцев С.Г. Механическое взаимодействие волны зарядовой плотности с решеткой кристалла // Тезисы доклада. XXXVII Собрание по физике низких температур, Казань. – 2015. – С.23-26.

- A18. Зыбцев С.Г., Никитин М.В., Покровский В.Я., Горлова И.Г. Электромеханические свойства квазиодномерных проводников // Тезисы доклада. Конференция «Сильно коррелированные электронные системы и квантовые критические явления», г. Троицк. – 2015. – С.6.

### **Цитированная литература**

1. Fennimore, A.M. Rotational actuators based on carbon nanotubes / A.M. Fennimore, T.D. Yuzvinsky, W.Q. Han, M.S. Fuhrer, J. Cumings and A. Zettl // Nature. – 2003. – Vol.424. – P.408-410
2. Sengupta, S. Plasmon mode modifies the elastic response of a nanoscale charge density wave system / S. Sengupta, N. Samudrala, V. Singh, A. Thamizhavel, P.B. Littlewood, V. Tripathi and M.M. Deshmukh // Phys. Rev. Lett. – 2013. – Vol.110. – L.166403. – P.1-6
3. Grüner, G. The dynamic of charge-density waves / G. Grüner // Reviews of Modern Physics. – 1988. – Vol.60. – No.4. – P.1129-1181
4. Thorne, R.E. Charge-density-wave conductors / R.E. Thorne // Physics Today. – 1996. – Vol.49. – Issue5. – P.42-47
5. Fukuyama, H. and Lee P.A. Dynamics of the charge-density wave. I. Impurity pinning in a single chain / H. Fukuyama and P.A. Lee // Phys. Rev. B. – 1978. – Vol.17. – P.535-541
6. Lee, P.A. and Rice T.M. Electric field depinning of charge density waves / P.A. Lee and T.M. Rice // Phys. Rev. B. – 1979. – Vol.19. – P.3970-3980
7. Grüner, G. Nonlinear conductivity and noise due to charge-density-wave depinning in NbSe<sub>3</sub> / G. Grüner, A. Zwadowski, P.M. Chaikin // Phys. Rev. Lett. – 1981. – Vol.46 – No.7. – P.511-515
8. Abe, S. Impurity-Induced Pinning, Damping and Metastability of Interchain-Coupled Charge Density Waves / S. Abe // J. Phys. Soc. Jpn. – 1985. – Vol.54. – P.3494-3505
9. Brown, S.E. Long range remanent deformations of charge-density waves in TaS<sub>3</sub> and NbSe<sub>3</sub> / S.E. Brown, L. Mihaly, G. Grüner // Solid State Commun. – 1986. – Vol.58. – No.4. – P.231-234
10. Higgs, A.W. Hysteresis in the electrical properties of orthorhombic tantalum trisulphide: evidence for an incommensurate-commensurate charge-density wave transition? / A.W. Higgs, J.C. Gill // Solid State Commun. – 1983. – Vol.47. – No.9. – P.737-742
11. Lemay, S.G. Spatially resolved study of charge-density-wave strain in NbSe<sub>3</sub>: Evidence for a finite threshold for creep / S.G. Lemay, K. O'Neill, C. Cicak and R.E. Thorne // Phys. Rev. B. – 2001. – Vol.63. – L.081102(R). – P.1-4

12. Иткис, М.Е. ЭДС, возникающая в квазиодномерном проводнике TaS<sub>3</sub> под действием лазерного излучения / М.Е. Иткис, Ф.Я. Надь, В.Я. Покровский // ЖЭТФ. – 1986. – Т. 90. – Вып.1. – С.307-317
13. Itkis, M.E. Imaging charge-density-wave strains with electromodulated transmission / M.E. Itkis, B.M Emerling, J.W. Brill // Phys. Rev. B. 1995. – Vol.52. – No.16. – P.11545-11548
14. Покровский, В.Я. Об огромном воздействии электрического поля на решётку квазиодномерных проводников с волной зарядовой плотности / В.Я. Покровский // Письма в ЖЭТФ. – 2007. – Т.86. – Вып.4. – С.290-293
15. Pokrovskii, V.Ya. Deformations of charge-density wave crystals under electric field / V.Ya. Pokrovskii, S.G. Zybtssev, V.B. Loginov, V.N. Timofeev, D.V. Kolesov, I.V. Yaminsky and I.G. Gorlova // Physica B. – 2009. – Vol.404. – P.437-443
16. Покровский, В.Я. Высокочастотные, «квантовые» и электромеханические эффекты в квазиодномерных кристаллах с волной зарядовой плотности / В.Я. Покровский, С.Г. Зыбцев, М.В. Никитин, И.Г. Горлова, В.Ф. Насретдинова, С.В. Зайцев-Зотов // УФН. – 2013. – Т.183. – С.33-54
17. Chaste, J. High-frequency nanotube mechanical resonators / J. Chaste, M. Sledzinska, M. Zdrojek, J. Moser and A. Bachtold // Appl. Phys. Lett. – 2011. – Vol.99. – L.213502. – P.1-3
18. O'Connell, A.D. Quantum ground state and single-phonon control of a mechanical resonator / A.D. O'Connell, M. Hofheinz, M. Ansmann et al // Nature. – 2010. – Vol.464. – P.697-703
19. Jensen, K. An atomic-resolution nanomechanical mass sensor / K. Jensen, K. Kim, A. Zettl // Nat. Nanotech. – 2008. – Vol.3. – P.533-537
20. Никитин, М.В. Детектирование резонансных крутильных колебаний квазиодномерного проводника TaS<sub>3</sub> методом гетеродинного смешения / М.В. Никитин, В.Я. Покровский, С.Г. Зыбцев // Журнал радиоэлектроники. – 2013. – Вып.2 февраль. – С.1-15
21. Brill, J.W. Handbook of Elastic Properties of Solids, Liquids, and Gases / J.W. Brill; edited by M. Levy, H. E. Bass, and R. R. Stern. – Academic Press, New York, 2001. – Vol. II. – P. 143–162
22. Hoen, S. Metastable length states of a random system: TaS<sub>3</sub> / S. Hoen, B. Burk, A. Zettl, and M. Inui // Phys. Rev. B. – 1992. – Vol.46. – No.3. – P.1874-1877
23. Golovnya, A.V Coupling of the lattice and superlattice deformations and hysteresis in thermal expansion for the quasi-one-dimensional conductor TaS<sub>3</sub> / A.V. Golovnya,

- V.Ya. Pokrovskii, P.M. Shadrin // *Phys. Rev. Lett.* – 2002. – Vol.88. – No.24. – L.246401. – P.1-4
24. Pokrovskii, V.Ya. Torsional strain of TaS<sub>3</sub> whiskers on the charge-density wave depinning / V.Ya. Pokrovskii, S.G. Zybtssev, and I.G. Gorlova // *Phys. Rev. Lett.* – 2007. – Vol.98. – L.206404. – P.1-4
  25. Pokrovski, V.Ya. Self-sensitive torsional microresonators based on a charge-density wave system / V.Ya. Pokrovski, S.G. Zybtssev // *cond-mat.str-el.* – 2007. – Vol.07082694. – P.1-10
  26. Pokrovskii, V.Ya. Self-Sensitive torsional microresonators based on a charge-density wave system / V.Ya. Pokrovskii, S.G. Zybtssev and V.V. Koledov // 3rd IEEE-NEMS, Sanya, Hainan Island, China; Technical Digest. – January 6-9, 2008. – P. 142
  27. Зыбцев, С.Г. Ступеньки Шапиро в кручении квазиодномерного проводника TaS<sub>3</sub> / С.Г. Зыбцев, М.В. Никитин, В.Я. Покровский // *Письма в ЖЭТФ.* – 2010. – Т.92. – Вып.6. – С.448-453
  28. Brown, S.E. Shapiro steps in orthorhombic TaS<sub>3</sub> / S.E. Brown and G. Grüner // *Phys. Rev. B.* – 1985. – Vol.31. – No.12. – P.8302-8304
  29. Bhattacharya, S. Origin of broadband noise in charge-density-wave conductors / S. Bhattacharya, J.P. Stokes, M.O. Robbins and R. A. Klemm // *Phys. Rev. Lett.* – 1985. – Vol.54. – No.22. – P.2453-2456
  30. Nichols, J. Characterization of the torsional piezoelectriclike response of tantalum trisulfide associated with charge-density-wave depinning / J. Nichols, D. Dominko, L. Ladino, J. Zhou and J.W. Brill // *Phys. Rev. B.* – 2009. – Vol.79. – P.241110(R); Erratum: *Phys. Rev. B.* – 2009. – Vol.80. – P.039903(E)
  31. Sazonova, V. A tunable carbon nanotube electromechanical oscillator / V. Sazonova, Y. Yaish, H. Ustunel, D. Roundy, T.A. Arias and P.L. McEuen // *Nature.* – 2004. – Vol.431. – P.284-287
  32. Pokrovskii, V.Ya. Self-detection of mechanical oscillations of charge-density wave conductors / V.Ya. Pokrovskii, M.V. Nikitin and S.G. Zybtssev // *Physica B.* – 2015. – Vol.460. – P.39-44
  33. Коган, Ш.М. Низкочастотный токовый шум со спектром типа  $1/f$  в твёрдых телах / Ш.М. Коган // *УФН.* – 1985. – Т.145. – Вып.2. – С.285–328