

**УТВЕРЖДАЮ**

Проректор МГУ имени М.В. Ломоносова,  
профессор, д.ф.-м.н. Федянин А.А.



*А.А. Федянин*  
» марта 2025 года

**ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ**  
на диссертационную работу  
Лукашенко Станислава Юрьевича

«Особенности использования СЗМ-зондов в нанодиагностике»,  
представленную на соискание ученой степени кандидата физико-математических  
наук  
по специальности 1.3.2 – «Приборы и методы экспериментальной физики»

Работа Лукашенко С.Ю. посвящена особенностям использования СЗМ-зондов в нанодиагностике. В первой главе сделан обзор СЗМ-методик с акцентом на селф-сенсинг зонды силовой сканирующей микроскопии, а также зондов сканирующей капиллярной микроскопии и поставлена задача исследования влияния механических колебаний вершины зонда, возникающих во время сканирования и влияющих на «пятно контакта» зондов при сканировании в полуконтактной и методике «хоппинг», соответственно. Во второй главе представлено исследование, посвященное модификации пьезорезонансного зондового датчика с W иглой углеродным нановискером, который используется в качестве детектора массы для взвешивания наночастиц в диапазоне ( $10^{-14}$ - $10^{-17}$ ) г и может работать с одинаковой добротностью как в вакууме, так и на воздухе. В рамках данного исследования также предложен способ закрепления наночастиц золота «чистым» способом на вершину детектора массы, что имеет принципиальное значения для биомедицинских применений. В третьей главе представлено исследование ионной проводимости в СКМ-зондах вдали и вблизи от образца.

## 1. Актуальность темы диссертационной работы

Основным параметром, отвечающим за качество СЗМ, является пространственное разрешение, которое определяется формой и радиусом скругления или размером апертуры зонда, причём, обычно считается, что основным факторами, ухудшающими разрешение, являются внешние механические вибрации, акустические шумы и тепловые дрейфы. Одной из целей данной работы было исследовать «паразитные» колебания металлических игл и стеклянных нанокапилляров, которые могут возбуждаться, например, в момент резких остановок при захвате взаимодействия зонда с образцом, что является актуальной проблемой. Такие колебания могут размывать пятно контакта в латеральной плоскости, ухудшая пространственное разрешение, поэтому задача устранения этих колебаний является актуальной при использовании зондов с высоким аспектным отношением, таких как металлические иглы и стеклянные нанокапилляры.

Помимо использования в СЗМ, зонды кантилеверного типа применяются в качестве механических осцилляторов в методе резонансного детектирования массы (РДМ). Чувствительность данного метода зависит от массы механического осциллятора и добротности его колебаний, при этом масса осциллятора должна быть сравнима с массой измеряемой частицы. Например, с помощью стандартных кремниевых зондов кантилеверного типа можно определить массу частиц в диапазоне ( $10^{-9} - 10^{-12}$ ) г [7]. Для сравнения с помощью одиночной углеродной нанотрубки возможно детектировать массу одного атома золота  $\sim (10^{-22})$  г [8]. В данной работе предложены и исследованы в качестве РДМ наномеханические осцилляторы (НМО) в виде углеродных нановискеров (УНВ), выращенных на вершине W игл входящих в состав «self-sensing» ССМ-зондов. Такие РДМ покрывают недостаточно освоенный промежуточный диапазон масс ( $10^{-13} - 10^{-21}$ ) г, актуальный для взвешивания отдельных вирусов, бактерий, белков и ДНК.

Несмотря на уже имеющиеся исследования масс-детекторов на основе углеродных нанотрубок и нановискеров, ранее не было уделено достаточного внимания методике закрепления нанообъектов на его вершине. Предлагаемый подход с использованием наноловушек позволяет закреплять золотые наночастицы на вершине сенсора массы без дополнительных связующих, что важно для биомедицинских применений. Хотя применение наноразмерных механических резонаторов в качестве чувствительных элементов детекторов масс является перспективным, вопрос использования при атмосферных условиях остаётся малоисследованным. Это связано с тем, что добротность колебаний наноосцилляторов в воздушной среде низкая, по сравнению с добротностью колебаний в вакууме. В данной работе исследован подход к увеличению добротности колебаний за счёт использование систем связанных осцилляторов (ССО) для решения актуальной задачи повышения чувствительности РДМ. В

работе проведены эксперименты по взвешиванию в воздушной среде, и показан эффект сохранения достаточно высокой добротности колебаний осциллятора, что является перспективным для практического использования данного вида масс-сенсоров.

В настоящее время разрабатываются методы исследования биологических объектов с высоким пространственным разрешением в нативном состоянии. В этой связи представляется весьма актуальным применение СКМ, использующего в качестве зонда стеклянный нанокапилляр [11], и применяемый для исследования клеточных мембран, бактерий, живых тканей, и т. п. При этом, для интерпретации данных, полученных с помощью СКМ, важно иметь надежный метод определения диаметра апертуры нанокапилляра из измерения вольт-амперных характеристик, а также адекватную модель, описывающую протекание ионного тока через наноапертуру вблизи поверхности образца. В данной работе проведены исследования, направленные на решение этих задач.

2. Наиболее значимые научные результаты, полученные в диссертации, их новизна и достоверность

1. Впервые показано, что при работе пьезорезонансного «селф-сенсинг» зондового датчика в виде пьезотрубки с вольфрамовым нанозондом возникают колебания с амплитудой, превышающей радиус нанозонда, что ухудшает пространственное разрешение при работе в полуконтактном режиме СЗМ. Эти колебания могут быть минимизированы путём оптимизации геометрии зонда.
2. Впервые экспериментально продемонстрирована возможность закрепления золотых наночастиц на кончике углеродного нановискера с использованием V – образных наноловусек.
3. Впервые предложен и реализован резонансный детектор массы в виде углеродного нановискера, выращенного на кончике вольфрамового зонда, обеспечивающий взвешивание наночастиц в диапазоне ( $10^{-14}$ - $10^{-17}$ ) г.
4. Впервые экспериментально обнаружено, что добротность резонансных колебаний на воздухе углеродного нановискера, выращенного на кончике вольфрамового нанозонда, не уменьшается по сравнению с добротностью вакууме.
5. Впервые дано объяснение пик-эффекта на кривой подвода в СКМ и разработана модель, объясняющая его возникновение. Показано, что при соотношении 1:10 концентрации водного раствора NaCl внутри капилляра и снаружи, соответственно, наблюдается 6-кратное увеличение ионного тока по сравнению с током насыщения.

3. Практическая и теоретическая значимость результатов диссертационного исследования.

1. Модель, объясняющая пик-эффект на кривой подвода в СКМ.
2. Методика, позволяющая определить косвенным образом радиус наноапертуры СКМ-зонда из вольт-амперной характеристики с точностью  $\sim(7-9)\%$ .
3. Создание РДМ на основе вольфрамового зонда, модифицированного углеродным нановискером, перекрывающего недоступный ранее диапазон масс ( $10^{-14}-10^{-17}$ ) г, перспективный для измерения массы вирусов, бактерий, белков и наночастиц любой природы.
4. Показано, что добротность колебаний РДМ на основе вольфрамового зонда, модифицированного углеродным нановискером, не уменьшается при переходе от вакуума к воздушной среде, что важно для исследования объектов биологической природы.
5. Показана возможность закрепления золотых наночастиц на вершине углеродных нановискеров без дополнительных связующих веществ, загрязняющих их поверхность, что имеет практическое значение использования в задачах биосенсинга.
6. Улучшение пространственного разрешения СКМ-зонда и W зонда пьезорезонансного зондового датчика, соответственно, в «хоппинг» и tapping режимах сканирования, путем устранения латеральных колебаний (уменьшение пятна контакта).

4. Рекомендации по использованию диссертационной работы

Полученные в ходе выполнения работы результаты уже находят практическое применение и в дальнейшем могут быть востребованы в:

- Научных и образовательных центрах.
- Предприятиях, занимающихся разработкой и производством прецизионных сенсоров. Конкретными потребителями результатов диссертационного исследования являются:

1. Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Московский государственный университет имени М. В. Ломоносова» (Москва)

2. Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Санкт-Петербургский государственный университет» (Санкт-Петербург)
3. Федеральное государственное бюджетное учреждение науки «Физический институт имени П. Н. Лебедева Российской академии наук» (Москва)
4. Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого» (Санкт-Петербург)
5. Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет „ЛЭТИ“ имени В. И. Ульянова (Ленина)» (Санкт-Петербург)
6. Институт цитологии Российской академии наук (Санкт-Петербург)
7. Институт эволюционной физиологии и биохимии имени И. М. Сеченова Российской академии наук (Санкт-Петербург)
8. Санкт-Петербургский национальный исследовательский академический университет Российской академии наук имени Ж. И. Алфёрова (Санкт-Петербург)
9. Общество с ограниченной ответственностью «ОНИ» (Санкт-Петербург)
10. Общество с ограниченной ответственностью «НТ-СПб» (Санкт-Петербург)
11. Открытое акционерное общество «Авангард» (Санкт-Петербург)

##### 5. Публикации и апробации по теме диссертации

Основные результаты диссертации апробированы на 10 международных, и 5 всероссийских конференциях, и отражены в 16 публикациях в российских и зарубежных рецензируемых научных журналах (включая перечень ВАК, Scopus, Web of Science):

1. **Lukashenko, S. Yu.**, Gorbenko, O. M., Zhukov, M. V., Pichakhchi, S. V., Sapozhnikov, I. D., Felshtyn, M. L., Golubok, A. O. Behavioral features of the approach curve of a scanning ion-conductance microscope // *J. Surf. Investig.: X-ray, Synchrotron*. – 2023. – V. 17. – № 3. – P. 585–591. DOI: 10.1134/S1027451023030112
2. **Lukashenko, S. Y.**, Zhukov, M. V., Mukhin, I. S., Sapozhnikov, I. D., Golubok, A. O. Measurement of the Young's modulus of amorphous carbon nanowhisker by static and dynamic method // *AIP Conf. Proc.* – 2017. – V. 1874. – № 1. – P. 040025. DOI: 10.1063/1.4999711
3. **Lukashenko, S. Yu.**, Lysak, V. V., Sapozhnikov, I. D., Mukhin, I. S., Golubok, A. O. Study of micro- and nanomechanical oscillators based on crystalline W and

amorphous C whiskers // AIP Conf. Proc. – 2015. – V. 643. – № 1. – P. 012114. DOI: 10.1063/1.4932765

4. **Lukashenko, S. Y.,** Golubok, A. O., Komissarenko, F. E., Mukhin, I. S., Sapozhnikov, I. D., Veniaminov, A. V., Lisak, V. Precise mass detector based on carbon nanooscillator // AIP Conf. Proc. – 2016. – V. 1748. – P. 050002. DOI: 10.1063/1.4954374

5. **Lukashenko, S. Y.,** Golubok, A. O., Mukhin, I. S., Veniaminov, A. V., Sapozhnikov, I. D., Lysak, V. V. Q-factor study of nanomechanical system "metal tip - carbon nanowhisiker" at low and ambient pressure // Phys. Status Solidi (A). – 2016. – V. 213. – № 9. – P. 2375–2379. DOI: 10.1002/pssa.201600199

6. **Lukashenko, S. Yu.,** Mukhin, I. S., Komissarenko, F. E., Gorbenko, O. M., Sapozhnikov, I. D., Felshtyn, M. L., Golubok, A. O. Resonant mass detector based on carbon nanowhiskers with traps for nanoobjects weighing // Phys. Status Solidi (A). – 2018. – V. 215. – № 21. – P. 1800046. DOI: 10.1002/pssa.201800046

7. **Lukashenko, S.,** Mukhin, I., Veniaminov, A., Sapozhnikov, I., Mozharov, A., Kupriyanov, D., Golubok, A. Investigation of nanomechanical oscillators based on amorphous carbon whiskers in vacuum and at ambient pressure // J. Phys.: Conf. Ser. – 2016. – V. 769. – P. 012062. DOI: 10.1088/1742-6596/769/1/012062

8. **Lukashenko, S.,** Mukhin, I., Gorbenko, O., Larionenko, G., Sapozhnikov, I., Felshtyn, M., Golubok, A. Visualization of complex oscillations of carbon nanowhiskers in SEM // AIP Conf. Proc. – 2019. – V. 2064. – P. 020002. DOI: 10.1063/1.5089875

9. **Lukashenko, S. Yu.,** Gorbenko, O. M., Sapozhnikov, I. D., Zhukov, M. V., Felshtyn, M. L., Pichakhchi, S. V., Golubok, A. O. On the spatial resolution of a piezoresonance probe sensor with a tungsten needle // J. Surf. Investig.: X-ray, Synchrotron. – 2023. – V. 17. – № 3. – P. 578–585. DOI: 10.1134/S1027451023030100

10. Zhukov, M. V., **Lukashenko, S. Yu.,** Sapozhnikov, I. D., Felshtyn, M. L., Gorbenko, O. M., Golubok, A. O. Scanning ion-conductance microscope with modulation of the sample position along the Z-coordinate and separate Z-axial and lateral (X, Y) scanning // J. Phys.: Conf. Ser. – 2021. – V. 2086. – № 1. – P. 012074. DOI: 10.1088/1742-6596/2086/1/012074.

11. Zhukov, M. V., **Lukashenko, S. Yu.,** Sapozhnikov, I. D., Golubok, A. O., Chubinskiy-Nadezhdin, V. I., Komissarenko, F. E. Scanning ion-conductance and atomic force microscope with specialized sphere-shaped nanopipettes // J. Phys.: Conf. Ser. – 2017. – V. 917. – № 4. – P. 042022. DOI: 10.1088/1742-6596/917/4/042022

12. Горбенко, О. М., **Лукашенко, С. Ю.,** Фельштын, М. Л., Голубок, А. О., Сапожников, И. Д. Измерение амплитудно-частотных характеристик наномеханических осцилляторов путем визуализации их колебаний в сканирующем электронном микроскопе // Научное приборостроение. – 2018. – Т. 28. – № 3. – С. 109–117.

13. Zhukov, M. V., **Lukashenko, S. Yu.,** Sapozhnikov, I. D., Felshtyn, M. L., Gorbenko, O. M., Pichakhchi, S. V., Golubok, A. O. Multimode scanning ion-conduction microscope with piezo-inertial moving system // Nauch. Priborostr. – 2022. – V. 32. – № 4. – P. 68–87.

15. Жуков, М. В., Лукашенко, С. Ю., Горбенко, О. М., Сапожников, И. Д., Фельштын, М. Л., Пичахчи, С. В., Голубок, А. О. Влияние поверхностного заряда на ионную проводимость электролита в наноканале // ФТТ. – 2023. – Т. 65. – № 12. – С. 2208–2211. DOI: 10.21883/FTT.2023.12.56535.426

14. Пичахчи, С. В., Горбенко, О. М., Лукашенко, С. Ю., Фельштын, М. Л., Сапожников, И. Д., Свайкин, И. С., Голубок, А. О. Уменьшение времени получения изображения в сканирующем микроскопе ионных токов в "hopping"-моду // Письма в ЖТФ. – 2024. – Т. 50. – № 20. – С. 48–51.

Результаты работы признаны достоверными, а выводы научно обоснованными.

## 6. Замечания по диссертационной работе и автореферату

1. Во второй главе проведено моделирование латеральных колебаний, влияющих на размер пятна контакта в tapping моде СЗМ и хоппинг моде СКМ, однако не приведено никаких данных об экспериментальных подтверждениях. Хотелось бы знать, проводились ли эксперименты в этой области.

2. В третьей главе исследовались сложные колебания одиночных вискеро́в, а также каркасных структур на основе вискеро́в сложной формы, например, имеющих Г-образную форму. Хотелось бы выяснить мотивацию этих исследований, и могут ли такие сложные колебания найти применение в области СЗМ.

3. В формуле для тепловых шумов туннельного перехода (стр.15, формула 1) пропущен числовой множитель 4.

4. В диссертации сформулировано утверждение, что на практике уровень шумов в токе туннельного микроскопа в основном обусловлен случайными изменениями зазора между зондом и образцом, вызванными механическими, тепловыми и акустическими шумами. В полной мере с этим утверждением согласиться нельзя. Правильно сконструированный туннельный микроскоп работает на уровне фундаментальных шумов, упомянутых автором диссертации.

Следует заметить, что замечания несколько не снижают общей положительной оценки в высшей степени качественно выполненной диссертационной работы.

## 7. Заключение

Диссертационная работа С.Ю. Лукашенко является завершённой научно-исследовательской работой, выполненной на высоком научном и техническом уровне. Полученные результаты являются достоверными и научно обоснованными. Автореферат и публикации полно и достоверно отражают содержание диссертации, а также её основные положения и выводы.

По своей актуальности, научной новизне, практической значимости, достоверности, а также объёму проведенных исследований и личному вкладу

соискателя диссертационная работа Лукашенко С.Ю. «Особенности использования СЗМ-зондов в нанодиагностике» полностью отвечает требованиям, предъявляемым к диссертациями в соответствии с пп. 9-14 «Положения о порядке присуждения научных степеней», утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации №842 от 24 сентября 2013 г. в редакции от 25.01.2024 г.

Диссертация Лукашенко Станислава Юрьевича соответствует паспорту специальности 1.3.2. – «Приборы и методы экспериментальной физики», а также требованиям ВАК РФ и заслуживает присуждения степени кандидата физико-математических наук.

Отзыв подготовил Яминский Игорь Владимирович, доктор физико-математических наук, профессор кафедры физики полимеров и кристаллов физического факультета МГУ имени М.В. Ломоносова.

Настоящий отзыв составлен после ознакомления с текстом диссертации, автореферата, публикаций и доклада Лукашенко С.Ю., обсужден в научной группе физики живых систем физического факультета МГУ и одобрен на заседании кафедры физики полимеров и кристаллов физического факультета МГУ имени М.В. Ломоносова 11 марта 2025 г., протокол №3-2025. Результаты голосования: за утверждение отзыва проголосовало 34 сотрудника кафедры физики полимеров и кристаллов, против – нет, воздержавшихся - нет.

Заведующий кафедрой физики полимеров и кристаллов  
профессор

 А.Р.Хохлов

Профессор кафедры физики полимеров и кристаллов

  
И.В.Яминский

Физический факультет МГУ имени М.В. Ломоносова  
119991, ГСП-1, Москва, Ленинские горы дом 1, строение 2.  
Тел.: +7 (495) 939-16-82  
E-mail: info.ff@org.msu.ru

Кафедра физики полимеров и кристаллов  
Тел.: +7 495 93921013  
E-mail: secretary@polly.phys.msu.ru