

На правах рукописи



Надоян Ирина Валерьевна

Исследование чувствительности детекторов массы и сенсоров оптически модулированных колебаний на основе наноструктур из углеродных вискеро

Специальность: 1.3.2

Приборы и методы экспериментальной физики

АВТОРЕФЕРАТ

Диссертации на соискание ученой степени

кандидата физико-математических наук

Санкт-Петербург

2024

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном учреждении высшего образования и науки «Санкт-Петербургский национальный исследовательский Академический университет имени Ж.И. Алфёрова Российской академии наук».

Научный руководитель:

Мухин Иван Сергеевич

Доктор физико-математических наук, директор Высшей инженерно-физической школы Санкт-Петербургского Политехнического университета Петра Великого (СПбПУ)

Официальные оппоненты:

Доктор физико-математических наук, ведущий научный сотрудник физического факультета Университета ИТМО

Юлин Алексей Викторович

Доктор физико-математических наук, заведующая лабораторией Физика и механика углеродных наноматериалов Института проблем сверхпластичности металлов Российской академии наук

Баимова Юлия Айдаровна

Ведущая организация:

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» имени В. И. Ульянова

Защита состоится 20 декабря 2024 г. в 12:00 ч. на заседании диссертационного совета 24.1.029.01 на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт аналитического приборостроения Российской академии наук (ИАП РАН) по адресу: 198095, а/я 140, Санкт-Петербург, ул. Ивана Черных, 31-33, лит. А.

С диссертацией можно ознакомиться в научно-технической библиотеке ИАП РАН по тому же адресу и на сайте в сети Интернет.

Отзывы на диссертацию и автореферат направлять по адресу: 198095, а/я 140, Санкт-Петербург, ул. Ивана Черных, 31-33, лит. А.

Автореферат разослан

«...»

2024 г.

Ученый секретарь диссертационного совета, д.ф.-м.н.



А. Л. Буляница

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы

Тенденция к миниатюризации и повышению эффективности приборов на основе микро- и наноструктур обеспечивает переход к новому классу высокочувствительных сенсоров, имеющих большой коммерческий потенциал и широкую область применения, начиная от анализа химического состава различных веществ, заканчивая детектированием инерционной массы нанообъектов и измерением сверхмалых сил [1-3]. Особое внимание привлекают наноэлектромеханические системы (НЭМС), которые обладают высокой чувствительностью к внешним воздействиям, а также обеспечивают определение масс с точностью до единичного атома и сил порядка пН [4]. Указанная высокая чувствительность данных детекторов позволяет проводить уникальные фундаментальные исследования на молекулярных и атомарных уровнях, что представляет особый интерес для наномеханических, оптомеханических, химических и биологических областей применения [5].

Основным чувствительным элементом таких измерительных наноразмерных систем является наномеханический резонатор (НМР). В качестве рабочего тела НМР могут выступать кварцевые мембраны, углеродные нанотрубки (УНТ), кремниевые и нитрид кремниевые нитевидные нанокристаллы, пластины из поликристаллического кремния и нитрида кремния [6]. Указанные НМР имеют высокую чувствительность определения массы нанообъектов, достигающую 10^{-18} – 10^{-22} г [7]. Однако создание таких детекторов сопряжено с необходимостью использования процедур фотолитографии, напыления материала и плазменного травления, что является трудоемкими и длительными процессами и существенно ограничивает использование таких систем в условиях экспресс-диагностики. Кроме того, применение НМР на основе УНТ, продемонстрировавших наибольшую чувствительность при детектировании массы, обуславливает необходимость специальных условий работы резонатора, а именно, наличие сверхвысокого вакуума и сверхнизких температур (единиц мК). Это, в свою очередь, предполагает использование дополнительного специализированного оборудования для мониторинга температуры и минимизации но и паразитных тепловых колебаний резонатора, вносящих существенную погрешность в измерение собственной частоты НМР и, соответственно, измеряемой массы.

Современные подходы к детектированию малой инерционной массы и сверхмалых сил с помощью НЭМС основаны на прецизионных измерениях изменения амплитудно-частотной характеристики (АЧХ) резонатора, который является основным чувствительным элементом системы. В настоящее время измерение механических параметров НМР требует применение достаточно сложных оптических, механических или электронных систем детектирования, которые могут быть как интегрированы на одной подложке с НМР вместе с ёмкостной или магнитодвижущей системой механической раскачки, так и вынесены во внешнюю экспериментальную установку. Использование таких методик требует проведения измерений в условиях сверхнизких температур, которые создаются с помощью современных технологий охлаждения, таких как криостаты растворения, лазерных методик и др. [4]. Несмотря на продемонстрированную высокую чувствительность, эти системы сложны в изготовлении, а их реализация требует дорогостоящих установок детектирования механических параметров наносистем.

Описанные недостатки современных НМР могут быть преодолены за счет использования в качестве рабочего тела углеродных нановискеров (УНВ), которые благодаря своей геометрии и методу изготовления обладают рядом уникальных свойств и преимуществ. Во-первых, УНВ

могут быть выращены на вершине заостренной вольфрамовой проволоки из остаточной атмосферы в камере сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) с помощью метода осаждения материала под действием сфокусированного электронного пучка (FEBID). Для изготовления сенсоров на основе УНВ необходимо наличие только СЭМ и установки химического травления металлических проволок. Во-вторых, УНВ обладают малой массой и высокими резонансными частотами, лежащими в МГц диапазоне, что обеспечивает им высокую чувствительность при детектировании сверхмалых масс, а также при исследовании оптомеханических эффектов. Указанные детекторы на основе УНВ не требуют для создания НМР использования методов фотолитографии, эпитаксии или напыления, что заметно уменьшает их стоимость и облегчает их применение при экспресс-анализе. В-третьих, в качестве методики определения механических характеристик НМР предлагается использовать метод визуализации колебаний НМР непосредственно в СЭМ. Такой подход не требует применения дополнительных устройств детектирования резонансных параметров наноосциллятора.

Несмотря на уже имеющиеся проведенные исследования, посвященные созданию масс-детекторов на основе УНВ [8–11], недостаточное внимание уделено методике определения массы нанообъектов с помощью отслеживания смещения положения точки перетяжки на высших колебательных модах УНВ. Предлагаемый подход направлен на повышение чувствительности при измерениях массы наноструктур по сравнению с методикой определения, основанной на отслеживании сдвига резонансной частоты вискера. В данном подходе не требуется длительного измерения АЧХ в СЭМ, которое приводит к обрастанию вискера паразитным углеродным слоем под действием электронного пучка, что напрямую отражается на точности детектирования массы. Также, несмотря на перспективность применения наноразмерных механических резонаторов в качестве чувствительных элементов детекторов масс, вопрос применения составных систем резонаторов более сложной геометрии остается малоизученным. Так, в системе связанных осцилляторов может возникать резонанс Фано, характеризующийся резким фронтом амплитудно-частотной характеристики. Такие системы при определенной конфигурации позволяют увеличить чувствительность сенсоров масс в сравнении с односоставными системами.

Также недостаточно изученным вопросом является применение НМР на основе УНВ в качестве сенсоров оптомеханических эффектов. Понимание оптически индуцированных эффектов в НЭМС является перспективным направлением для разработки нового типа наноразмерных детекторов оптомеханических эффектов, обладающих высокой фоточувствительностью [12]. В связи с этим в данной работе было проведено экспериментальное исследование влияния лазерного излучения на НМР на основе УНВ, а также проведено численное моделирование влияния оптических сил и фототермического эффекта. В данной работе предлагается при детектировании эффектов, индуцируемых оптическим излучением, использовать нанооптомеханическую систему (НОМС) на основе УНВ. Такая система удобна для сенсорных приложений, поскольку одномерные наноструктуры обладают высокой механической прочностью, высоким значением добротности, а их резонансные частоты можно варьировать в широком диапазоне частот. Кроме того, оптомеханические свойства НМР могут быть усилены за счет помещения на свободный конец вискера металлической или диэлектрической оптической наноантенны. Предлагается использование НОМС, состоящей из УНВ с локализованной Si наночастицей (на свободном конце НМР) для усиления эффектов лазерной модуляции механических колебаний системы. Si наночастицы обеспечивают эффективное преобразование энергии света в тепло за счет возникновения в системе оптических резонансов Ми. При взаимодействии такой НОМС с лазерным излучением могут существенно

изменяться резонансные свойства НМР ввиду модулированного нагрева, оптического давления или возникающих оптических сил. Термооптические эффекты в нанопотонных структурах открывают уникальные возможности полностью оптического управления одиночными рассеивателями, системами метарешеток, модуляции генерации второй гармоники, достижения режимов бистабильности и невзаимности [12].

Таким образом, исследование механических модулированных свойств наноразмерных систем на основе УНВ является **актуальным** для дальнейшего создания современных детекторов массы и сенсоров, а также совершенствования их характеристик.

Целью диссертационной работы является исследование нанорезонансных детекторов масс, работающих на резонансах высших порядков, и сенсоров оптомеханических эффектов на основе УНВ.

В рамках поставленной цели были сформулированы следующие **задачи**:

1. Развитие методов роста одиночных УНВ и создание наномеханических систем сложной формы на их основе.
2. Создание экспериментальной установки на базе сканирующего электронного микроскопа, в вакуумную камеру которого введено оптическое волокно, расположенное на прецизионном наноманипуляторе и подключенное к лазерному диоду, расположенному вне камеры микроскопа.
3. Теоретическое и экспериментальное исследование колебательных мод высших порядков наноосцилляторов (в том числе двухсоставных) на основе УНВ.
4. Экспериментальная и теоретическая оценка чувствительности детекторов малых масс на основе одиночных и связанных (составных) наноосцилляторов из УНВ.
5. Экспериментальное определение влияния модулированного оптического излучения на режимы колебаний наноосцилляторов в виде УНВ с локализованными на их свободном конце оптическими наноантеннами, теоретическое описание полученных результатов.

Научная новизна заключается в следующих пунктах:

1. Впервые разработана теоретическая модель, описывающая режимы колебаний наномеханической системы на основе составных вискеров различного размера в диапазоне диаметров до 500 нм и длин до 5 мкм. Показано, что при определенном выборе размеров вискеров в системе возможно возникновение механического резонанса Фано с резким профилем амплитудно-частотной характеристики. Рассмотрена конструкция составной кантилеверной резонансной системы, на основе двух вискеров, расположенных друг на друге, позволяющая увеличить точность измерения массы резонансным методом, по сравнению с резонаторами на основе одиночных вискеров.
2. Экспериментально продемонстрировано возбуждение первой и второй резонансных частот УНВ диаметром порядка 150 нм и длиной порядка 5 мкм. Показано, что добавление массы на свободном конце УНВ, представляющего собой резонатор кантилеверного типа, приводит к сдвигу резонансных частот, а также детектируемому изменению положения точки перетяжки на второй резонансной частоте.
3. Экспериментально показано, что чувствительность детекторов масс кантилеверного типа на основе УНВ диаметром порядка 150 нм и длиной порядка 5 мкм составляет единицы фг.
4. Впервые предложена экспериментальная методика по определению фокусного расстояния линзированного волокна за счет анализа амплитуды колебаний углеродного нанорезонатора при расположении его в фокусе линзы.

5. Впервые предложена теоретическая модель, описывающая колебания резонатора кантилеверного типа на основе одиночного УНВ, находящегося в фокусе лазерного пучка. Показано, что модуляция температуры вискера, связанная с последовательным входом и выходом резонатора из области фокусировки лазерного пучка, приводит к модуляции значения модуля Юнга вискера (и как следствие жесткости), что в свою очередь обеспечивает возникновение в системе параметрического резонанса.
6. Впервые экспериментально показано, что локализация оптической наноантенны, спектральное положение резонанса Ми которой совпадает с длиной волны внешнего лазерного излучения, на свободной вершине нанорезонатора приводит к увеличению глубины модуляции колебаний в фокусе лазерного пучка.

Теоретическая значимость работы обусловлена разработанной системой уравнений, описывающей режимы колебаний составных осцилляторов кантилеверного типа на модах старших порядков и предсказывающей возникновение в такой системе механического резонанса Фано. Также теоретическая значимость заключается в разработке модели, описывающей возникновение в резонаторе кантилеверного типа параметрического резонанса при модулированной засветке лазерным излучением.

Практическая значимость диссертационной работы состоит в предложенной конструкции резонатора на основе составных нановискеров, обеспечивающей увеличение чувствительности системы к локализации добавочной массы на свободном конце, а также в новом подходе детектировании оптомеханических эффектов с применением УНВ, который может применяться в качестве чувствительного элемента наноразмерных оптомеханических, химических и биологических сенсоров. На базе сканирующего электронного микроскопа создана экспериментальная установка, в вакуумной камере которой сведены электронный пучок, острие наноманипулятора и оптическое волокно, обеспечивающее ввод внешнего лазерного излучения. Также в работе предложена универсальная методика измерения фокусного расстояния линзированного волокна.

Положения, выносимые на защиту:

1. Метод определения массы, локализованной на вершине осциллятора кантилеверного типа из углеродного нановискера диаметром в диапазоне (50-150) нм и длиной в диапазоне 3-7 мкм, по сдвигу положения точки перетяжки второго резонанса не требует длительной процедуры записи амплитудно-частотной характеристики (АЧХ), что уменьшает погрешность детектирования массы нанообъектов, обусловленную неконтролируемым сдвигом резонансной частоты при обрастании осциллятора углеродом при визуализации в сканирующем электронном микроскопе.
2. В системе из составных углеродных нановискеров различных геометрических размеров (с диапазоном диаметром от 10 до 200 нм и длин от 5 до 8 мкм) на высших колебательных модах возникают резонансы Фано с резким фронтом АЧХ, что позволяет повысить чувствительность детекторов масс на их основе по сравнению с резонаторами на основе одиночных нановискеров.
3. Воздействие модулированного лазерного излучения длиной волны 658 нм и мощностью в диапазоне от 30 до 80 мкВт изменяет резонансную частоту и амплитуду колебаний нанорезонаторов на основе одиночных углеродных вискеров с диапазоном диаметров от 50 до 150 нм и длиной порядка 5 мкм, что объясняется возникновением в системе параметрического резонанса, вызванного модуляцией модуля Юнга вискеров (с диапазоном глубины модуляции до 0,5 до 1%) вследствие переменного оптического нагрева. Локализация на вершине

нанорезонатора оптической наноантенны в виде кремниевой наночастицы диаметром порядка 300 нм, имеющей резонанс Ми, соответствующий длине волны лазерного излучения, усиливает данные эффекты.

Степень достоверности. Экспериментальные результаты диссертационной работы воспроизводились в пределах погрешности при проведении повторных измерений. Наблюдалось хорошее совпадение экспериментальных результатов с численными и аналитическими расчетами, которые в свою очередь были основаны на параметрах экспериментальных образцов и установок. Результаты диссертационной работы прошли стадии рецензирования при их публикации в международных научных журналах и при апробации на профильных конференциях. Данные факторы обуславливают высокую степень достоверности результатов, полученных в рамках диссертационной работы.

Личный вклад автора является определяющим. Результаты работы получены либо автором лично, либо при его непосредственном участии. Автор самостоятельно выполнил изготовление экспериментальных образцов нанорезонаторов и исследование их амплитудно-частотных характеристик. Численные модели разработаны совместно с научным руководителем и коллегами. Автор лично проводил анализ и сопоставление всех полученных результатов и данных.

Апробация результатов работы

По материалам диссертации сделано **4** доклада на всероссийских и международных конференциях:

1. «Saint Petersburg OPEN 2021» 8 th International School and Conference on Optoelectronics, Photonics, Engineering and Nanostructures. May 25-28, 2021, Saint Petersburg, Russia.
Доклад: “Nanoobject mass measurement using the node displacement of the second harmonic of the nanomechanical resonator”.
2. XVII Всероссийская конференция молодых ученых «Наноэлектроника, нанофотоника и нелинейная физика», 13–15 сентября 2022 г., Саратов.
Доклад: “Увеличение чувствительности наномеханических детекторов масс на основе связанных углеродных нановискеров”.
3. «Saint Petersburg OPEN 2023» 10 th International School and Conference on Optoelectronics, Photonics, Engineering and Nanostructures May 23-25, 2023, Saint Petersburg, Russia.
Доклад: “Nanooscillators based on carbon whiskers for detectors of optomechanical effects”.
4. “Молодежная Школа по физике конденсированного состояния (Школа ФКС-2024)”. НИЦ «Курчатовский институт» - ПИЯФ. 11 - 15 марта 2024 года, пос. Лосево, Ленинградская область.
Доклад: “Параметрическая оптотермическая модуляция углеродного нанорезонатора с локализованной резонансной частицей кремния”

Публикации

В рамках диссертационной работы опубликовано **9** печатных работ в российских и зарубежных рецензируемых научных журналах, входящих в перечень, рекомендуемых ВАК, а также индексируемых в базах Scopus и Web of Science.

Структура и объем диссертации

Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения, списка сокращений и условных обозначений, списка публикаций автора по теме диссертации и списка цитируемой литературы. Объем диссертации составляет 137 страниц печатного текста и содержит 61 рисунок, 3 таблицы и список литературы из 163 источников.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во **введении** сформулированы цели и задачи диссертационной работы, обосновывается актуальность научного исследования, указывается научная новизна и практическая значимость работы. Формулируются основные положения, выносимые на защиту. Приводятся сведения о структуре и объёме диссертации, а также апробации результатов исследования.

В **первой главе** приведен литературный обзор по теме диссертации. В обзоре представлены основные методы формирования микро- и наноструктур с высоким аспектным отношением длины к диаметру, а также модель Эйлера-Бернулли, описывающая колебательные процессы структур такого типа. Описаны механические параметры одномерных наноструктур, методы измерения резонансных характеристик НМР, основные виды детекторов масс микро- и нанообъектов, а также структуры для исследования оптомеханических эффектов.

Во **второй главе** описаны методы создания и исследования параметров НМР на основе УНВ. Для создания наноосцилляторов на основе УНВ использовались СЭМ и установка электрохимического травления. Металлические острия, на которых выращивались УНВ, создавались с помощью электрохимического травления вольфрамовой проволоки в 5% растворе КОН (рисунок 1 а). При этом заостренная проволока являлась не только поверхностью для роста нановискерных структур, но также выполняла функцию передачи энергии механических колебаний от возбуждающей системы к вискеру. В связи с этим в работе был проведен подбор оптимальных параметров травления, обеспечивающих формирование требуемой геометрии иглы (допустимые значения диаметра иглы в диапазоне 1 - 8 мкм, а длины конуса ~ 100 - 200 мкм) (рисунок 1 б, в).

Нановискеры на вершинах заостренных вольфрамовых игл выращивались методом осаждения материала, индуцированного сфокусированным электронным пучком (FEBID - focused electron beam induced deposition) в СЭМ FEI Quanta Inspect. Указанный метод основан на разложении молекул газа-прекурсора, присутствующих в камере СЭМ, первичными или вторичными электронами [10]. При выращивании УНВ в качестве молекул прекурсоров в данной работе выступали углеводородные группы, присутствующие в остаточной атмосфере в камере СЭМ. Схема метода FEBID для роста нановискеров представлена на рисунке 1 г. Форма выращиваемых наноструктур контролировалась непосредственно в процессе роста путем визуализации в СЭМ. Типичное СЭМ изображение углеродной наноструктуры, сформированной с помощью метода FEBID, представлено на рисунке 1 д.

Описанные выше технологические методы хорошо подходят при создании нановискеров с заданной геометрией для дальнейшего исследования резонансных характеристик наноосцилляторов на основе УНВ, что особенно актуально в рамках данной диссертации.

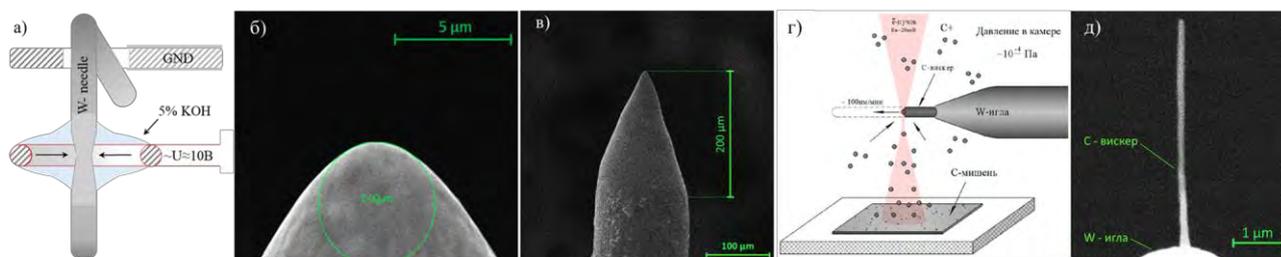


Рисунок 1. (а) Схема процесса травления вольфрамового острия; (б, в) СЭМ изображения заостренной вольфрамовой проволоки, полученной методом электрохимического травления, с диаметром закругления 5 мкм и длиной конуса порядка 200 мкм; (г) схема осаждения углеродного материала под действием сфокусированного пучка электронов; (д) СЭМ изображение выращенного УНВ

При исследовании резонансных свойств НМР на основе углеродных вискером использовалась система возбуждения механических колебаний, которая состояла из генератора механических колебаний и тела наномеханического резонатора (заостренная вольфрамовая проволока с локализованным на её вершине вискером). В качестве генератора механических колебаний выступал пьезотрубчатый элемент, преобразующий электрические колебания с внешнего генератора в механические смещения вставленного в трубку резонатора. Схема фиксации металлической иглы представлена на рисунке 2 а, б.

Для определения массы нанообъектов с помощью НМР необходимо отслеживать изменение его АЧХ до и после локализации массы на конце УНВ. Общая схема работы такого масс-детектора представлена на рисунке 2 в.

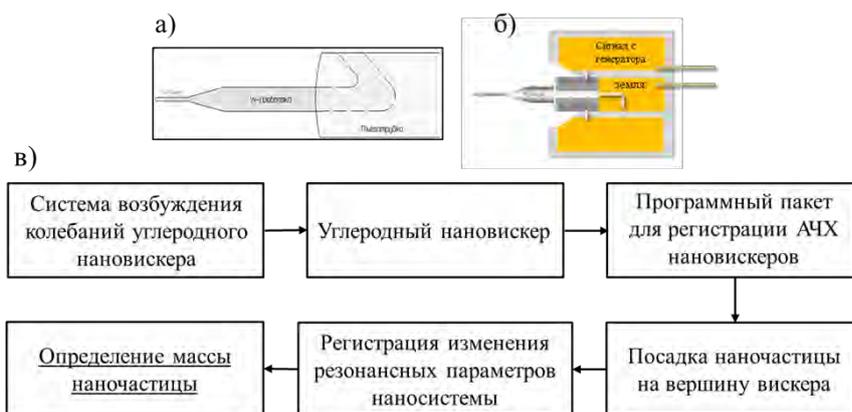


Рисунок 2. (а) Закрепление НМР в пьезотрубке; (б) схема модуля резонансного возбуждения колебаний и (в) схема работы масс-детектора

В настоящей работе использовалась техника *in-situ* визуализации колебаний в СЭМ для определения АЧХ наноосцилляторов. Изображение с экрана СЭМ (рисунок 3 а) записывалось в видеофайл. Далее видеозапись обрабатывалась в специализированном программном обеспечении (рисунок 3 б) и производилась запись амплитуды колебаний вискера, сопоставленная с заданным диапазоном частоты. Аппроксимация АЧХ функцией Лоренца позволяла определить резонансную частоту и добротность колебаний НМР. Экспериментальная схема захвата кадра СЭМ и экспериментально полученная АЧХ одного из исследованных УНВ представлены на рисунке 3 в, г. Для измерения массы микро- и нанообъектов, локализованных на вершине УНВ, записывалось два видеоряда колебаний вискера до и после позиционирования на нём исследуемого объекта, и по сдвигу резонансной частоты определялось значение массы

объекта. При этом чувствительность методики СЭМ визуализации ограничивается побочным эффектом осаждения углерода на наноструктуру при экспонировании электронным пучком во время записи АЧХ, что более подробно рассмотрено в Главе 3. Таким образом, порог детектирования масс-детекторов определяется несовершенством используемого метода контроля за изменением резонансной частоты, поэтому система обладает потенциалом увеличения чувствительности.

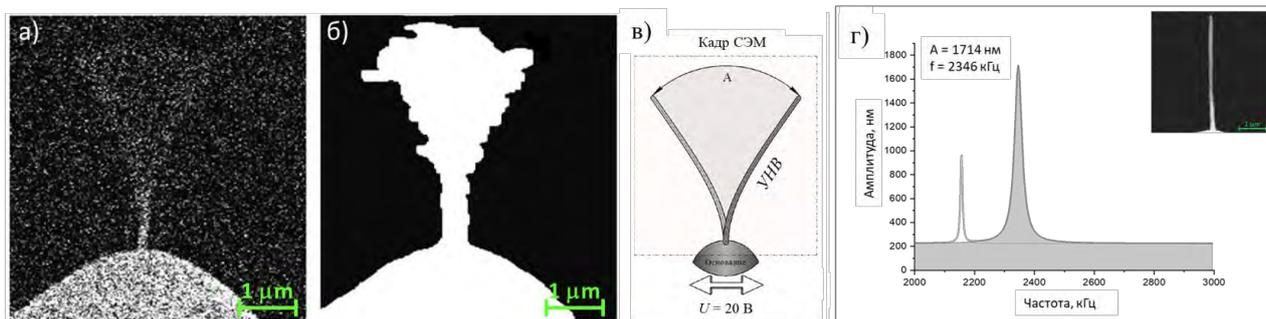


Рисунок 3. СЭМ визуализация вискера, колеблющегося на первой резонансной частоте, до (а) и (б) после обработки специализированным ПО (цифровое изображение). Метод визуализации: (v) схема измерений, (г) АЧХ УНВ, выращенного в камере СЭМ: длина $L = 5,38$ мкм, диаметр $d = 142$ нм, первая резонансная частота $f = 2346$ кГц, амплитуда колебаний $A = 1714$ нм. На вставке - СЭМ изображение исследуемого вискера

При визуализации колебаний возможно следить не только за резонансной частотой, но и за положением узлов (стационарных точек) высших гармоник, которые чувствительны к добавлению инерционной массы, что открывает широкие возможности при исследованиях новых методик измерения и является ключевым моментом данной работы. Данные стационарные точки имеет повышенную СЭМ контрастность в сравнении с размытым контуром вискера в граничных положениях при колебаниях на первой резонансной частоте. При определении величины добавленной массы по пространственному сдвигу точки перетяжки второй гармоники фиксировалось СЭМ изображения вискера, колеблющегося на второй резонансной частоте, до и после закрепления на нём исследуемой массы.

При детектировании массы нанообъектов с применением НМР на основе УНВ необходимо использовать методы локализации нанообъектов на свободной вершине вискера. Использовалась методика механического манипулирования [13]. Процесс локализации Si НЧ на вискер показан на рисунке 4.

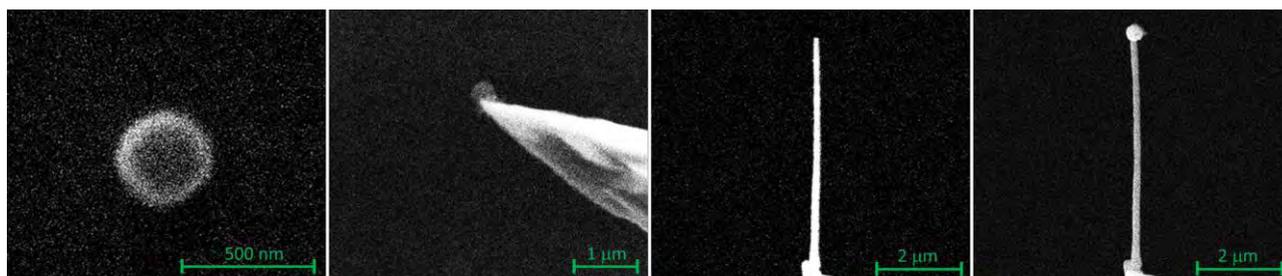


Рисунок 4. СЭМ изображения процесса переноса Si частицы с подложки на вершину вискера

Для исследования оптомеханических эффектов с применением наноосцилляторов на основе УНВ требовалось организовать ввод оптического излучения в вакуумную камеру СЭМ. В работе представлены оптическая схема и описание ее работы. Для выявления влияния оптического излучения на наномеханические колебания, лазерный луч фокусировался на Si

частицу, расположенную на конце УНВ, и регистрировалось изменение АЧХ системы. Позиционирование линзированного волокна внутри камеры СЭМ для фокусировки оптического излучения на частичке и УНВ осуществлялось с применением механического манипулятора.

В данной работе был предложен метод определения фокусного расстояния линзированного волокна с высокой точностью с помощью визуализации колебаний НМР на основе углеродного вискера. Так при помещении вискера с локализованной Si частичкой в область перетяжки оптического пучка наблюдалось мгновенное изменение резонансных характеристик наноосциллятора. Поскольку в настоящей работе использовался визуальный метод детектирования изменений параметров колебаний НМР в СЭМ, то фокусное расстояние линзированного волокна определялось в режиме реального времени с высокой точностью до ~ 50 нм. Данный факт делает предложенный подход экспресс-методикой и не требует использования сложных оптических установок.

Линзированное волокно было напылено пленкой ИТО, его СЭМ изображение и положение вискера при его подводе в параллельной и перпендикулярной конфигурации показано на рисунке 5.

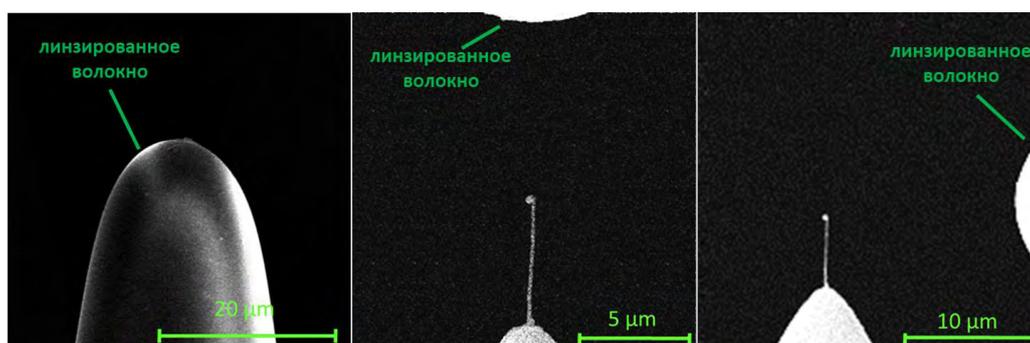


Рисунок 5. (а) СЭМ изображения линзированного волокна, покрытого слоем ИТО; положение вискера при параллельном (б) и перпендикулярном подводе волокна (в)

В третьей главе проведена теоретическая и экспериментальная оценка чувствительности детекторов малых масс на основе одиночных и связанных (составных) наноосцилляторов из УНВ. Рассматривалась система, в которой нановискер закреплен одним концом на вольфрамовой игле, являющейся неподвижной опорой (рисунок 6 а). При этом объект для взвешивания фиксируется на свободном конце вискера. Для определения массы локализованного нанообъекта, необходимо найти зависимость колебательных параметров вискера (резонансной частоты и положения точки перетяжки старших гармоник, в данном случае второй) от величины добавочной массы. Модель колебаний и схема взвешивания представлена на рисунке 6 б.

При описании колебаний НМР длиной L консольного типа (в том числе УНВ попадают под это определение) удобно воспользоваться теорией Эйлера-Бернулли, описывающей изгибные деформации линейно-упругих балок. Ось z направим вдоль оси балки, при этом отклонение (изгиб) от положения равновесия будет в поперечном направлении вдоль оси y (рисунок 6 а). Тогда, в рамках теории Эйлера-Бернулли для отклонения $y(z, t)$ запишем следующее дифференциальное уравнение для ненагруженной балки:

$$E \cdot J_y \cdot \frac{\partial^4 y(z,t)}{\partial z^4} + \rho \cdot S \cdot \frac{\partial^2 y(z,t)}{\partial t^2} = 0, \quad (1)$$

где E – модуль Юнга, ρ – плотность балки, J_y – момент инерции относительно оси изгиба, S – площадь сечения балки.

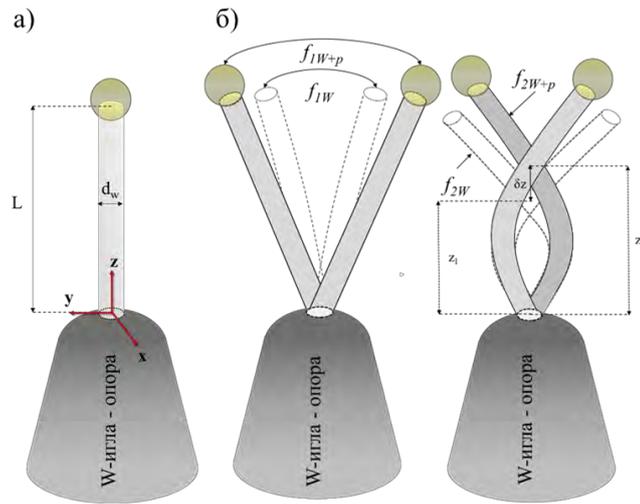


Рисунок 6. (а) Модель вискера, закрепленного одним концом на неподвижной опоре, с локализованной на втором конце массой, (б) модель колебаний системы на первой и второй резонансных частотах и смещения точки перетяжки (δz) до и после добавления массы

Для учета внутренних потерь в материале использовалась гипотеза Фойгта, при которой балка представляется в виде упруго-вязкого тела, где напряжения в процессе изгиба зависят как от деформации, так и от скорости изменения деформации. Далее, в случае гармонических колебаний, удобно перейти в частотное пространство с применением интегрального Фурье-преобразования $y \xrightarrow{FT} W$, решением которого будут функции вида: $e^{\pm jkz}$ и $e^{\pm kz}$, которые приведены в работе в виде функций Крылова. Решением системы функций Крылова является их суперпозиция:

$$W(\omega, z) = A \cdot S(k(\omega) \cdot z) + B \cdot T(k(\omega) \cdot z) + C \cdot U(k(\omega) \cdot z) + D \cdot V(k(\omega) \cdot z), \quad (2)$$

при этом, коэффициенты $\vec{A}(A, B, C, D)$ зависят от частоты ω и вычисляются, исходя из граничных условий для колеблющейся балки.

Введем граничные условия для жесткой заделки:

1. конец балки не может поворачиваться (условие нулевого излома)
2. конец не смещается (неподвижное основание)

$$\left. \frac{dW}{dz} \right|_{z=0} = 0;$$

$$W|_{z=0} = W_0 = 0$$

Для свободного конца с дополнительной массой:

3. момент сил равен нулю
4. перерезывающая сила равна нулю

$$E \cdot J_y \cdot \frac{d^2W}{dz^2} \Big|_{z=L} = 0;$$

$$E \cdot J_y \cdot \frac{d^3W}{dz^3} \Big|_{z=L} + m \cdot \omega^2 \cdot W|_{z=L} = 0,$$

где m – локализованная масса на конце вискера.

Далее при подстановке общего решения (2) в граничные условия получается полная система уравнений, решение которой позволяет найти собственные частоты, форму колебаний и добротность системы вискера без и с добавленной массой. Пример построения формы колебаний, а также АЧХ на первых двух резонансных частотах для вискера длиной 5 мкм, диаметром 100 нм с точечной массой ~10% от массы вискера, локализованной на свободном конце, представлены на рисунке 7.

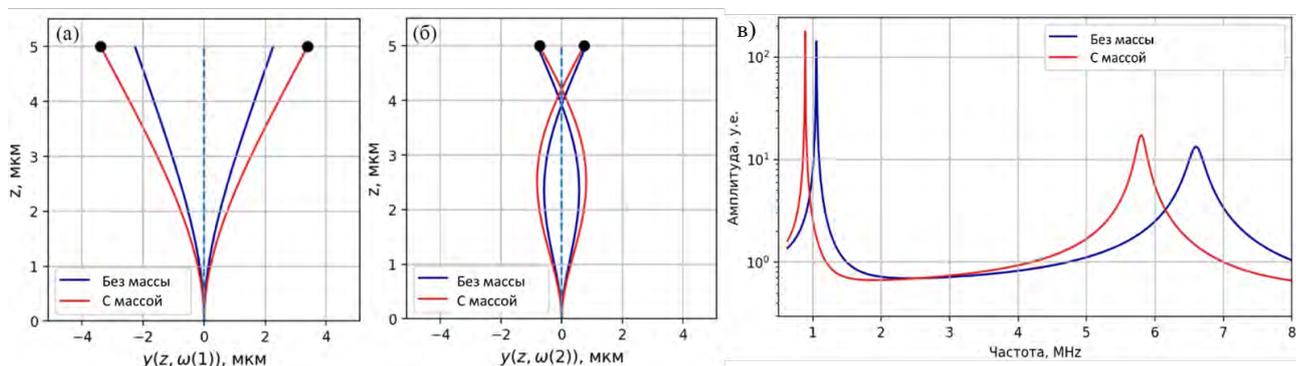


Рисунок 7. Усредненная форма колебаний ненагруженного вискера (синим) и с закрепленной массой (красным): (а) на первой и (б) второй резонансных частотах, (в) соответствующие АЧХ

Как можно видеть из рисунка 7 в, добавление массы на свободный конец вискера приводит к смещению резонансных частот и изменению их формы колебаний. При этом стоит отметить, что для второго резонанса наблюдается смещение стационарной точки (точки перетяжки) при добавлении массы.

Для оценки величины смещения резонансной частоты на первом резонансе и стационарной точки на второй моде при добавлении сосредоточенной массы, в рамках используемой модели, были получены следующие соотношения для сдвига резонансной частоты:

$$\frac{\delta\omega}{\omega_0} \approx -2 \frac{m}{M_W}, \quad (4)$$

где M_W - масса вискера, m - добавочная масса на свободном конце вискера, ω_0 - резонансная частота вискера до локализации массы.

При этом зависимость между смещением стационарной точки и непосредственно добавочной массой определяется как:

$$\frac{\delta z}{z_0} \approx \frac{m}{M_W}, \text{ при этом } m \approx \rho S \frac{\delta z}{0,78}, \quad (5)$$

δz – смещение точки перетяжки на резонансной частоте, z_0 – положение точки перетяжки до добавления массы ($z_0=0.78 \cdot L$ для 2-го резонанса).

Также, исходя из представленных выше подходов, в работе приведен вывод формул для резонансной частоты вискера, системы “вискер+нанообъект”, массы вискера и исследуемого нанообъекта.

Для экспериментальной оценки порога чувствительности рассматриваемого метода определения массы был исследован процесс паразитного обрастания наноструктур углеродом под действием электронного пучка в камере СЭМ (при визуализации колебаний системы). Для измерения скорости обрастания образца был выращен УНВ с длиной $L=4,92$ мкм и диаметром $d=169$ нм, СЭМ изображение которого представлено на рисунке 8 а. Значение плотности $\rho=2200$ кг/м³ и модуля Юнга $E=20$ ГПа углерода брались из [10, 11]. Данный нановискер в течение 80

минут экспонировался при токе пучка ~ 5 пА (spot 2.0) (режим предельной видимости вискера), затем, в диапазоне 80 – 140 минут, при $\sim 8,5$ пА (spot 2.5) (режим более контрастной СЭМ визуализации вискера). СЭМ изображение уширенного вискера представлено на рисунке 8 б. При этом через каждые 5 минут измерялась его резонансная частота для расчета массы вискера и скорости обрастания. Зависимость массы вискера от времени представлена на рисунке 8 в.

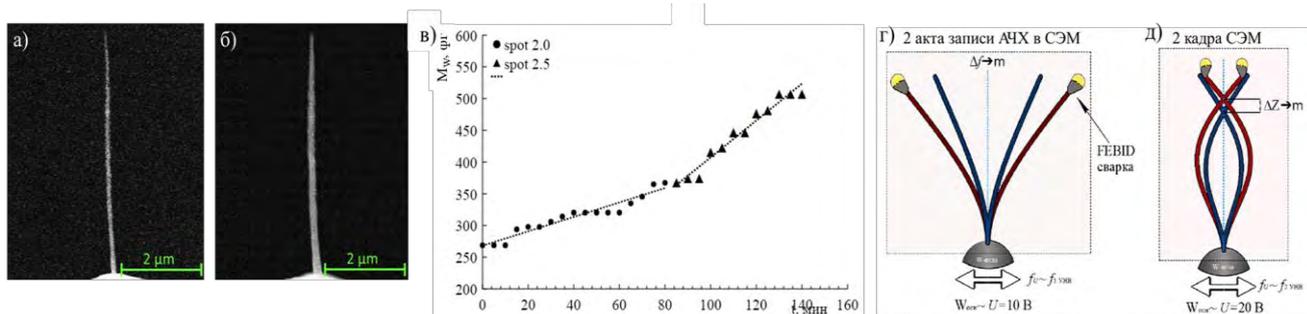


Рисунок 8. СЭМ изображения углеродного вискера до (а) и после (б) обрастания углеродом при экспонировании электронным пучком; (в) зависимость массы вискера от времени экспонирования; схемы частотной (г) и узловой (д) методик измерения добавленной массы

Как видно из рисунка 8 в масса паразитно осажденного материала составляла порядка $\sim 2,3$ фг. Погрешность определения массы по сдвигу узла второй моды составляет $\sim 1,6$ фг. Таким образом, для СЭМ с относительно низким уровнем вакуума (порядка 10^{-6} мбар) в камере целесообразно использовать метод определения массы нанообъекта по сдвигу точки перетяжки второй гармоники, предложенный в данной работе.

Для экспериментального сравнения точности определения добавленной массы (с использованием рассматриваемых методик) был выращен вискер длиной $L = 11,41$ мкм и диаметром $d = 153$ нм, представленный на рисунке 9 а. Масса вискера составляла ~ 268 фг. Экспериментально определенные первая (рисунок 9 б) и вторая резонансные частоты составили $f_1 = 660$ кГц и $f_2 = 2540$ кГц, соответственно. При этом, расстояние от основания вискера до точки перетяжки $z_1 = 9,34$ мкм (рисунок 9 в).

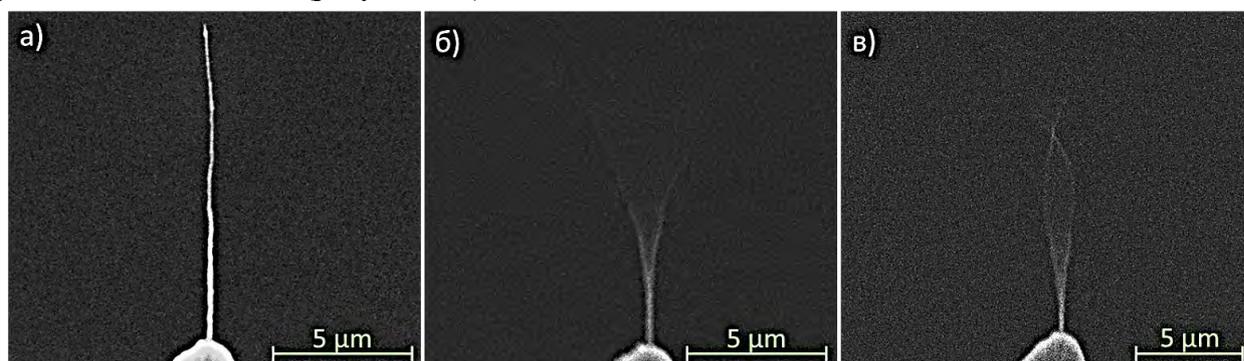


Рисунок 9. СЭМ изображения УНВ (а); и его колебаний на первой (б) и второй (в) резонансных частотах

Далее под пучком СЭМ на вершине вискера была выращена цилиндрическая углеродная наноструктура диаметром $d_m = 100$ нм и длиной $l_m = 575$ нм (рисунок 10 а). Первая резонансная частота системы после добавления массы составила $f_{1m} = 630$ кГц (рисунок 10 б), а расстояние от основания вискера до точки перетяжки $z_2 = 9,7$ мкм (рисунок 10 в). При этом значение добавочная добавленной массы, определенное из геометрических параметров, составляла ~ 10 фг.

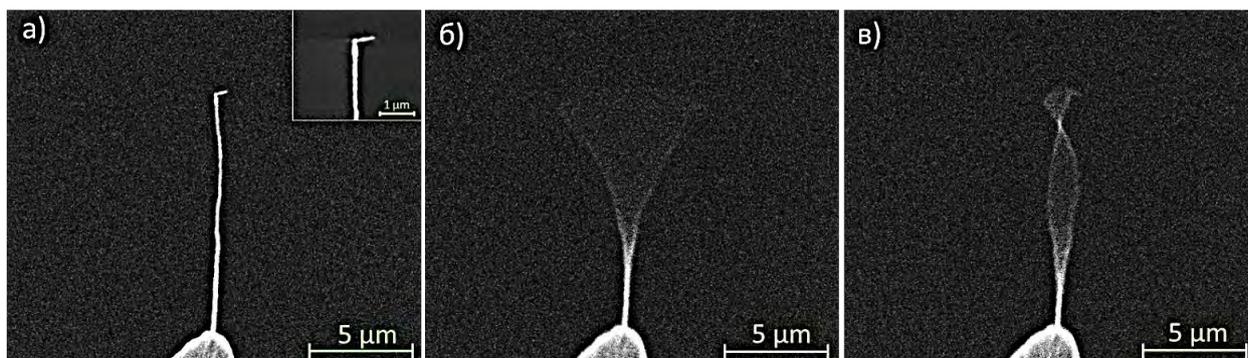


Рисунок 10. СЭМ изображения УНВ с добавочной массой (а); и его колебаний на первой (б) и второй (в) резонансных частотах с локализованной массой

Таким образом, сдвиг первой резонансной частоты составлял 30 кГц, а смещение точки перетяжки второй моды - 360 нм. Добавочная масса, определенная по частотной методике (формула 4), соответствовала ~ 6 фг, а исходя из узловой методики (формула 5) ~ 10 фг. Экспериментальные результаты, полученные при резонансном взвешивании с применением УНВ, хорошо соответствовали значению, полученному при оценке объема из СЭМ изображений добавочной массы в пределах точности эксперимента. Из эксперимента видно, что оба метода позволили оценить добавленную массу, однако, измеренная масса по сдвигу точки перетяжки второй гармоники была ближе к значению массы, определенной из геометрии исследуемого нанобъекта.

Также были проведены дополнительные 5 экспериментов по измерению массы по двум методикам (с использованием вискером с другими геометрическими размерами), результаты которых представлены в работе. Показано, что во всех экспериментах определение массы с помощью анализа смещения точки перетяжки показали значения массы более близкие к оцененным через геометрические размеры нанобъекта, в сравнении с измерениями массы по сдвигу первой резонансной частоты.

Далее рассматривалась модель двухсегментного вискера для подбора оптимальных геометрических параметров сегментов (длины и радиусов), обеспечивающих усиление смещения стационарной точки под действием точечной массы, добавленной на свободный верхний конец системы. Применение двухсоставных систем способствует повышению точности определения добавочной массы. Следует отметить, что создание подобных и более сложных систем также может быть осуществлено с помощью FEBID методики в камере СЭМ (рисунок 11 а). Было проведено численное моделирование колебаний системы, состоящей из двух различных вискером, расположенных друг на друге. При этом верхний сегмент имеет более высокую чувствительность по определению массы по смещению узла, чем нижний за счет меньшего диаметра. Таким образом, обоснованно сравнивать чувствительность двухсоставной системы (рисунок 11 в) с чувствительностью верхнего более тонкого сегмента (рисунок 11 б).

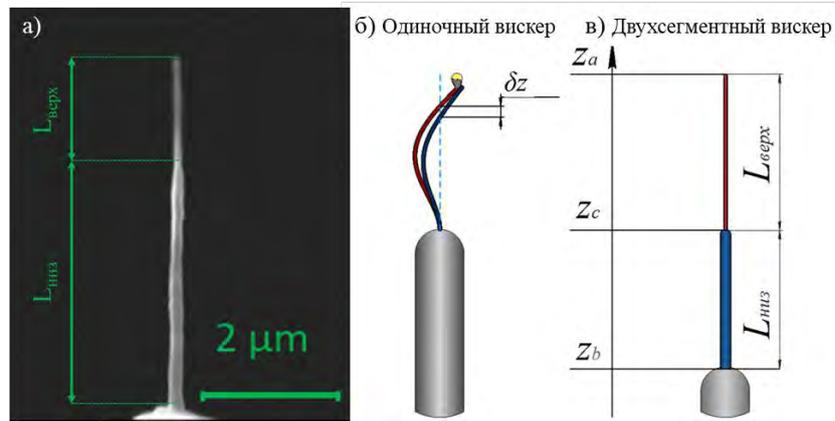


Рисунок 11. (а) СЭМ изображение двухсегментного вискера, выращенного методом FEBID; (б) одиночный верхний сегмент и (в) двухсегментная система

Двухсегментную геометрию можно охарактеризовать набором длин и радиусов для каждого из сегментов ($L_{\text{низ}}$, $r_{\text{низ}}$, $L_{\text{верх}}$, $r_{\text{верх}}$). Также была введена безразмерная длина нижнего сегмента $l = L_{\text{низ}} / (L_{\text{верх}} + L_{\text{низ}})$ относительно общей длины (L). Предполагалось, что вискеры в точке $z=z_c$ соединены монолитно (рисунок 11 в). В рамках составной задачи решения для формы колебаний верхнего W_1 и нижнего W_2 сегмента были согласованы и сшиты. Для сшивки решений задачи требовалось равенство перемещений и углов отклонения в точке $z=z_c$, а также согласование моментов и сил. С учетом условий сшивки записывались полные граничные условия для задачи об изгибных колебаниях двухсегментной системы:

1. условие вынужденных колебаний	$W_1 _{z=z_b} = W_{\text{осн.}}$
2. излома у основания нет	$\frac{dW_1}{dz} _{z=z_b} = 0$
3. перемещения согласованы	$W_1 _{z=z_c} = W_2 _{z=z_c}$
4. углы согласованы	$\frac{\partial W_1}{\partial z} _{z=z_c} = \frac{\partial W_2}{\partial z} _{z=z_c}$
5. согласованы моменты	$E_1 \cdot J_1 \cdot \frac{\partial^2 W_1}{\partial z^2} _{z=z_c} = E_2 \cdot J_2 \cdot \frac{\partial^2 W_2}{\partial z^2} _{z=z_c}$
6. согласованы силы	$E_1 \cdot J_1 \cdot \frac{\partial^3 W_1}{\partial z^3} _{z=z_c} = E_2 \cdot J_2 \cdot \frac{\partial^3 W_2}{\partial z^3} _{z=z_c}$
7. нулевой момент свободного конца	$E_2 \cdot J_2 \cdot \frac{\partial^2 W_2}{\partial z^2} _{z=z_a} = 0$
8. поперечная сила (с массой)	$E_2 \cdot J_2 \cdot \frac{\partial^3 W_2}{\partial z^3} _{z=z_a} + \delta m \omega^2 W_2 _{z=z_a} = 0$

Формы колебаний и АЧХ, а также спектр, добротность и чувствительности к массе двухсегментного вискера получались из анализа полной системы уравнений, которая выводилась

при подстановке общего решения (2) в заданные граничные условия. На рисунке 12 а, б) представлены полученные формы колебаний составной системы с параметрами $r_{\text{низ}} = R_1 = 75$ нм, $r_{\text{верх}} = R_2 = 20$ нм, $L = 8$ мкм, $l = 0.85$, $\rho_{1,2} = 2200$ кг/м³, $\alpha = 0.5$ нс с добавленной массой $\delta m = 1$ фг.

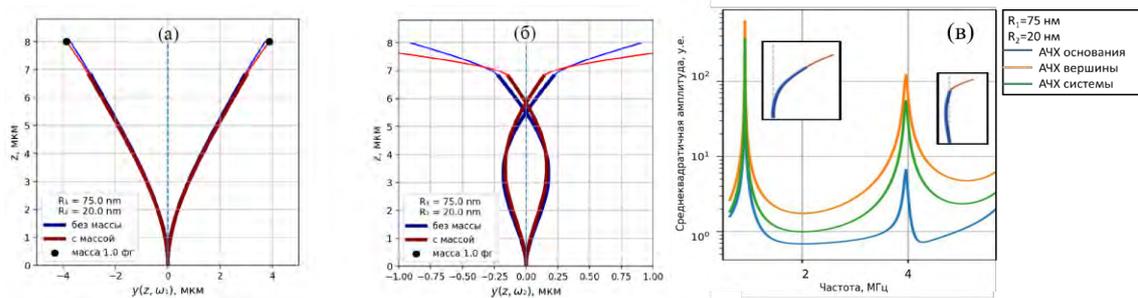


Рисунок 12. Формы колебаний двухсегментного вискера (система с массой отмечена красным, система без массы - синим): (а) первый и (б) второй резонансы составной системы, (в) АЧХ составной системы без добавочной массы, вставки - формы колебаний системы на резонансных частотах

Из рисунка 12 б видно, на втором резонансе возникает точка перетяжки, при этом форма АЧХ на втором резонансе для нижнего сегмента (рисунок 12 в) имеет ассиметричную форму, характерную для резонансов Фано. Как правило, более крутая форма АЧХ и высокая добротность резонансов Фано по сравнению с гармоническими обеспечивают более высокую чувствительность к внешним воздействиям. В данной системе резонансы Фано являются результатом связи между первым резонансом верхнего сегмента и одним из резонансов нижнего сегмента. Данный вывод проиллюстрирован при сопоставлении АЧХ двухсегментной и односегментных систем, состоящих из отдельно стоящего верхнего и нижнего сегментов (рисунок 13).

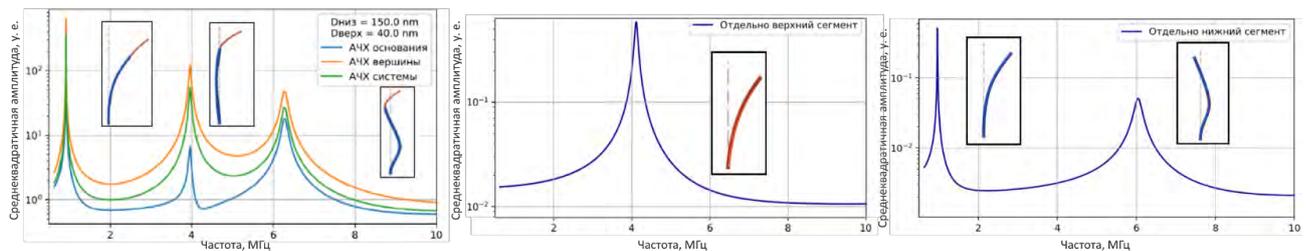


Рисунок 13. Среднеквадратичные значения амплитуды: (а) связанной системы; отдельно стоящих (б) верхнего и (в) нижнего сегментов

Для поиска оптимальной геометрии был проведен перебор относительной длины сегментов (l) при общей длине системы 8 мкм. Радиусы сегментов варьировались независимо друг от друга в пределах экспериментально достижимых значений (20...200) нм. Для каждой комбинации вискероов были найдены резонансные частоты, положения узлов и их сдвиги при добавлении точечной массы. Чувствительности к массе определялись как для связанной двухсегментной системы, состоящей из рассчитанной комбинации сегментов, так и для отдельно стоящего верхнего сегмента. На рисунке 14 представлены зависимости относительной чувствительности $\frac{R_{Z \text{ сост}}^{\text{верх}}}{R_{Z2}}$, где $R_{Z \text{ сост}}^{\text{верх}}$ - чувствительность двухсегментной системы, а R_{Z2} - чувствительность отдельного верхнего сегмента к одному фемтограмму добавленной массы по сдвигу узла второго резонанса при заданных параметрах системы.

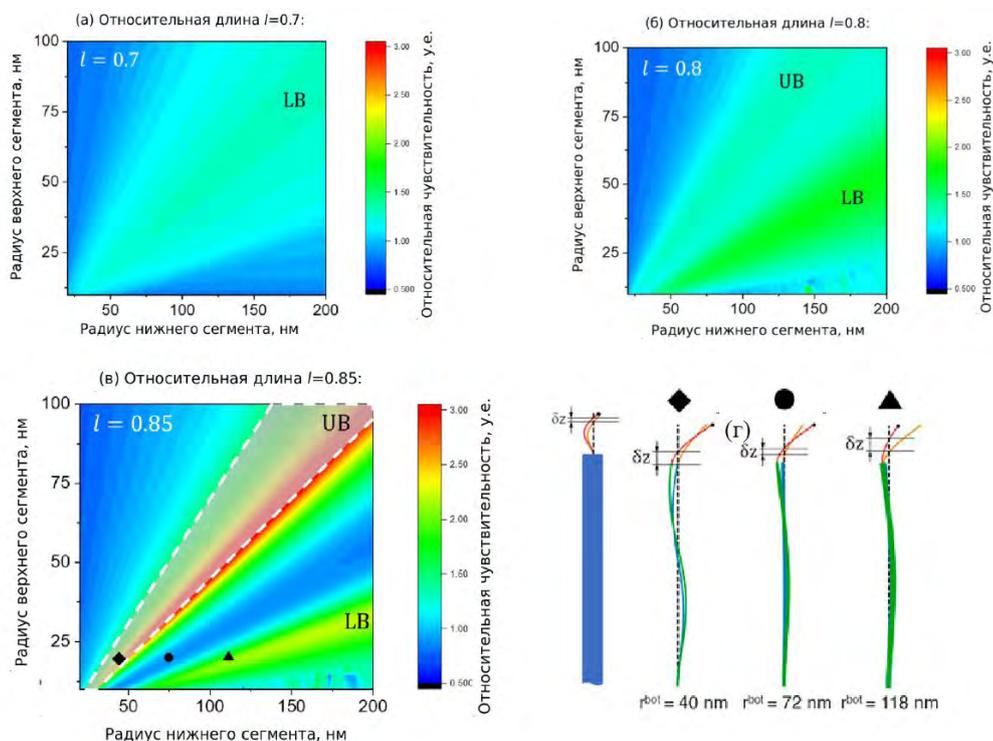


Рисунок 14. Цветовые карты относительной чувствительности как функции радиусов верхнего и нижнего сегментов для: (а) $l = 0.7$, (б) $l = 0.8$, (в) $l = 0.85$, (г) визуализация формы колебаний при усилении чувствительности (в точках, отмеченных на (в)). Маленькими черными кружками на (г) обозначена точечная масса

Как можно видеть по цветовым картам чувствительности (рисунок 14), при некоторых отношениях длин сегментов наблюдаются две характерные линии резонансного увеличения чувствительности (UB и LB). Широкая область увеличения чувствительности LB (нижняя Фано линия) связана с взаимодействием первого собственного резонанса верхнего сегмента и второго собственного резонанса нижнего сегмента и может обеспечить до 2.5-кратного усиления чувствительности. Верхняя Фано линия (UB) связана с взаимодействием между первым резонансом верхнего сегмента и третьим резонансом нижнего сегмента. Причём для соотношения длин $l=0.85$ (рисунок 14 в) можно наблюдать верхнюю Фано линию (UB), позволяющую получить усиление более чем в 3 раза.

Основываясь на экспериментально определённых параметрах материала вискера, обладающего формой близкой к цилиндрической ($\rho = 2200$ кг/м³, $\alpha_c = 0.2$ нс), можно оценить абсолютную чувствительность R_z двухсегментных вискеров консольного типа (рисунок 15).

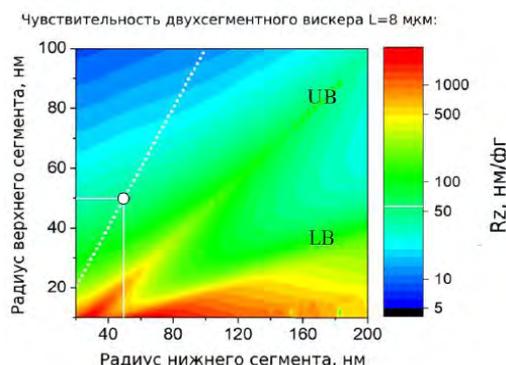


Рисунок 15. Чувствительность двухсегментного вискера ($L = 8$ мкм, $l = 0.85$) к добавленной массе

На рисунок 15 белой пунктирной линией отмечена чувствительность одноsegmentного вискера, белая точка соответствует вискеру $d = 100$ нм, $L = 5$ мкм, $\rho = 2200$ кг/м³, $\alpha_b = 0,5$ нс. При этом $R_{\omega_1} = 306,52$ кГц/фг, $R_{z_2} = 54,86$ нм/фг, где R_{ω_1} и R_{z_2} чувствительности к массе по сдвигу резонансной частоты и точки перетяжки, соответственно. Можно выделить диапазоны параметров, при которых чувствительность положения узла двухsegmentного вискера к массе может достигать до 1000 нм/фг, что соответствует уменьшению порога детектируемых масс в три раза. Таким образом, использование системы связанных механических резонаторов консольного типа с определенным соотношением геометрических параметров позволяет увеличить точность измерений добавленной массы, основанных на сдвиге узлов колебаний.

В **четвертой** главе описываются результаты исследования модуляции режимов колебаний, индуцированной лазерным излучением, наномеханических систем, состоящих из УНВ и локализованных на их вершине кремниевых наночастиц. Такой подход позволяет исследовать новые оптомеханические и фотоиндуцированные эффекты при интенсивном оптическом излучении. Схема экспериментальной установки, иллюстрирующая положение нановискера в перетяжке лазерного луча, представлена на рисунке 16 а. В рамках проведенных экспериментальных исследований был выращен вискер с длиной $L = 5,38$ мкм, средним диаметром сечения $d = 164$ нм и массой $M_W = 250$ фг (рисунок 16 б). Первая резонансная частота вискера соответствовала $f = 2,450$ МГц, амплитудой колебаний составляла $A = 390$ нм (рисунок 16 в), что хорошо согласуется с теоретическим расчетом ожидаемой частоты для данных геометрических размеров наноструктуры $f_{теор} = 2,245$ МГц.

Оптомеханические свойства нанорезонаторов могут быть улучшены за счет прикрепления на свободном конце металлических или диэлектрических наночастиц [14]. Для усиления оптомеханических характеристик колебательных систем на основе УНВ использовались кремниевые НЧ диаметром ~ 300 нм (рисунок 16 г). Использование Si НЧ в НОМС обеспечивает дополнительную функциональность благодаря оптическому поглощению в НЧ, усиленному резонансами Ми в красной области спектра [14].

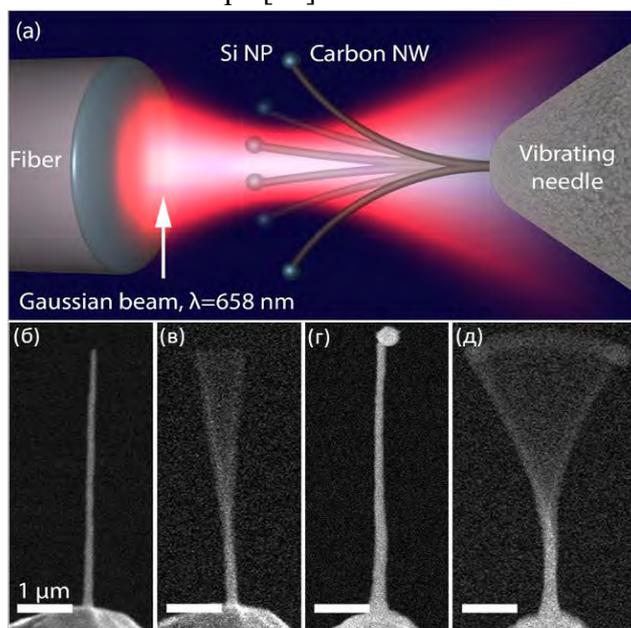


Рисунок 16. (а) Схематический вид колеблющегося вискера с локализованной Si НЧ, расположенных в перетяжке лазерного луча; (б-д) СЭМ изображения вискера: до локализации Si наночастицы в состоянии покоя (б) и в режиме колебаний (в); СЭМ-изображения того же УНВ с Si НЧ в состоянии покоя (г) и находящегося в резонансе (д)

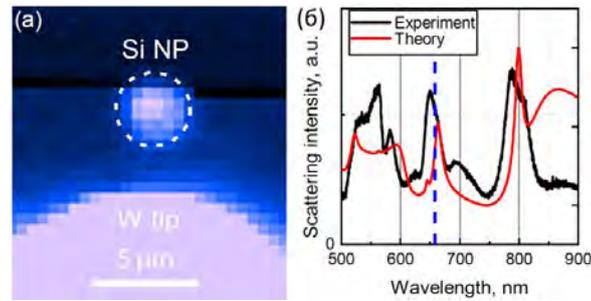


Рисунок 17. (а) Конфокальное оптическое изображение рассматриваемой наносистемы “УНВ и НЧ” (НЧ выделена белой пунктирной линией); (б) измеренный темнопольный спектр рассеяния Si НЧ (черная кривая), расчетный спектр рассеяния света для идеальной сферической Si НЧ размером 300 нм, поддерживающей резонансы Ми (красная кривая). Синяя пунктирная линия соответствует длине волны 658 нм

На рисунке 17 а представлено конфокальное оптическое изображение УНВ с закрепленной Si НЧ (в горизонтальной поляризации возбуждения), расположенного на вершине вольфрамового острия. На рисунке 17 б приведено расчетное сечение рассеяния сферических Si НЧ диаметром 300 нм (красная кривая) и экспериментально измеренный темнопольный спектр рассеяния (черная кривая) частицы, прикрепленной к УНВ. Кривые показывают хорошее соответствие друг другу, в частности, обе кривые демонстрируют относительно узкий и добротный резонанс на длине волны $\lambda = 658$ нм (отмечена синей пунктирной линией на рисунке 17 б, соответствующей длине волны лазерного возбуждения в дальнейших оптических экспериментах).

В оптических экспериментах исходный вискер (без Si НЧ) позиционировался в область перетяжки гауссова пучка лазерного излучения и регистрировалось изменение АЧХ резонатора при включении лазера. При проведении экспериментов мощность лазерного излучения варьировалась в диапазоне (30-80) мкВт. Включение лазера приводило к смещению резонансной частоты в область меньших частот и увеличению максимальной амплитуды колебаний на резонансе (при той же мощности генератора возбуждения колебаний), причем сдвиг амплитуды и частоты повышались с увеличением мощности лазера (в диапазоне 30-80 мкВт), как показано на рисунке 18 а.

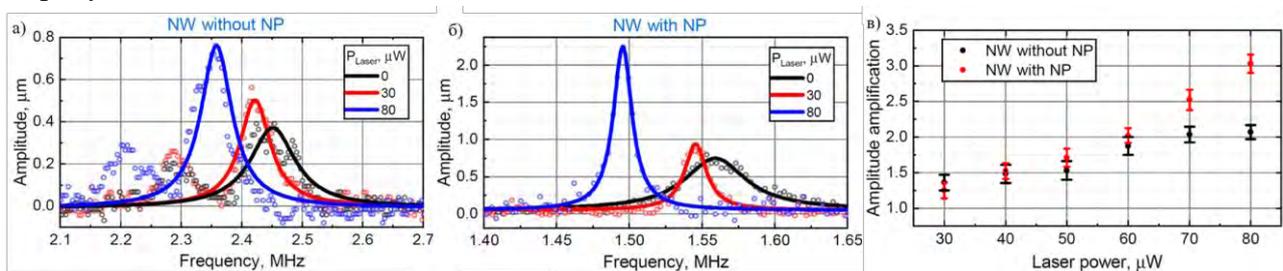


Рисунок 18. АЧХ нановискера до (а) и после (б) локализации НЧ при различных мощностях лазерного излучения (черной кривой описаны АЧХ с выключенным лазером, красной – при мощности 30 мкВт, синей – при мощности 80 мкВт); (в) лазерно-индуцированное увеличение резонансных амплитуд НОМС по отношению к мощности лазера

Далее были проведены измерения АЧХ того же УНВ с локализованной Si НЧ, выступающей в качестве оптической наноантенны, при различных мощностях лазерного возбуждения (рисунок 18 б). Наличие Si НЧ приводило к более выраженной зависимости

резонансной амплитуды колебаний от мощности лазера, как показано на рисунке 18 в. Такое поведение указывает на то, что присутствие НЧ усиливает оптически индуцированные изменения в режиме колебаний нановискера. Наблюдаемую оптическую модуляцию механических свойств колеблющихся УНВ можно объяснить в рамках двух основных подходов. Первый связан с воздействием оптических сил, возникающих в перетяжке гауссова пучка, второй — с оптическим нагревом наносистемы и связанными с ним термооптическими эффектами.

Для исследования влияния оптических сил на наноосциллятор со стороны сфокусированного лазерного излучения была проведена оценка величины возникающей оптической силы [15]. Оптическая сила, рассчитанная при максимальной мощности лазера 80 мкВт в проведенном экспериментальном исследовании, составила ~ 25 фН, что значительно ниже чувствительности используемой экспериментальной установки. Таким образом, оптические силы, действующие на УНВ с локализованной Si НЧ, недостаточны для экспериментально наблюдаемых изменений резонансных параметров системы.

Второй механизм влияния оптического излучения на колебания НОМС основан на оптическом нагреве УНВ, уменьшающем его модуль Юнга и, тем самым, влияющем на резонансную частоту и амплитуду. Следует отметить, что оптический нагрев может определяться поглощением света в УНВ и резонансным оптическим поглощением Si НЧ. Для анализа возможности нагрева системы до столь высоких температур в рассматриваемых экспериментальных условиях были проведены дополнительные измерения, которые позволили непосредственно оценить температуру нагрева УНВ. Для этого исследовались термооптические свойства Si НЧ и проводился анализ сдвига линии комбинационного рассеяния света (КРС) от температуры. Полученные результаты демонстрируют повышение температуры НЧ от 420 до 630 К в зависимости от падающей мощности лазера. Рассчитанные стационарные температуры для мощности лазера 30 и 80 мкВт, показанные на рисунке 19 б (зеленая и черная кривые, соответственно), демонстрируют хорошее соответствие с проведенными КРС измерениями (см. рисунок 19 а). Небольшое отклонение полученных расчетных значений температур от экспериментальных можно связать с различием геометрических размеров УНВ и НЧ, используемых в модели, от реальных значений, а также неточными данными о свойствах теплопроводности стеклоуглерода. Однако, полученная максимальная температура в стационарном режиме нагрева (650 К) не может обеспечить наблюдаемый в экспериментах значительный прирост амплитуды (см. дальнейшее моделирование и обсуждение).

Рассчитанная зависимость температуры колеблющейся системы “НЧ и УНВ” от времени для минимальной и максимальной мощности лазера (30 и 80 мкВт, соответственно) представлена на рисунке 19 б. Температурная зависимость характеризуется насыщением, при этом наблюдается модуляция периодической функцией, отражающей механические колебания УНВ в фокусе лазерного пучка. Как и следовало ожидать, в этом случае температура системы ниже, чем при стационарном нагреве, из-за периодической модуляции источника тепла. Можно заметить, что температура T вершины УНВ испытывает колебания с амплитудой порядка 50-60 К (при мощности лазера 80 мкВт). Таким образом, глубина модуляции модуля Юнга ($\kappa_{\Delta T} = \Delta E/E$), вызывающая периодическое изменение коэффициента упругости УНВ, составляет порядка 0,5-0,75% [16].

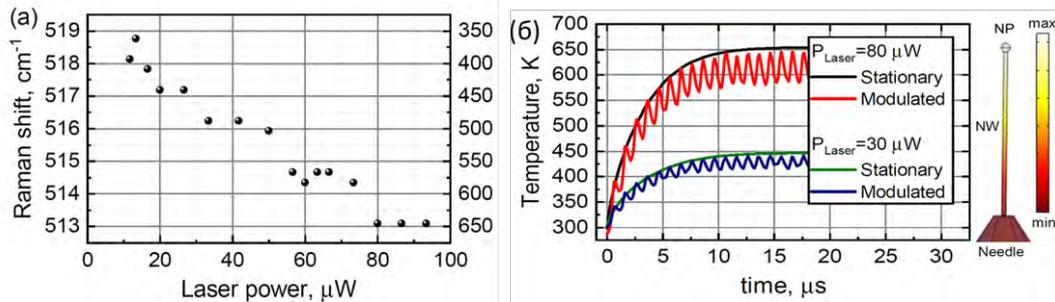


Рисунок 19. (а) Положение пика комбинационного рассеяния света Si НЧ и соответствующая температура НЧ в зависимости от мощности оптического излучения; (б) численное моделирование стационарной (черная и зеленая кривые) и зависящей от времени (красная и синяя кривые) температуры УНВ при различной мощности лазера

Далее была разработана численная модель механических колебаний УНВ, учитывающая периодическую модуляцию оптического нагрева и связанные с этим параметрические эффекты. Периодический оптический нагрев УНВ приводит к модуляции модуля Юнга с частотой, удвоенной по сравнению с частотой колебаний свободного вискера. Разработанная модель позволяет определить, как температурная модуляция влияет на увеличение амплитуды колебаний, наблюдаемой в экспериментах. В ее основе лежит, описанная выше теория Эйлера–Бернулли для консольных балок. Для учета влияния периодически модулированного нагрева на колебания УНВ предполагалось, что в окрестности первого резонанса модуль Юнга модулировался в соответствии с уравнением (6):

$$E(x, t) = E_0(1 - (k_T + k_{\Delta T} \cos(2\omega t)) \frac{x}{L}), \quad (6)$$

где k_T — член, соответствующий стационарному нагреву УНВ при облучении лазером (зеленая и черная кривые на рисунке 19 б), $k_{\Delta T}$ — глубина модуляции вызванная колебания УНВ в лазерном пучке, x/L соответствует градиенту температуры по длине УНВ. Важно отметить, что $\cos(2\omega t)$ отражает модуляцию на удвоенной частоте.

На рисунке 20 а) показаны рассчитанные нормированные АЧХ при различных значениях параметра k_T (отвечающего за уменьшение модуля Юнга) при стационарном нагреве (отражающем стационарное изменение упругости УНВ). Можно заметить, что стационарный нагрев УНВ приводит к сдвигу резонансной частоты, но сохраняет амплитуду колебаний, что не соответствует полученным экспериментальным наблюдениям. Полученные графики АЧХ для различной глубины модуляции ($k_{\Delta T}$) представлены на рисунке 20 б. Важно отметить, что предполагалось, что коэффициенты k_T и $k_{\Delta T}$ находились в линейной зависимости, поскольку увеличение мощности лазера приводило к росту как стационарной температуры, так и амплитуды температурной модуляции (см. рисунок 20 б). Для простоты считалось, что их отношение ($k_T/k_{\Delta T}$) равнялось 5 и было пропорционально соотношению стационарной и модулированной температур УНВ (см. рисунок 20 б). Можно заметить, что увеличение глубины модуляции сопровождается небольшим сдвигом резонансной частоты (в сторону меньших значений) и резким увеличением резонансной амплитуды. Такое поведение можно объяснить с точки зрения параметрического резонанса, при котором физические свойства колебательной системы (модуль Юнга) модулируются с удвоенной частотой. Полученные результаты моделирования качественно соответствовали полученным экспериментальным данным, приведенным на рисунке 18. Таким образом, увеличение мощности лазера приводило к стационарному нагреву УНВ, который смещал резонансную частоту, а колебание УНВ

относительно перетяжки лазера приводило к модуляции температуры системы с удвоенной частотой, что, в свою очередь, обеспечивало рост амплитуды колебаний.

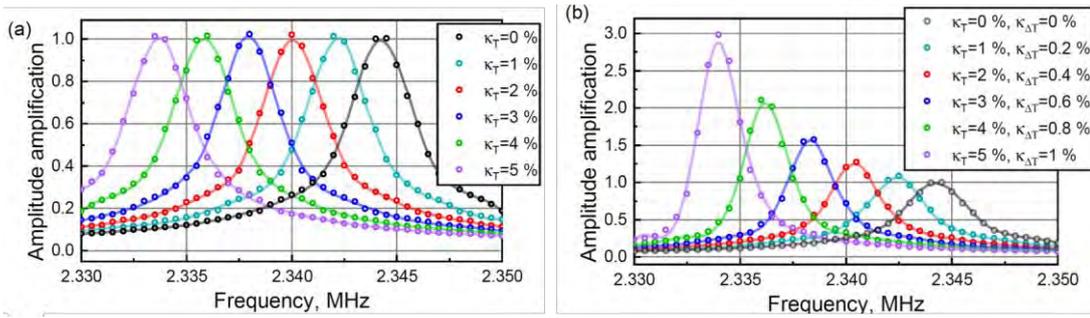


Рисунок 20. АЧХ УНВ с (а) изменяющимся модулем Юнга (разными k_T и $k_{\Delta T} = 0$), (б) модулированным модулем Юнга, разными k_T и $k_{\Delta T}$. Точки соответствуют результатам численного моделирования, сплошные линии — аппроксимация

Таким образом, показано, что колебания наномеханической системы, состоящей из углеродного вискера с наночастицей кремния на вершине, могут быть сильно модулированы лазерным излучением. Определено, что основным механизмом, ответственным за изменение частоты и амплитуды колебаний, является модулированный оптический нагрев частицы и нановискера. Этот механизм доминирует за счет возбуждения мод Ми в Si НЧ и резонансного усиления поглощения света внутри частицы. Присутствие Si НЧ также позволяет проводить прямую оптическую термометрию наноструктуры, обеспечивая детектирование нагрева наномеханической структуры выше 600 К. Также важным является наличие оптотермической модуляции, которая дополнительно усиливается из-за ее параметрического характера при прохождении колеблющегося УНВ через перетяжку оптического луча с удвоенной частотой. Последний механизм приводит к увеличению амплитуды колебаний более чем в два раза при мощности лазера 80 мкВт (в сравнении с резонатором без НЧ). Таким образом, исследуемые наномеханические системы представляют собой уникальную оптико-механическую платформу, характеризующуюся связью оптических и механических характеристик наноосцилятора, усиленную резонансами Ми Si НЧ, и дополнительной функцией локального мониторинга температуры с помощью оптической КРС термометрии.

В **заключении** сформулированы основные результаты диссертационной работы:

1. Создана экспериментальная установка, в вакуумной камере которой сведены электронный пучок, острие наноманипулятора и оптическое волокно, обеспечивающее ввод внешнего лазерного излучения.
2. Разработана теоретическая модель, описывающая режимы колебаний наномеханической системы на основе составных вискеров различного размера в диапазоне диаметром до 500 нм и длин до 5 мкм. Показано, что при определенном выборе размеров вискеров в системе возможно возникновение механического резонанса Фано с резким профилем амплитудно-частотной характеристики.
3. Показано, что добавление массы на свободном конце УНВ приводит к сдвигу резонансных частот, а также детектируемому изменению положения точки перетяжки на второй резонансной частоте.
4. Предложена конструкция составной кантилеверной резонансной системы на основе двух вискеров, расположенных друг на друге, позволяющая увеличить точность измерения массы резонансным методом, по сравнению с резонаторами на основе одиночных вискеров.

5. Предложена экспериментальная методика по определению фокусного расстояния линзированного волокна за счет анализа амплитуды колебаний углеродного нанорезонатора при расположении его в фокусе линзы.
6. Разработана теоретическая модель, описывающая колебания резонатора кантилеверного типа на основе одиночного УНВ, находящегося в фокусе лазерного пучка. Показано, что модуляция температуры вискера, связанная с последовательным входом и выходом резонатора из точки фокусировки лазерного пучка, приводит к модуляции значения модуля Юнга вискера (и как следствие жесткости), что в свою очередь обеспечивает возникновение в системе параметрического резонанса.
7. Экспериментально показано, что локализация оптической наноантенны, спектральное положение резонанса Ми которой совпадает с длиной волны внешнего лазерного излучения, на свободной вершине нанорезонатора приводит к увеличению глубины модуляции колебаний в лазерном пучке.

СПИСОК ЦИТИРУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ:

1. Jensen K., Kim K., Zettl A. An atomic-resolution nanomechanical mass sensor //Nature nanotechnology. – 2008. – Т. 3. – №. 9. – С. 533-537.
2. Александрова О. А. и др. Новые наноматериалы. Синтез. Диагностика. Моделирование: лабораторный практикум. – 2015.
3. Бобков А. А., Кононова И. Е., Мошников В. А. Материаловедение микро- и наносистем. Иерархические структуры. – 2017.
4. Гринберг Я. С., Пашкин Ю. А., Ильичев Е. В. Наномеханические резонаторы //Успехи физических наук. – 2012. – Т. 182. – №. 4. – С. 407-436.
5. Gagino M. et al. Suspended nanochannel resonator arrays with piezoresistive sensors for high-throughput weighing of nanoparticles in solution //ACS sensors. – 2020. – Т. 5. – №. 4. – С. 1230-1238.
6. Штукин Л. В. и др. Электромеханические модели нанорезонаторов //Физическая мезомеханика. – 2016. – Т. 19. – №. 1. – С. 24-30.
7. Ilic B. et al. Attogram detection using nanoelectromechanical oscillators //Journal of applied physics. – 2004. – Т. 95. – №. 7. – С. 3694-3703.
8. Lukashenko S. Y. et al. Resonant Mass Detector Based on Carbon Nanowhiskers with Traps for Nanoobjects Weighing //physica status solidi (a). – 2018. – Т. 215. – №. 21. – С. 1800046.
9. Lukashenko S. Y. et al. Precise mass detector based on “W needle-C nanowire” nanomechanical system //Journal of Physics: Conference Series. – IOP Publishing, 2016. – Т. 741. – №. 1. – С. 012207.
10. Lukashenko S. Y. et al. Q-factor study of nanomechanical system “metal tip-carbon nanowhisker” at low and ambient pressure //Physica status solidi (a). – 2016. – Т. 213. – №. 9. – С. 2375-2379.
11. Lukashenko S. Y. et al. Measurement of the Young’s modulus of amorphous carbon nanowhisker by static and dynamic method //AIP Conference Proceedings. – AIP Publishing LLC, 2017. – Т. 1874. – №. 1. – С. 040025.
12. Ares N. et al. Resonant optomechanics with a vibrating carbon nanotube and a radio-frequency cavity //Physical Review Letters. – 2016. – Т. 117. – №. 17. – С. 170801.
13. Комиссаренко Ф. Э. МАНИПУЛИРОВАНИЕ НАНООБЪЕКТАМИ И МОДИФИКАЦИЯ МАТЕРИАЛОВ С ПОМОЩЬЮ СФОКУСИРОВАННОГО ЭЛЕКТРОННОГО ПУЧКА ДЛЯ СОЗДАНИЯ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ НАНОСТРУКТУР.
14. Gruber G. et al. Mass sensing for the advanced fabrication of nanomechanical resonators //Nano letters. – 2019. – Т. 19. – №. 10. – С. 6987-6992.
15. Kislov D. A. et al. Measurement surface plasmon polariton assisted optical force using a carbon nanowhisker mechanical resonator //Journal of Physics: Conference Series. – IOP Publishing, 2020. – Т. 1461. – №. 1. – С. 012065.
16. Zhao J. X., Bradt R. C., Walker Jr P. L. The fracture toughness of glassy carbons at elevated temperatures //Carbon. – 1985. – Т. 23. – №. 1. – С. 15-18.

СПИСОК ПУБЛИКАЦИЙ АВТОРА ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

- [A1] **Nadoyan I. V.**, Solomonov N. A., Novikova K. N., Pavlov A. V., Sharov V. A., Mozharov A. M., Permyakov D. V., Shkoldin V. A., Kislov D. A., Shalin A. S., Golubok A. O., Petrov M. I., and Mukhin I. S. Parametric Optothermal Modulation of Carbon Nanooscillator Decorated with Mie Resonant Silicon Particle // *Adv. Optical Mater.* 2024, 2400228, p. 1-7.
- [A2] Mozharov A.M., Berdnikov Y.S., Solomonov N. A., **Nadoyan I.V.**, Novikova K.N., Shkoldin V.A., Golubok A.O., Kislov D.A., Shalin A. S., Petrov M.I., and Mukhin I.S. Nanomass Sensing via Node Shift Tracing in Vibrations of Coupled Nanowires Enhanced by Fano Resonances // *ACS Appl. Nano Mater.* 2021, 4, 11, p. 11989–11996.
- [A3] **Nadoyan I.V.**, Solomonov N.A., Novikova K.N., Sharov V.A., Mozharov A.M., Kislov D.A., Petrov M.I., Mukhin I.S. Nanooscillators based on carbon whiskers for detectors of optomechanical effects // *St. Petersburg Polytechnic University Journal. Physics and Mathematics.* 2023. Vol. 16. No. 3.1, p. 182-186.
- [A4] Solomonov N. A., Novikova K. N., **Nadoyan I. V.**, Mozharov A. M., Shkoldin V. A., Berdnikov Y. S. and Mukhin I. S. Nanoobject mass measurement using the node displacement of the second mode of the nanomechanical resonator // *Journal of Physics: Conference Series* v. 2086 (2021) p.012026.

ТРУДЫ КОНФЕРЕНЦИЙ:

- [B1] **Nadoyan I. V.**, Solomonov N. A., Novikova K. N., Sharov V. A., Logunov L. S., Kislov D. A., Petrov M. I., Mukhin I.S. Nanooscillators based on carbon whiskers for detectors of optomechanical effects // *BOOK of ABSTRACTS «Saint Petersburg OPEN 2023»*, p. 414-416.
- [B2] **Надоян И.В.**, Соломонов Н.А., Новикова К.Н., Павлов А.В., Шаров В.А., Можаров А.М., Пермяков Д.В., Кислов Д.А., Шалин А.С., Голубок А.О., Петров М.И., Мухин И.С. Параметрическая оптоотермическая модуляция углеродного нанорезонатора с локализованной резонансной частицей кремния // тезисы докладов Молодежной Школы по физике конденсированного состояния (Школа ФКС-2024) НИЦ «Курчатовский институт» - ПИЯФ, p. 68.
- [B3] Solomonov N. A., Novikova K. N., **Nadoyan I. V.**, Mozharov A. M., Shkoldin V. A., Mukhin I. S. Nanoobject mass measurement using the node displacement of the second harmonic of the nanomechanical resonator // *BOOK of ABSTRACTS «Saint Petersburg OPEN 2021»*, p. 140-141.
- [B4] Новикова К.Н., Соломонов Н.А., **Надоян И.В.**, Школдин В.А., Бердников Ю.С., Можаров А.М., Мухин И.С. Резонансные масс-детекторы с увеличенной точностью на основе одиночных углеродных нановискеров, работающих на втором резонансе // «Наноэлектроника, нанофотоника и нелинейная физика»: тез. докл. XVII Всерос. конф. молодых ученых, 2022. – 149 с.
- [B5] Соломонов Н.А., Можаров А.М., Бердников Ю.Г., Новикова К.Н., **Надоян И.В.**, Школдин В.А., Мухин И.С. Увеличение чувствительности наномеханических детекторов масс на основе связанных углеродных нановискеров // «Наноэлектроника, нанофотоника и нелинейная физика»: тез. докл. XVII Всерос. конф. молодых ученых, 2022. – 195 с.