

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ  
ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ «САНКТ-ПЕТЕРБУРГСКИЙ  
НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ АКАДЕМИЧЕСКИЙ  
УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ Ж. И. АЛФЁРОВА РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ  
НАУК»

На правах рукописи



НАДОЯН Ирина Валерьевна

ИССЛЕДОВАНИЕ ЧУВСТВИТЕЛЬНОСТИ ДЕТЕКТОРОВ МАССЫ И  
СЕНСОРОВ ОПТИЧЕСКИ МОДУЛИРОВАННЫХ КОЛЕБАНИЙ НА ОСНОВЕ  
НАНОСТРУКТУР ИЗ УГЛЕРОДНЫХ ВИСКЕРОВ

Специальность

1.3.2 - Приборы и методы экспериментальной физики

Диссертация на соискание ученой степени

кандидата физико-математических наук

Научный руководитель:

доктор физико-математических наук

Мухин Иван Сергеевич

Санкт-Петербург

2024 г.

## ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	4
ГЛАВА 1. ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР.....	14
1.1. Основные методы формирования микро- и наноструктур с высоким аспектным отношением длины к диаметру.....	14
1.1.1. Литографические методы.....	14
1.1.2. Эпитаксиальные методы.....	16
1.1.3. Метод осаждения материала под действием сфокусированного электронного пучка (FEBID).....	19
1.2. Механические параметры одномерных наноструктур.....	22
1.3. Методы измерения резонансных характеристик НМР.....	26
1.3.1. Магнитодвижущий метод.....	27
1.3.2. Электродвижущий (емкостной) метод.....	29
1.3.3. Измерительная схема на основе одноэлектронного транзистора.....	33
1.3.4. Визуализация колебаний.....	35
1.4. Основные виды детекторов масс микро- и нанообъектов.....	36
1.4.1. Мембранные масс-детекторы.....	36
1.4.2. Мостовые масс-детекторы.....	38
1.4.3. Масс-детекторы кантилеверного типа.....	41
1.5. Основные виды нанооптомеханических систем.....	44
Выводы к Главе 1.....	47
ГЛАВА 2. ОПИСАНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ УСТАНОВОК И МЕТОДИК ПРОВЕДЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТА.....	49
2.1. Формирование УНВ и структур на их основе под действием сфокусированного электронного пучка.....	49
2.1.1. Электрохимическое травление вольфрамовых игл.....	49
2.1.2. Рост углеродных наноструктур под действием сфокусированного электронного пучка.....	52
2.2. Экспериментальная схема исследования механических резонансных свойств УНВ.....	56
2.2.1. Возбуждение резонансных колебаний в УНВ.....	56
2.2.2. Методика получения АЧХ наномеханических осцилляторов на основе УНВ.....	58

2.2.3. Методика определения массы микро- и нанообъектов по АЧХ осцилляторов на основе УНВ .....	61
2.3. Методика переноса наночастиц в камере СЭМ. Метод “Pick and Place” .....	62
2.4. Экспериментальная схема изучения влияния оптического излучения на режимы колебаний наноосцилляторов .....	66
2.4.1 Установка для исследования влияния оптического излучения на наноосцилляторы .....	66
2.4.2. Интеграция линзированного оптического волокна в камеру СЭМ.....	69
Выводы к Главе 2 .....	71
ГЛАВА 3. МАСС-ДЕТЕКТОРЫ НА ОСНОВЕ ОДИНОЧНЫХ УНВ, ИСПОЛЬЗУЮЩИЕ КОЛЕБАТЕЛЬНЫЕ МОДЫ ВЫСШИХ ПОРЯДКОВ .....	73
3.1. Определение добавленной массы по сдвигу резонансной частоты первой моды и положения точки перетяжки второй моды для УНВ .....	73
3.2. Составные наноосцилляторы для определения массы нанообъектов по сдвигу точки перетяжки второго резонанса. Резонанс Фано .....	89
Выводы к Главе 3 .....	99
ГЛАВА 4. ВЛИЯНИЕ СФОКУСИРОВАННОГО ЛАЗЕРНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ НА РЕЖИМЫ КОЛЕБАНИЙ УГЛЕРОДНЫХ НАНОМЕХАНИЧЕСКИХ ОСЦИЛЛЯТОРОВ .....	101
4.1. Экспериментальные исследования воздействия сфокусированного лазерного излучения на наноосциллятор с оптической наноантенной.....	101
4.2. Расчет малых оптических сил, действующих на углеродный наноосциллятор .....	107
4.3. Влияние модуляции температуры наноосциллятора на режимы колебаний. Параметрический резонанс .....	110
Выводы к Главе 4 .....	117
ЗАКЛЮЧЕНИЕ .....	119
СПИСОК СОКРАЩЕНИЙ И УСЛОВНЫХ ОБОЗНАЧЕНИЙ.....	121
СПИСОК ПУБЛИКАЦИЙ АВТОРА ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ.....	122
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....	124

## ВВЕДЕНИЕ

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]. 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 [2]. 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 [3, 4].

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 [5–7]. Указанные НМР имеют высокую чувствительность определения массы нанообъектов, достигающую  $10^{-18}$  –  $10^{-22}$  г. 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 [8]. 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. [2]. 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 [9–12], 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 [13, 14]. 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 [13, 14].

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 вискероидов различного размера в диапазоне диаметров до 500 нм и длин до 5 мкм. Показано, что при определенном выборе размеров вискероидов в системе возможно возникновение механического резонанса Фано с резким профилем амплитудно-частотной характеристики. Рассмотрена конструкция составной кантилеверной резонансной системы, на основе двух вискероидов, расположенных друг на друге, позволяющая увеличить точность измерения массы резонансным методом, по сравнению с резонаторами на основе одиночных вискероидов.
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  $M_i$  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 вискеро́в с диапазоном диаметров от 50 до 150 нм и длиной порядка 5 мкм, что объясняется возникновением в системе параметрического резонанса, вызванного модуляцией модуля Юнга вискеро́в (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.

## ГЛАВА 1. ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР

### 1.1. Основные методы формирования микро- и наноструктур с высоким аспектным отношением длины к диаметру

#### 1.1.1. Литографические методы

Основные современные методы формирования микро- и наноструктур включают в себя подходы «сверху-вниз» и «снизу-вверх». Метод «сверху-вниз» определяется выделением из более крупных объектов более мелких (в т.ч. наноструктур), а метод «снизу-вверх» представляет собой сборку наноструктур заданной геометрии непосредственно из более мелких элементов (атомов, молекул и т. п.) [15]. Подход «сверху-вниз» включает в себя литографические методы формирования наноструктурированных материалов, в которые входят фотолитография, ультрафиолетовая литография, голографическая литография, электронная литография и др. Процесс фотолитографии заключается в нанесении тонкой пленки фоточувствительного материала (фоторезиста) на подложку и дальнейшем облучении его через заданный шаблон («маску»). При экспонировании через шаблон и проявлении рисунка в фоторезисте вскрываются области («окна») с заданным дизайном. Далее формирование структур осуществляется с применением, например, технологий сухого анизотропного травления (плазменное, ионное и др.) или селективного жидкостного травления слоев [15]. Такой метод преимущественно используется для создания больших интегральных схем с применением твердотельных или эксимерных лазеров. Для изготовления наномеханических резонаторов рисунок будущего структур переносится в пленку резиста, который покрывает структурный слой. Имеются различные виды нанолитографии, которые определяются источниками экспонирования резиста, видами используемых масок, типами резистов, что в конечном итоге определяет стоимость и качество создаваемых элементов. Также существует безмасочные методы литографии (например, лазерная литография, при которой используется сфокусированный лазерный пучок для прямого рисования по резисту) [16].

При ультрафиолетовой литографии экспонирование фоторезиста происходит с использованием «глубокого» (DUV - deep ultra violet), либо экстремального (EUV - extreme ultra violet) ультрафиолетового излучения ( $\lambda = 13,5$  нм). Такая методика используется для создания полупроводниковых микросхем с предельным пространственным разрешением порядка 10 нм. Зачастую данный метод используется для создания большого числа элементов с высокой плотностью расположения (упаковки) и подходит для создания интегральных схем [2, 17].

В связи с тенденцией к миниатюризации устройств и электронных компонентов возникает необходимость уменьшения размера последних. При этом, ввиду наличия дифракционного предела фотолитография имеет ряд ограничений при производстве структур субволновых размеров [18, 19]. Таким образом, является актуальным развитие литографических методов с применением рентгеновского излучения, электронного и ионного пучков, которые характеризуются высоким пространственным разрешением [19]. При электронно-лучевой литографии запись заданного рисунка в слое резиста происходит сфокусированным электронным пучком. Данный метод часто используется при создании затеняющих масок для фотолитографии [20]. Такой подход характеризуется высоким разрешением  $< 5$  нм, однако, при этом имеет низкую производительность, обусловленную особенностью растровой развёртки электронного пучка в методе прямого рисования и особенностями электронных резистов.

На рисунке 1.1 представлена схема изготовления наномеханического резонатора (НМР) мостового типа при объединении методов электронной литографии и технологии SIMOX (separation by implantation of oxygen). SIMOX технология используется для изготовления т.н. подвешенных кремниевых элементов НМР, при которой между слоями кремния присутствует тонкий жертвенный слой оксида кремния. Такая подложка изготавливается за счет имплантации ионов кислорода с дальнейшим высокотемпературным отжигом [21]. Изготовление НМР мостового типа происходит в четыре этапа: 1) перенос рисунка

в слой резиста; 2) проявление резиста; 3) анизотропное травление верхнего слоя Si; 4) селективное травление нижележащего оксидного слоя и удаление резиста.

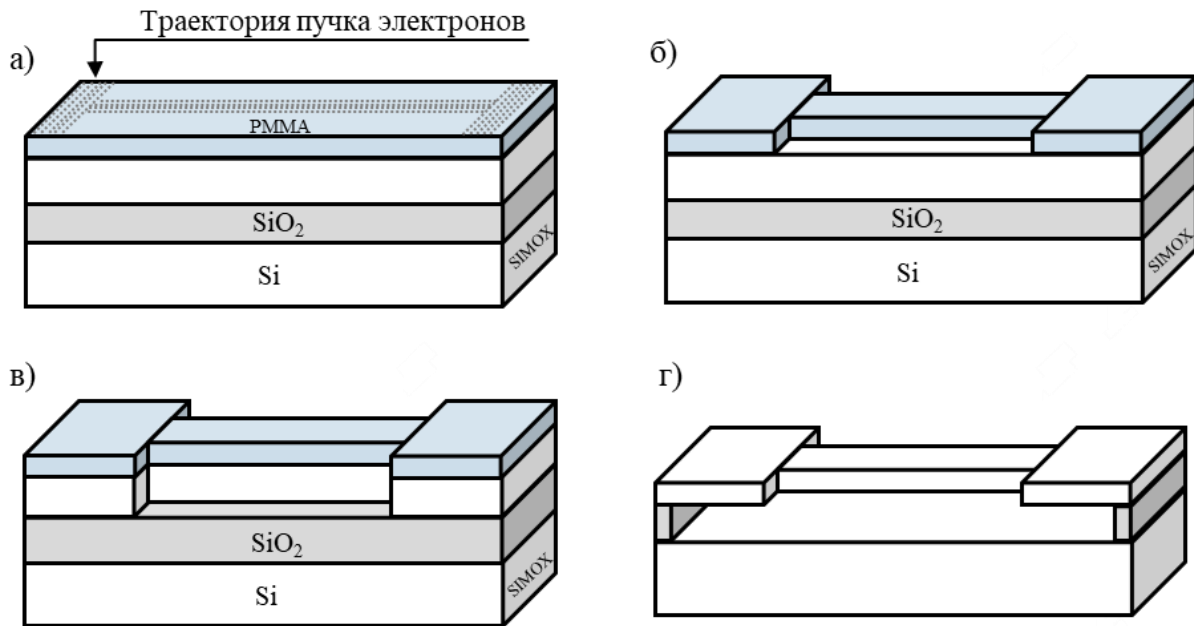


Рисунок 1.1. Процесс создания НМР с применением электронной литографии: 1) перенос рисунка в резист; 2) проявление резиста; 3) анизотропное травление верхнего слоя Si; 4) селективное травление оксидного слоя и удаление резиста

Литографические методы преимущественно используются при производстве элементов на больших площадях, когда требуется создать большое число элементов на подложке. Такой подход актуален для создания интегральных схем, но слабо применим при создании ограниченного числа НМР в заданном месте.

### 1.1.2. Эпитаксиальные методы

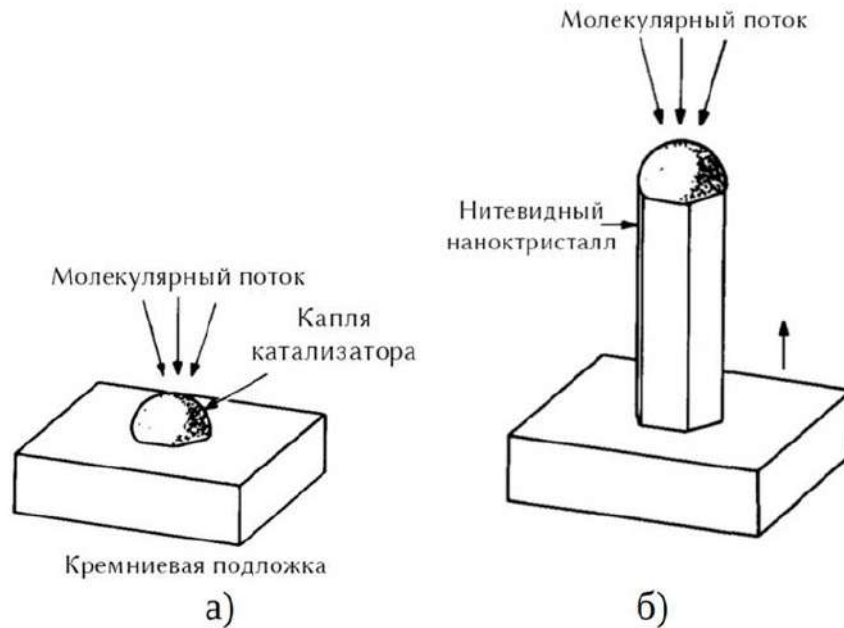
Эпитаксиальные методы синтеза наноструктур, в частности, метод молекулярно-пучковой эпитаксии (МПЭ), относятся к типу «снизу-вверх». Метод МПЭ позволяет создавать тонкие пленки из полупроводниковых соединений, диэлектриков, металлов [22-24]. МПЭ заключается в кристаллизации пленок и послойной сборке монокристалла из потока адатомов в молекулярном пучке. При этом, процесс роста наноструктур часто происходит при относительно высоких температурах (выше 500 °С). Данный метод обеспечивает точный контроль состава, кристаллической структуры и ориентации материала на атомарном уровне

непосредственно при синтезе наноструктур, что приводит к высокой точности формирования резонаторов заданной геометрии, а соответственно, улучшенным механическим свойствам устройств на основе выращенных объектов. Метод МПЭ позволяет создавать наноструктуры высокого качества также за счет использования особоочистых материалов в условиях сверхвысокого вакуума. При этом, за счет выбора ростовых режимов можно контролировать геометрию синтезируемых наноструктур. Так, эпитаксиальные методы позволяют формировать такие нанообъекты, как ННК, сверхрешетки, квантовые точки и др.

Для формирования ННК - структур с высоким аспектным отношением длины к диаметру, могут использоваться следующие режимы роста: «пар-кристалл» (ПК) или «пар-жидкость-кристалл» (ПЖК). Существует также метод селективной эпитаксии для роста ННК. Механизм ПК заключается в формировании наноструктур сразу в твердом растворе (самоиндуцированный механизм роста, характерный для InAs, GaN) при температурах ниже температуры плавления раствора [25, 26].

Преимущественно при росте полупроводниковых ННК используют механизм «пар-жидкость-кристалл (ПЖК)», который заключается в нанесении массива капель катализатора (зачастую металлические капли) на подложку (рисунок 1.2). Наличие капель катализатора значительно повышает скорость роста ННК. Механизм ПЖК для роста Si ННК методом газофазного осаждения на Si подложке впервые продемонстрирован в работе [27]. Метод ПЖК происходит в три этапа. На первом этапе осуществляется нанесение эпитаксиального слоя на поверхность ростовой подложки для выравнивания поверхности для роста [28]. Далее на подложке формируется массив металлических капель для катализации роста. Затем происходит нагрев поверхности до температуры выше точки плавления металла катализатора и подача материала роста, в результате чего формируются капли насыщенного жидкого раствора катализатора и полупроводникового материала. Таким образом, при последующем процессе кристаллизации в капле осуществляется непосредственное осаждение полупроводникового материала на поверхность ростовой подложки. Типичное

СЭМ изображение GaP ННК, синтезированных с применением метода МПЭ, представлено на рисунке 1.3 [29].



Метод синтеза ННК с применением селективной эпитаксии заключается в нуклеации и кристаллизации материала во вскрытых «окнах», например, слоя  $\text{SiO}_2$  на поверхности  $\text{Si}$  подложки. Условия роста выбираются таким образом, чтобы рост материала на слое твердотельной маске  $\text{SiO}_2$  был подавлен, при этом кристаллизация идет только во вскрытых окнах. Данная методика имеет преимущества из-за отсутствия необходимости нанесения массива капель катализатора [26].

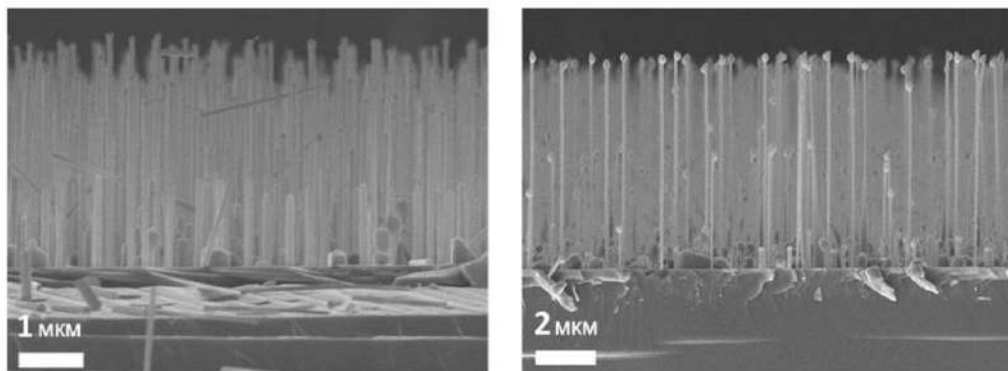


Рисунок 1.3. СЭМ изображения скола  $\text{Si}$  подложки с массивами GaP ННК [29]

Одним из основных преимуществ эпитаксиальных методов формирования ННК является создание массивов полупроводниковых нанокристаллов с высоким кристаллическим совершенством и высокой плотностью упаковки структур. При этом рост ННК в заранее заданных местах на непланарных подложках является чрезвычайно затрудненным.

### **1.1.3. Метод осаждения материала под действием сфокусированного электронного пучка (FEBID)**

Несмотря на активное развитие и оптимизацию массового производства микро- и наноструктур с помощью литографических и эпитаксиальных технологий, данные методы не позволяют создавать одиночные нанообъекты в заданных местах [21]. Создание одиночных наноструктур имеет важное значение для исследования различных характеристик, диапазонов применения и многих других свойств, которые имеют важное значение для работы систем на основе наноструктурных объектов. Наиболее востребованным и актуальным методом прямого формирования одиночных нанообъектов является метод осаждения материала под действием сфокусированного электронного пучка (focused electron beam induced deposition, FEBID), который относится к методам типа «снизу-вверх». При воздействии сфокусированного электронного пучка происходит разложение молекул газа-прекурсора, присутствующих в камере сканирующего электронного микроскопа. Процесс разложения в основном инициируется вторичными электронами, имеющими меньшую кинетическую энергию по сравнению с первичным пучком, а значит большее значение сечения взаимодействия. Молекулы газа-прекурсора в процессе экспонирования электронным пучком диссоциируют и, таким образом, разлагаются на газ, который впоследствии откачивается вакуумной системой, и твердое вещество, осаждаемое в месте экспонирования - точке фокусировки электронного пучка [30] (рисунок 1.4). При этом перемещая пучок, становится возможным формирование трехмерных структур.

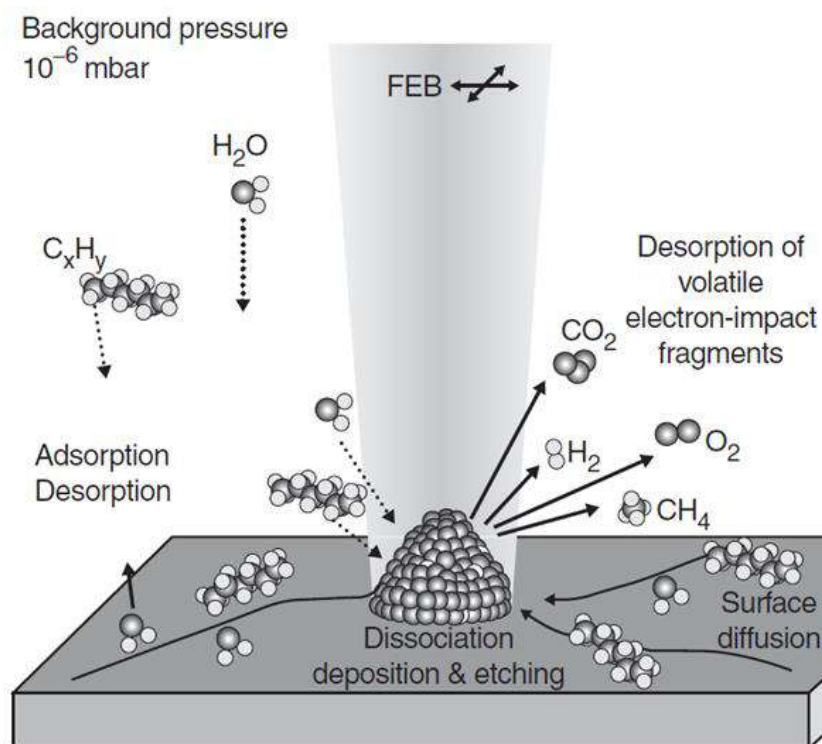


Рисунок 1.4. Схема осаждения углеводородного материала, индуцированное электронным пучком [30]

Метод FEBID обычно характеризуется следующими особенностями выбора параметров для роста нанообъектов: [31-33]:

1. Для подложки, на которой будет выращиваться нанообъект, выбирается соответствующая ориентация относительно электронного пучка. В большинстве случаев такая ориентация соответствует нормальному падению луча, однако, некоторые специфические задачи могут потребовать облучения под углом.
2. С помощью системы локального напуска газов, располагаемой в непосредственной близости от подложки и точки фокусировки пучка (обычно на расстоянии около 100 мкм), в камеру СЭМ напускается газообразный материал-прекурсор для роста вискером требуемого состава.
3. Сфокусированный пучок сканирует определенное место (подложку) по заданному шаблону, при этом формируется наноструктура заданной формы.
4. По завершению формирования наноструктуры клапан с источником молекул-прекурсоров закрывается, и вакуумная система откачивает остатки газообразных веществ из камеры.

Поскольку сфокусированный электронный пучок можно свободно направлять в заданную точку, применение метода FEBID также позволяет выращивать наноструктуры на изогнутых (криволинейных) подложках, что недоступно для большинства литографических методов. Примером такого применения метода FEBID является осаждение нановискеров на вершинах кантилеверов для атомно-силовой микроскопии [34].

Рассматриваемый подход позволяет создавать 3D-наноструктуры, например, в форме связанных нановискеров [35]. Создание 3D-наноструктур открывает возможности для формирования функциональных наноструктур со сложной трехмерной геометрией [36–38]. В работах [39-44] показана возможность выращивания методом FEBID наноструктур в форме точек (рисунок 1.5 а) с разрешением ( $R$ )  $\sim 0,7 - 20$  нм, линий [45-48] (рисунок 1.5 б) с  $R \sim 2 - 8$  нм, консольных вискеров со свободным концом [49-53] (рисунок 1.5 в)  $R \sim 8 - 65$  нм, игл с диаметром закругления  $12 - 20$  нм [54-57] (рисунок 1.5 г) из различных молекул-прекурсоров на подложках разного состава.

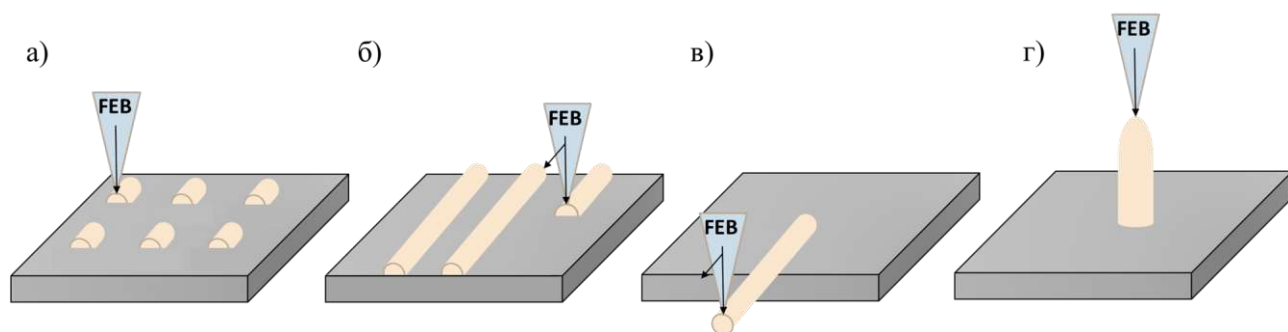


Рисунок 1.5. Схема синтеза наноструктур (а) точек, (б) линий, (в) консольных вискеров, (г) игл. FEB - сфокусированный электронный пучок

Для выращивания УНВ в качестве молекул прекурсоров могут выступать углеводородные группы, всегда присутствующие в остаточной атмосфере камеры СЭМ. Указанный метод не требует обязательного ввода дополнительного источника молекул-прекурсоров в камеру СЭМ. Описанная методика позволяет формировать структуры различной геометрической формы, так как точкой фокусировки электронного пучка можно свободно управлять. При этом в СЭМ существует возможность контроля формы объекта непосредственно в процессе

роста. Преимущества метода FEBID включают высокую разрешающую способность, возможность нанесения материалов нанометрового размера. Так рассматриваемый метод позволяет создавать одиночные нанообъекты с заданной геометрией для дальнейшего исследования их характеристик. С другой стороны, метод характеризуется относительно невысокой производительностью по сравнению с другими методами (литографией и МПЭ). Универсальность и простота применения FEBID прочно закрепили указанный метод в качестве одного из основных инструментов создания одиночных нанообъектов. Так, наноструктуры находят применение в различных приложениях, включая целенаправленное выращивание функциональных материалов [58], создание масок оптической литографии [59, 60] и редактирование электронных схем [61]. Однако, существуют и недостатки метода FEBID, такие как низкая скорость процесса осаждения материала, возможность загрязнения образца органическими остатками, а также ограничения по типам материалов, которые могут быть осаждены.

## **1.2. Механические параметры одномерных наноструктур**

В настоящее время наномеханические резонаторы (НМР) привлекают особое внимание научного сообщества, поскольку они имеют более высокую чувствительность и не требуют громоздкого оборудования для считывания их параметров по сравнению с их микромеханическими аналогами [62, 63]. В большинстве случаев НМР имеет консольный тип. Это может быть кантилевер (балка, закреплённая на одном конце) или мостик (балка, закреплённая на обоих концах). Интеграция НМР в одноэлектронные транзисторы [64-66], сверхпроводниковые интерферометры [67, 68], полосковые сверхвысокочастотные (СВЧ) резонаторы [69] открывает новые возможности исследования интегрированных электромеханических систем, имеющих как механические, так и электромагнитные степени свободы, для дальнейшего их применения в прикладных задачах.

Впервые механический резонатор с нанометровыми размерами, работающий в МГц диапазоне частот, из монокремния был продемонстрирован в работе [70].

Резонатор длиной 7,7 мкм, шириной 0,33 мкм и толщиной 0,8 мкм имел основную резонансную частоту 70,7 МГц и добротность  $Q = 1,8 \times 10^4$ . Спустя несколько лет был создан кремниевый НМР со следующими геометрическими параметрами:  $2 \times 0,2 \times 0,1$  мкм и частотой 380 МГц [71]. Однако добротность таких НМР ( $Q \sim 10^3$ ) оказалась существенно ниже значения, продемонстрированное для микроструктур [70]. Авторы работы [71] отмечают, что, возможной причиной такого разброса добротностей может быть качество поверхности НМР. В частности, в [71] показано, что при уменьшении отношения поверхности к объёму (для образцов, изготовленных в одном технологическом цикле) добротность возрастает. В другом исследовании был преодолен частотный барьер в 1 ГГц для НМР на основе полупроводниковых материалов: был продемонстрирован резонатор на основе карбида кремния с размерами  $1,1 \times 0,12 \times 0,075$  мкм, частотой 1,029 ГГц и  $Q \sim 10^4$  [72]. Исследовались также и другие материалы для НМР: арсенид галлия (GaAs) [73, 74] (частота  $\approx 10$  МГц, размеры  $6 \times 0,5 \times 0,1$  мкм,  $Q \sim 10^3$  [74]), нитрид кремния ( $\text{SiN}_x$ ) [75] (частота  $\approx 100$  МГц, размеры  $4 \times 0,5 \times 0,2$  мкм,  $Q \sim 10^3$ ), нитрид алюминия (AlN) [76] (частота  $\approx 100$  МГц, размеры  $2 \times 0,2 \times 0,2$  мкм,  $Q \sim 10^4$ ), нанокристаллический алмаз (NCD) [77] (частота  $\approx 10$  МГц, размеры  $1 \times 0,2 \times 0,05$  мкм,  $Q \sim 10^3$ ; позднее в работе [78] при низких температурах были получены добротности  $Q \sim 10^4$ ).

Большинство работ в области НМР посвящено исследованию колебаний одиночных микро- и нанобъектов. Колебания НМР точно описываются теорией для линейно упругих тонких балок (в общем случае большинство НМР кантилеверного и мостового типа попадают под это определение). При описании изгибных деформаций тонких балок чаще всего применяют теорию Эйлера-Бернулли [79]. Данная теория представляет собой упрощение линейной теории упругости, которая обеспечивает расчет характеристик балки, испытывающей изгибную деформацию. Модель корректна при малых отклонениях балки.

Рассмотрим мостик, закреплённый с обоих концов, с длиной  $L$  и поперечным сечением  $A$ , изготовленный из материала плотностью  $\rho$  с модулем Юнга  $E$ .

Направим ось  $z$  вдоль основной оси мостика. Смещение мостика  $U(z, t)$  вдоль оси  $u$  от положения равновесия в отсутствие внешней силы описывается уравнением:

$$\rho A \frac{\partial^2 U}{\partial t^2}(z, t) + EI_y \frac{\partial^4 U}{\partial z^4}(z, t) = 0, \quad (1.1)$$

где  $I_y$  - момент инерции относительно оси  $u$ . Если представить зависимость смещения как  $U(z, t) = U(z) \exp \exp(-i\omega t)$ , тогда величина смещения определяется уравнением:

$$\frac{\partial^4 U}{\partial z^4}(z) = \frac{\rho A}{EI_y} \omega^2 U(z). \quad (1.2)$$

Тогда общее решение для смещения мостика НМР:

$$U(z, t) = a \cos(\beta z) + \beta \sin(\beta z) + c \cosh(\beta z) + d \sinh(\beta z), \quad (1.3)$$

где  $\beta = \left(\frac{\rho A}{EI_y}\right)^{1/4} \omega^{1/2}$ , где  $\omega$  - собственная резонансная частота. Решение уравнения (1.3) должно удовлетворять граничным условиям. Для закрепленного на концах мостика (при  $z = 0$  и  $z = L$ ) смещения  $U(0)$  и  $U(L)$ , а также наклоны  $dU/dz(0)$  и  $dU/dz(L)$  равны нулю. Из этих граничных условий следует, что  $a = -c$  и  $b = -d$  и параметр  $\beta$  принимает только дискретные значения, удовлетворяющие соотношению:

$$\cos \beta_n L \cosh \beta_n L - 1 = 0. \quad (1.4)$$

Решения уравнения (1.4) можно определить численно. Так  $\beta_n L$  равны: 0; 4,730; 7,853; 10,996; 14,137; и др. Не учитывая  $\beta_n L = 0$ , получаем выражение для смещения:

$$U_n = a_n [\cos \beta_n z - \cosh \beta_n z] + [\sin \beta_n z - \sinh \beta_n z], \quad (1.5)$$

где для первых нескольких мод отношение амплитуд  $a_n/b_n$ , находится из граничных условий:  $a_n/b_n = 1,018; 0,999; 1,000;$  и т.д. Значения  $U_n(z)$  удовлетворяют условию нормировки:

$$\int_0^L U_n(z) U_m(z) dz = L^3 \delta_{mn}. \quad (1.6)$$

Условие нормировки (1.6) дает  $a_n = L$ , при этом  $b_n$  находится из соотношений, приведенных выше.

Частоты соответствующих мод определяются выражением:

$$\omega_n = \sqrt{\frac{EI_y}{\rho A}} \beta_n^2. \quad (1.7)$$

В экспериментах, как правило, детектируют основную (первую) изгибную моду колебаний мостика, поскольку она обладает наибольшей амплитудой. Для основной моды  $\beta_1 = 4,73/L$ , поэтому её резонансная частота определяется следующим образом:

$$f_1 = \frac{1}{2\pi} \frac{4,73^2}{L^2} \sqrt{\frac{EI_y}{\rho A}} \approx \frac{3,56}{L^2} \sqrt{\frac{EI_y}{\rho A}}. \quad (1.8)$$

Для резонатора с прямоугольным поперечным сечением  $A = wt$ , где  $w$  и  $t$  - соответственно ширина и толщина резонатора, момент инерции  $I_y = wt^3/12$ , отсюда для резонансной частоты основной моды получаем:

$$f_1 = 1,03 \sqrt{\frac{E}{\rho}} \frac{t}{L^2}. \quad (1.9)$$

Частоты следующих мод находятся из отношения  $f_n/f_1 = 2,756; 5,404; 8,933$  для  $n= 2, 3$  и  $4$ .

Из выражения (1.9) следует, что повысить частоту возможно увеличив отношение  $\frac{t}{L^2}$ , а также подбором материала резонаторов с высоким значением модуля Юнга и малой плотностью.

Выражение (1.8) получено без учета натяжения резонатора. Учёт натяжения дает следующее выражение для частоты основной изгибной моды [80]:

$$f_0 = \frac{2\pi}{L^2} \sqrt{\frac{EI_y}{3\rho A} \left( 1 + \frac{L^2 T_0}{4\pi^2 EI_y} \right)}, \quad (1.10)$$

где  $T_0$  - остаточное натяжение, которое может быть вызвано различием коэффициента теплового расширения материала резонатора и подложки.

Для резонатора кантилеверного типа, для закрепленного конца ( $z = 0$ ) и свободного конца ( $z = L$ ), граничные условия принимают следующий вид:

$$\left. \begin{aligned} U(0) &= 0, \\ \frac{dU}{dz(0)} &= 0, \\ \frac{d^2U}{dz^2(L)} &= 0, \\ \frac{d^3U}{dz^3(L)} &= 0. \end{aligned} \right\} \quad (1.11)$$

Последние два условия обеспечивают отсутствие на свободном конце поперечной силы и вращающего момента. В этом случае резонансные частоты находятся из уравнения:

$$\cos \cos \beta_n L \cosh \beta_n L + 1 = 0, \quad (1.12)$$

решениями которого являются  $\beta_n L = 1,875; 4,694; 7,855; 10,996$ ; и др. Так же как и в случае резонатора, закрепленного с двух концов, форма гармоник  $U_n(z)$  описывается уравнением (1.5) с отношением коэффициентов  $a_n/b_n = -1,3622; -0,9819; -1,008; -1,000$ ; и т.д. Можно отметить, что резонансная частота резонатора, закрепленного с обоих концов, выше частоты резонатора, закрепленного с одного конца.

### 1.3. Методы измерения резонансных характеристик НМР

Одной из основных задач измерения механических характеристик рассматриваемых НМР и систем на их основе. Точная регистрация малых колебаний резонаторов является ключевой задачей развития микро- и наноэлектромеханических систем (МЭМС и НЭМС). Для исследования смещения колебательных параметров НМР необходимо подобрать методику возбуждения и регистрации колебаний. Большинство методов измерения параметров НМР основаны на измерении параметров внешних резонаторов более крупного размера. В основе всех этих методов лежит преобразование электрического сигнала в механические колебания. Наиболее широко используемыми методами являются:

магнитодвижущий [70, 81, 82], электродвижущий [83] и применение схемы регистрации с использованием одноэлектронного транзистора [65, 84]. Некоторые из этих методов характеризуются высокой чувствительностью; например, чувствительность к смещению, в 5,8 раз превышающая предел неопределенности Гейзенберга, недавно была достигнута при сверхнизких температурах за счет емкостного соединения одноэлектронного транзистора (SET) и сверхчувствительной сети микроволнового обнаружения с наномеханическим резонатором [84].

К сожалению, большинство часть данных методов невозможно использовать в практических устройствах из-за экстремальных условий, необходимых для их работы, таких как сильные магнитные поля, низкие температуры или сложность устройств.

### 1.3.1. Магнитодвижущий метод

Магнитодвижущий метод заключается в помещении резонатора в магнитное однородное поле  $B$ , которое ориентировано перпендикулярно оси резонатора, при этом, через тело НМР пропускается высокочастотный переменный ток  $I$ . При колебаниях через резонатор проходит переменный ток  $I$ , при этом возникает сила Лоренца, направленная перпендикулярно  $B$  и  $I$ .

$$F_L(z, t) = I(t) \times B, [2] \quad (1.13)$$

при этом динамика изгибных деформаций описывается уравнением:

$$\rho A \frac{\partial^2 U}{\partial t^2}(z, t) + EI_y \frac{\partial^4 U}{\partial t^4}(z, t) = F_L(z) \exp \exp(-i\omega t). \quad (1.14)$$

Отклонение мостика от положения равновесия ( $U(z, t)$ ) с частотой переменного тока  $\omega$  определяется силой Лоренца и описывается выражением [85]:

$$U(z, t) = \alpha U_1(z) \exp \exp(-i\omega t), \quad (1.15)$$

где  $\alpha$  - безразмерная амплитуда колебаний.

При совпадении частоты вынуждающей силы и собственной резонансной частоты мостика  $\omega_0$ , возникает резкое увеличение амплитуды колебаний  $\alpha$ . В случае линейного режима (малые отклонения мостика) и однородной силы ( $F_L(z) =$

$F_L$ ) для безразмерной амплитуды для первой моды справедливо следующее выражение [2, 85]:  $\alpha = \frac{\eta}{\omega_0^2 - \omega^2 - \frac{i\omega_0^2}{Q}} \left( \frac{F_L}{m} \right)$ , где  $Q$  и  $m$  – добротность и масса мостика

НМР, соответственно. При этом  $\eta$  описывается выражением:  $\eta = \frac{1}{L^2} \int_0^L U(z) dz \approx 0,8309$  [2].

При перемещении мостика (контура с током) в магнитном поле возникает электродвижущая сила (ЭДС), которая пропорциональна изменению магнитного потока, а следовательно величине отклонения мостика [2]:

$$V(\omega) = \frac{d\Phi}{dt} = \frac{\partial}{\partial t} \int_0^L BU(z, t) dz. \quad (1.16)$$

Подставляя выражение (1.16) в (1.14) и проводя интегрирование, получаем:

$$V(\omega) = -i \frac{\omega \eta^2}{\omega_0^2 - \omega^2 - \frac{i\omega_0^2}{Q}} \frac{I_0 B^2 L^2}{m} \exp \exp(-i\omega t). \quad (1.17)$$

ЭДС зависит линейно от переменного тока  $I_0$ , квадратична магнитному полю и обратна массе НМР. При детектировании ЭДС с применением анализатора электрических цепей и подстройке частоты переменного тока можно записать амплитудно-частотную характеристику (АЧХ) резонатора [2, 70, 86] (рисунок 1.6).

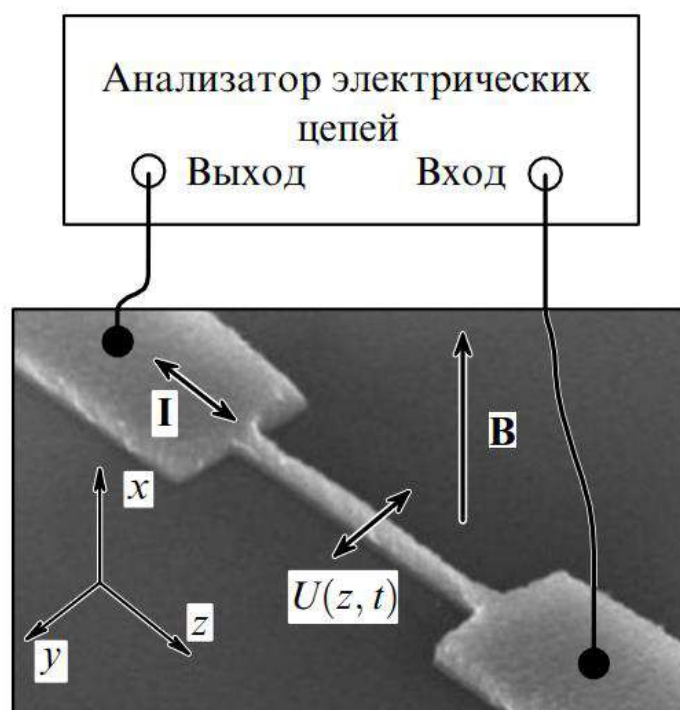


Рисунок 1.6. Схема измерения колебательных параметров НМР с применением магнитодвижущего метода [81]

К преимуществам магнитодвижущего метода можно отнести высокую чувствительность измерений колебательных характеристик. При этом требуется использовать достаточно сложные в эксплуатации источники сильного магнитного поля ( $B \sim 7$  Тл), требующие низких температур (4,2 К) [86].

Описанная методика не подходит для регистрации параметров НМР кантилеверного типа, так как через НМР должен протекать ток при измерении.

### 1.3.2. Электродвижущий (емкостной) метод

Ёмкостной метод, в отличие от магнитодвижущего, не предполагает использования источников сильного магнитного поля и основывается только на электрических явлениях. Такой метод позволяет исследовать характеристики резонаторов в широком температурном диапазоне  $T \sim 20$  мК – 300 К [83] и является одним из самых простых и наиболее часто используемых методов обнаружения небольших колебаний макроскопических объектов. Суть метода заключается в измерении емкости между объектом и неподвижным электростатическим

затвором, при этом сам резонатор является электродом смещения (рисунок 1.7) [83].

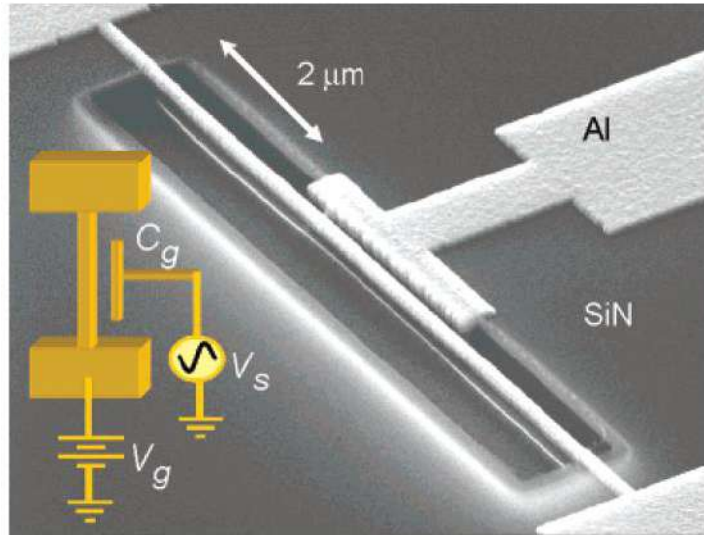


Рисунок 1.7. СЭМ изображение SiN<sub>x</sub> механического резонатора, покрытого пленкой Al. На вставке приведена эквивалентная схема [83]

Также для емкостного метода является характерным мультиплексное считывание данных с массива резонаторов, расположенных в единой микроэлектромеханической системе (МЭМС), при этом чувствительность метода не теряется. Условиями регистрации параметров от массива элементов без потери чувствительности является попадание частоты колебаний всех резонаторов в частотную полосу резонансного контура и наличие высококачественных усилителей [83]. Изображение такого массива представлено на рисунке 1.8.

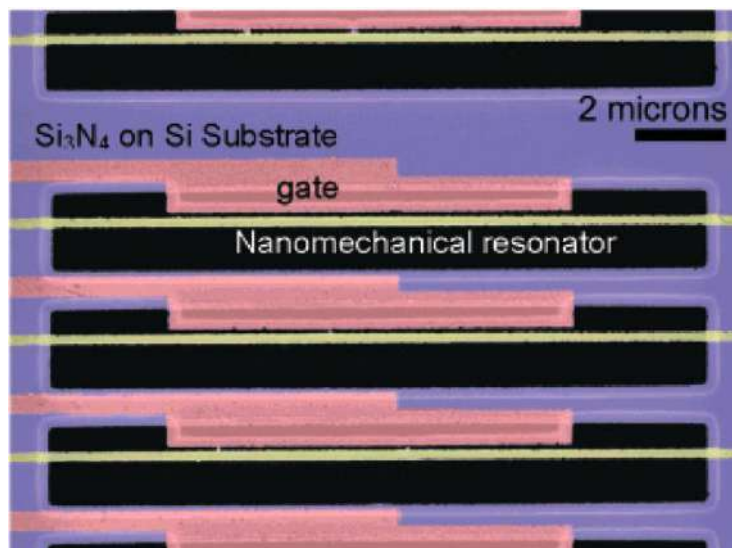


Рисунок 1.8. Массив резонаторов. Желтым цветом показаны резонаторы - электроды смещения ( $V_g$ ), розовым - электроды считывающей системы ( $V_s$ ), фиолетовым – слой  $\text{Si}_3\text{N}_4$  на Si подложке [83]

При емкостном методе резонатор непосредственно выступает в качестве электрода смещения  $V_g$  (если резонатор непроводящий, то на него напыляется проводящий слой). При этом механический резонатор (МР) связан ёмкостным образом с затвором ( $V_s$ ), на который подается сигнал с генератора, обеспечивающий колебания резонатора с заданной частотой. Амплитуда колебаний МР зависит от частоты приложенного сигнала. Затвор и электрод располагаются параллельно друг другу и образуют емкость зазора  $C_g$ . На затвор  $V_s$  подается высокочастотный сигнал с генератора  $V_s(t) = V_0 \cos(\omega t)$  с частотой  $\omega$ , который обеспечивает наличие изменяющейся электростатической силы, обуславливающей колебания резонатора. При подаче постоянного напряжения смещения на второй электрод ( $V_g$ ) фиксируется рабочая точка резонатора. Схема МР со считывающей системой ёмкостного типа представлена на рисунке 1.9 [83].

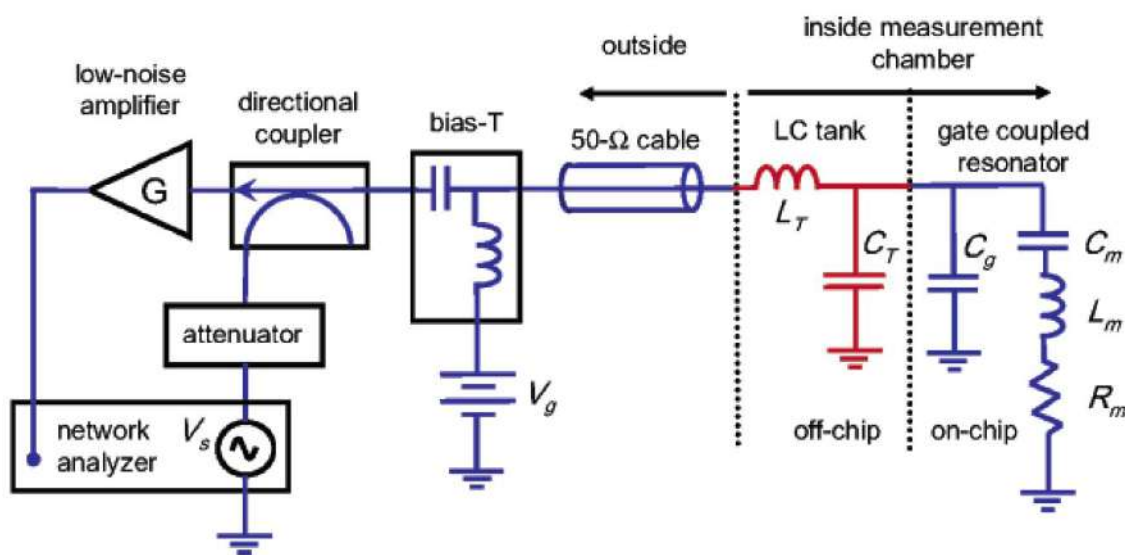


Рисунок 1.9. Схема МР со считывающей системой ёмкостного типа [83]

Эквивалентной схемой колебаний МР является последовательно соединенная RLC цепь, которая параллельна ёмкости зазора  $C_g$ , со следующими эффективными значениями емкости, индуктивности и сопротивления [83, 2] :

$$C_m = \frac{V_g^2 C_g^2}{\omega_0^2 d^2 M}, \quad L_m = \frac{d^2 M}{V_g^2 C_g^2}, \quad R_m = \frac{d^2 M \omega_0^2}{V_g^2 C_g^2 Q} \quad (1.18)$$

где  $M$  - эффективная масса резонатора,  $d$  - зазор между электродами,  $\omega_0$  - резонансная частота,  $Q$  - добротность.

Для малых колебаний резонатора  $U(t) \ll d$ , в рамках электромеханической модели резонатора, эквивалентный импеданс  $Z_T(\omega)$  системы можно представить, как [83]:

$$\frac{1}{Z_T(\omega)} = i\omega C_g + \frac{1}{i\omega L_m - \frac{i}{\omega C_m} + R_m} \quad (1.19)$$

Вне резонанса импеданс зазора между затвором и резонатором принимает значение  $|Z_T| \approx \frac{1}{\omega C_g}$ , а вблизи резонанса  $|Z_T| \approx R_m$ . Для согласования полного импеданса (обычно превышающего 100 кОм [87]) с внешней измерительной цепью в 50 Ом применяется контур, параллельно соединенный с МР. В этом случае характерна эффективная передача высокочастотного сигнала к резонатору и полный импеданс цепи на резонансной частоте:  $Z_{total}(\omega_0) \approx \frac{Z_{LC}^2}{R_m} + R_T \approx 50$  Ом, где  $R_T$  - омические потери (при идеальном подборе согласующего контура  $R_T$  электродов схемы пренебрегают).

При этом импеданс резонансного контура определяется выражением:  $Z_{LC} = \sqrt{L_T/C_T}$ . При наилучшем подборе согласующего контура практически вся мощность передается резонатору, что приводит к характерной особенности в сигнале (рисунок 1.10 а), отраженном от ВЧ-цепи, по которой можно определить частоту и добротность МР.

Чувствительность такого метода ограничивается шумами цепи и качеством согласования полного импеданса. Чувствительность емкостного метода, экспериментально продемонстрированная в работе [83], составила  $4,1 \cdot 10^{-12} \frac{\text{м}}{\sqrt{\Gamma_{\text{ц}}}}$  (при напряжении постоянного смещения  $V_g = 15$  В и омических потерях  $R_T = 600$  Ом). Теоретически оцененная чувствительность при том же усилителе, но в отсутствии

потерь равна  $2,1 \cdot 10^{-13} \frac{\text{М}}{\sqrt{\text{Гц}}}$  (при  $R_T=0$ , а  $V_g=15$  В), что близко к чувствительности магнитодвижущих методов и оптических интерферометров [83].

К достоинствам такого метода можно отнести возможность измерения параметров колебаний массива резонаторов, если их значение частоты находится в рабочей полосе пропускания резонансного контура. АЧХ массива МР представлена на рисунке 1.10 б. В работе [83] показано, что без потери чувствительности в полосе 1 МГц можно измерить частоту порядка 100 резонаторов. Однако емкостной метод неэффективен для наноразмерных механических резонаторов (НМР), поскольку при колебаниях изменение емкости между резонатором и затвором слишком мало [83, 87].

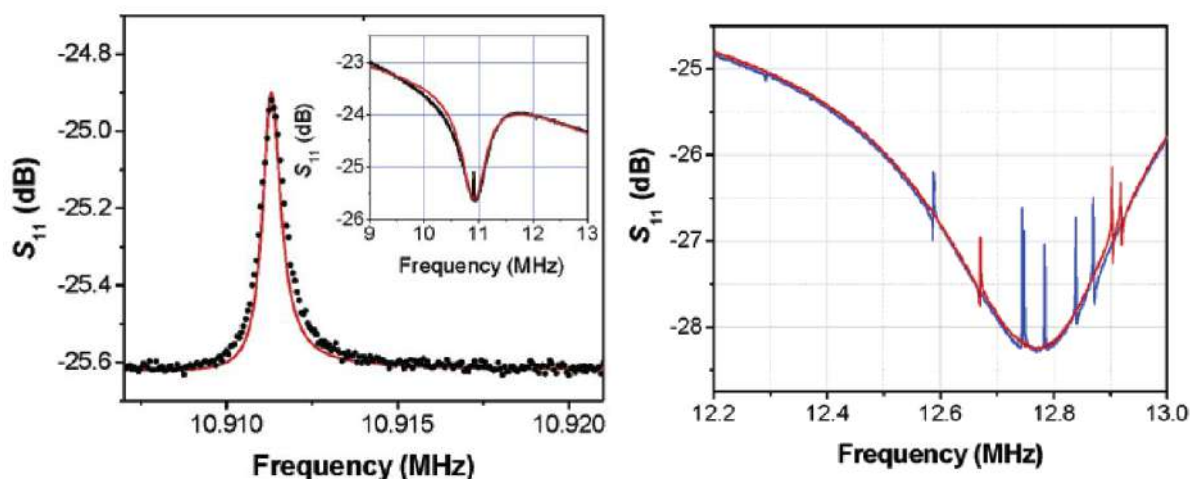


Рисунок 1.10. АЧХ (а) одиночного МР, (б) массива МР [83]

### 1.3.3. Измерительная схема на основе одноэлектронного транзистора

Для повышения чувствительности системы измерения колебательных параметров резонаторов необходимо использовать более чувствительные методики регистрации малых смещений. В качестве такого метода может выступать ёмкостная схема НМР со сверхпроводящим одноэлектронным транзистором (ОТ), характеризующимся высокой чувствительностью к электрическому сигналу и повышенным коэффициентом преобразования механических колебаний в электрический сигнал. Такая схема регистрации колебаний состоит из НМР мостового типа, связанного емкостным образом с островом ОТ ( $C_g$ ) через два туннельных контакта (J) с противоположной стороны

от электрода ёмкостного актуатора (затвора), и планарной микроволновой схемой согласования (LC) на единой подложке (рисунок 1.11 [65]). На НМР подается постоянное напряжения  $V_{dc}$ , и при смещении НМР на  $x$  изменение заряда определяется выражением  $\Delta q = V_{dc}\Delta C(x)$ , где  $\Delta C(x)$  – изменение емкости между островом и затвором. Затвор с островом ОТ образуют плоскопараллельный конденсатор, при этом изменение электрического заряда при механическом смещении составляет  $\Delta q \approx (\frac{x}{d})C_0V_{dc}$ , где  $C_0$  – равновесное значение емкости,  $d$  – равновесное расстояние между емкостью и затвором [65]. Преобразование электрического сигнала в механические колебания определяется величиной значения постоянного напряжения  $V_{dc}$ , которое ограничивается напряжением пробоя.

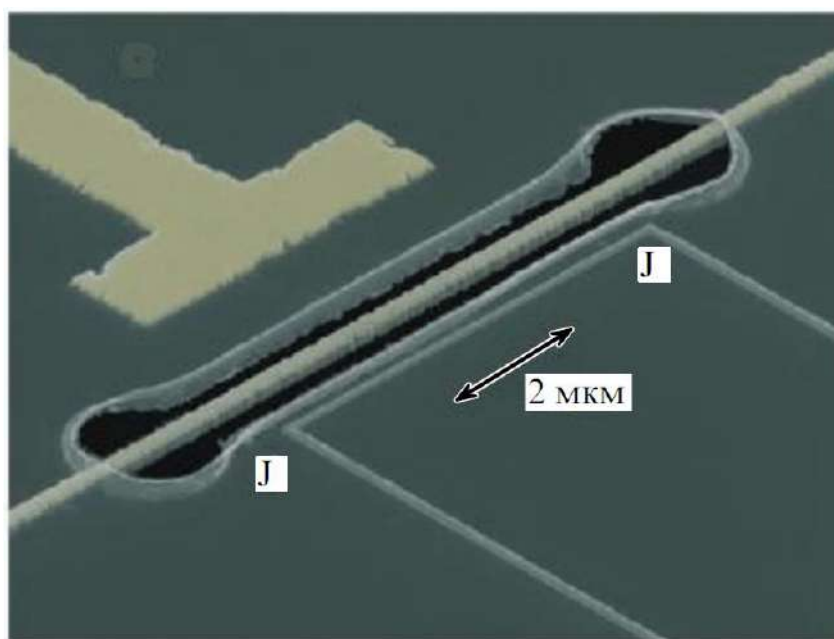


Рисунок 1.11. СЭМ- изображение практической реализации интеграции НМР с ОТ [65]

Чувствительность такого метода определяется шумовыми характеристиками транзистора. В работе [66] приведена оценка порога чувствительности ОТ с зарядовым шумом  $6 \cdot 10^{-6} e / \sqrt{\text{Гц}}$ , которая составляет  $\delta x = 4 \cdot 10^{-6} \text{Å} \sqrt{\text{Гц}}$  при  $d=100 \text{ нм}$ ,  $C_0 = 5 \cdot 10^{-17} \text{Ф}$  и  $V_{dc} = 5 \text{ В}$ .

### 1.3.4. Визуализация колебаний

Традиционные методы измерения колебаний НМР либо сложны в применении и требуют использования литографических технологий субмикронного разрешения для создания электрических контуров, как в случае с ёмкостными схемами и схемами с одноэлектронными транзисторами, либо предполагают использование особых экстремальных условий, таких как мощные магнитные поля и криогенные установки. Это ограничивает геометрические формы НМР, поскольку для них необходим замкнутый контур, как в случае с магнитодвижущими схемами. Из-за этого проведение экспериментов с опытными НМР на практике, особенно с кантилеверами, часто оказывается слишком дорогостоящим с точки зрения оборудования и доступно только ведущим лабораториям, оснащенным широким спектром высококлассного оборудования.

Наиболее доступной методикой для снятия АЧХ при не очень высоких требованиях к точности измерений является *in-situ* техника визуализации колебаний в СЭМ [88, 89]. В рамках этого подхода АЧХ наномеханического резонатора (чаще всего кантилеверного типа) записывается путем измерения амплитуды размытия структуры при подаче на актуатор сигнала с изменением частоты. Видеозапись колебаний обрабатывается автоматически с помощью специального программного обеспечения, основанного на технологии компьютерного зрения.

При визуализации колебаний во время измерений можно отслеживать не только резонансную частоту, но и форму колебаний, а также положение узлов высших гармоник. Эти параметры чувствительны к изменениям инерционной массы, что открывает широкие возможности для исследования новых методов измерений и является ключевым моментом данной работы. Чувствительность методики визуализации ограничена разрешением СЭМ и побочным эффектом осаждения углерода на наноструктуру при экспонировании электронным пучком во время записи АЧХ.

## 1.4. Основные виды детекторов масс микро- и нанообъектов

Благодаря своей малой массе НЭМС являются перспективными структурами для создания детекторов сверхмалых масс. Чувствительность таких сенсоров позволяет достичь разрешения по массе вплоть до одной молекулы [8, 90]. Сверхчувствительные масс-детекторы, в основе которых лежит принцип резонансного взвешивания, применяются во многих областях науки и техники. Детектирование массы с помощью НЭМС проводится по измерению сдвига резонансной частоты резонатора, обусловленного добавлением измеряемой массы к НМР. Указанные детекторы можно разделить по типу наномеханического резонатора, используемого в них в качестве рабочего тела. Диапазон применения исследуемых детекторов зависит от формы, размера и других параметров резонатора. В качестве рабочего тела резонатора может выступать мембрана, при этом на нее помещается объект, массу которого требуется измерить. Также в качестве рабочего тела может выступать балка, закрепленная либо с одной стороны (кантилеверный тип резонатора), либо с двух (мостовой резонатор). Масс-детекторы, в которых используются наномеханические резонаторы в виде закрепленных с двух сторон балок, используются для измерения масс в диапазоне  $10^{-14} - 10^{-18}$  г. В случае измерения меньших масс, используются закрепленные с одной стороны висеры или углеродные нанотрубки, способные измерять массу порядка  $10^{-22}$  г [91, 92].

### 1.4.1. Мембранные масс-детекторы

Мембранные масс-детекторы, благодаря своей геометрии, нашли применение в качестве детекторов массы в том числе в установках магнетронного и вакуумного напыления, при определении толщин напыляемых слоев (предельной толщиной порядка нескольких Å) [93-95]. Детекторы такого типа зачастую состоят из одной или нескольких макроскопических пластин. Как и другие масс-детекторы, основной принцип работы мембранных детекторов основан на смещении резонансной частоты колебаний мембраны при осаждении на нее вещества (либо «прилипанию» исследуемого объекта).

В работе [96] определяли меняющиеся со временем состав и структуру капли, нанесенной на кварцевый резонатор. Капля исследуемой жидкости помещалась вблизи конца пластины (рисунок 1.12). Пластина совершала при этом продольные колебания. Измеряемой величиной являлась комплексная электрическая проводимость резонатора, нагруженного каплей, при этом собственная емкость резонатора и емкость соединительного кабеля вычислялась по мостовой схемой.

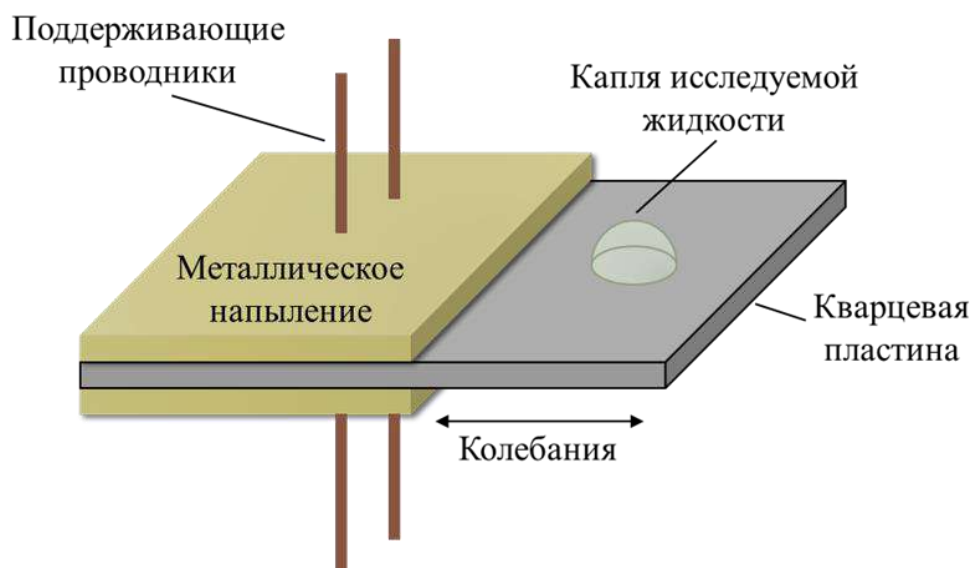


Рисунок 1.12. Схема кварцевого резонатора [96]

Перспективным направлением исследований, связанным с мембранными масс-детекторами, является использование в качестве рабочего тела резонатора графеновых слоев, которые отличаются высокой жесткостью по сравнению с другими материалами при относительно малой массе. Так, в работе [97] была предложена конструкция однослойного резонатора, состоящего из графенового слоя, закрепленного на изолирующих опорах. Под графеновым слоем располагалась проводящая поверхность, при этом между ними создавалось электрическое поле с помощью источника ЭДС. Такой резонатор имел длину 500-1000 нм, ширина графеновой мембраны при этом составляла 10-20 нм, а расстояние между ней и проводящей поверхностью составляла порядка 10-20 нм. Схема однослойного резонатора (с одной мембраной) представлена на рисунке 1.13.

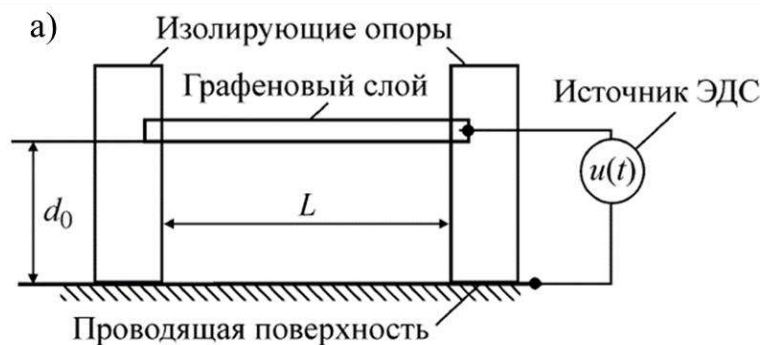


Рисунок 1.13. Схемы (а) однослойного резонатора [97]

В отличие от мембранных масс-детекторов, НМР которых является кварцевая мембрана, наномеханические резонаторы из графеновых мембран практически мало реализуемы в виду высокой сложности изготовления подобных устройств.

#### 1.4.2. Мостовые масс-детекторы

Масс-детекторы мостового типа являются одними из самых широко изученных НЭМС [72, 98, 99]. Указанные датчики массы обладают высокой чувствительностью и используются во многих областях науки и техники [100-105]. В качестве рабочего тела масс-детектора мостового типа используется закрепленная с двух сторон балка (рисунок 1.14) [62].

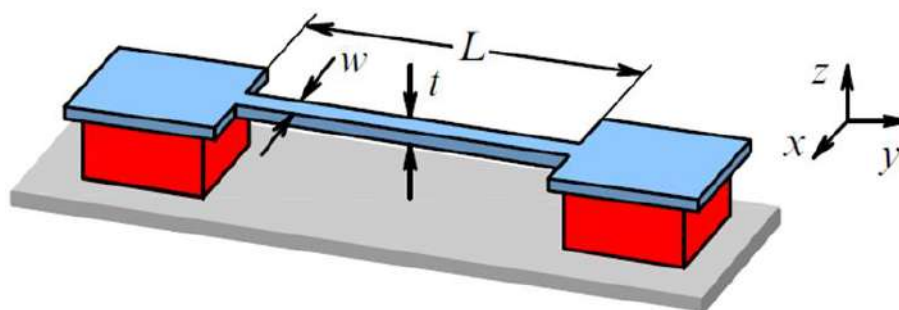


Рисунок 1.14. Схема мостового масс-детектора [62]

В работе [8] авторы провели измерение осажденной массы Au, адсорбированного на поверхности резонатора мостового типа с частотой колебаний 32,8 МГц. При этом, SiC балка была покрыта Al слоем и закреплена на поверхности контактных площадок (обозначенных буквой «Г» на рисунке 1.15), с помощью которых реализовывался мониторинг температуры. Температура

резонатора поддерживалась на уровне  $T \sim 17$  К для обеспечения прилипания атомов Au и минимизации тепловых колебаний резонатора, вызывающих дрейф частоты при воздействии «горячих» атомов Au, формируемых с применением источника термического испарения. Эксперимент проводился в условиях сверхвысокого вакуума. По сдвигу резонансной частоты была оценена чувствительность такого резонатора, которая составила  $2,53 \cdot 10^{-18}$  г. Изображение однородных SiC балок, получаемых с помощью высокотехнологичных процедур фотолитографии, напыления материала и плазменного травления, представлено на рисунке 1.15 [8].

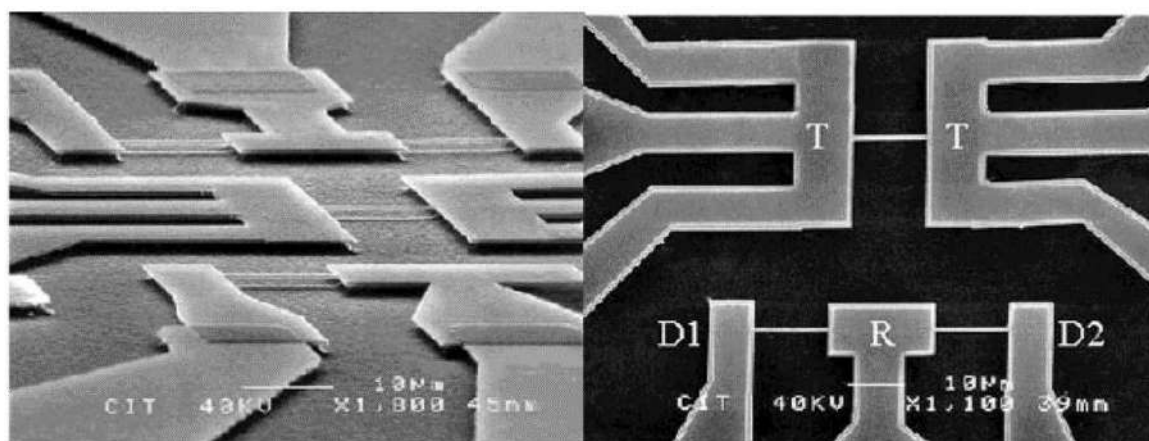


Рисунок 1.15. СЭМ изображение масс-детектора мостового типа из SiC [8]

Также в качестве материалов для создания НМР мостового масс-детектора могут быть использованы поликристаллический кремний и нитрид кремния ( $\text{SiN}_x$ ) [7]. Так, в работе [7] в условиях высокого вакуума измеряли инерционную массу молекул тиолата, адсорбированных на изготовленных площадках, покрытых слоем Au (рисунок 1.16). Масса осажденного вещества определялась по сдвигу резонансной частоты балки, рассчитанной в рамках теории Эйлера–Бернулли. При этом, экспериментально определенная чувствительность такого резонатора составила порядка  $10^{-18}$  г. Использование резонаторов без нанесения Au-контактов не показало сдвига собственной частоты, что свидетельствовало о необходимости нанесения Au слоя для обеспечения «прилипания» тиолата.

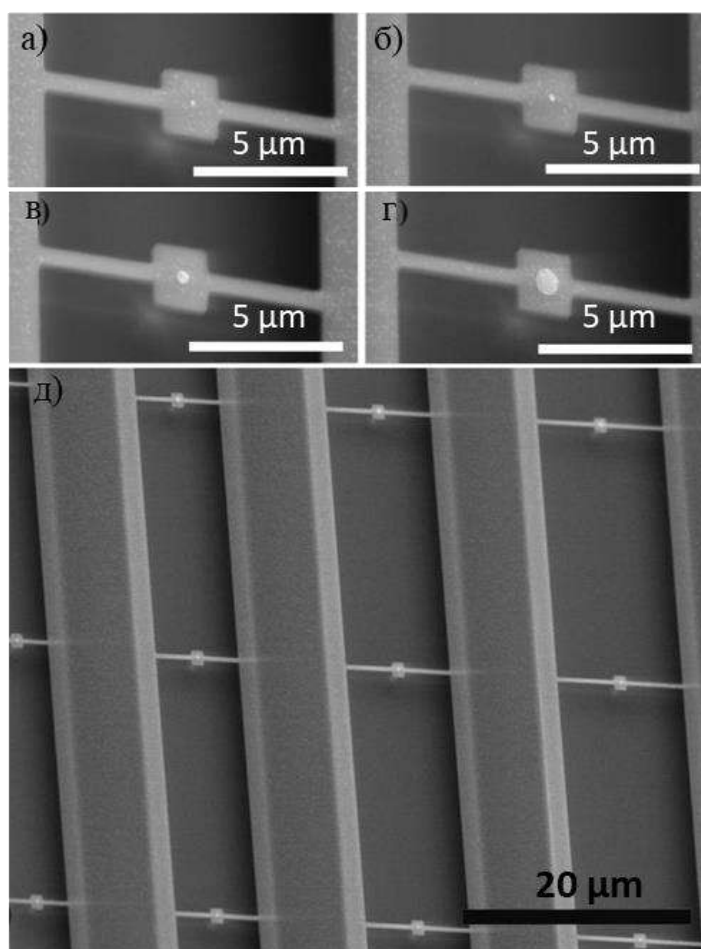


Рисунок 1.16. СЭМ изображение мостового масс-детектора из поликристаллического кремния с Au площадками (а-г). Диаметры Au-площадок составляли 50, 100, 200 и 400 нм, слева направо для двух рядов изображений. (д) СЭМ-изображение массива мостовых резонаторов [7]

Несмотря на преимущества использования мостовых масс-детекторов в НЭМС, создание масс-детекторов данного типа сопряжено с необходимостью использования трудоемких и длительных процедур фотолитографии, напыления материала и плазменного травления. Кроме того, чувствительность данного типа масс-детекторов ограничена неконтролируемым напылением материала, высоким уровнем шумов и мала в сравнении с масс-детекторами, например, кантилеверного типа, добротность которых выше из-за отсутствия потерь, связанных с закреплением второго конца балки. Измерение массы нанообъектов масс-детекторами мостового типа проводится в условиях сверхвысокого вакуума и предполагает мониторинг температуры для отслеживания и минимизации

паразитных тепловых колебаний резонатора, вносящих погрешность в измерение собственной частоты и соответственно массы. Детектирование массы с применением датчиков мостового типа требует оптимизации устройств НЭМС.

### 1.4.3. Масс-детекторы кантилеверного типа

В качестве рабочего тела в масс-детекторе кантилеверного типа используется балка, жестко закрепленная с одного края. Уникальная чувствительность нанокантилевера делает его привлекательным устройством для проведения различных исследований в биофизике и биохимии. В данном разделе описаны основные области применения нано- и микрокантилеверов как эффективных датчиков массы, химических датчиков и ультрачувствительных биосенсоров. В качестве материала балки для измерения сверхмалых масс зачастую используются кремниевые кантилеверы, используемые в атомно-силовой микроскопии (АСМ), углеродные нанотрубки, аморфные УНВ, кремниевые и нитрид кремниевые НК [106, 2]. В работе [107] показана возможность создания кантилеверного масс-детектора, НМР которого выполнен из алюминия. Чувствительность полученного НМР выше, чем у кремниевых кантилеверов, но изготовление устройств из данного материала сопряжено с такими же трудоемкими процедурами, как и из кремния. Также в работе [108] показана технология изготовления НМР из полимерного материала SU-8 с низким модулем Юнга и, вследствие чего, низкой чувствительностью определения массы нанообъектов.

При детектировании массы с применением кантилевера регистрируется изменение его резонансной частоты, обусловленное изменением его массы в результате нанесения на него исследуемого вещества (динамический режим работы кантилевера). В настоящее время наилучшее значение пороговой чувствительности нанокантилевера при изменении массы составляет несколько центограммов (цг,  $10^{-21}$  г) [109, 110]. В работе [111] динамический режим впервые был применён для детектирования паров ртути. Впоследствии были разработаны сверхчувствительные нанокантилеверы, способные детектировать изменение массы на уровне 1 аг ( $10^{-18}$  г) [108] и  $\approx 1$  цг [110]. Были предложены также и другие

структуры нанокантилеверов, обладающие чрезвычайно высокой чувствительностью при измерении массы [8, 62, 98]. С помощью этих детекторов впервые были измерены массы некоторых вирусов [112, 113]. Как сверхчувствительные детекторы массы исследовались также кантилеверы, выполненные из алюминия [107] и на основе полимеров (для измерения массы молекулы дезоксирибонуклеиновой кислоты (ДНК) [108]. Следует также отметить работу [114], в которой показано, что порог чувствительности кантилевера по массе возрастает при работе на более высоких колебательных модах кантилевера. В работе [115] была продемонстрирована идея использования полого кантилевера. Исследуемое вещество протекало через полость кантилевера, изменяя его резонансные характеристики. Пороговая чувствительность по массе, полученная в [115], составляет 1 аг. Такая конструкция кантилевера позволяет взвешивать биомолекулы и одиночные клетки. Микромеханические осцилляторы также использовались в качестве биосенсоров для детектирования скорости роста бактерий *Escherichia coli* [116, 117] и некоторых бактериальных спор [118, 119]. Принцип измерения основывался на определении изменения резонансной частоты кантилевера при увеличении его массы. Исследования по преобразованию химической энергии в микромеханическую работу открывают совершенно новый подход к созданию механических биосенсоров и устройств на наноразмерном уровне. Также следует упомянуть применение нанокантилеверов для изучения жидких биологических сред. Функционирование нанокантилевера в жидкости предъявляет более высокие требования к эксперименту [120-122].

Стоит отметить, что для измерения сверхмалых масс в масс-детекторах важно уменьшить массу НМР - для увеличения чувствительности. Хотя многие предыдущие попытки прецизионного определения массы были сосредоточены на геометрии мостового типа [8], обеспечивающего простое электрическое считывание, геометрия с одинарным зажимом имеет заметные преимущества. Динамический диапазон кантилеверных НМР (по сути, насколько далеко они могут изогнуться, прежде чем нелинейные эффекты станут доминирующими) значительно больше, чем у мостовых НМР. Кроме того, резонаторы с одним

зажимом имеют более высокие добротности (и как следствие, более острые резонансные пики) из-за уменьшения потерь при зажиме.

Для создания нанорезонаторов на основе кремния, нитрида кремния, углеродных нанотрубок необходимо проведение трудоемких процедур фотолитографии, напыления металлов и плазменного травления, что существенно ограничивает использования таких систем в условиях экспресс диагностики [70]. С другой стороны, УНВ можно выращивать из остаточной атмосферы в СЭМ, что делает их удобными для проведения экспресс анализа массы. Также к преимуществам данного материала можно отнести возможность создания на конце УНВ ловушек для захвата исследуемой массы. Так, в работе [9] была показана возможность создания на конце УНВ ловушек для наночастиц размером порядка 170 нм. Изображение полученной ловушки представлено на рисунке 1.17.

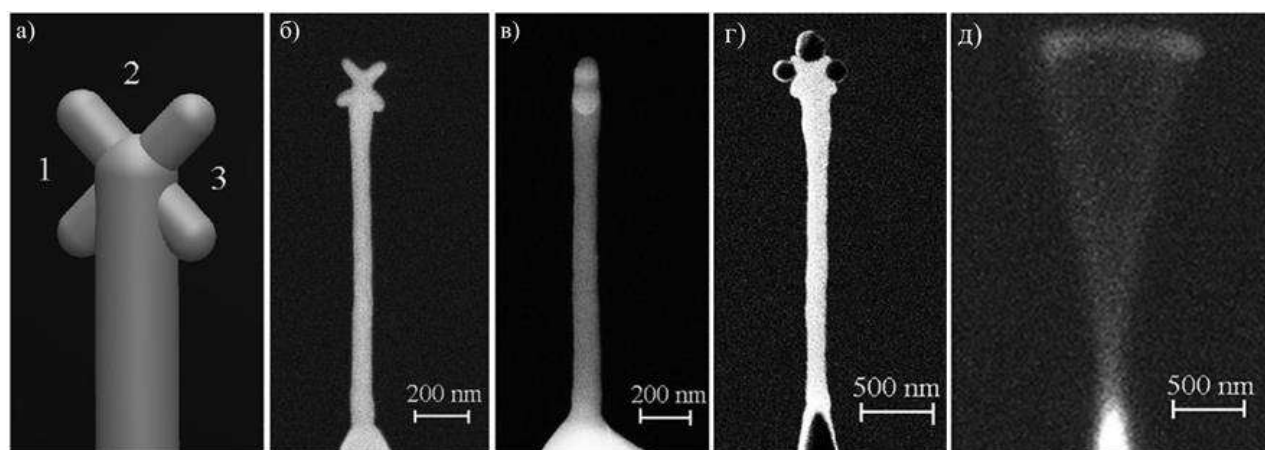


Рисунок 1.17. Наноловушка на конце УНВ. а) Модель ловушки, 1,2,3 – места для захвата наносфер. б) СЭМ-изображение УНВ с ловушкой - вид спереди, в), вид сбоку, г) СЭМ изображение Au частиц в ловушках УНВ, (д) СЭМ-изображение колебаний УНВ [9]

Наномеханические резонаторы из УНВ, обладающие малой массой, представляют значительный интерес в современной науке и технике ввиду их активного использования в составе МЭМС и НЭМС, позволяющих измерять свойства микро- и нанообъектов и действующих на них сил [123]. Более того, за счет относительно простого метода создания таких наноструктур, УНВ рассматриваются как перспективная система материалов для создания детекторов

малых масс.

В работе [1] с использованием НМР кантиливерного типа на основе УНТ, удалось в условиях сверхвысокого вакуума измерить массу отдельных атомов золота (порядка  $10^{-22}$  г). Изображение указанного масс-детектора УНТ представлено на рисунке 1.18.

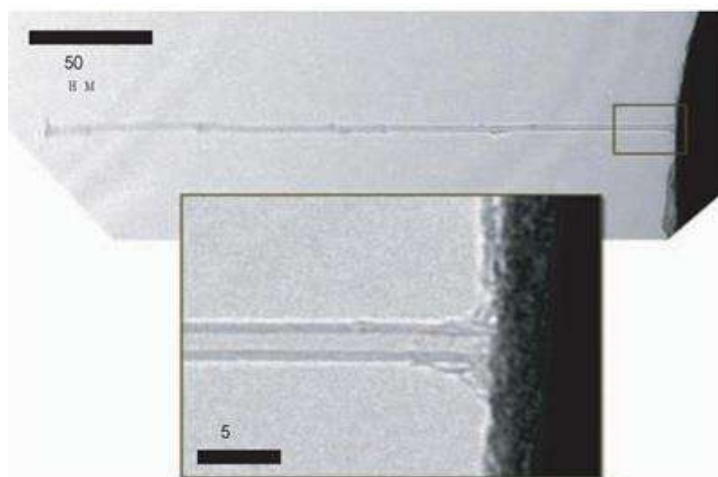


Рисунок 1.18. СЭМ-изображение устройства наномеханического масс-детектора, созданного из двуслойной углеродной нанотрубки [1]

В заключение этого раздела необходимо указать, что УНТ, благодаря своим малым диаметру и массе, а также бездефектной структуре на молекулярном уровне, в настоящее время являются перспективными материалами для создания НЭМС различного применения. Следует отметить, что при применении НМР на основе УНТ требуются специальные условия работы, а именно, наличие сверхвысокого вакуума и сверхнизких температур (единиц мК), также такие резонаторы являются достаточно трудоемкими в изготовлении.

### 1.5. Основные виды нанооптомеханических систем

Исследование влияния лазерного излучения на механические свойства наноосцилляторов актуально при разработке детекторов оптомеханических эффектов, обладающих высокой фоточувствительностью [13, 124-126].

В работе [124] описана методика детектирования теплового шума при колебаниях резонатора. В качестве нанорезонатора использовалась гибридная

нанооптомеханическая система, состоящая из SiC нанопроволоки с одиночным дефектом в виде вакансии азота (ВА-дефект). SiC проволока имела длину 46 мкм и диаметр 200 нм и располагалась на конце металлического острья (рисунок 1.19 а). Одиночный ВА-дефект размещался в наноалмазе размером 50 нм и прикреплялся к свободному концу нанопроволоки. ВА-центр действовал как источник одиночных фотонов, его нанодвижение кодировалось в состоянии квантового эмиттера после погружения в сильно локализованное световое поле накачки, полученное в фокусе объектива с высокой числовой апертурой. Гибридную систему исследовали с помощью конфокального микроскопа, основанного на объективах с высокой числовой апертурой ( $NA = 0,75$ ). Лазер накачки 532 нм служил как для измерения положения гибридного нанорезонатора проходящим или отраженным лучом [124], так и для накачки ВА-дефекта. Его флуоресценция в диапазоне 630—750 нм регистрировалась на лавинных фотодетекторах, работающих в режиме счета фотонов с темновым шумом менее 50 отсчетов в секунду. Установка изображена на рисунке 1.9 б.

Авторы работы [124] исследовали взаимосвязь между нанодвижением резонатора и статистикой обнаруженных фотонов, а также их пространственно-временные корреляционные свойства. В указанной работе авторы количественно определяли колебания наномеханического резонатора при низких интенсивностях света в режиме счета фотонов, когда за период колебаний регистрировалось менее одного фотона, когда стандартные детекторы ограничены темновым шумом.

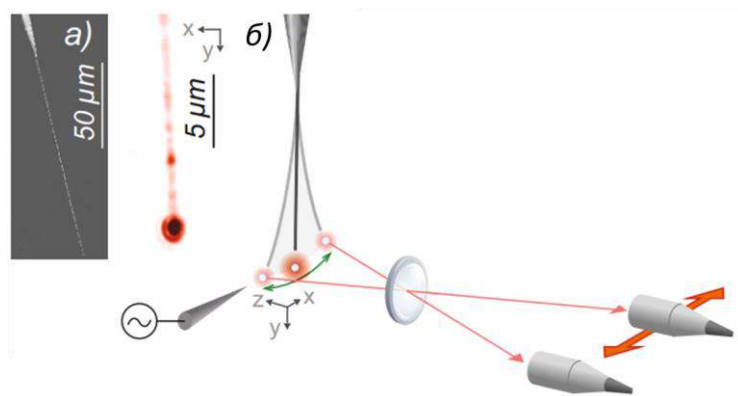


Рисунок. 1.19 [124]. Одиночный квантовый эмиттер, гибридный с наномеханическим осциллятором. (а) СЭМ и флуоресцентное изображение

гибридной системы, показывающее наличие яркого квантового эмиттера на конце нанопроволоки. (б): схема экспериментальной установки

В работе [125] в условиях сверхвысокого вакуума были проведены эксперименты по исследованию тепловых колебаний резонатора кантилеверного типа при комнатной температуре при мощности лазерного зонда менее 1 мкВт. Нанорезонатор представлял собой гибридную оптомеханическую систему на основе УНТ, на конце которой находился оптический рассеиватель в виде Pt НЧ. Нанотрубки, используемые в данной работе, выращивались методом химического осаждения из паровой фазы на кремниевых подложках и прикреплялись к поверхности подложки силами Ван-дер-Ваальса, при этом часть нанотрубок выходила за край подложки, образуя одиночные кантилеверные резонаторы (рисунок 1.20 а) длиной в диапазоне 100 нм–10 мкм. Pt НЧ выращивались на конце резонатора в СЭМ с применением метода осаждения материала при подаче в камеру СЭМ газа-прекурсора на основе вещества (триметил (метилциклопентадиенил) платина (IV)).

Схема экспериментальной установки представлена на рисунке 1.20 б. Система помещалась в перетяжку сфокусированного луча когерентного света, излучаемого He-Ne-лазером. Рассеянный свет в отражении собирался с помощью оптического циркулятора и далее направлялся на лавинный фотоприемник. Сканирование образца поперек фокальной плоскости позволило построить профиль интенсивности обратного рассеяния, при этом Pt НЧ действовала как локальный зонд электромагнитного поля. Наблюдалась модуляция рассеянной интенсивности в зависимости от поперечного и вертикального положения перетяжки луча. При смещении от центра луча колебания движения резонатора приводили к модуляции интенсивности обратного рассеяния, пропорциональной смещениям. В работе показано, что наномеханическое движение резонатора может определяться наличием тепловой силы. И несмотря на низкую используемую входную оптическую мощность ( $\approx 1$  мкВт), было детектировано наличие динамических эффектов со стороны оптического луча, приводящих либо к

охлаждению, либо к усилению тепловых колебаний в левой и правой части фокальной плоскости. Авторы в [125] указывают на перспективность использования наночастиц в качестве детекторов эффектов, индуцированных оптическим излучением, для повышения чувствительности оптомеханических исследований. За счет поглощающей природы Pt НЧ было продемонстрировано фототермическое охлаждение наномеханического резонатора.

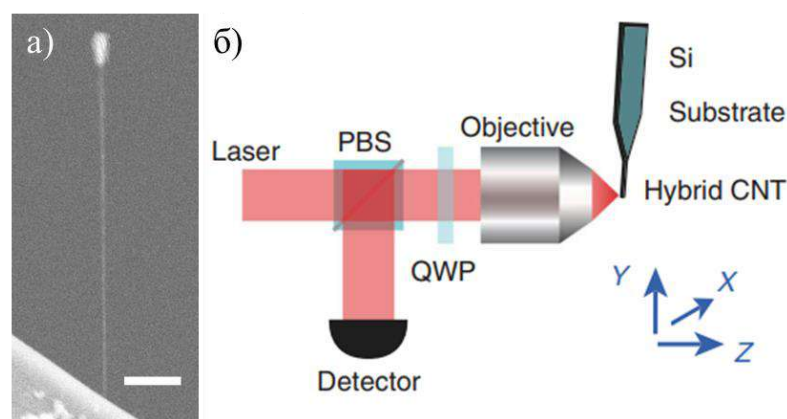


Рисунок. 1.20. [125] (а) СЭМ изображение нанорезонатора (размерная метка: 1 мкм); (б) схема экспериментальной установки

Описанные детекторы оптомеханических эффектов в работах [13, 124-126] имеют некоторые недостатки и перспективы для улучшения. Работа указанных сенсоров зачастую сопровождается требованиями к достаточно экстремальным условиям функционирования, например, сверхвысокому вакууму и низким температурам, сложными установками изготовления детекторов.

## Выводы к Главе 1

Приборы на основе микро- и наноструктур имеют большой коммерческий потенциал и широкую область применения. Особое внимание привлекают НЭМС, которые обладают высокой чувствительностью к внешним воздействиям, что позволяет применять их в качестве высокочувствительных сенсоров сверхмалых сил и масс. Чувствительным элементом таких систем является НМР. В качестве рабочего тела НМР могут выступать кварцевые мембраны, УНТ, кремниевые и нитрид кремниевые нитевидные нанокристаллы, пластины из поликристаллического кремния и нитрида кремния, описанные в 1 главе. Создание

таких детекторов сопряжено с необходимостью использования процедур фотолитографии, напыления материала и плазменного травления.

Современные подходы к детектированию малой инерционной массы и сверхмалых сил с помощью НЭМС основаны на прецизионных измерениях изменения АЧХ резонатора. В настоящее время измерение механических параметров НМР требует применение достаточно сложных оптических, механических или электронных систем детектирования. Описанные в данной главе недостатки современных НМР могут быть преодолены за счет использования в качестве рабочего тела УНВ, которые могут быть выращены с помощью метода осаждение материала под действием сфокусированного электронного пучка (FEBID). УНВ не требуют для создания НМР использования методов фотолитографии, эпитаксии или напыления. 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.

Описанные в данной главе детекторы оптомеханических эффектов имеют некоторые недостатки и перспективы для улучшения, их работа зачастую сопровождается достаточно экстремальными условиям функционирования, такими как, сверхвысокий вакуум и низкие температуры, а также сложными установками для изготовления детекторов. В данной работе предлагается при детектировании эффектов, индуцированных оптическим излучением, использовать нанооптомеханическую систему НОМС на основе УНВ.

## **ГЛАВА 2. ОПИСАНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ УСТАНОВОК И МЕТОДИК ПРОВЕДЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТА**

### **2.1. Формирование УНВ и структур на их основе под действием сфокусированного электронного пучка**

Для создания наноосцилляторов на основе УНВ использовались СЭМ Quanta Inspect (FEI) и установка электрохимического травления Etchenger (НТ-СПб), что в совокупности обеспечило относительную простоту и дешевизну технологического процесса изготовления в сравнении, например, с молекулярно-пучковой эпитаксией, часто используемой для роста полупроводниковых наноструктур. При создании НМР консольного типа на основе УНВ вначале требовалось исследовать процессы травления вольфрамовых игл, на которых выращиваются УНВ. Также требовалось выявить характеристики электронного пучка в СЭМ, обеспечивающие однородность морфологии растущих аморфных УНВ. Следует подчеркнуть, что результаты формирования углеродных наноструктур после завершения процесса могут быть визуализированы непосредственно в камере СЭМ (без разрыва вакуума).

#### **2.1.1. Электрохимическое травление вольфрамовых игл**

В настоящей работе наноструктуры выращивались на вершине острий из вольфрамовой проволоки, при этом, как будет показано далее, радиус закругления острия оказывал непосредственное влияние на механические характеристики осцилляторов. Металлические острия создавались с помощью метода электрохимического травления вольфрамовой проволоки в 5% растворе КОН (рисунок 2.1 а). Следует отметить, что заостренная проволока является не только основанием (подложкой) для роста нановискерных структур, но также выполняет функцию передачи энергии механических колебаний от возбуждающей системы к вискеру. В связи с этим возникает необходимость контроля параметров процесса травления для получения иглы заданной формы.

При росте вискером на вершине острий с диаметром закругления менее 1 мкм растущая структура имеет большую площадь контакта с острием (вискер “обхватывает” вершину острия), при этом падает эффективность передачи

колебаний нановискеру. Также важно контролировать длину конуса иглы, так как в случае слишком длинного острия (более 250 мкм) собственные резонансные частоты такой иглы могут перекрываться с собственными частотами вискера, что повышает погрешность определения его механических характеристик. Таким образом, в данном исследовании являлось важным определение оптимальных параметров травления, обеспечивающих формирование требуемой формы иглы (допустимые значения диаметра иглы в диапазоне 1 - 8 мкм, а длины конуса ~ 100 - 200 мкм), рисунок 2.1 в.

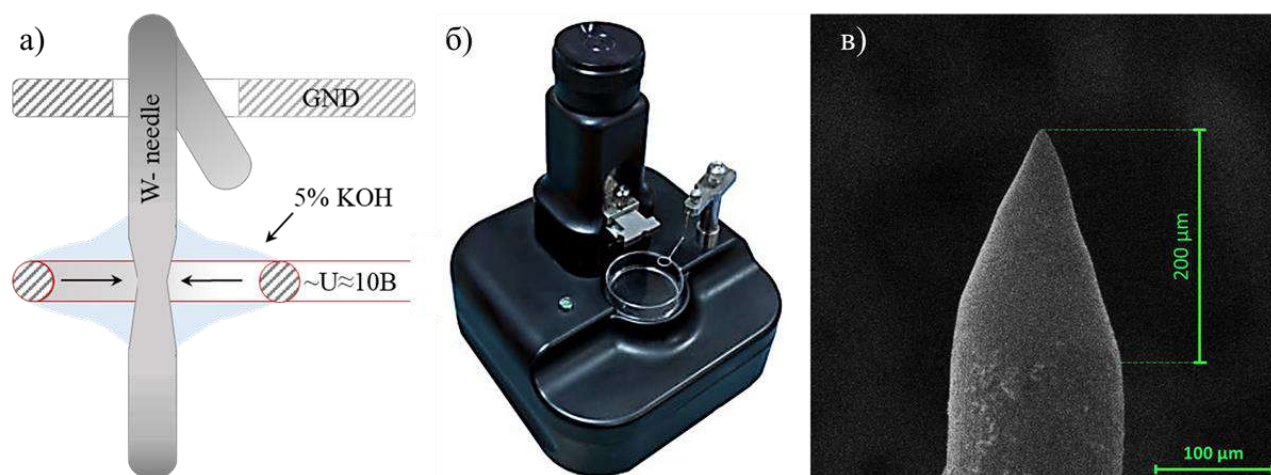


Рисунок 2.1. Схема процесса травления (а), установка электрохимической заточки игл (б) [127], СЭМ изображение вольфрамовой иглы (в)

Для электрохимического травления W игл использовалась установка (рисунок 2.1 б), состоящая из колонны с шаговым двигателем, отвечающим за перемещение проволоки по вертикали. Исходная проволока диаметром 170 мкм с V-образным кончиком (форма кончика обуславливается удобством последующего закрепления острия в пьезотрубчатом элементе) закреплялась в проводящей пластине (диафрагме). Второй конец проволоки проходил через металлическое кольцо электрода, на которое предварительно подвешивалась капля щелочи. При контакте проволоки с каплей травителя KOH формировался мениск, который и определял профиль травленной зоны иглы и остроту заточки. Уменьшение объема капли KOH позволяло увеличить диаметр закругления иглы до необходимых размеров ~ 1 – 8 мкм. При протекании переменного электрического тока в цепи “диафрагму - проволока - электрод, заполненный раствором KOH” происходило

перетравливание W заготовки. Режим травления и электрическое напряжение на кольцевом электроде контролировалось с помощью специализированного программного обеспечения «Etching». Параметры заточки представлены в таблице 1. В стандартном режиме травления на электрод прикладывалось переменное напряжение синусоидальной формы частотой 50 Гц и амплитудой 7 В. При отрицательных значениях потенциала на электроде происходило анодное растворение вольфрама в щелочи, ионы вольфрама устремлялись к катоду, проволока истончалась, поверхность иглы в зоне травления окислялась. При положительном потенциале окисленный вольфрам восстанавливался и травление продолжалось на следующем полупериоде. В зоне травления на проволоке образовывалась перетяжка, со временем её диаметр уменьшался и происходил разрыв за счет веса нижней части. Момент разрыва проволоки контролировался автоматически по величине скачка тока в цепи. При резком скачке процесс травления автоматически останавливался. Следует отметить, что после разрыва в течении 10 - 15 с необходимо дополнительное травление W заготовки, закрепленной в диафрагме, для сглаживания поверхности и достижения нужного радиуса закругления иглы. После процесса травления, геометрические параметры сформированной иглы визуализировались с помощью СЭМ. Типичные СЭМ изображения заостренных вольфрамовых проволок с различными диаметрами закругления представлены на рисунке 2.2.

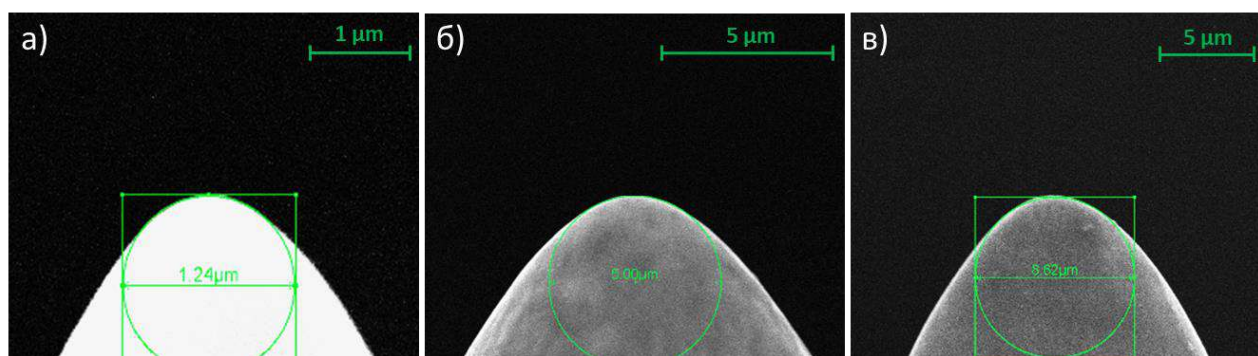


Рисунок 2.2. СЭМ изображения заостренных вольфрамовых проволок, полученных методом электрохимического травления, с диаметрами закругления порядка 1 мкм (а), 5 мкм (б) и 8 мкм (в)

Таблица 1. Параметры травления вольфрамовых игл

Интервалы времени	
Период подачи напряжения на электрод, с	0,20
Общее время травления, с	90
Пауза между травлениями и шагами мотора, мс	500
Величины тока, устанавливаемые на контроллере	
Минимальный ток травления, мА	1,04
Пороговая величина скачка тока, мА	4,55
Минимальный ток, при котором начинается контроль, мА	142
Другие параметры	
Амплитуда, В	7
Частота, Гц	50

### 2.1.2. Рост углеродных наноструктур под действием сфокусированного электронного пучка

УНВ на вершине заостренных вольфрамовых игл выращивались методом осаждения материала, индуцированного сфокусированным электронным пучком (FEBID) в СЭМ FEI Quanta Inspect (рисунок 2.3 а). Технология FEBID является наиболее простым, универсальным и дешевым методом для создания аморфных наноструктур заданной геометрической формы и размеров [17, 21]. Указанный метод основан на разложении молекул газа-прекурсора, присутствующих в камере СЭМ, первичными или вторичными электронами. При взаимодействии с электронами данные молекулы диссоциируют на газовую компоненту, удаляемую из СЭМ вакуумной системой откачки, и на твердотельную компоненту, осаждаемую в точке фокусировки электронного пучка (область экспонирования) [30]. В настоящее время существует множество примеров использования метода FEBID для создания приложений различного типа, в частности, при создании зондов для сканирующей зондовой микроскопии [128], элементов нанофотоники [129], а также при наносварке [130, 131] и т.д. Для выращивания УНВ в качестве молекул-прекурсоров часто выступают углеводородные группы, всегда

присутствующие в остаточной атмосфере камеры СЭМ, которые обычно принято считать паразитными загрязнениями. Такие соединения могут проникать в камеру СЭМ при загрузке плохо очищенных образцов, либо диффундировать из масел насоса и вакуумной смазки. Под действием пучка электронов с энергией порядка 20 кэВ с экспонируемой поверхности образца выбиваются положительно заряженные ионы углерода (энергия первичных (20 кэВ) и вторичных электронов (~50 эВ) значительно превосходит энергию, требующуюся для разложения молекул и ионизации атомов углерода (<15 эВ)). Основной вклад в процесс роста нанообъектов вносят вторичные электроны, область выхода которых из материала подложки существенно превосходит область фокусировки пучка первичных электронов [132]. В месте экспозиции пучка образуется отрицательно заряженная область, притягивающая ионы углерода, а высвобожденные летучие соединения удаляются из камеры системой насосов. В зоне выхода вторичных электронов осаждаются углеродный слой, а при перемещении точки фокусировки пучка электронов, экспонирующего предыдущий слой, можно контролировать траекторию выращиваемой структуры. Схема метода FEBID для роста УНВ представлена на рисунке 2.4 а. Форма выращиваемых объемных наноструктур контролируется непосредственно в процессе роста путем визуализации в СЭМ. Пример образованной структуры методом FEBID представлен на рисунке 2.3 б. Созданные данным методом нано- и микрообъекты характеризуется аморфной структурой. Для увеличения стабильности и скорости процесса осаждения можно использовать дополнительную углеродную мишень, в качестве которой подходит сегмент углеродного скотча, размещенный под зоной роста.

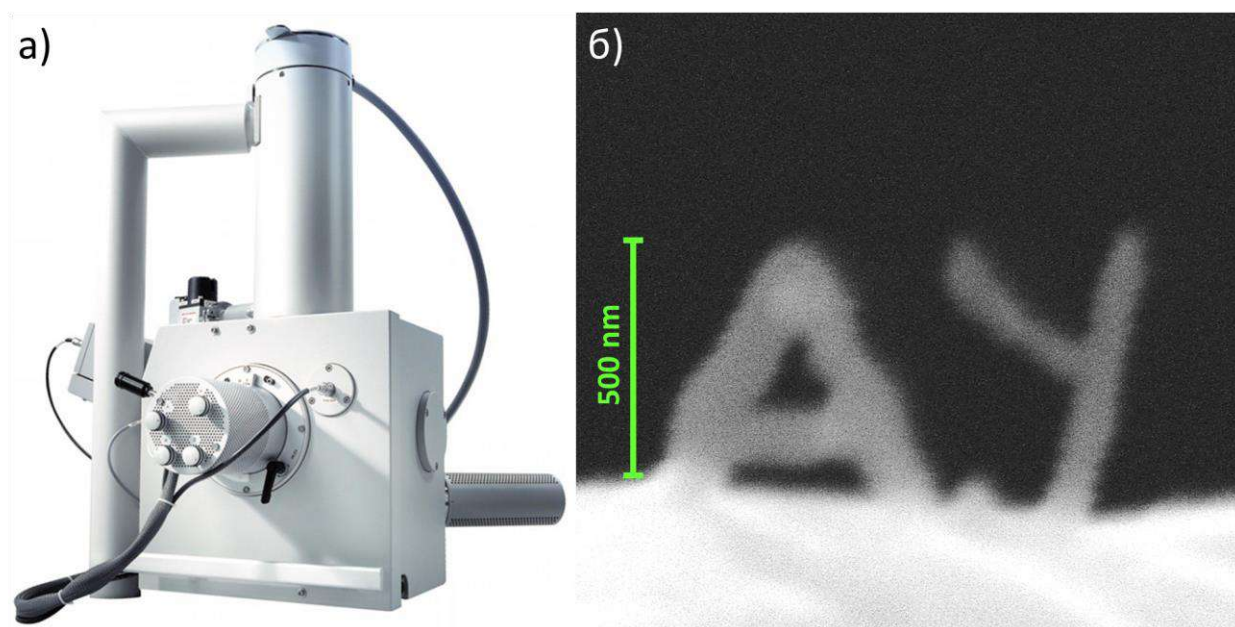


Рисунок 2.3. (а) Фотография СЭМ FEI Quanta Inspect; (б) СЭМ изображение наноструктуры, выращенной методом FEBID

Формирование УНВ по приведенному методу описано в работах [14, 133]. Начальная скорость роста УНВ вблизи кончика иглы составляет порядка 180 нм/мин и остается на данном уровне до длины структуры порядка 1 мкм, далее скорость роста замедляется до 60 нм/мин. Резкое снижение скорости роста (менее 60 нм/мин) может свидетельствовать о ветвлении формируемой структуры в плоскости вдоль оси пучка. Так, при повороте образца на  $90^\circ$  относительно оси структуры, в таких случаях можно наблюдать образование структур в виде камертонов, скальпелей и т.д.[14]. Другим словами, скорость радиального роста замедляется, т.к. начинается рост не одного УНВ, а нескольких. Для увеличения скорости роста необходимо увеличить апертуру электронного пучка СЭМ (параметр “spot”) с 3 до 5 в течении 30 секунд, что соответствует увеличению тока электронного пучка с 12 до 25,5 пА. С повышением значения параметра “spot” облучаемая площадь фокусировки электронного пучка и ток луча увеличиваются (для микроскопа SEM FEI Quanta Inspect параметр “spot” находится в диапазоне от 1 до 7). При этом повышается плотность УНВ, о чем свидетельствует увеличение СЭМ контрастности УНВ в сравнении с фоном.

Формируемые УНВ имели характерный диаметр  $\sim 50-150$  нм и длину порядка  $\sim 5-10$  мкм. Изначальный процесс роста при высоком токе пучка мог приводить к образованию ветвистых структур, что контролировалось при каждом замедлении скорости роста ( $\sim$  каждые 7-10 мин). В среднем время роста УНВ составляло 1,5-2 часа. На рисунке 2.4 б представлено СЭМ изображение УНВ, выращенного в рамках данной работы для демонстрации применения методик FEVID при создании НМР.

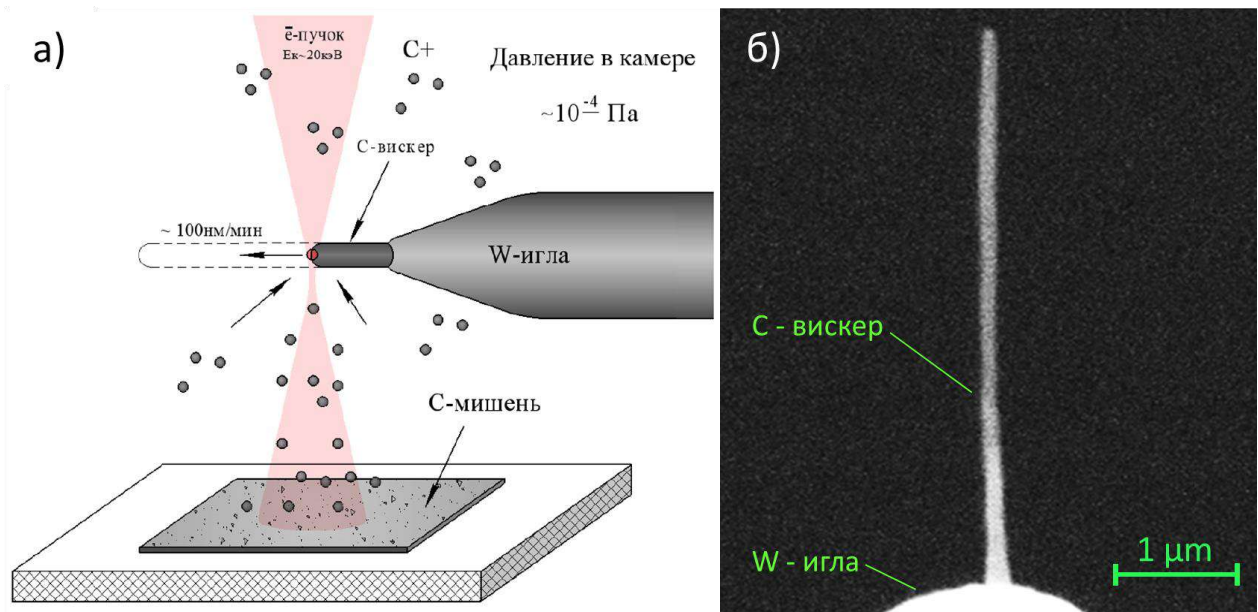


Рисунок 2.4. (а) Схема метода осаждения углеродного материала под действием сфокусированного пучка электронов; (б) СЭМ изображение выращенного УНВ на вершине W острия

Геометрические характеристики формируемых наноструктур зависели от таких параметров СЭМ, как эмиссионный ток, ускоряющее напряжение (HV), режим сканирования пучком, и др. Таким образом, осуществлялся подбор параметров СЭМ, обеспечивающих наиболее однородный процесс роста УНВ и их геометрических характеристик (таблица 2).

Таблица 2. Параметры СЭМ при росте УНВ

Параметр СЭМ	Значение
High voltage (ускоряющее напряжение), кВ	25

Spot (размер пятна электронного пучка - параметр "spot")	3
Фокусное расстояние, мм	10
Уровень вакуума, Па	$10^{-3}$
Эмиссионный ток, мкА	100-110
Время стояния электронного луча в точке, мкс	1
Увеличение в СЭМ	400000

Описанные выше технологические методы хорошо подходят при создании нановискеров с заданной геометрией для дальнейшего исследования резонансных характеристик наноосцилляторов на основе УНВ.

## **2.2. Экспериментальная схема исследования механических резонансных свойств УНВ**

### **2.2.1. Возбуждение резонансных колебаний в УНВ**

При исследовании механических свойств нанорезонансных структур на основе УНВ необходима система возбуждения механических колебаний (рисунок 2.5). Модуль резонансного датчика состоит из двух основных функциональных частей: генератора механических колебаний и тела наномеханического резонатора, которое представляет собой заостренную вольфрамовую проволоку с локализованным на её вершине УНВ. В качестве генератора механических колебаний выступает пьезотрубчатый элемент, преобразующий электрические колебания в механические смещения вставленного в трубку резонатора. Схема фиксации металлической иглы представлена на рисунках 2.6 а, б. Для надежного крепления пьезотрубки и подавления вибраций системы, электроды трубки были припаяны к текстолиту с металлизированными дорожками (рисунок 2.6 в).

В качестве генератора напряжения использовался внешний генератор сигналов АКПП-3413/3 с верхним пределом частот 160 МГц с максимальной амплитудой выходного напряжения 20 В. Синусоидальный сигнал с генератора подавался на пьезотрубчатый элемент. Данный прибор является наиболее подходящим для исследования резонансных характеристик НМР, так как имеет

выходные частоты в МГц диапазоне, что соответствует резонансным частотам УНВ ~1-5 МГц, а также может работать в режиме «sweep» для пошагового прохождения по диапазону частот с заданной скоростью (программируемое изменения частоты во времени).



Рисунок 2.5. Общая схема возбуждения колебаний в НМР

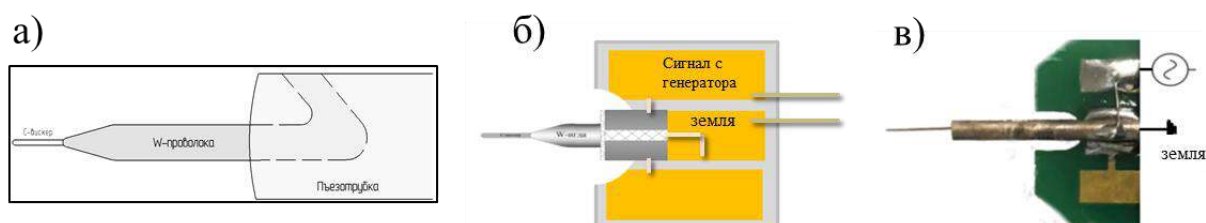


Рисунок 2.6. (а) Закрепление НМР в пьезотрубке; (б) схема модуля резонансного датчика и (в) фотография опытного образца

Для определения массы нанообъектов с помощью НМР необходимо отслеживать изменение его резонансных характеристик (АЧХ) до и после локализации массы на конце УНВ. Общая схема работы рассматриваемого масс-детектора представлена на рисунке 2.7.

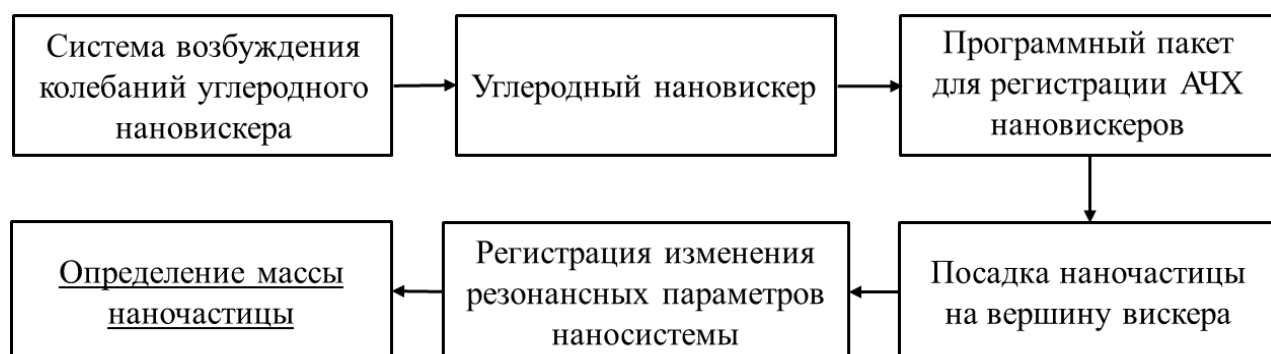


Рисунок 2.7. Схема работы масс-детектора

### 2.2.2. Методика получения АЧХ наномеханических осцилляторов на основе УНВ

Классические подходы к измерению колебательных параметров НМР (подробно описанные в первой главе) либо достаточно сложны в применении, либо требуют особых экспериментальных условий, таких как мощные магнитные поля и криогенные установки, ограничивающие при этом геометрические формы НМР [1, 78]. Наиболее доступной и простой в реализации методикой определения АЧХ наноосцилляторов, при не слишком высоких требованиях к чувствительности измерений, является *in-situ* визуализация механических колебаний в СЭМ [88, 89], которая и использовалась в настоящей работе. В рамках этого подхода запись АЧХ НМР проводится путем измерения амплитуды размытия СЭМ изображения наноструктуры при подаче на генератор механических колебаний сигнала с внешнего генератора напряжений в режиме «sweeper» с разверткой по частоте. Амплитуда генератора составляла 20 В. Визуализируя колебания вискера в СЭМ в диапазоне частот рядом с расчетной (диапазон ~ единицы МГц), можно экспериментально определить резонансную частоту вискера. При совпадении частоты генератора сигналов с собственной частотой вискера амплитуда размытия изображений максимальна и заметно значительное отклонение вискера от исходного положения. Визуализация формы колебаний на первой и второй резонансных частотах УНВ, выращенного с применением метода FEBID на вершине W острия, представлена на рисунке 2.8.

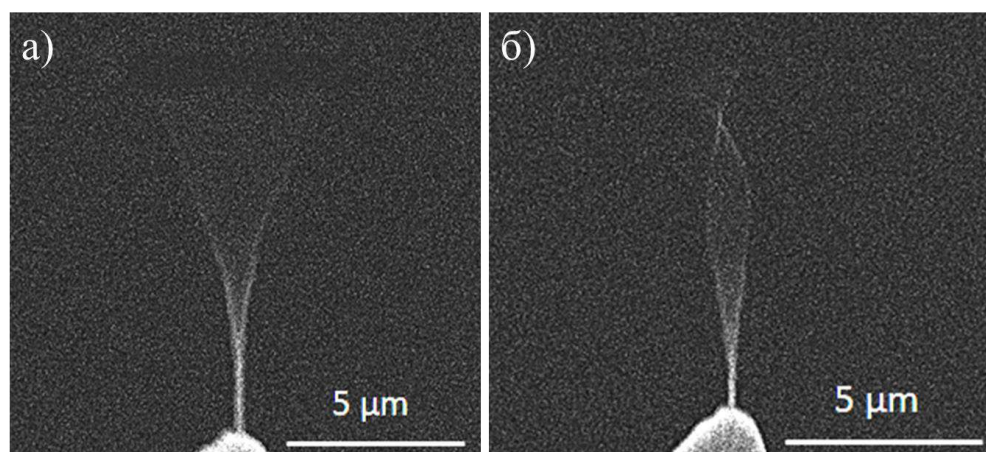


Рисунок 2.8. СЭМ визуализация колебаний УНВ на первой (а) и второй (б) собственных гармониках

Визуализация амплитуды осцилляций вискера может реализовываться в следующих режимах: в режиме сканирования изображения по линии и режиме сканирования изображения по кадру. Наибольшая точность в построении амплитудно-частотной характеристики достигается в режиме сканирования по кадру. Блок-схема алгоритма построения АЧХ наномеханического резонатора при его визуализации в СЭМ представлена на рисунке 2.9.



Рисунок 2.9. Блок-схема алгоритмов построения АЧХ НМР при его визуализации в СЭМ

Изображение с экрана СЭМ записывается захватом видеоряда в видеофайл. Видеозапись с АЧХ резонатора обрабатывается в режиме сканирования по кадру в специализированном программном обеспечении (ПО) с помощью машинного зрения (рисунок 2.10) и производится запись амплитуды колебаний вискера для каждой заданной частоты. В данном режиме ПО морфологически заполняет

пустоты на полученном в предыдущем этапе изображении и покадрово измеряет площадь наиболее ярких участков изображения.

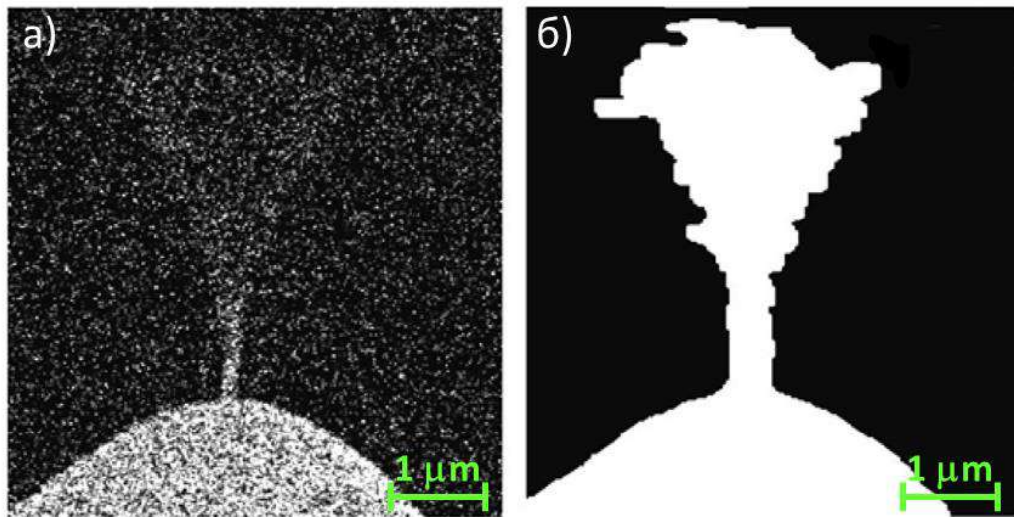


Рисунок 2.10. СЭМ визуализация УНВ, колеблющегося на первой резонансной частоте, до (а) и после (б) обработки специализированным ПО (цифровое изображение). Напряжение раскачки УНВ - 20 В

Обработка каждого кадра видеоряда колеблющегося вискера в заданном диапазоне частот позволяет построить его АЧХ. Аппроксимация АЧХ функцией Лоренца позволяет определить резонансную частоту и добротность колебаний НМР. Экспериментальная схема захвата кадра и экспериментально полученная АЧХ одного из исследованных УНВ представлены на рисунке 2.11.

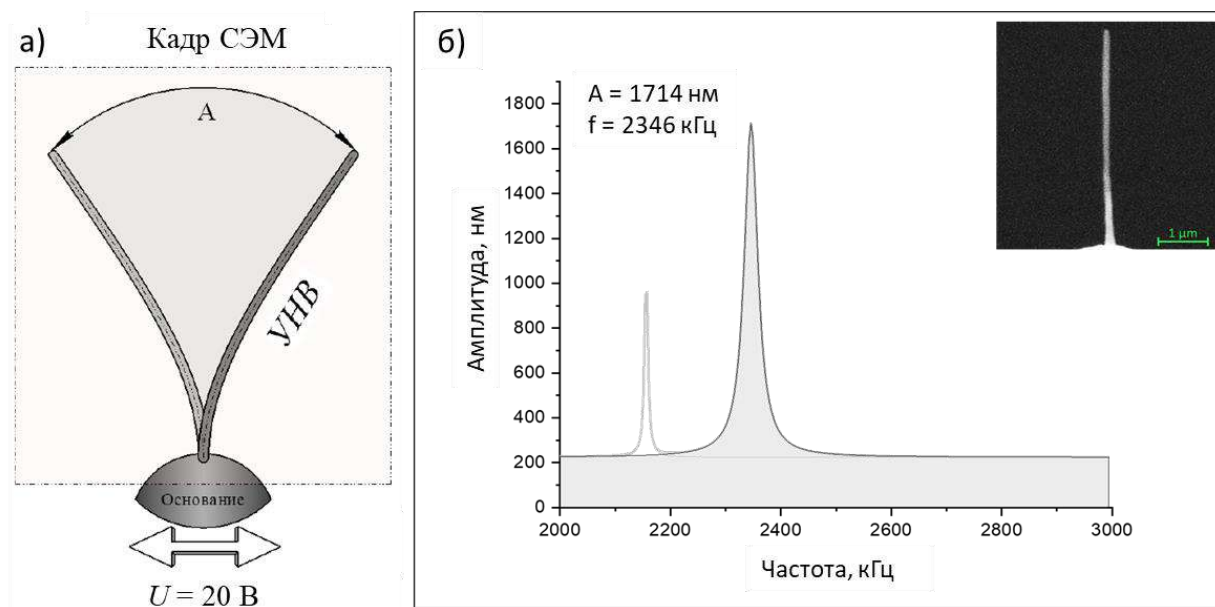


Рисунок 2.11. Метод визуализации: (а) схема измерений, (б) АЧХ УНВ, выращенного в камере СЭМ: длина и диаметр УНВ  $L = 5.38$  мкм,  $d = 142$  нм, резонансная частота  $f = 2346$  кГц, амплитуда колебаний  $A = 1714$  нм. На вставке - СЭМ изображение исследуемого УНВ

### 2.2.3. Методика определения массы микро- и нанообъектов по АЧХ осцилляторов на основе УНВ

Для измерения массы микро- и нанообъектов записываются два видеоряда колебаний вискера до и после позиционирования (закрепления) на нём исследуемого объекта. При линейном режиме колебаний значение массы исследуемого объекта определяется по сдвигу резонансной частоты. В данном подходе чаще всего используют колебания осциллятора вблизи первой собственной частоты. Данный метод определения массы нанообъектов имеет ряд преимуществ в сравнении с указанными в главе 1 [89]. Точность метода обработки СЭМ изображений определяется преимущественно характеристиками СЭМ, который имеет высокую разрешающую способность, и пространственным разрешением получаемых изображений. Так, при определении массы нанообъектов с применением УНВ, выращиваемых методом FEBID в камере СЭМ, на вершины которых позиционируются исследуемые объекты методом «Pick and Place» [135] (см. Главу 2.3), возможно производить весь цикл измерений массы без разрыва вакуума и использования дополнительного оборудования, что повышает точность

измерений. Для локализации нанообъектов на свободном конце вискера необходим только блок для манипулирования нанообъектами, помещаемый в камеру СЭМ. Однако, в процессе покадровой обработки изображений в ПО вносятся погрешности, связанные с изменением изначального кадра: сглаживание, увеличение контраста и заполнение пустот. Чувствительность методики СЭМ визуализации ограничивается также и побочным эффектом осаждения углерода на наноструктуру при экспонировании электронным пучком во время записи АЧХ, что будет более подробно рассмотрено в третьей Главе. Таким образом, порог чувствительности масс-детекторов определяется несовершенством используемого метода контроля за смещением резонансной частоты в СЭМ.

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 исследовании новых методик измерения и является ключевым моментом данной работы. Данные стационарные точки имеют повышенную СЭМ контрастность в сравнении с размытым контуром вискера в граничных положениях при колебаниях на первой резонансной частоте. При измерениях добавленной массы по пространственному сдвигу точки перетяжки второй гармоники анализируются СЭМ изображения вискера, колеблющегося на второй резонансной частоте, до и после закрепления на нём исследуемой массы. Для определения размеров осциллятора и добавленной массы, а также расстояния точки перетяжки до точки закрепления УНВ использовалась ПО «ImageJ», позволяющее с высокой точностью определять геометрические параметры микро- и нанообъектов.

### **2.3. Методика переноса наночастиц в камере СЭМ. Метод “Pick and Place”**

Для детектирования массы нанообъектов с применением НМР на основе УНВ необходимо использовать методы локализации нанообъектов на свободной вершине УНВ. Одним из наиболее доступных и универсальных методов позиционирования микро- и нанообъектов является механическое манипулирование, который заключается в подхвате, переносе и сбрасывании

объекта в заданную область (Pick and Place) при непосредственном контроле в СЭМ [135]. Такой подход предполагает использование микроманипулятора, интегрированного в камеру СЭМ. В данной работе использовался пьезоэлектрический микроманипулятор Kleindiek Nanotechnik MM3A-EM (рисунок 2.12 а), который имел 3 прецизионных шаговых двигателя, осуществляющих втягивание руки манипулятора и поворот по 2 осям. Рука манипулятора представляла собой металлический полый цилиндр со стеклянной трубкой на конце, в которую вставлялась вольфрамовая игла (диаметр закругления  $d \sim 100\text{-}300$  нм, сопоставим с размером переносимого нанобъекта). В настоящей работе, с применением манипулятора, вольфрамовая игла подносилась к исследуемой наночастичке, подхватывала ее с подложки и позиционировала на свободный конец УНВ. Данные манипуляции производились при непосредственном контроле в СЭМ. Схема установки для перемещения наночастиц на вискер представлена на рисунке 2.12 б.

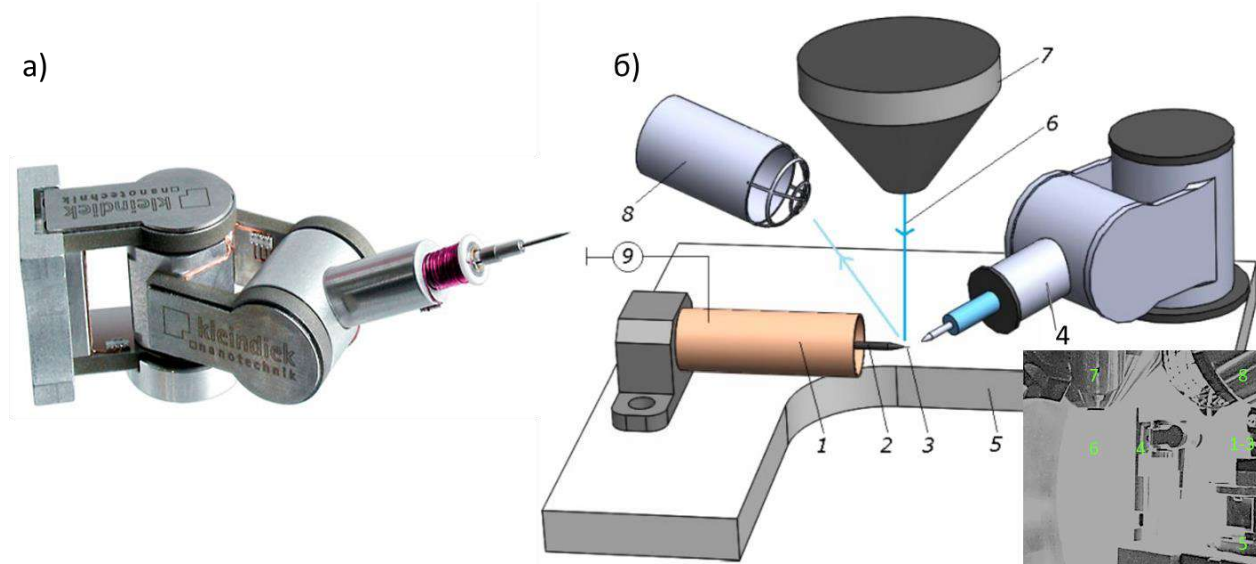


Рисунок 2.12. (а) Микроманипулятор Kleindiek Nanotechnik MM3AEM; (б) схема установки для локализации наночастиц на УНВ в СЭМ [134]: 1 – пьезотрубка, 2 – вольфрамовая игла, 3 – УНВ, 4 – наноманипулятор, 5 – стол СЭМ, 6 – электронный пучок, 7 – фокусирующая линза, 8 – детектор вторичных электронов, 9 – внешний генератор колебаний; вставка – фотография установки из камеры СЭМ

В качестве объектов манипулирования использовались наночастицы кремния, изготовленные методом лазерной абляции [136], которые высаживались на золотую подложку из взвеси изопропилового спирта. Высаживание частиц из жидкости приводило к образованию мениска из примесей у основания частиц, что увеличивало адгезию между частичкой и подложкой. Данный эффект рассмотрен в работе [137] на примере частиц полистирола (рисунок 2.13).

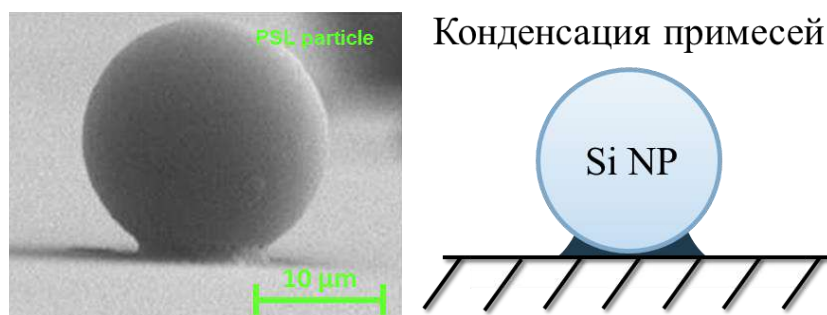


Рисунок 2.13. (а) СЭМ изображение частицы полистирола, высаженной из жидкости на подложку [136], (б) схема, иллюстрирующая контакт частицы с подложкой в условиях жидкостного высаживания Si частицы (Si NP)

Используемый в данной работе метод манипулирования нанообъектами характеризуется электростатическим воздействием между иглой и наночастичкой. Под действием электронного пучка (первичных электронов) металлическое острие заряжалось отрицательно. Исследуемые субмикронные частицы Si имели диаметр порядка  $d \sim 300 - 320$  нм, который значительно превышал среднюю длину пробега электронов в частичке, поэтому частица также заряжалась отрицательно [138, 139]. Таким образом, возникало отталкивающее электростатическое взаимодействие между металлическим острием и наночастичкой, и если отталкивающая сила Кулона  $F_c$  превышала силы, удерживающие частицу на поверхности  $F_{sub}$ , то при приближении иглы к частичке, последняя могла отскочить по подложке от острия (рисунок 2.14). Для того, чтобы избежать резкого перемещения частицы от металлического острия, было необходимо снять накопившийся на острие отрицательный заряд, коснувшись иглой манипулятора проводящей подложки. Далее становилось возможным приложить притягивающую силу со стороны иглы,

превышающую силу адгезии наночастицы к подложке, и таким образом снять частицу с подложки.

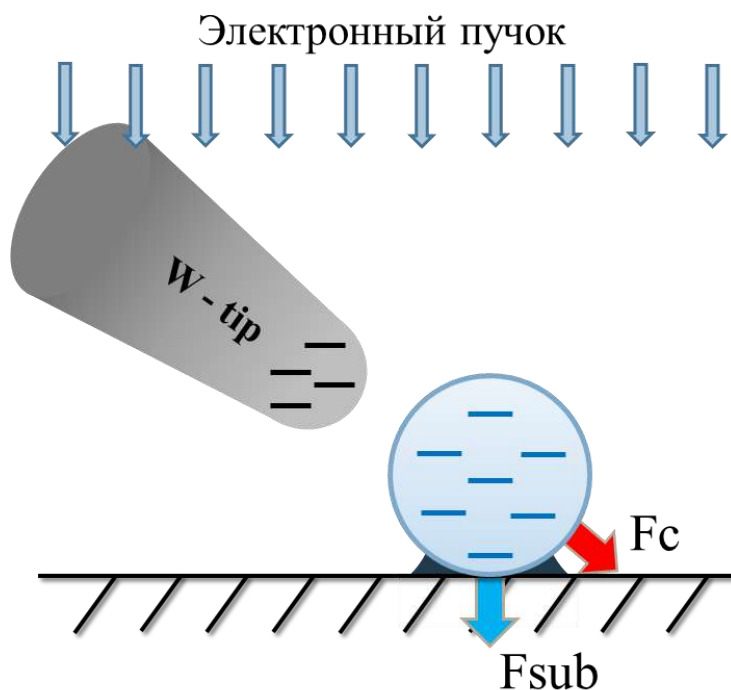


Рисунок 2.14. Иллюстрация отталкивания частицы от острия

Так, с использованием наноманипулятора в данной работе вольфрамовое острие подхватывало Si наночастичку с подложки методом, описанным выше. Далее, с помощью манипулятора игла с частицей подносилась к УНВ и за счёт углеродной сварки (осаждение углеродного материала между частицей и УНВ под действием электронного пучка) надёжно фиксировалась на свободной вершине УНВ. Процесс локализации наночастицы на УНВ показан на рисунке 2.15.

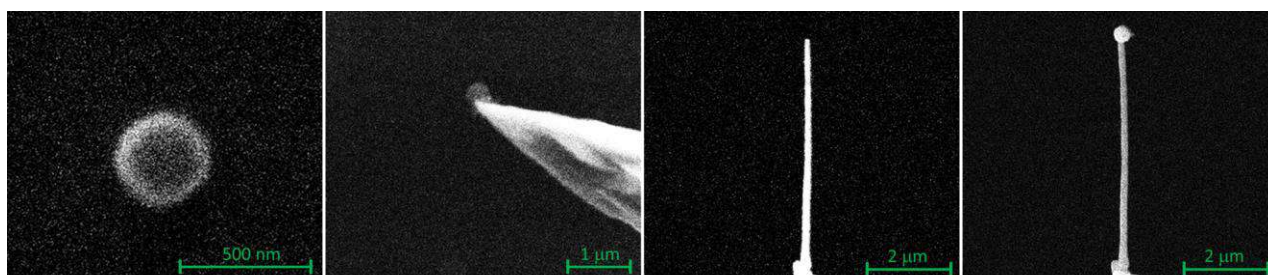


Рисунок 2.15. СЭМ изображения процесса переноса частицы с подложки на вискер

Таким образом, объединение методов механического манипулирования и электростатического воздействия со стороны электронного пучка на манипулируемый нанообъект обеспечивает возможность контролируемого подхвата, перемещения и сброса микро- и наноразмерных объектов в заданной области. Описанные подходы активно применялись в настоящей диссертационной работе для взвешивания частиц и создания чувствительных к оптомеханическим эффектам наноантен, локализованных на вершине углеродных наноосцилляторов.

#### **2.4. Экспериментальная схема изучения влияния оптического излучения на режимы колебаний наноосцилляторов**

Резонансные механические детекторы на основе УНВ могут применяться для исследования влияния оптического излучения на свойства нанообъектов. Изучение процессов воздействия света на микро- и нанообъекты представляет особый интерес для развития таких областей науки как нанофотоника, нанобиотехнологии, биомедицина и др. [125, 140-141]. Поскольку механические колебания УНВ можно визуализировать в сканирующем электронном или оптическом микроскопах, то исследование оптомеханических эффектов с применением УНВ отличает их от существующих аналогов, требующих достаточно сложных оптических, механических или электронных детектирующих схем. Высокие собственные частоты нановискеров (МГц диапазон) обеспечивают им высокую чувствительность при детектировании слабых воздействий со стороны оптического излучения.

##### **2.4.1 Установка для исследования влияния оптического излучения на наноосцилляторы**

Для исследования оптомеханических эффектов с применением наноосцилляторов на основе УНВ необходимо организовать ввод оптического излучения в камеру СЭМ. Разработанная оптическая схема в общем виде представлена на рисунке 2.16. Для выявления влияния оптического излучения на наномеханические колебания, лазерный луч фокусируется на Si частицу, расположенную на конце УНВ, и регистрируется изменение АЧХ УНВ. Для

реализации указанной схемы внутри вакуумной камеры СЭМ располагалось линзированное волокно для ввода лазерного излучения. Углеродный наноосциллятор располагался на вольфрамовой игле, вставленной в пьезотрубчатый элемент для преобразования сигнала с внешнего электрического генератора в механические колебания. Представленный подход не требует какого-либо дополнительного специального оборудования, кроме устройства наноманипулирования внутри микроскопа [89]. Такой подход позволяет проводить измерения АЧХ без ухудшения вакуума в СЭМ, что имеет большое значение для обнаружения сверхмалых оптомеханических эффектов. В этом случае отпадают паразитные эффекты, связанные с напуском камеры СЭМ, поскольку всё необходимое оборудование вводится в камеру СЭМ на этапе загрузки образца.



Рисунок 2.16. Оптическая схема ввода лазерного излучения в камеру СЭМ

Рассмотрим схему ввода лазерного излучения в камеру СЭМ более подробно (рисунок 2.17). Для исследования влияния лазерного излучения на режимы колебаний УНВ использовался лазерный диод L658P040 с длиной волны 658 нм и максимальной выходной мощностью  $P = 40$  мВт, оснащенный контроллером мощности излучения. К диоду крепился коллиматор LTN330-A для создания параллельного пучка. Далее лазерный пучок направлялся на систему из двух зеркал, установленных на микродвижущихся опорах, для юстировки пучка по высоте и двум осям. Лазерный луч, попадая на собирающую линзу AC254-030-A-ML с фокусным расстоянием  $f=30$  мм и диапазоном пропускания 400-700 нм, фокусировался в соединительное волокно. Соединительный оптоволоконный кабель с диаметром сечения  $d_{\text{сечения}}=400$  мкм и диапазоном пропускания 200-1500 нм располагался на 3-х осевом столике MicroBlock для введения лазерного луча в волокно. Кабель был оконцован оптическим разъемом FC, который крепился к двухканальному герметичному оптическому переходу CF-40, закрепленному на

фланце СЭМ, с которого к каналу внутри вакуумной камеры подсоединялось одномодовое линзированное волокно SMF-28 ( $d_{\text{пятна}} \sim 3$  мкм, числовая апертура  $NA \sim 0,385$ ). Данная схема обеспечивала ввод в камеру СЭМ максимальной выходной мощностью сфокусированного лазерного луча на уровне 3 мВт.

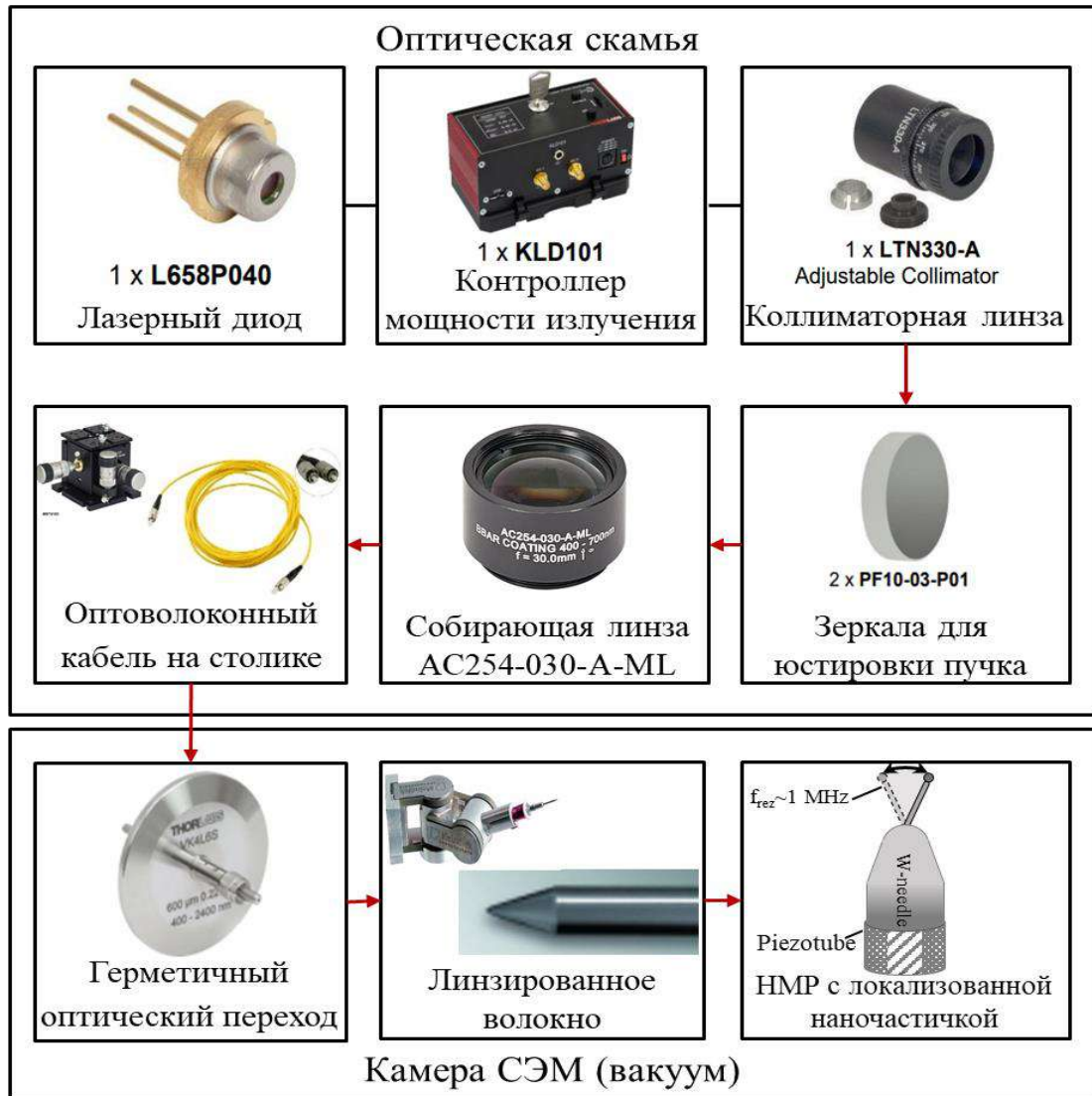


Рисунок 2.17. Схема ввода лазерного излучения в камеру СЭМ (красными стрелками показан ход оптического пучка)

Позиционирование линзированного волокна внутри камеры СЭМ для фокусировки оптического излучения на Si частичке или УНВ осуществлялось с помощью манипулятора Kleindiek Nanotechnik.

### 2.4.2. Интеграция линзированного оптического волокна в камеру СЭМ

В работе предложен метод определения фокусного расстояния линзированного волокна с высокой точностью с помощью НМР на основе УНВ. Так при помещении вискера с локализованной Si частичкой в область перетяжки оптического пучка, наблюдалось мгновенное изменение резонансных характеристик наноосцилятора (рисунок 2.18). Так как в настоящей работе использовался визуальный метод детектирования изменения параметров колебаний НМР в СЭМ, то фокусное расстояние линзированного волокна можно было определить в режиме реального времени с высокой точностью до  $\sim 50$  нм. Таким образом, предложен подход к экспресс-диагностики характеристик линзированного волокна, не требующий использования сложных оптических установок.

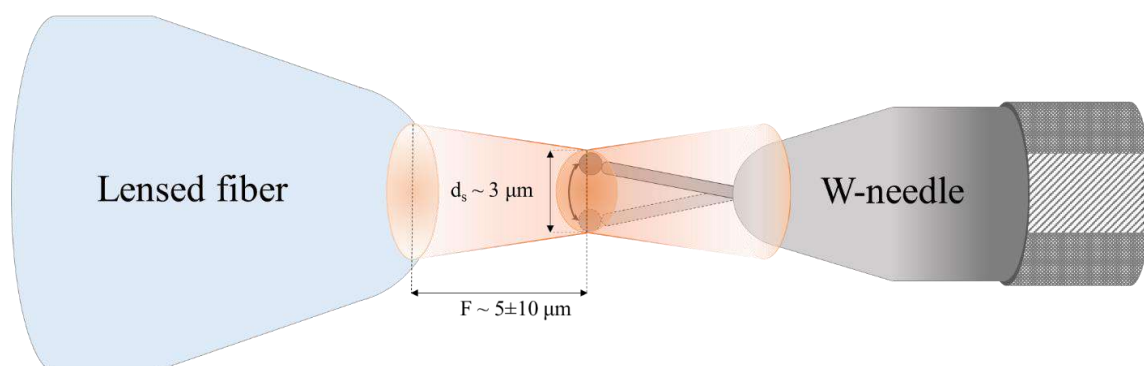


Рисунок 2.18. Схема позиционирования НМР на основе УНВ относительно линзированного волокна для определения фокусного расстояния

Отметим, что при введении оптического волокна в кадр СЭМ возникала зарядка волокна под сфокусированным электронным пучком, что приводило к искажению и ухудшению качества СЭМ изображения (рисунок 2.18). Возникающее искажение делало невозможным дальнейшую СЭМ визуализацию колебаний УНВ и недопустимым образом увеличивало погрешность детектирования резонансных параметров НМР.

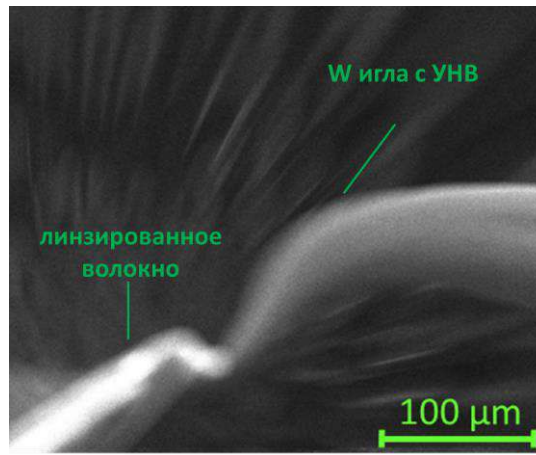


Рисунок 2.18. Искажение СЭМ изображения при внесении линзированного волокна в кадр

Для устранения искажения изображения был предложен метод манипулирования линзированным волокном «вслепую» - без внесения волокна непосредственно в кадр, при этом, воздействие электростатической силы на УНВ со стороны волоконной линзы влияло также на положение УНВ и приводило к его отклонению от положения равновесия. Так, приближение линзированного волокна к УНВ на  $\sim 10$  мкм приводило к отклонению УНВ (рисунок 2.19), а затем происходил отрыв последнего от вольфрамовой иглы.

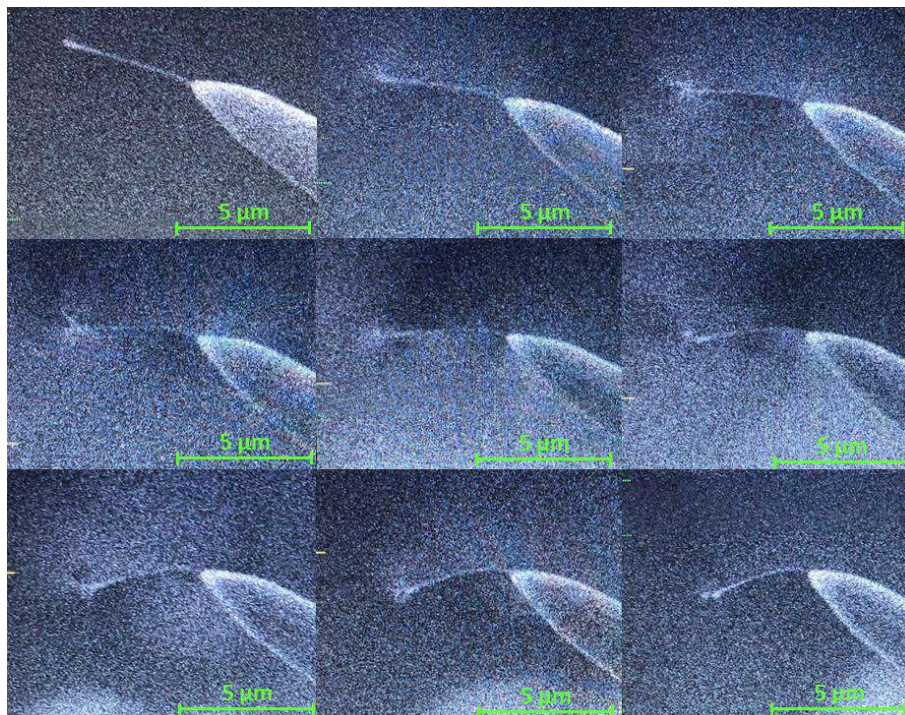


Рисунок 2.19. СЭМ изображения отклонения УНВ от исходного положения в присутствии линзированного волокна

Таким образом, для уменьшения влияния паразитных зарядовых эффектов при визуализации колебаний, конец используемого линзированного волокна покрывался тонкой пленкой оксида индия-олово (ITO) толщиной  $\sim 100$  нм. Проводящий прозрачный слой ITO обеспечивал сток заряда и не влиял на выходную мощность лазерного излучения из линзы. СЭМ изображение напыленного линзированного волокна и положение УНВ при его подводе показано на рисунке 2.20.

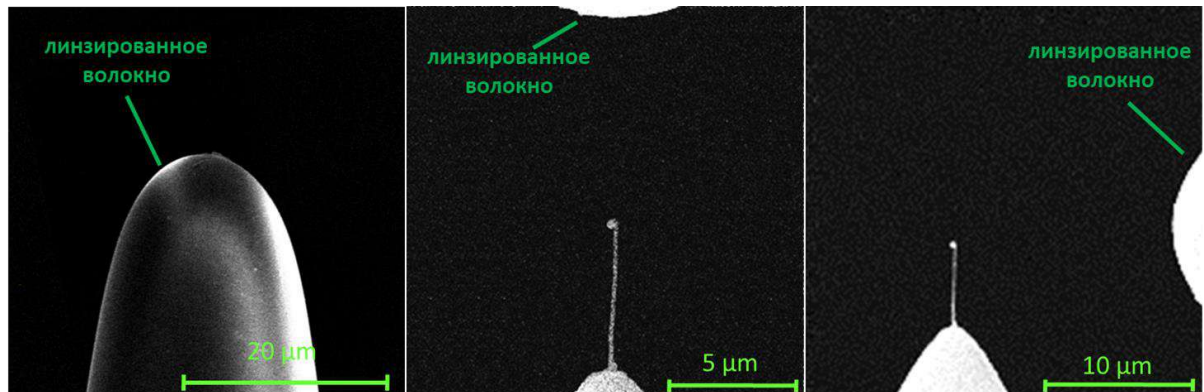


Рисунок 2.20. (а) СЭМ изображения линзированного волокна, покрытого слоем ITO; положение вискера при параллельном (б) и перпендикулярном «подводе» волокна (в)

Предложенный подход позволил избежать влияния паразитных зарядовых эффектов и обеспечил исследование оптомеханических и фотоиндуцированных эффектов при воздействии интенсивного оптического излучения на микро- и нанообъекты.

## Выводы к Главе 2

В данной главе описаны метод и режимы электрохимического травления вольфрамовых игл с заданными параметрами радиуса закругления  $\sim 1-8$  мкм и длины конуса острья  $\sim 100-200$  мкм, так как игла является не только основанием для роста УНВ, но и передатчиком колебаний от внешнего генератора к вискеру. В работе описан метод выращивания УНВ, который заключается в разложении молекул газа-прекурсора, присутствующих в камере СЭМ, первичными или вторичными электронами. В качестве газа-прекурсора для роста УНВ выступает

остаточная атмосфера камеры СЭМ. Формируемые УНВ имеют характерный диаметр  $\sim 50-150$  нм и длину порядка  $\sim 5-10$  мкм. Описанные в работе технологические методы хорошо подходят при создании нановискеров с заданной геометрией для дальнейшего исследования резонансных характеристик наноосцилляторов на основе УНВ.

Для исследования резонансных параметров УНВ была реализована система возбуждения механических колебаний. Поскольку классические подходы к измерению колебательных параметров НМР (подробно описанные в первой Главе) либо достаточно сложны в применении, либо требуют особых экспериментальных условий, таких как мощные магнитные поля и криогенные температуры, ограничивающие при этом геометрические формы НМР, в данной работе применяется методика визуализации механических колебаний в СЭМ. Такой подход является наиболее доступным и простым в реализации. Для детектирования массы нанообъектов с применением НМР на основе УНВ необходимо использовать методы локализации нанообъектов на свободной вершине УНВ. Одним из наиболее доступных и универсальных подходов позиционирования микро- и нанообъектов является метод механического манипулирования, который заключается в подхвате, переносе и сбрасывании объекта в заданную область (Pick and Place) при непосредственном контроле в СЭМ. Такой подход предполагает использование микроманипулятора, интегрированного в камеру СЭМ.

Поскольку резонансные механические детекторы на основе УНВ могут применяться для исследования влияния оптического излучения на свойства нанообъектов, во 2 главе описана схема ввода оптического излучения в камеру СЭМ, а также метод определения фокусного расстояния линзированного волокна для наиболее точного позиционирования НОМС в область перетяжки гауссова пучка.

### **ГЛАВА 3. МАСС-ДЕТЕКТОРЫ НА ОСНОВЕ ОДИНОЧНЫХ УНВ, ИСПОЛЬЗУЮЩИЕ КОЛЕБАТЕЛЬНЫЕ МОДЫ ВЫСШИХ ПОРЯДКОВ**

Теоретические и экспериментальные исследования в области нанометрологии включают в себя определение масс микро- и нанообъектов. Наиболее предпочтительный метод детектирования сверхмалых масс основан на резонансном взвешивании, который заключается в отслеживании изменения параметров колебательных систем при присоединении к ним исследуемого объекта [9, 10]. Масс-детекторы на основе наномеханических резонаторов могут иметь вид закрепленных с двух сторон балок, при этом минимальная измеряемая масса достигает до  $10^{-18}$  г [90]. Использование консольных систем, имеющих закрепление с одной стороны, таких как УНТ, нановискеры и т.д., позволяет детектировать минимальную массу порядка  $10^{-22}$  г [92]. Применение рассматриваемых в данной диссертации УНВ в качестве колебательных систем при взвешивании обеспечивает высокую чувствительность детектирования массы, так как УНВ имеет малый размер (длина  $\sim 5$  мкм, диаметр  $\sim 150$  нм), высокую добротность и собственные резонансные частоты в МГц диапазоне. Также создание резонатора на основе УНВ не требует применения сложных экспериментальных установок, кроме СЭМ. В данной Главе представлен подход для определения массы нанообъектов, локализованных на свободном конце УНВ, по смещению первой резонансной частоты, а также изменению положения точки перетяжки второй резонансной частоты. Получены аналитические соотношения для определения массы, выполнено моделирование формы колебаний и АЧХ для УНВ заданных параметров, а также представлены экспериментальные результаты по детектированию массы нанообъектов.

#### **3.1. Определение добавленной массы по сдвигу резонансной частоты первой моды и положения точки перетяжки второй моды для УНВ**

Рассмотрим систему, в которой нановискер закреплен с одного конца на вольфрамовой игле, которая, в данном случае, представляет собой неподвижную опору, т.е. один конец балки (вискера) жестко заделан (рисунок 3.1). Объект для взвешивания фиксируется на свободном конце вискера. Для определения массы

локализованного нанообъекта, необходимо найти зависимость колебательных параметров вискера от величины добавочной массы.

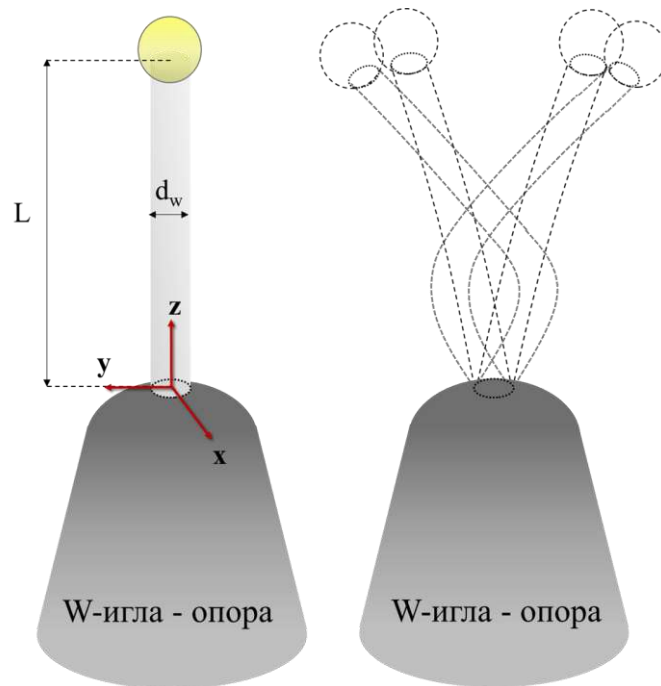


Рисунок 3.1. (а) Модель вискера, закрепленного на неподвижной опоре, с локализованной на конце массой, (б) схематические изображения колебаний вискера на 1 и 2 модах

При описании колебаний НМР консольного типа длиной  $L$  (в том числе УНВ попадают под это определение) удобно воспользоваться теорией Эйлера-Бернулли, которая описывает изгибные деформации линейно-упругих балок. Ось  $z$  направим вдоль оси балки, при этом отклонение (изгиб) от положения равновесия будет вдоль оси  $y$ . Тогда, в рамках теории Эйлера-Бернулли для отклонения  $y(z,t)$  запишем следующее дифференциальное уравнение для ненагруженной балки [142]:

$$E \cdot J_y \cdot \frac{\partial^4 y(z,t)}{\partial z^4} + \rho \cdot S \cdot \frac{\partial^2 y(z,t)}{\partial t^2} = 0, \quad (3.1)$$

где  $E$  – модуль Юнга,  $\rho$  – плотность материала балки,  $J_y$  – момент инерции относительно оси изгиба,  $S$  – площадь сечения балки.

Решение уравнения (3.1) дает бесконечный ряд резонансных частот, при этом каждая собственная резонансная мода имеет бесконечную добротность. Для

введения внутренних потерь в материале, воспользуемся гипотезой Фойгта [1], где балка представляется в виде упруго-вязкого тела, в котором напряжения в процессе изгиба зависят как от деформации, так и от скорости изменения деформации. Вязкость системы характеризуется временем запаздывания  $\tau = \frac{\alpha}{E}$ , где параметр  $\alpha$  является коэффициентом вязкого трения. Добавка  $\alpha$  приводит как к ограничению добротности резонатора на резонансных частотах, так и к ограничению количества резонансных частот, где наблюдаются периодические колебания. При этом, уравнение (1) преобразуется к виду (3.2) [143]:

$$E \cdot J_y \cdot \frac{\partial^4 y(z,t)}{\partial z^4} + \alpha \cdot E \cdot J_y \cdot \frac{\partial^5 y(z,t)}{\partial z^4 \partial t} + \rho \cdot S \cdot \frac{\partial^2 y(z,t)}{\partial t^2} = 0 \quad (3.2)$$

Для решения уравнения (3.2), в случае гармонических колебаний, удобно перейти в частотное пространство с применением интегрального Фурье-преобразования  $y \xrightarrow{FT} W$ :

$$W = \int_{-\infty}^{\infty} y \cdot e^{-i\omega t} \cdot dt. \quad (3.3)$$

Тогда (3.2) преобразуется к простому виду:

$$\frac{\partial^4 W}{\partial z^4} - k^4 \cdot W = 0, \quad (3.4)$$

где  $k(\omega)$  – волновой вектор системы, описываемый выражением:

$$k = \left( \frac{\rho \cdot S}{E \cdot J_y} \cdot \frac{\omega^2}{1 - i \cdot \alpha \cdot \omega} \right)^{1/4} \quad (3.5)$$

Решениями уравнения (4) являются функции вида  $e^{\pm jkz}$  и  $e^{\pm kz}$ , которые удобно записать в виде функций Крылова  $\vec{F} = (S, T, U, V)$  (3.6-9) [144]. Основное свойство функций Крылова заключается в том, что производная любой из них дает также функцию Крылова.

$$S = \frac{1}{2} \cdot [ch(z) + cos(z)] \quad (3.6)$$

$$T = \frac{1}{2} \cdot [sh(z) + sin(z)] \quad (3.7)$$

$$U = \frac{1}{2} \cdot [ch(z) - \cos(z)] \quad (3.8)$$

$$V = \frac{1}{2} \cdot [sh(z) - \sin(z)] \quad (3.9)$$

Решением системы (3.4) является суперпозиция функций Крылова:

$$W(\omega, z) = A \cdot S(k(\omega) \cdot z) + B \cdot T(k(\omega) \cdot z) + C \cdot U(k(\omega) \cdot z) + D \cdot V(k(\omega) \cdot z), \quad (3.10)$$

тогда можно записать

$$W(\omega, z) = \vec{A}(\omega) \cdot \vec{F}(\omega, z), \quad (3.11)$$

при этом, коэффициенты  $\vec{A}(A, B, C, D)$  зависят от частоты  $\omega$  и вычисляются, исходя из граничных условий для колеблющейся балки. В нашем случае рассматривается жесткая заделка одного конца балки (кантилеверный тип НМР).

Введем граничные условия для жесткой заделки [145]:

$$\left. \begin{array}{l} 1. \text{ конец балки не может} \\ \text{поворачиваться (условие нулевого} \\ \text{излома)} \end{array} \right| \frac{dW}{dz} \Big|_{z=0} = 0; \quad (3.12)$$

$$\left. \begin{array}{l} 2. \text{ конец не смещается (неподвижное} \\ \text{основание)} \end{array} \right| W \Big|_{z=0} = W_0 = 0 \quad (3.13)$$

Для свободного конца с дополнительной массой заданы следующие граничные условия:

$$\left. \begin{array}{l} 3. \text{ момент сил равен нулю} \\ 4. \text{ перерезывающая сила равна нулю} \end{array} \right| E \cdot J_y \cdot \frac{d^2 W}{dz^2} \Big|_{z=L} = 0; \quad (3.14)$$

$$\left. \begin{array}{l} E \cdot J_y \cdot \frac{d^3 W}{dz^3} \Big|_{z=L} + m \cdot \omega^2 \cdot \\ W \Big|_{z=L} = 0, \end{array} \right| \quad (3.15)$$

где  $m$  – локализованная масса на конце вискера.

Перейдем к безразмерным переменным:

$$\varepsilon = k(\omega) \cdot z \quad (3.16)$$

$$\varepsilon_{max} = k(\omega) \cdot L, \quad (3.17)$$

где  $\varepsilon$  – фаза колебаний,  $\varepsilon_{max}$  – максимальная фаза ( $z = L$ )

Введем коэффициент  $\mu$ , чтобы обезразмерить добавочную массу в граничном условии (15)

$$\mu = \frac{m\omega^2}{EJ_y k^3} = \frac{m\omega^2}{EJ_y k^4} k = \frac{m}{\rho SL} \varepsilon_{max} (1 - i\alpha\omega) = \frac{m}{M_W} \varepsilon_{max} (1 - i\alpha\omega), \quad (3.18)$$

где  $M_W$  – масса вискера. С учетом введенных обозначений (3.16-3.18) запишем основное уравнение и граничные условия в следующем виде:

$$\left| \frac{d^4 W}{d\varepsilon^4} - W = 0 \right. \quad (3.19)$$

$$\left| W|_{\varepsilon=0} = W_0 \right. \quad (3.20)$$

$$\left| \frac{dW}{d\varepsilon} |_{\varepsilon=0} = 0 \right. \quad (3.21)$$

$$\left| \frac{d^2 W}{d\varepsilon^2} |_{\varepsilon=\varepsilon_{max}} = 0 \right. \quad (3.22)$$

$$\left| \frac{d^3 W}{d\varepsilon^3} |_{\varepsilon=\varepsilon_{max}} + \mu W|_{\varepsilon=\varepsilon_{max}} = 0 \right. \quad (3.23)$$

Общее решение такой задачи аналогично (3.10):

$$W(\varepsilon, \mu) = A \cdot S(\varepsilon) + B \cdot T(\varepsilon) + C \cdot U(\varepsilon) + D \cdot V(\varepsilon). \quad (3.24)$$

Далее при подстановке общего решения (24) в граничные условия (3.20-23) получается полная система уравнений, решение которой позволяет найти собственные частоты, форму колебаний и добротности мод.

Обозначим  $S(\varepsilon_{max}) = \underline{S}$ ,  $T(\varepsilon_{max}) = \underline{T}$ ,  $U(\varepsilon_{max}) = \underline{U}$ ,  $V(\varepsilon_{max}) = \underline{V}$ .

$$A = W_0$$

$$B = 0$$

$$W_0 \underline{U} + C \underline{S} + D \underline{T} = 0 \quad (3.25)$$

$$W_0 (\underline{T} + \mu \underline{S}) + C (\underline{V} + \mu \underline{U}) + D (\underline{S} + \mu \underline{V}) = 0$$

Коэффициенты системы (3.25):

$$C = W_0 \frac{(T^2 - \underline{SU}) + \mu(\underline{ST} - \underline{UV})}{(\underline{S}^2 - \underline{TV}) + \mu(\underline{SV} - \underline{TU})} \quad (3.26)$$

$$D = W_0 \frac{(\underline{UV} - \underline{ST}) + \mu(\underline{U}^2 - \underline{S})}{(\underline{S}^2 - \underline{VT}) + \mu(\underline{SV} - \underline{UT})} \quad (3.27)$$

Запишем общее решение задачи:

$$W(\varepsilon, \mu) = W_0 \left( \frac{(T^2 - \underline{SU}) + \mu(\underline{ST} - \underline{UV})}{(\underline{S}^2 - \underline{TV}) + \mu(\underline{SV} - \underline{TU})} \cdot U(\varepsilon) + \frac{(\underline{UV} - \underline{ST}) + \mu(\underline{U}^2 - \underline{S})}{(\underline{S}^2 - \underline{VT}) + \mu(\underline{SV} - \underline{UT})} \cdot V(\varepsilon) + S(\varepsilon) \right) \quad (3.28)$$

Таким образом, можно построить решение (3.28), которое позволяет найти собственные частоты, форму колебаний и добротность системы вискера без и с добавленной массой (рисунок 3.2 а, б). Характерный вид АЧХ и ее изменение при добавлении массы представлено на рисунке 3.2 в. Для вычисления АЧХ использовалось выражение, представляющее собой  $L^2$  норму для данной системы и учитывающее отклонение всех точек нановискера вдоль всей длины:

$$F = \sqrt{\frac{\frac{1}{\tau} \int_0^L |W(z)|^2 dz}{W_0}} \quad (3.29)$$

Пример построения формы колебаний, а также АЧХ на первых двух резонансных частотах для вискера длиной 5 мкм, диаметром 100 нм с точечной массой  $\sim 10\%$  от массы вискера, локализованной на свободном конце, представлен на рисунке 3.2 а, б. В экспериментах в рассматриваемых нановискерах не удавалось возбудить более старшие порядки колебаний (из-за их малой добротности), поэтому при дальнейшем рассмотрении ограничимся двумя первыми фундаментальными модами.

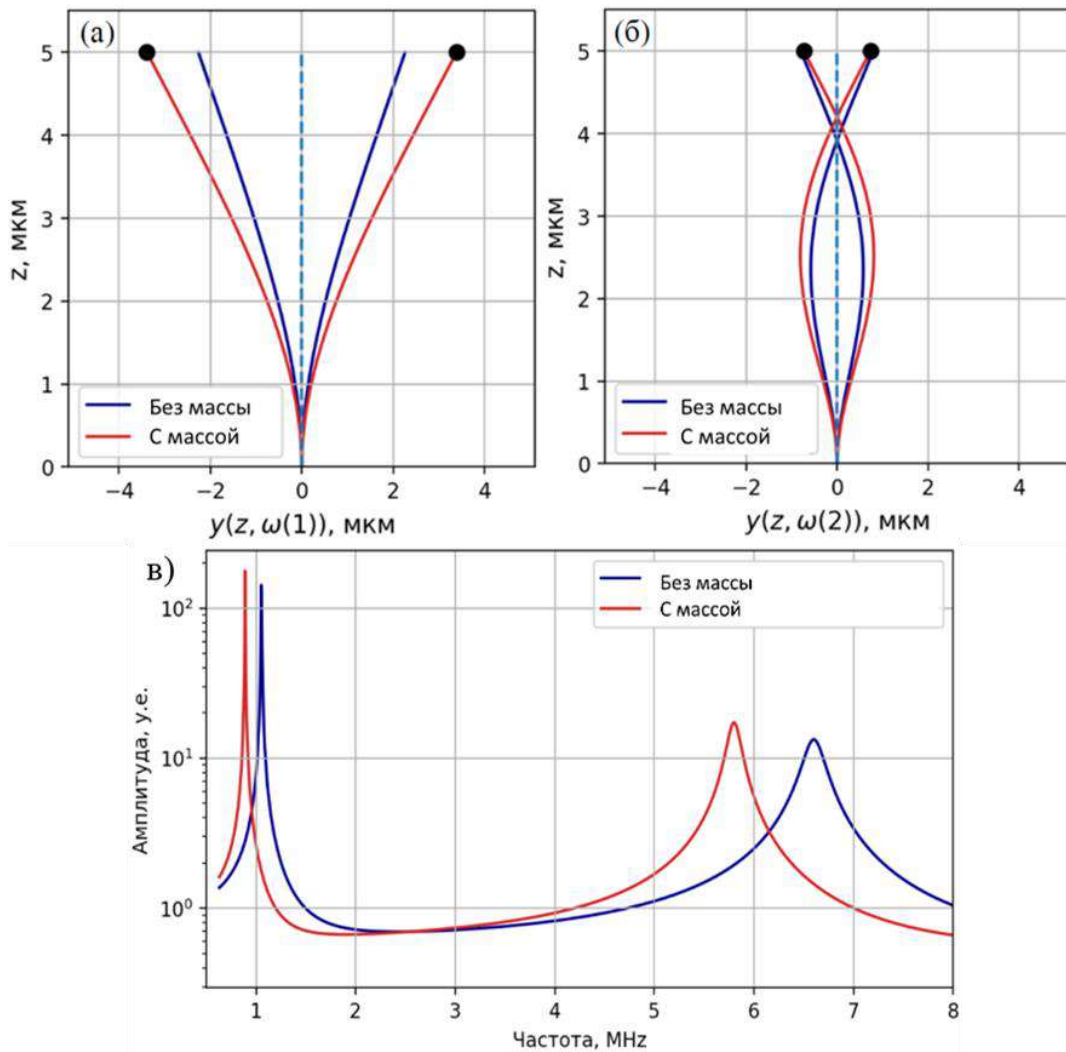


Рисунок 3.2. Усредненная форма колебаний ненагруженного вискера (синим) и с закреплённой массой (красным): (а) на первой и (б) второй резонансных частотах; (в) соответствующие АЧХ

Как можно видеть из рисунка 3.2, добавление массы на свободный конец вискера приводит к смещению резонансных частот и изменению формы колебаний. Модель формы колебаний представлена на рисунке 3.3. При этом стоит отметить, что для второго резонанса наблюдается смещение стационарной точки (точки перетяжки)  $\delta z$  при добавлении массы.

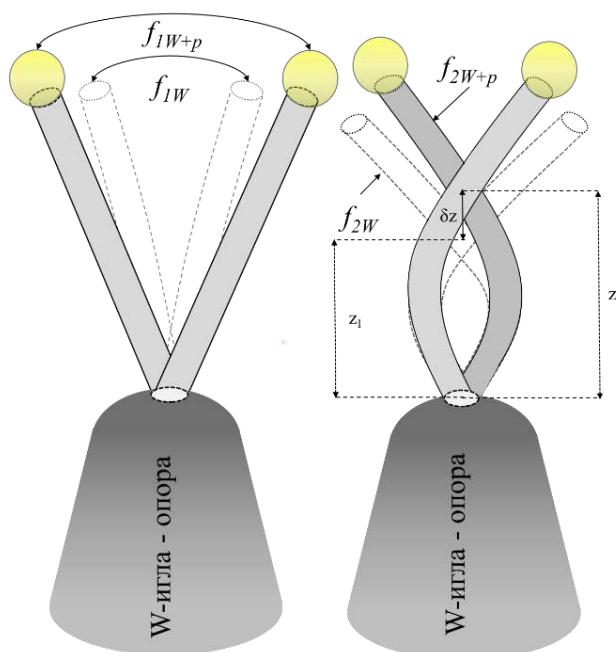


Рисунок 3.3. Форма колебаний вискера на первой и второй резонансных частотах до и после добавления массы на конец вискера,  $\delta z$  – смещение точки перетяжки

Для оценки величины смещения резонансной частоты на первом резонансе и стационарной точки на второй моде при добавлении сосредоточенной массы можно, в рамках используемой модели, представить функцию формы колебаний в новой стационарной точке и на новой резонансной частоте с добавочной массой через форму без массы. При этом, следует учесть, что по определению стационарной точки, значение смещения в ней обращается в нуль. Для представления можно использовать разложение функции в ряд Тейлора в первом порядке малости.

$$W(\omega_1, z_1) = W(\omega_0 + \delta\omega, z_0 + \delta z) \approx W(\omega_0, z_0) + \frac{\partial}{\partial \omega} W|_{\omega_0, z_0} \cdot \delta\omega + \frac{\partial}{\partial z} W|_{\omega_0, z_0} \cdot \delta z = 0, \quad (3.30)$$

где  $\omega_0$  и  $z_0$  – резонансная частота и положение стационарной точки для вискера без добавочной массы, а  $\omega_1$  и  $z_1$  – с добавочной массой. Учитывая, что смещение ненагруженного вискера на резонансной частоте  $\omega_0$  в точке  $z_0$  обращается в нуль, а также, используя векторное представление функции из выражения (3.24), для вискера с жесткой заделкой у основания можно выразить смещение  $\delta z$  в более явном виде:

$$\frac{\delta z}{z_0} = -\frac{1}{2} \left[ \frac{L \begin{pmatrix} S_0 \\ -V_0 \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} U_Z \\ -V_Z \end{pmatrix}}{z_0 \begin{pmatrix} T_0 \\ -S_0 \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} T_Z \\ -U_Z \end{pmatrix}} + 1 \right] \cdot \frac{\delta \omega}{\omega_0} \approx -\frac{1}{2} \frac{\delta \omega}{\omega_0}, \quad (3.31)$$

где  $L$  - длина вискера, индекс 0 у функций Крылова означает вычисление функции с аргументом  $k(\omega_0) \cdot L$ , а индекс  $z$  - с параметром  $k(\omega_0) \cdot z_0$ . В квадратных скобках стоит выражение, не зависящее от материальных и геометрических параметров вискера. При этом, первая часть выражения для второго резонанса составляет величину менее 0.01, что позволяет ей пренебречь и упростить выражение. Таким образом, относительное смещение стационарной точки линейно связано с относительным смещением резонансной частоты.

Пользуясь аналогичным разложением (3.30), разложением матрицы, образованной из системы уравнений для коэффициентов  $A, B, C, D$ , и применяя аналогичные упрощения, можно установить искомую взаимосвязь:

$$\frac{\delta \omega}{\omega_0} \approx -2 \frac{m}{M_W}, \text{ при этом } \omega_0 \approx R^2 \cdot \frac{1}{L^2} \cdot \left( \frac{E \cdot J}{\rho \cdot S} \right)^{0.5}, \quad (3.32)$$

где  $M_W$  - масса вискера,  $m$  - добавочная масса на свободном конце вискера,  $R$  - корень уравнения  $\cos R = \cosh^{-1} R$ . При выводе выражения (3.32) было также использовано выражение для резонансной частоты колебаний вискера, имеющего жесткую заделку с одного из концов.

Для нахождения связи между смещением стационарной точки и непосредственно добавочной массой, воспользуемся уравнением связи между смещением резонансной частоты и добавочной массой. Подставляя полученное равенство (3.32) в выражение (3.31), получаем взаимосвязь между смещением стационарной точки вискера и добавочной массой [90, 143]:

$$\frac{\delta z}{z_0} \approx \frac{m}{M_W}, \text{ при этом } m \approx \rho S \frac{\delta z}{0,78}, \quad (3.33)$$

$\delta z$  - смещение точки перетяжки на резонансной частоте,  $M_W = \rho \cdot S \cdot L$  - масса нановискера,  $z_0$  - точка перетяжки до добавления массы ( $z_0 = 0,78 \cdot L$  для 2-го резонанса [143]).

Можно заметить, что резонансная частота и точка перетяжки изменяются пропорционально отношению добавочной массы к массе нановискера и для

увеличения точности определения массы необходимо уменьшать массу нановискера.

Для быстрого поиска экспериментальной резонансной частоты вискера и системы вискера с добавочной массой (вблизи расчетной по геометрическим параметрам) воспользуемся формулой для первой собственной частоты системы консольного типа [146]

$$\omega_{\text{цикл}} = \sqrt{\frac{c}{m}}, \quad (3.34)$$

где  $c$  – жесткость балки на изгиб, а  $m$  – эффективная масса  $m = \frac{33}{140} M_w$  [147].

Жесткость балки может быть определена:

$$c = \frac{3EJ}{L^3}, \quad (3.35)$$

где  $E$  – модуль Юнга,  $L$  – длина стержня,  $J$  – момент инерции сечения, который для цилиндрической балки определяется, как  $J = \frac{\pi r^4}{4}$ , где  $r$  – радиус вискера.

Линейная частота  $f_w$  связана с циклической, как  $f_w = \frac{\omega_{\text{цикл}}}{2\pi}$ , тогда для вискера, ненагруженного массой, после подстановки формулы (3.35) в (3.34) для нахождения первой резонансной частоты цилиндрической балки, получаем:

$$f_w = \sqrt{\frac{3E(\frac{d}{2})^4}{\frac{33}{140}M_w 16\pi L^3}} \approx 0,142 \frac{d}{L^2} \sqrt{\frac{E}{\rho}}, \quad (3.36)$$

где  $\rho$  – плотность вискера,  $d$  – диаметр вискера.

Первая резонансная частота системы вискера с частицей:

$$f_{w+p} = \sqrt{\frac{3E(\frac{d}{2})^4}{(\frac{33}{140}M_w + m_p) 16\pi L^3}}. \quad (3.37)$$

Для оценки массы частицы выразим  $m_p$  из (3.37):

$$m_p = \frac{3E(\frac{d}{2})^4}{f_{w+p}^2 16\pi L^3} - \frac{33}{140} M_w, \quad (3.38)$$

т.е. зная резонансную частоту системы «вискер + частица»  $f_{w+p}$ , а также параметры самого вискера, можно определить значение исследуемой массы. Кроме

того, по полученным формулам можно также оценить массу самого вискера, зная его резонансную частоту:

$$M_W = \frac{3E\left(\frac{d}{2}\right)^4}{\left(\frac{33}{140}\right) f_{exp}^2 16\pi L^3}, \quad (3.39)$$

где  $f_{exp}$  – экспериментально измеренная резонансная частота. Данная формула является полезной в ситуации, когда плотность материала неизвестна и невозможно определить массу вискера по его геометрическим параметрам. Используя формулы (3.36 - 3.39), можно получить соотношение (3.40), согласующееся с формулой (3.32), полученной из теории Эйлера – Бернулли.

$$\frac{\Delta f}{f_W} \approx -2 \frac{m_p}{M_W}, \quad (3.40)$$

где  $\Delta f = f_W - f_{W+p}$ .

Для экспериментальной оценки порога чувствительности метода определения массы нанобъектов с применением вискеров был исследован процесс обрастания углеродом наноструктур под действием электронного пучка в камере СЭМ при визуальном методе детектирования колебательных параметров системы. Как указывалось ранее, визуализации наноструктур в СЭМ приводит к паразитному осаждению слоя углерода на структуре, что можно рассматривать как внесение паразитной добавочной массы. Таким образом, предложенный метод измерения имеет систематическую ошибку. Для минимизации погрешности при построении АЧХ используется минимальный ток пучка  $\sim 5$  пА (spot 2.0), при котором возможно расшифровать видеозапись (на пороге видимости) в специализированном программном обеспечении, в то время, как ток пучка для роста нановискеров составляет  $\sim 15,4$  пА (spot 3.5). Отметим, что снижение тока пучка электронов ведет к снижению скорости осаждения паразитного слоя углерода. Для измерения скорости обрастания (во время записи АЧХ) был выращен УНВ с длиной  $L=4,92$  мкм и диаметром  $d=169$  нм, представленный на рисунке 3.4, при этом, плотность  $\rho=2200$  кг/м<sup>3</sup> и модуль Юнга  $E=20$  ГПа углерода брались из [11, 12, 89]. Данный нановискер в течение 80 минут экспонировался при токе пучка  $\sim 5$  пА (spot 2.0), после, в диапазоне 80 – 140 минут, при  $\sim 8,5$  пА (spot 2.5). При

этом с шагом в 5 минут измерялась его резонансная частота для расчета массы вискера и скорости обрастания. Зависимость массы вискера от времени эксперимента представлена на рисунке 3.5.

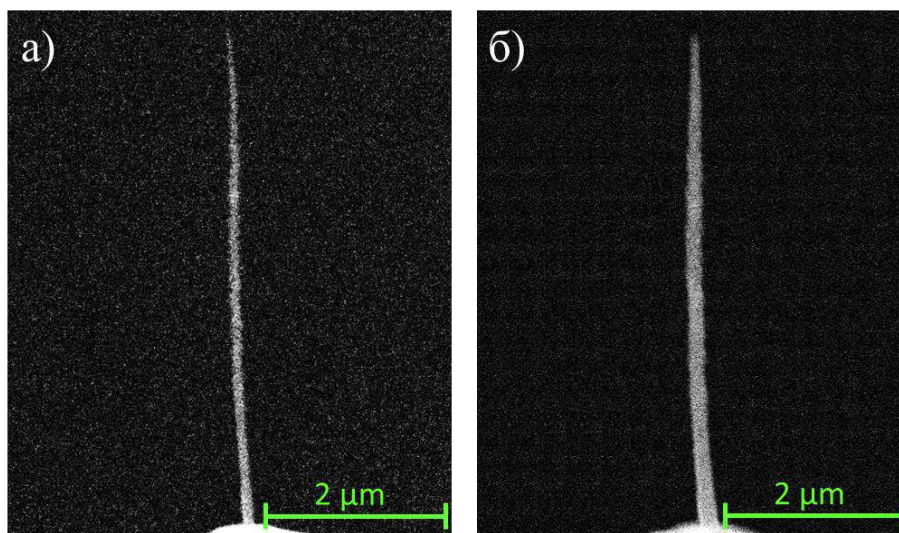


Рисунок 3.4. УНВ до (а) и после (б) обрастания углеродом после экспонирования под электронным пучком

Для быстрого поиска резонансной частоты вискера (минимизации обрастания наноструктуры) вблизи расчетной было оценено теоретическое значение по формуле (3.36), которое составило 2988 кГц. Экспериментально измеренная частота  $f_{exp}=2840$  кГц согласовывалась с теоретической оценкой с погрешностью  $\sim 5\%$ . Начальная масса УНВ по геометрическим размерам составляла 243 фг, а по теоретическому расчету из формулы (3.39) – 265 фг, ошибка определения массы вискера  $\sim 10\%$ . Данные погрешности связаны с тем, что исследуемый УНВ не имел идеальную цилиндрическую форму.

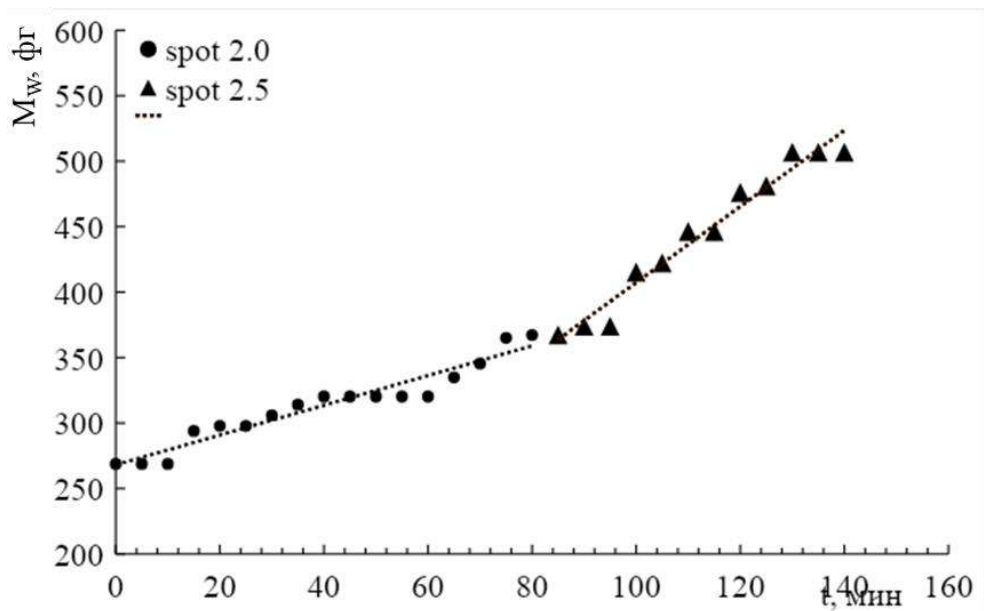


Рисунок 3.5. Зависимость массы УНВ от времени экспонирования электронным пучком

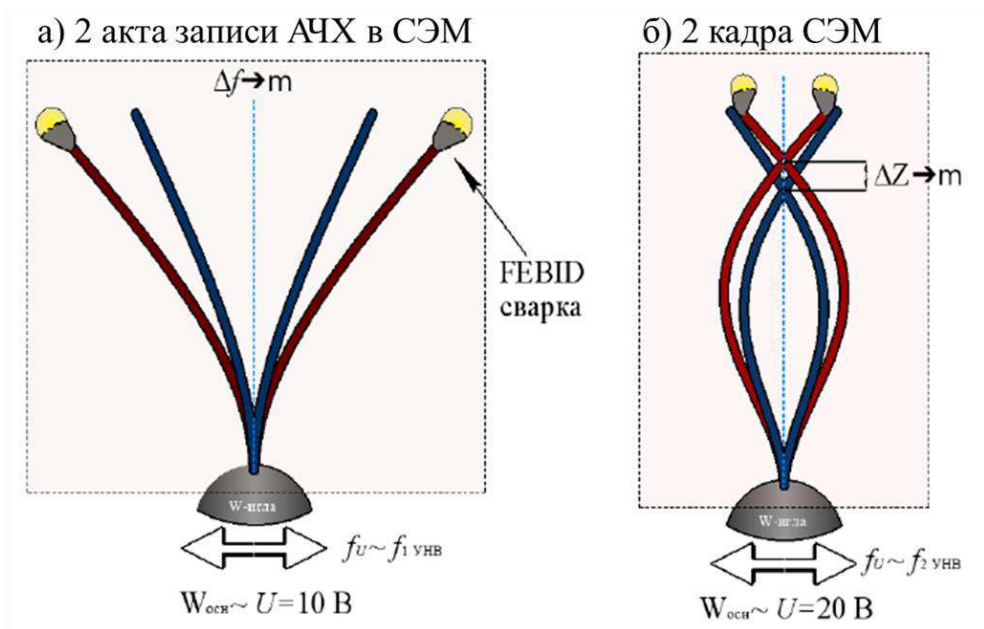


Рисунок 3.6. (а) частотная методика измерения массы; (б) узловая методика измерения массы

Как видно из рисунка 3.5, скорость обрастания вискера составляла 1,14 фг/мин при минимальном значении тока пучка для регистрации колебаний (spot 2.0) и ~2,9 фг/мин (для spot 2.5) для получения двух кадров хорошего качества. Для детектирования массы по сдвигу первой резонансной частоты необходимо записать две видеозаписи АЧХ до и после закрепления измеряемого объекта,

каждый акт записи занимает в среднем одну минуту (рисунок 3.6 а). Таким образом за время эксперимента масса паразитного материала составит порядка  $\sim 2,3$  фг. При этом эксперимент по определению массы по смещению узла (точки перетяжки) после закрепления объекта (дополнительной инерционной массы) сводится к получению двух СЭМ изображений до и после локализации массы (рисунок 3.6 б), однако фотографии должны быть сделаны при токе пучка достаточном для хорошего качества изображений точки перетяжки (не менее  $\text{spot } 2.5$ ). Получение двух кадров занимает  $\sim 20$  сек, что соответствует обрастанию на  $0,97$  фг. Также в узловой методике вносится погрешность при измерении расстояния от основания вискера до точки перетяжки до и после локализации нанообъекта, что также влияет на точность определения массы. Погрешность определения расстояния в используемом СЭМ  $\sim 10$  нм, которая вносит ошибку по массе  $\sim 0,6$  фг. Таким образом, общая погрешность определения массы по сдвигу узла второй моды составляет  $\sim 1,6$  фг.

Можно отметить, что скорость обрастания УНВ зависит от используемого параметра  $\text{spot}$ , чем выше его значение, тем больше обрастание. Для СЭМ «FEI Quanta» характерна высокая скорость осаждения материала, что с одной стороны увеличивает скорость роста УНВ, а с другой чувствительность метода определения массы по сдвигу резонансной частоты уменьшается. В СЭМ с относительно низким вакуумом (порядка  $10^{-6}$  мбар) в камере целесообразнее использовать метод определения массы нанообъекта по сдвигу точки перетяжки второй гармоники, предложенный в данной работе.

Для экспериментального сравнения точности определения добавленной массы (с использованием первого и второго резонансов) был выращен УНВ с длиной  $L = 11,41$  мкм и диаметром  $d = 153$  нм, представленный на рисунке 3.7 а. Масса вискера  $\sim 268$  фг рассчитывалась по формуле (3.39). Экспериментально определенные первая (рисунок 3.7 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 3.7 в).

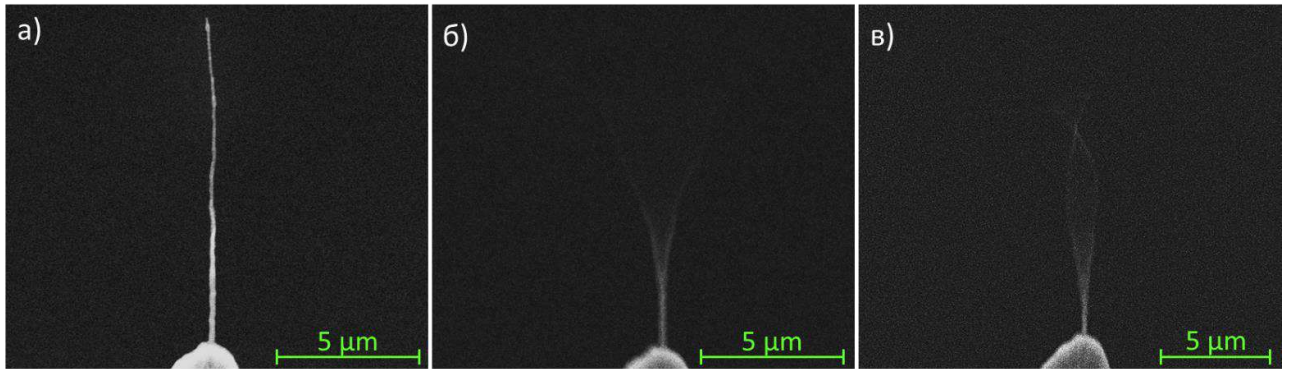


Рисунок 3.7. СЭМ изображения УНВ (а) и его колебаний на первой (б) и второй (в) резонансных частотах

Далее под пучком СЭМ на вершине УНВ была наращена цилиндрическая углеродная наноструктура диаметром  $d_m = 100$  нм и длиной  $l_m = 575$  нм (рисунок 3.8 а). Первая резонансная частота системы (после добавления массы) составила  $f_{1m} = 630$  кГц (рисунок 3.8 б), а расстояние от основания вискера до новой точки перетяжки  $z_2 = 9,7$  мкм (рисунок 3.8 в). При этом, добавочная масса, рассчитанная по геометрическим характеристикам, составляла  $\sim 10$  фг.

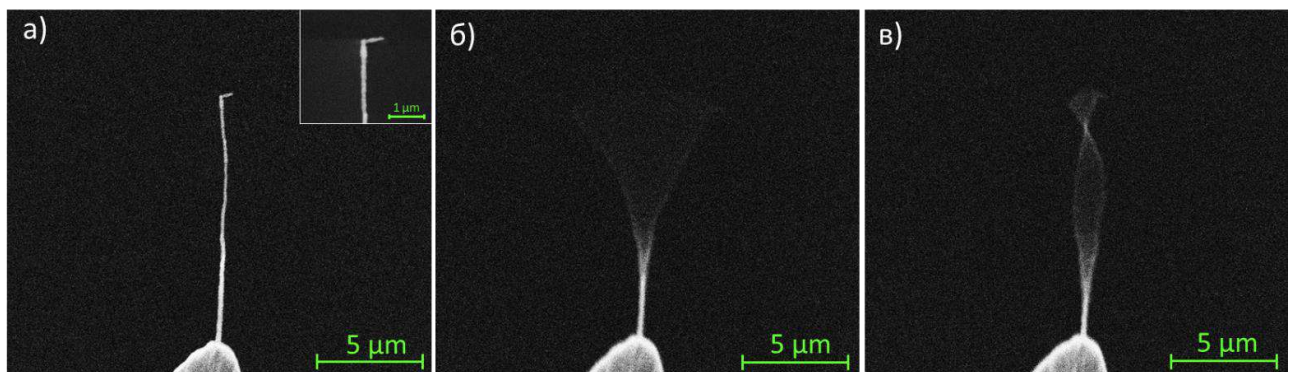


Рисунок 3.8. СЭМ изображения УНВ с добавочной массой (а); и его колебаний на первой (б) и второй (в) резонансных частотах с локализованной массой

Таким образом, сдвиг первой резонансной частоты составлял 30 кГц, а смещение точки перетяжки второй моды - 360 нм. Добавочная масса, определенная по частотной методике (3.32), составила  $\sim 6$  фг, а исходя из узловой методике (3.33)  $\sim 10$  фг, соответственно. Экспериментальные результаты, полученные при исследовании резонансного взвешивания с применением УНВ, хорошо соответствуют значению, полученному из СЭМ изображений (при оценке объема

добавочной массы) в пределах точности эксперимента. Из проведенного эксперимента видно, что оба метода позволяют оценить добавленную массу, однако, измеренная масса по сдвигу точки перетяжки второй гармоники ближе по значению к массе, определенной из геометрии исследуемого нанообъекта.

Также были проведены еще 5 экспериментов по измерению добавочной массы по двум методикам (с использованием вискероов с другими геометрическими размерами), результаты которых представлены в таблице 3.

Таблица 3. Сводные результаты пяти экспериментов по измерению добавленной массы

№	$L_w$ , мкм	$d_w$ , нм	$f_1$ , кГц	$f_{1m}$ , кГц	$Z_1$ , мкм	$Z_2$ , мкм	$m_p$ (геом.), фг	$m_p$ по f, фг	$m_p$ по z, фг	$\Delta m_p$ по f, фг	$\Delta m_p$ по z, фг	$\delta m_p$ по f, %	$\delta m_p$ по z, %
1	7,4	120	1190	1000	5,37	5,86	24	9	11	15	13	61	55
2	5,9	119	1210	1180	4,34	4,45	8	3	6	5	2	67	32
3	6,3	91	1040	1020	4,60	5,01	5	1	7	6	2	84	45
4	8,3	127	960	900	6,05	7,34	30	5	34	25	4	83	15
5	9,9	163	1660	1590	7,36	7,79	6	2	5	4	1	73	24

Как видно из таблицы, во всех экспериментах определение массы с помощью анализа смещения точки перетяжки показывает значения массы более близкие к оцененному через геометрические размеры навесок, чем измерение массы по первой резонансной частоте. Приведенный анализ указывает на преимущества предложенного метода в определении массы нанообъектов.

В данном параграфе была рассмотрена аналитическая модель, описывающая механические колебания нановискера с добавочной массой на свободном конце. Установлено, что добавление массы приводит к смещению резонансных частот нановискера, а также к изменению формы колебаний. Детально рассмотрены две первые фундаментальные моды. Аналитически и экспериментально показано, что слежение за смещением точки перетяжки, возникающей на второй резонансной частоте, демонстрирует устойчивость результатов измерений к внешнему воздействию (нарастанию дополнительной массы на боковой поверхности

нановискеров в процессе измерения), что делает данный метод более предпочтительным для измерения добавочной массы в реальных экспериментальных условиях в отличие от процедуры слежения за изменением резонансной частоты. Дополнительное достоинство метода определения массы по сдвигу точки перетяжки второй гармоники заключается в возможности проведения анализа формы колебаний при подаче возбуждающей силы в виде широкополосного волнового пакета вместо гармонических колебаний, что позволяет на время захвата СЭМ снимка проводить механическую накачку вискера в относительно широком диапазоне частот вблизи резонанса вискера. Это позволяет уменьшить общее время СЭМ экспозиции более чем в 10 раз и понизить порог чувствительности метода. В свою очередь, сравнение непосредственно формы колебаний представляется затруднительным и для достоверного анализа удобно использовать неподвижные точки перетяжки, которые появляются в форме колебаний высших резонансов и положение которых зависит от материальных и геометрических свойств вискера и, в частности, от добавочной массы, и не зависит от интенсивности раскачки системы.

### **3.2. Составные наноосцилляторы для определения массы нанообъектов по сдвигу точки перетяжки второго резонанса. Резонанс Фано**

В предыдущем параграфе можно увидеть (рисунок 3.2 в) что, добротность пика АЧХ на первой резонансной частоте выше, чем на второй, но в рассматриваемых экспериментальных условиях слежение за положением точки перетяжки высших колебательных мод является наиболее предпочтительным методом детектирования массы, как экспериментально показано в параграфе 3.1, так как не требуется длительное экспонирование УНВ под электронным пучком. Рассмотрим 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, а соответственно повышение чувствительности метода определения массы по узлам высших колебательных мод.

Проведем численное моделирование колебаний системы, состоящей из двух вискеро́в, расположенных друг на друге. Следует отметить, что создание подобных и более сложных систем также может быть реализовано с помощью методики осаждения материала под действием сфокусированного электронного пучка (FEBID) в камере СЭМ (рисунок 3.9).

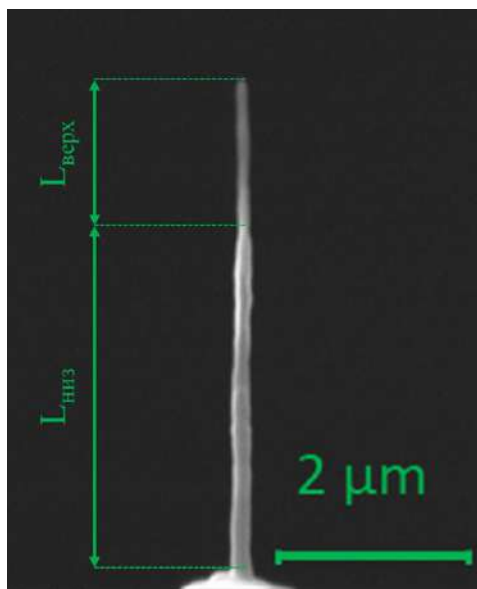


Рисунок 3.9. СЭМ изображение двухсегментного вискера, выращенного методом FEBID

Рассмотрим двухсоставной вискер, у которого диаметр верхнего сегмента меньше диаметра нижнего сегмента. При этом верхний сегмент имеет более высокую чувствительность по определению массы по смещению узла, чем нижний за счет меньшего диаметра (и, как следствие, массы). Таким образом, обоснованно сравнивать чувствительность двухсоставной системы (рисунок 3.10 б) с чувствительностью верхнего, более тонкого сегмента (рисунок 3.10 а).

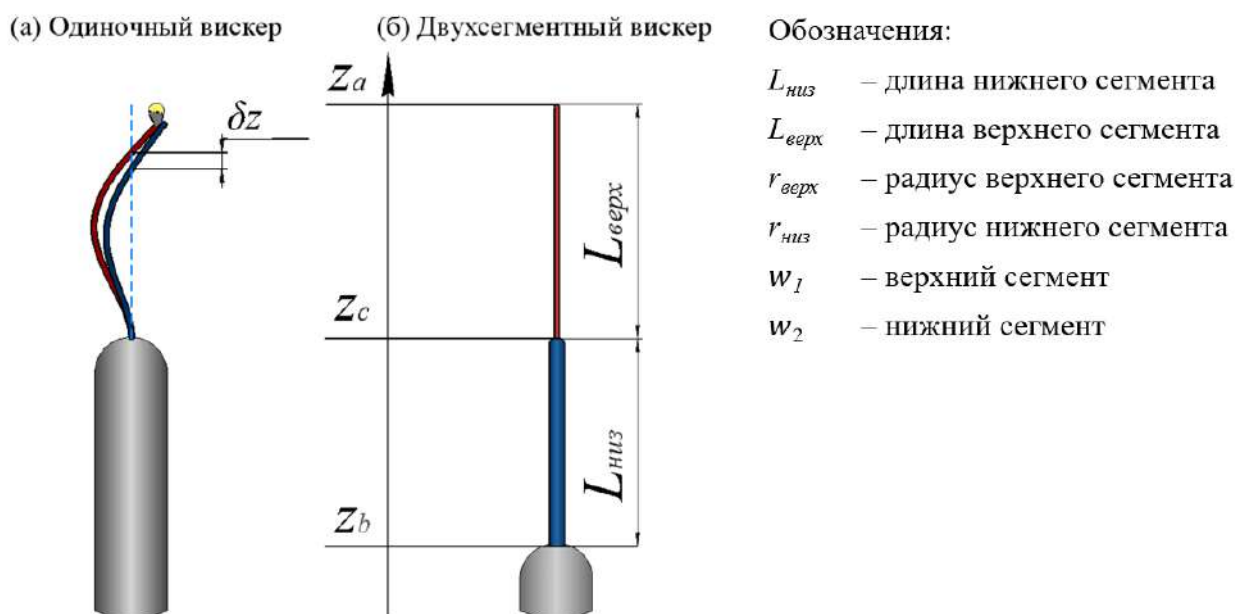


Рисунок 3.10. Схематические изображения и обозначения: (а) одиночный верхний сегмент, (б) двухсегментная система

Двухсегментную геометрию можно охарактеризовать набором длин и радиусов для каждого из сегментов в отдельности ( $L_{\text{низ}}$ ,  $r_{\text{низ}}$ ,  $L_{\text{верх}}$ ,  $r_{\text{верх}}$ ). Также введем безразмерную длину нижнего сегмента  $l = L_{\text{низ}} / (L_{\text{верх}} + L_{\text{низ}})$  относительно общей длины ( $L$ ). Предположим, что рассматриваемые вис커ры в точке  $z=z_c$  соединены монолитно. В рамках составной системы решения для формы колебаний верхнего  $W_1$  и нижнего  $W_2$  сегмента необходимо согласовать и сшить. Для сшивки решений задачи требуется равенство перемещений и углов отклонения в точке  $z=z_c$ , а также согласование моментов и сил. При этом через  $z_b$  обозначим точку заделки нижнего сегмента, а через  $z_a$  - положение вершины верхнего сегмента. С учетом условий сшивки запишем 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	$\frac{dW_1}{dz} _{z=z_b} = 0$	(3.41)
3. перемещения согласованы	$W_1 _{z=z_c} = W_2 _{z=z_c}$	

4. углы согласованы	$\left. \frac{\partial W_1}{\partial z} \right _{z=z_c} = \frac{\partial W_2}{\partial z} \Big _{z=z_c}$
5. согласованы моменты	$\left. E_1 \cdot J_1 \cdot \frac{\partial^2 W_1}{\partial z^2} \right _{z=z_c} = E_2 \cdot J_2 \cdot \frac{\partial^2 W_2}{\partial z^2} \Big _{z=z_c}$
6. согласованы силы	$\left. E_1 \cdot J_1 \cdot \frac{\partial^3 W_1}{\partial z^3} \right _{z=z_c} = E_2 \cdot J_2 \cdot \frac{\partial^3 W_2}{\partial z^3} \Big _{z=z_c}$
7. нулевой момент свободного конца	$\left. E_2 \cdot J_2 \cdot \frac{\partial^2 W_2}{\partial z^2} \right _{z=z_a} = 0$
8. поперечная сила (с массой)	$\left. E_2 \cdot J_2 \cdot \frac{\partial^3 W_2}{\partial z^3} \right _{z=z_a} + \delta m \omega^2 W_2 \Big _{z=z_a} = 0$

Формы колебаний и АЧХ (определенные по формуле 3.29), а также спектр, добротность и чувствительности к массе двухсегментного вискера можно получить из анализа полной системы уравнений, которая получится при подставлении общего решения (3.10) в граничные условия (3.41). На рисунке 3.11 а,б) представлено решение для 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/м<sup>3</sup>,  $\alpha = 0.5$  нс с добавленной массой  $\delta m = 1$  фг.

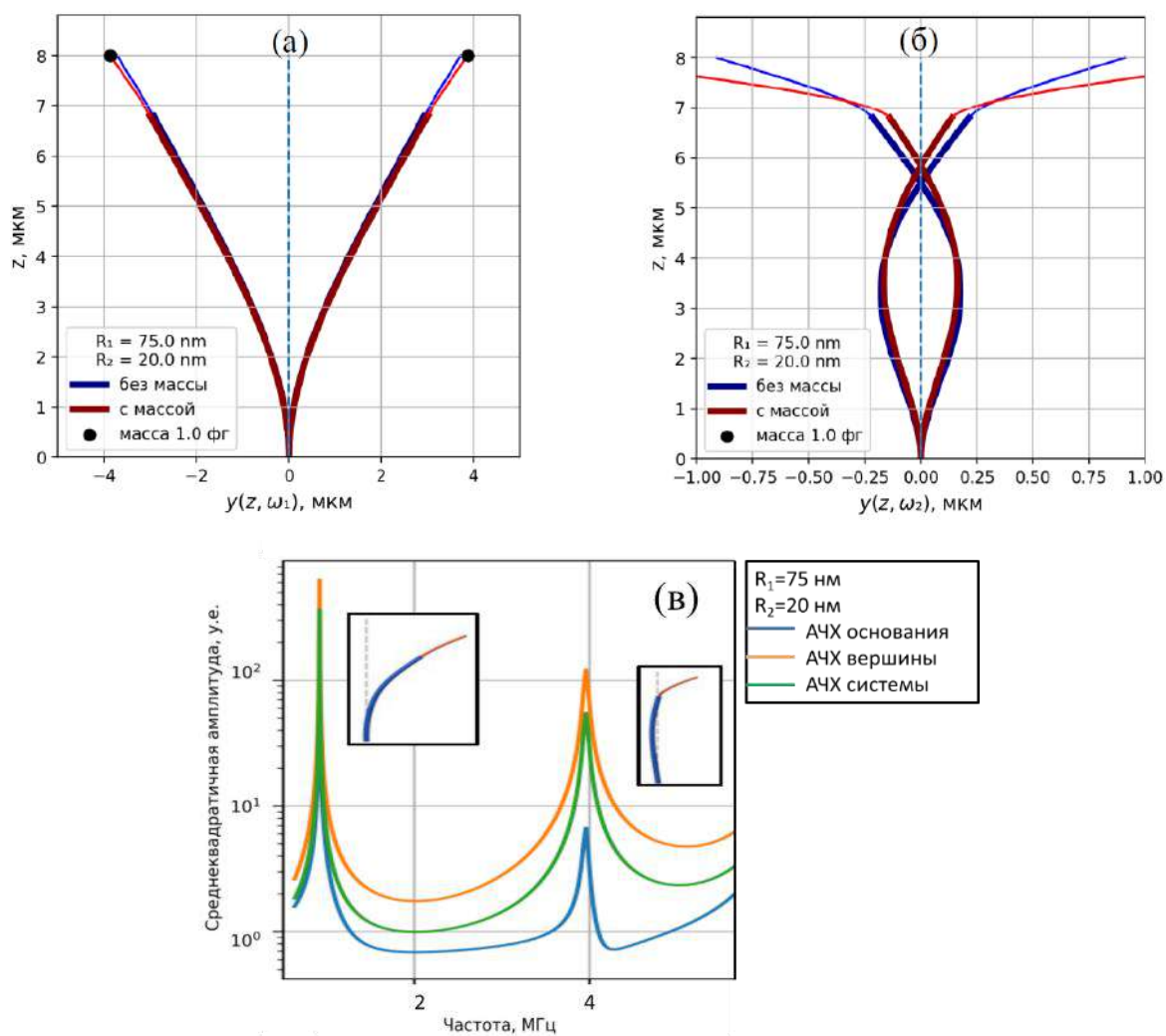


Рисунок 3.11. Формы колебаний двухсегментного вискера (система с массой отмечена красным, система без массы - синим): (а) первый резонанс составной системы, (б) второй резонанс составной системы, (в) АЧХ составной системы без добавочной массы, вставки - формы колебаний системы на соответствующих резонансных частотах

Из рисунка 3.11 в видно, что в составной системе наблюдаются резонансы, являющиеся комбинацией резонансов нижнего и верхнего сегментов. На втором резонансе наблюдается точка перетяжки. Стоит отметить, что второй резонанс для нижнего сегмента (рисунок 3.11 в) имеет ассиметричную форму, характерную для резонансов Фано [148]. Как правило, более крутая форма АЧХ и высокая добротность резонансов Фано по сравнению с гармоническими обеспечивают более высокую чувствительность к внешним воздействиям [148]. В данной работе резонансы Фано являются результатом связи между первым резонансом верхнего

сегмента и одним из резонансов нижнего сегмента. Проиллюстрируем данный вывод, сопоставив АЧХ двухсегментной и односегментных систем, состоящих из отдельно стоящего верхнего и нижнего сегментов (рисунок 3.12).

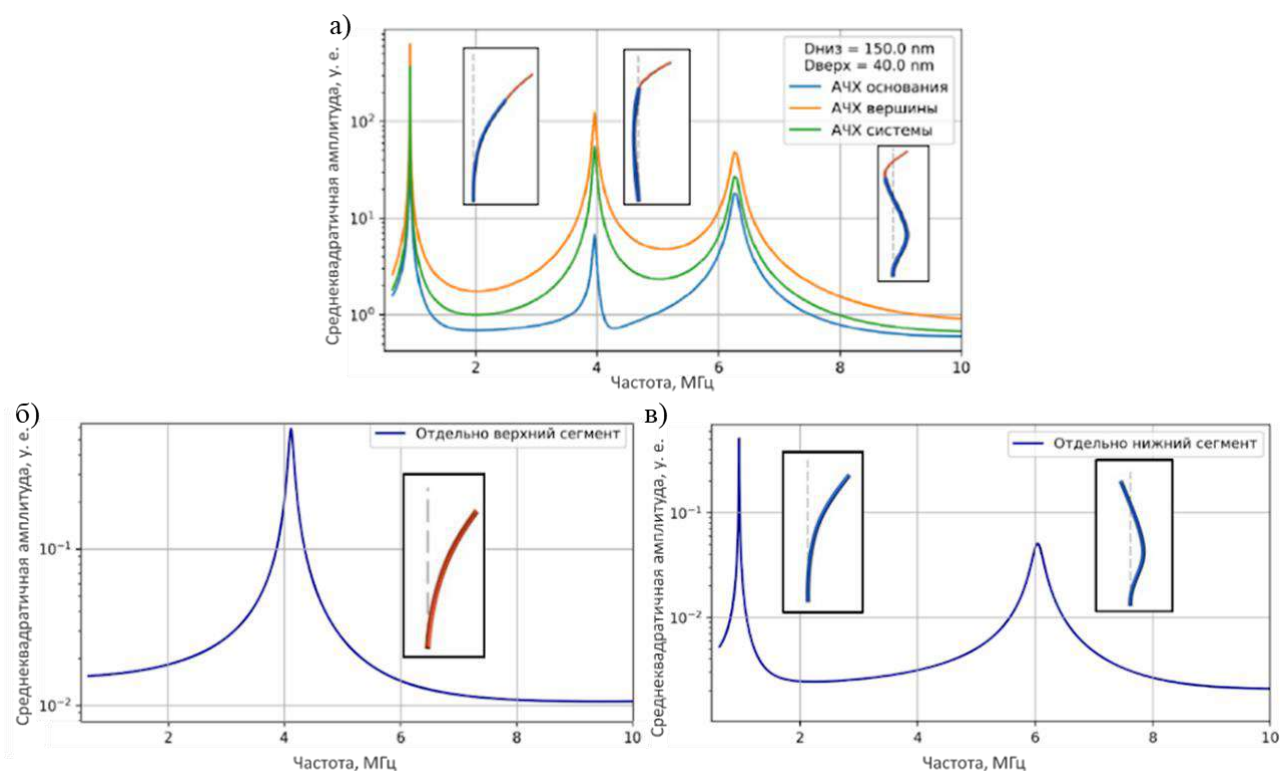


Рисунок 3.12. Среднеквадратичные значения амплитуды: (а) связанной двухсегментной системы; (б) отдельно верхнего сегмента; (в) отдельного нижнего сегмента

Для поиска оптимальной геометрии был проведен перебор относительной длины сегментов ( $l$ ) при общей длине системы  $L=8$  мкм. Радиусы сегментов варьировались независимо друг от друга в пределах экспериментально достижимых значений (20...200) нм. Для каждой комбинации вискеров были найдены резонансные частоты, положения узлов и их сдвиги при добавлении точечной массы. Чувствительности к массе определены как для связанной двухсегментной системы, состоящей из рассчитанной комбинации сегментов, так и для отдельно стоящего верхнего сегмента. На рисунке 3.13 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. Проведено варьирование радиусов верхнего и нижнего сегментов для различных относительных  $l$  при постоянной длине  $L$  всей системы.

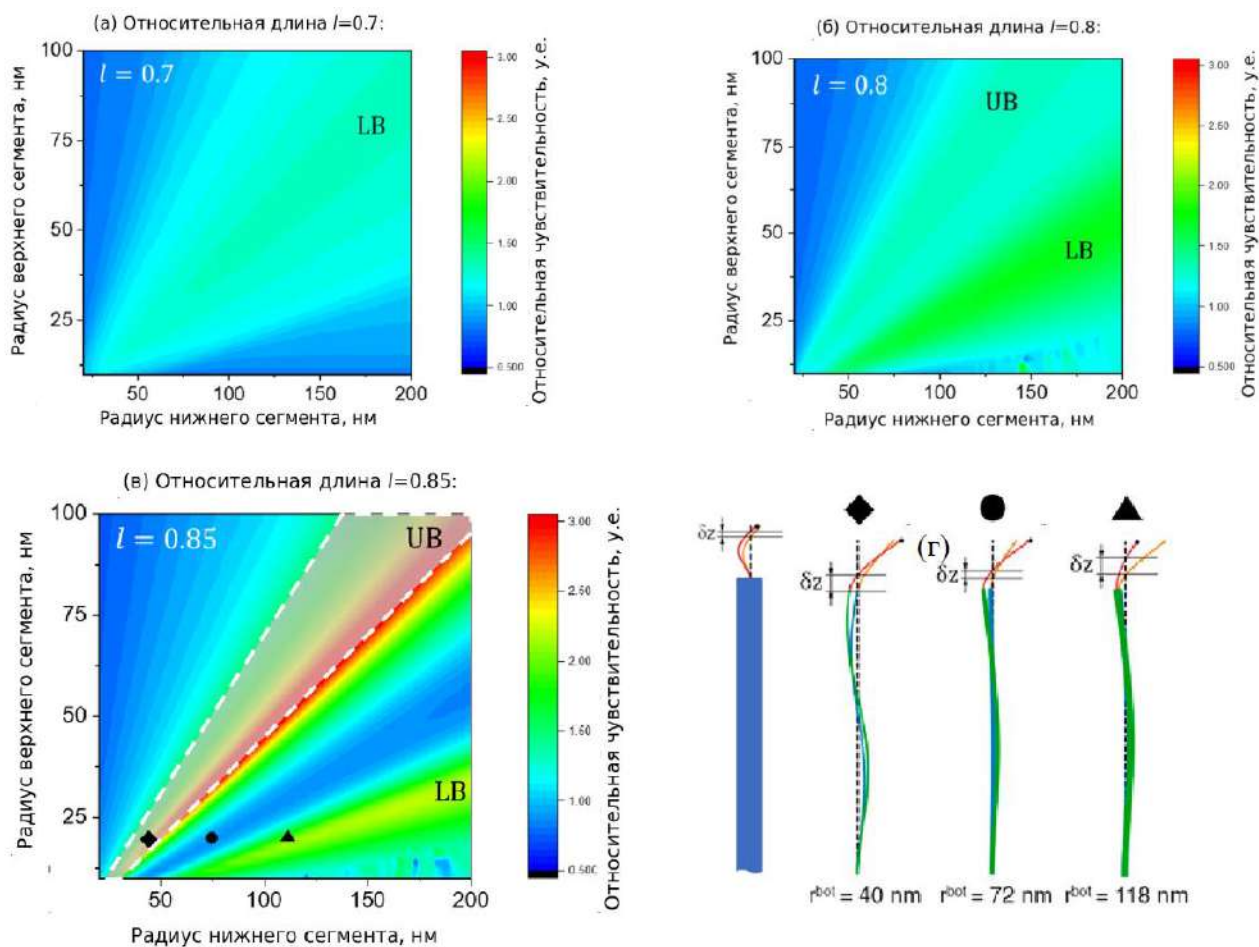


Рисунок 3.13. Цветовые карты относительной чувствительности  $\frac{R_{Z \text{ соств}}^{\text{верх}}}{R_{Z2}}$  как функции радиусов верхнего и нижнего сегментов для: (а)  $l = 0.7$ , (б)  $l = 0.8$ , (в)  $l = 0.85$ , (г) визуализация формы колебаний при усилении (в точках, отмеченных на (в)). Маленькими черными кружками на (г) обозначена точечная масса

Как можно видеть по цветовым картам относительной чувствительности (рисунок 3.13), при некоторых отношениях длин сегментов появляются выделенные области соотношений между их радиусами, при которых наблюдается усиление смещения узла при добавлении массы. На цветовых картах наблюдается две характерные линии увеличения чувствительности – назовем их UB и LB (см. рисунок 3.13). Широкая область увеличения чувствительности LB (нижняя Фано

линия) связана с взаимодействием между первым собственным резонансом верхнего сегмента и вторым собственным резонансом 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 3.13 в) можно наблюдать верхнюю Фано линию (UB), позволяющую получить усиление более чем в 3 раза. Заштрихованная область внутри пунктирной рамки соответствует колебаниям с узлом в нижнем сегменте. Трёхкратное усиление чувствительности в области верхней Фано линии возможно только в очень узком окне соотношений между геометрическими параметрами вискеро́в (не включая область в рамке), что делает её малоприменимой с практической точки зрения, в отличие от широкой области нижней Фано линии, где наблюдаются узлы верхнего сегмента. При увеличении относительной длины нижнего сегмента более 0.85 от общей длины, при колебаниях составной двухсегментной системы наблюдаются узлы только в нижнем сегменте, что уменьшает точность определения их смещений при закреплении на свободном конце измеряемой массы [145]. Подобно односегментным УНВ, чувствительность двухсегментных вискеро́в также увеличивается с уменьшением диаметра вискеро́в. Основываясь на экспериментально определённых параметрах материала вискеро́в, обладающего формой близкой к цилиндрической ( $\rho = 2200 \text{ кг/м}^3$ ,  $\alpha_c = 0.2 \text{ нс}$ ), можно оценить абсолютную чувствительность  $R_z$  двухсегментных вискеро́в консольного типа (рисунок 3.14).

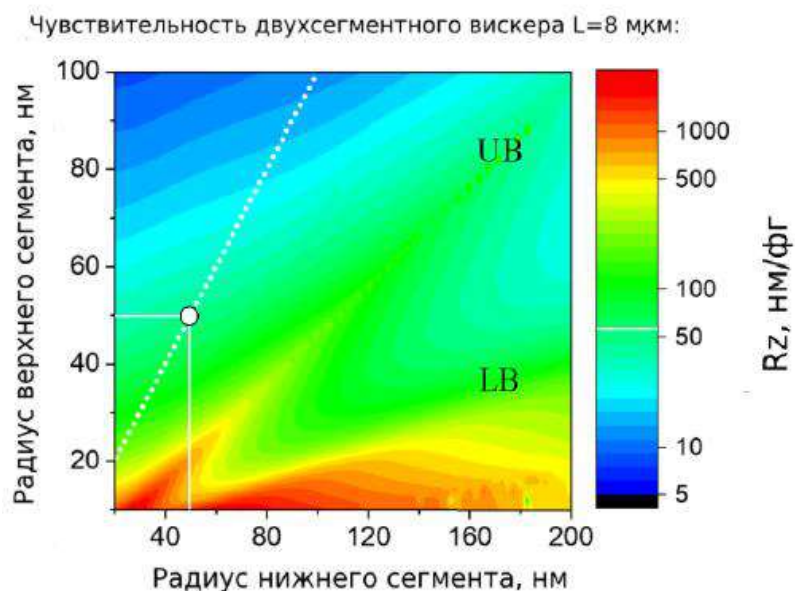


Рисунок 3.14. Абсолютная чувствительность двухсегментного вискера ( $L = 8$  мкм,  $l = 0.85$ ) к добавленной массе

На рисунке 3.14 белой пунктирной линией отмечена чувствительность односегментного вискера, белая точка соответствует вискеру  $d=100$  нм,  $L = 5$  мкм,  $\rho = 2200$  кг/м<sup>3</sup>,  $\alpha_B = 0,5$  нс. При этом чувствительности к добавленной массе по сдвигу частоты и смещению положения точки перетяжки равны  $R_{\omega_1} = 306,52$  кГц/фг,  $R_{z_2} = 54,86$  нм/фг, соответственно [143]. Можно выделить диапазоны параметров, при которых чувствительность смещения положения узла двухсегментного вискера к массе может достигать до 1000 нм/фг, при соответствующем уменьшении порога детектируемых масс в три раза. Данное значение становится сопоставимо с порогом чувствительности частотной методики для одиночного вискера ( $\partial m_{\omega_1 \min}$ ),  $\partial m_{\omega}$  определяется как  $\partial m_{\omega} \approx -\frac{1}{2} \left( \frac{M_W}{\omega_0} \right) \delta\omega = -\frac{\pi}{4} \left( \frac{\rho d L^3}{a_n^2} \cdot \sqrt{\frac{\rho}{E}} \right) \delta\omega = -\frac{1}{R_{\omega}} \delta\omega$ , где  $a_n$  коэффициент вязкого трения. 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. Дальнейшее улучшение чувствительности двухсегментных вискеров может быть достигнуто за счет уменьшения минимально достижимых радиусов УНВ при их

изготовлении, а также за счет повышения добротности используемых резонаторов (уменьшение параметра затухания). Однако, для этого необходимо использовать установку СЭМ более высокого класса, а также системы контролируемой подачи газов прекурсоров, что может заметно усложнить весь цикл предлагаемого набора методик «рост-модификация-измерения». Результаты моделирования и анализ чувствительности, приведенные в данной диссертации, опубликованы в [143].

Таким образом, в данной главе работы представлен аналитический подход для описания колебаний НМР на основе одиночных и связанных двухсегментных УНВ. При моделировании указанных резонаторов и сравнении их характеристик использовались экспериментально полученные параметры материала УНВ, выращенного FEBID методикой. В результате моделирования одиночных НМР получены формы колебаний, АЧХ и простые аналитические выражения для быстрой оценки собственных частот и добавочной массы по экспериментально детектируемым сдвигам резонансной частоты (частотная методика) и стационарной точки колебаний (узловая методика). При моделировании связанного двухсегментного резонатора получены формы колебаний (рисунок 3.11), АЧХ и цветовые карты (рисунок 3.13) относительной чувствительности (в сравнении с узловой методикой одиночного вискера), и цветовая карта абсолютной чувствительности узловой методики, применённой к двухсегментному УНВ (рисунок 3.14) в зависимости от отношений длин и радиусов сегментов. В колебаниях двухсегментных консолей наблюдаются резонансы Фано, возникающие в результате связи первого резонанса верхнего сегмента со вторым (нижняя Фано линия, LB) или третьим (верхняя Фано линия, UB) резонансами нижнего сегмента. Расчёты показывают (рисунок 3.13), что при некоторых оптимальных геометриях двухсегментных УНВ происходит от двух до трехкратного повышения чувствительности в областях возникновения Фано резонансов. Несмотря на то, что при соотношениях геометрических параметров, соответствующих верхней Фано линии (рисунок 3.13 в), наблюдается более выраженное усиление, такая система оказывается менее применимой для практического использования. Это связано с тем, что за счет преимущественного

расположения узла в нижнем, более толстом сегменте, увеличивается ошибка при определении сдвига узлов. Численные расчёты, основанные на экспериментально определённых параметрах УНВ, показали, что для составных двухсегментных систем возможны значения чувствительности положения узла к измеряемой массе до 1000 нм/фг. Из этого можно сделать вывод, что использование узловой методики для двухсегментных УНВ может обеспечить более удобные быстрые измерения добавленной массы по сравнению с традиционной методикой отслеживания сдвига первой резонансной частоты одиночных консолей при сравнимых чувствительностях и порогах детектируемых масс. Аналитический подход к описаниям колебаний и оценке чувствительности, приведённый в данной работе, является обобщённым и может быть использован при моделировании систем, состоящих из других материалов, с более сложной геометрической формой, например, такой как камертон. Результаты данной работы представлены в публикациях [89] и [143].

### **Выводы к Главе 3**

В 3 Главе предложена аналитическая модель, описывающая механические колебания нановискера с добавочной массой на свободном конце. Установлено, что добавление массы приводит к смещению резонансных частот нановискера, а также к изменению формы колебаний. Представлен вывод аналитических выражений для определения добавленной массы по сдвигу резонансной частоты первой моды и смещению положения точки перетяжки второй моды УНВ. Показано, что изменение первой резонансной частоты линейно связано с добавочной локализованной массой, взаимосвязь между смещением стационарной точки вискера и добавочной массой также линейна.

Аналитически и экспериментально показано, что слежение за смещением точки перетяжки, возникающей на второй резонансной частоте, демонстрирует устойчивость результатов измерений к внешнему воздействию (нарастанию дополнительной углеродной массы в процессе измерения в СЭМ), что делает данный метод более предпочтительным для измерения добавочной массы в используемых экспериментальных условиях в отличие от процедуры слежения за

изменением резонансной частоты. Показано, что скорость обрастания вискера при визуализации его колебаний в СЭМ зависит от тока пучка. При детектировании массы по сдвигу первой резонансной частоты за время эксперимента добавочная масса паразитного материала составляет порядка  $\sim 2,3$  фг, при этом погрешность определения массы по сдвигу узла второй моды (за счет обрастания УНВ) составляет  $\sim 1,6$  фг. Таким образом, в СЭМ с относительно низким вакуумом в камере (порядка  $10^{-6}$  мбар) целесообразнее использовать метод определения массы нанообъекта по сдвигу точки перетяжки второй гармоники, предложенный в данной работе.

Для экспериментального сравнения точности определения добавленной массы с применением частотной и узловой методик был проведен ряд экспериментов, при этом определение массы с помощью анализа смещения точки перетяжки показывает значения массы более близкие к оцененному через геометрические размеры навесок, чем измерение массы по первой резонансной частоте.

Для повышения чувствительности метода определения массы по смещению узлов высших колебательных мод была рассмотрена модель двухсегментного вискера и проведен подбор оптимальных геометрических параметров сегментов (длины и радиусов), обеспечивающих усиление смещения стационарной точки под действием добавленной точечной массы. Показано, что комбинация резонансов сегментов составных осцилляторов имеет асимметричную 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. При моделировании связанного двухсегментного резонатора получены цветовые карты относительной чувствительности и цветовая карта абсолютной чувствительности, применённой к двухсегментному УНВ в зависимости от отношений длин и радиусов сегментов. Показано, что при определенных оптимальных геометриях в двухсегментных УНВ наблюдается от двух до трехкратного повышение чувствительности в областях возникновения Фано резонансов.

## **ГЛАВА 4. ВЛИЯНИЕ СФОКУСИРОВАННОГО ЛАЗЕРНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ НА РЕЖИМЫ КОЛЕБАНИЙ УГЛЕРОДНЫХ НАНОМЕХАНИЧЕСКИХ ОСЦИЛЛЯТОРОВ**

Исследование воздействия оптического излучения на микро- и нанообъекты представляет особый интерес для развития оптомеханических, химических и биологических приборных структур [124]. В частности, исследование влияния лазерного излучения на механические свойства наноосцилляторов может быть востребовано при разработке нового типа детекторов оптомеханических эффектов, обладающих высокой фоточувствительностью [14]. В данной Главе описывается новый подход к изучению модуляции режимов колебаний, индуцированных лазерным излучением, наномеханических систем, состоящих из УНВ и локализованной Si наночастицы на его вершине. Такой подход позволяет исследовать новые оптомеханические и фотоиндуцированные эффекты при интенсивном оптическом излучении. Взаимодействие нанооптомеханических систем (НОМС) со светом может существенно изменить резонансные свойства осциллятора из-за нагрева, а также оптического давления и оптических сил, возникающих при воздействии света на механическую систему. Понимание оптически индуцированных эффектов необходимо для разработки нового типа наноразмерных оптомеханических сенсоров. Для исследования механизмов модуляции резонансных параметров УНВ было проведено экспериментальное исследование воздействия сфокусированного лазерного излучения на наноосциллятор с оптической наноантенной, а также проведено численное моделирование влияния оптических сил и фототермического эффекта.

### **4.1. Экспериментальные исследования воздействия сфокусированного лазерного излучения на наноосциллятор с оптической наноантенной**

Для исследования оптического воздействия на режимы колебаний наномеханических систем на основе УНВ была собрана оптическая схема с вводом лазерного излучения в камеру СЭМ, в которой наноструктура в параллельной конфигурации позиционировалась в область фокусировки лазерного луча. Схема экспериментальной установки, иллюстрирующая положение УНВ в перетяжке

лазерного луча, представлена на рисунке 4.1 а. В рамках экспериментального исследования был выращен вискер длиной  $L=5,38$  мкм, средним диаметром сечения  $d=164$  нм и массой  $M_w = 250$  фг, рассчитанной по формуле (3.39) (рисунок 4.1 б). На частоте  $f = 2,450$  МГц был обнаружен первый резонанс вискера с амплитудой колебаний  $A = 390$  нм (рисунок 4.1 в), что хорошо согласуется с теоретическим расчетом ожидаемой частоты для данных геометрических размеров УНВ  $f_{теор.} = 2,245$  МГц.

По данным научно-технической литературы оптомеханические свойства нанорезонаторов могут быть улучшены за счет прикрепления на свободном конце металлических или диэлектрических наночастиц (НЧ) [126, 141, 150, 151]. Для исследования влияния НЧ на оптомеханические свойства системы на вершину вискера была помещена Si частица с диаметром  $d_{np} = 300$  нм (рисунок 4.1 г). Добавление НЧ привело к сдвигу резонансной частоты системы “УНВ и НЧ” на 890 кГц относительно резонансной частоты свободного вискера. Новое, экспериментально измеренное, значение резонансной частоты составило  $f = 1,560$  МГц, при этом амплитуда колебаний в резонансе увеличилась и составила  $A = 730$  нм (рисунок 4.1 д). Наблюдаемый частотный сдвиг связан с локализацией на вершине вискера НЧ с массой  $m_{np} = 47$  фг, что хорошо соответствует оценке массы сферической частицы, исходя из ее геометрических размеров, измеренных по СЭМ изображениям ( $\sim 43$  фг).

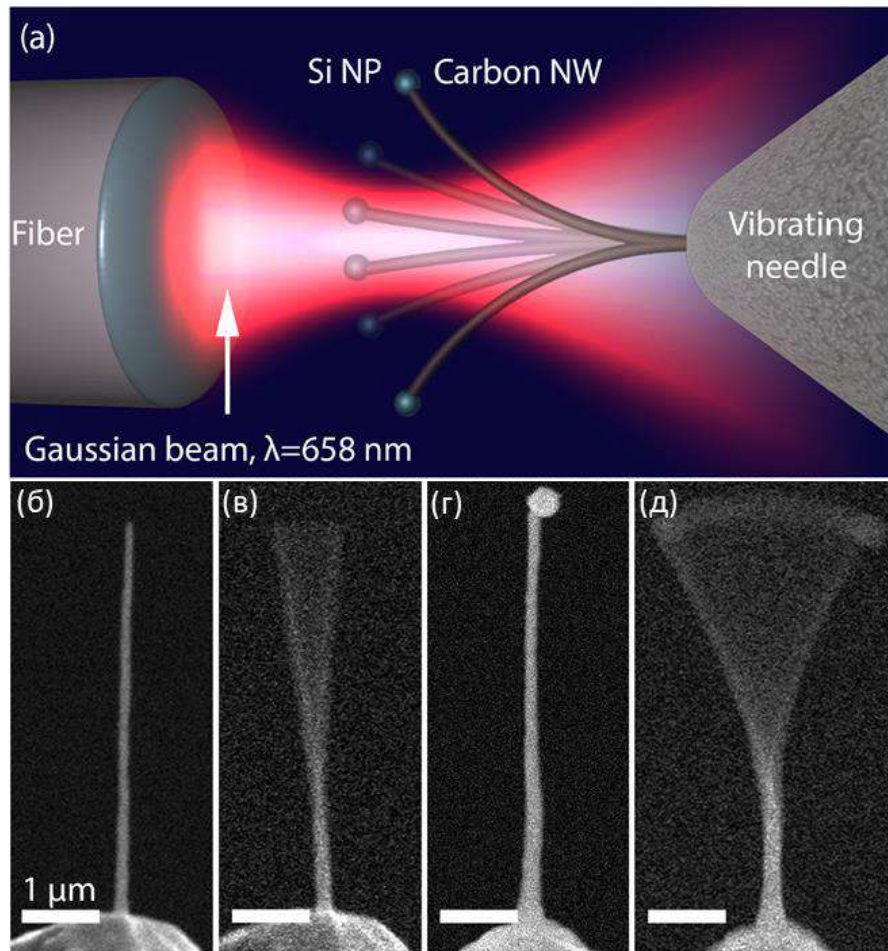


Рисунок 4.1. (а) Схематический вид колеблющегося УНВ с Si НЧ, расположенных в перетяжке лазерного луча; (б-д) СЭМ-изображения УНВ: до локализации Si наночастицы в состоянии покоя (б) и в режиме колебаний (в); СЭМ-изображения того же УНВ с Si НЧ в состоянии покоя (г) и колеблющегося (д)

Для усиления оптомеханических характеристик колебательной системы на основе УНВ были выбраны кремниевые наночастицы (Si НЧ) с диаметром  $\sim 300$  нм, изготовленные методом лазерной абляции [136]. Использование Si НЧ в НОМС обеспечивает дополнительную функциональность благодаря оптическому поглощению в НЧ, усиленному резонансом Ми в красной области спектра [126, 152-154]. Недавно Si НЧ также были предложены в качестве эффективных преобразователей энергии поглощаемого света в тепло [126, 153, 154]. Для позиционирования Si НЧ на свободный конец УНВ использовался наноманипулятор Kleindiek Nanotechnik, метод пересадки описан во второй главе.

На рисунке 4.2 а показано конфокальное оптическое изображение УНВ с закрепленной Si НЧ (в горизонтальной поляризации возбуждения), расположенного на вершине вольфрамового острья. Изображение получено с помощью микроскопа TrIOS (Aist). На рисунке 4.2 б показано расчетное сечение рассеяния сферических Si НЧ диаметром 300 нм (красная кривая) и экспериментально измеренный темнопольный спектр рассеяния (черная кривая) частицы, прикрепленной к УНВ. Темнопольный спектр получен с применением спектрометра Horiba LabRAM, засветка осуществлялась через боковой канал, при этом ось объектива располагалась под углом  $65^\circ$  относительно нормали к поверхности образца, рассеянный свет от Si частицы собирался объективом Mitutoyo 50x с числовой апертурой  $NA=0,55$ .

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 4.2 б, соответствующей длине волны лазерного возбуждения в дальнейших оптических экспериментах).

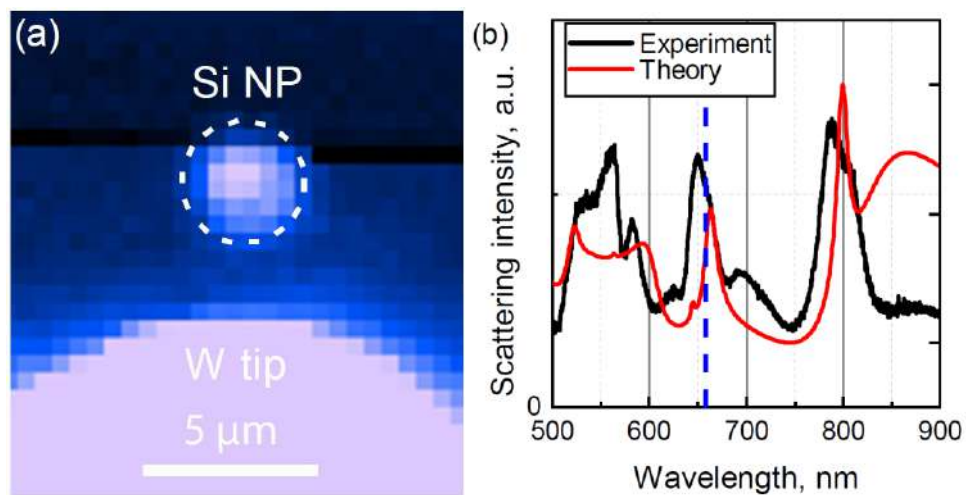


Рисунок 4.2. (а) Конфокальное оптическое изображение рассматриваемой наносистемы, состоящей из УНВ и Si НЧ (выделена белой пунктирной линией); (б) измеренный темнопольный спектр рассеяния Si НЧ (черная кривая), расчетный спектр рассеяния света для идеальной сферической Si НЧ размером 300 нм, поддерживающей резонансы Ми (красная кривая). Синяя пунктирная линия соответствует длине волны 658 нм

Для точного определения фокусного расстояния линзированного волокна использовался подход, описанный во второй Главе, при котором вискер позиционируется в параллельной конфигурации к линзированному волокну при включенном лазере (рисунок 4.3 а) и строится график зависимости амплитуды колебаний УНВ от расстояния до волокна (рисунок 4.3 б). Экспериментально определенное фокусное расстояние составило  $\sim 6,5$  мкм, а диаметр пятна при этом составил  $\sim 2,5 - 3,0$  мкм.

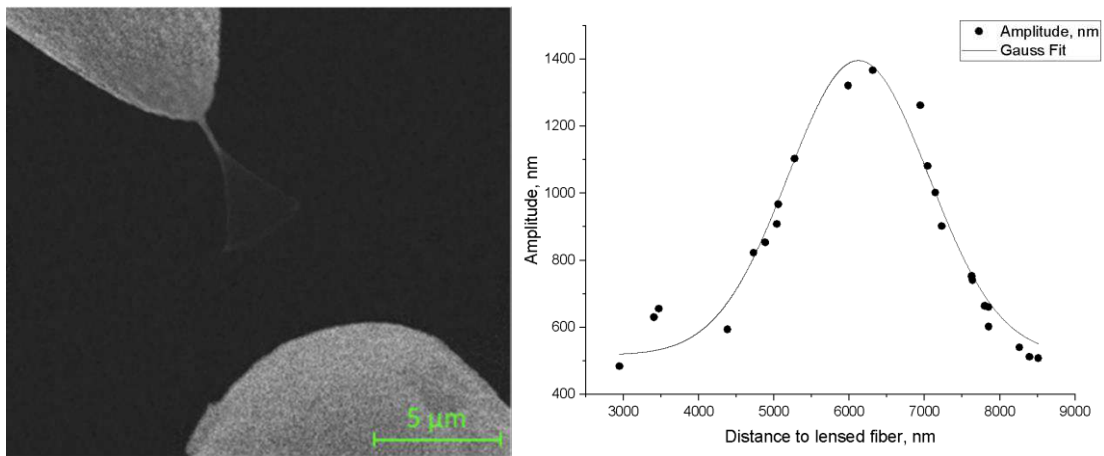


Рисунок 4.3. (а) СЭМ изображение позиционирования УНВ на фокусное расстояние линзированного волокна; (б) зависимость амплитуды колебаний УНВ от расстояния между вискером и линзированным волокном

В оптических экспериментах исходный вискер (без Si НЧ) позиционировался в область перетяжки гауссова пучка лазерного излучения и детектировалось изменение АЧХ резонатора при включении лазера. При проведении экспериментов мощность лазерного излучения варьировалась в диапазоне от 30-80 мкВт. Включение лазера приводило к смещению резонансной частоты в низкочастотную область 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 4.4 а. Отметим, что колебательные параметры УНВ возвращались к исходному состоянию после выключения лазера. АЧХ колебаний УНВ для разных мощностях лазера (по отношению к начальному состоянию)

изображены на рисунке 4.4 б. Можно отметить небольшое увеличение амплитуды осцилляций с ростом мощности лазера.

Для улучшения оптомеханических свойств нанорезонатора на основе УНВ на его вершине фиксировалась Si НЧ, выступающая в качестве оптической наноантенны, усиливающей поглощение лазерного излучения. Далее проводились измерения АЧХ того же УНВ с локализованной Si НЧ при различных мощностях лазерного возбуждения. Лазерная засветка также приводила к реконфигурации механических резонансов, как показано на рисунке 4.4 б. Необходимо подчеркнуть, что наличие Si НЧ приводило к более выраженной зависимости резонансной амплитуды колебаний от мощности лазера (см. рисунок 4.4 в). Такое поведение указывает на то, что присутствие НЧ усиливает оптически индуцированные изменения в режиме колебаний нановискеров.

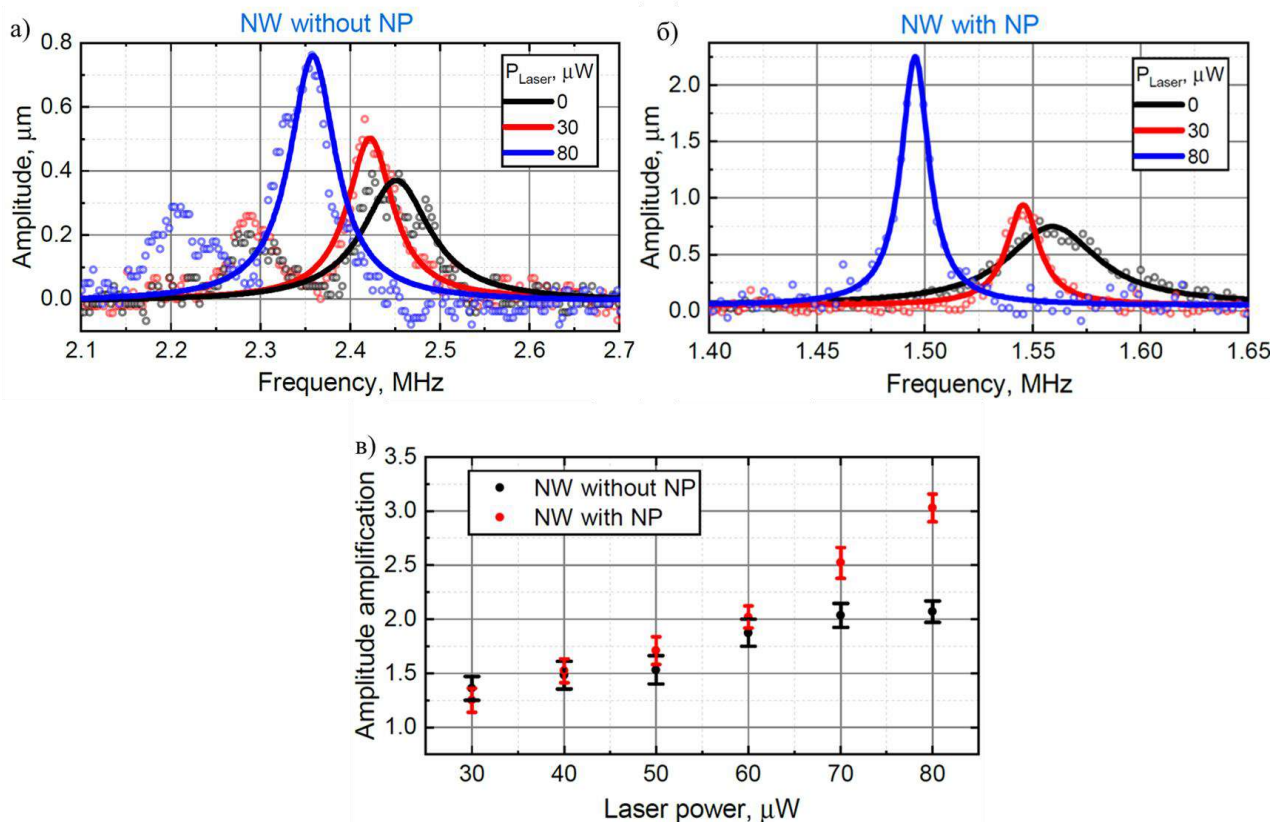


Рисунок 4.4. АЧХ УНВ до (а) и после (б) локализации НЧ при различных мощностях лазерного излучения (черной кривой описаны АЧХ с выключенным лазером, красной – при минимальной мощности, синей при максимальной мощности, 30 и 80 мкВт соответственно); (в) лазерно-индуцированное увеличение резонансных амплитуд НОМС по отношению к мощности лазера

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.

#### 4.2. Расчет малых оптических сил, действующих на углеродный наноосциллятор

Для исследования влияния оптических сил на наноосциллятор со стороны сфокусированного лазерного излучения была проведена оценка величины оптической силы, действующей на Si НЧ с  $d=300$  нм. Так, в работе [123] с помощью программы COMSOL Multiphysical была рассчитана оптическая сила. При расчетах использовалась модель дипольного приближения [123], при которой в поле гауссова пучка на НЧ действует градиентная оптическая сила, которая влияет на положение частицы в пространстве. Эффект пространственного распределения захватывающей оптической силы и расчет ее величины представлен в работе [123] для вискера с закрепленной частицей меньшего диаметра ( $d=100$  нм), чем в нашем случае. Для описания данного эффекта рассматривалась модель для упруго-вязкой балки, основанная на нестационарном уравнении Эйлера-Бернулли с учетом вязкости Фойгта для расчета колебаний упругой консольной балки:

$$\frac{\partial^2}{\partial z^2} \left[ EJ(z) \frac{\partial^2 u(z,t)}{\partial z^2} \right] + \rho S \frac{\partial^2 u(z,t)}{\partial t^2} + \alpha EJ(z) \frac{\partial^5 u(z,t)}{\partial z^4 \partial t} = 0, \quad (4.1)$$

где  $u(z)$  - прогиб балки,  $E$  - модуль упругости,  $J$  - момент инерции поперечного сечения балки,  $S$  - площадь поперечного сечения балки,  $\alpha$  - коэффициент затухания,  $\rho$  - плотность.

Вводились граничные условия для фиксированного конца:

$$\left| \begin{array}{l} u(0, t) = z_0 \cdot e^{i\omega t} \end{array} \right.$$

$$\left| \frac{\partial u(0, t)}{\partial z} = 0, \right. \quad (4.2)$$

где  $z_0$ - амплитуда колебаний.

Для свободного конца вискера длиной  $L$  записывались следующие выражение:

$$\left| \begin{aligned} -EJ \frac{\partial^2 u(L, t)}{\partial z^2} &= 0 \\ -EJ \frac{\partial^3 u(L, t)}{\partial z^3} &= -m \frac{\partial^2 u(L, t)}{\partial t^2} - F_{opt}(u(L, t)) \end{aligned} \right. \quad (4.3)$$

В последнем выражении первое слагаемое — это сила инерции, обусловленная наличием дополнительной массы  $m$  на свободном конце. Второе слагаемое — это оптическая сила, действующая на наночастицу на конце вискера при ее облучении лазером. Аналитическое выражение по определению оптических сил, основанное на самосогласованных выражениях для полного поля в месте нахождения частицы, полученное с помощью применения функции Грина, приведено в [155]. График зависимости оптической силы, действующей на наночастицу в поле сфокусированного лазерного луча от  $z$ -компоненты (радиальная координата), представлен на рисунке 4.5. Для упрощения расчетов колебания НОМС рассматриваются в диапазоне смещений, где оптическая сила имеет практически линейную зависимость.

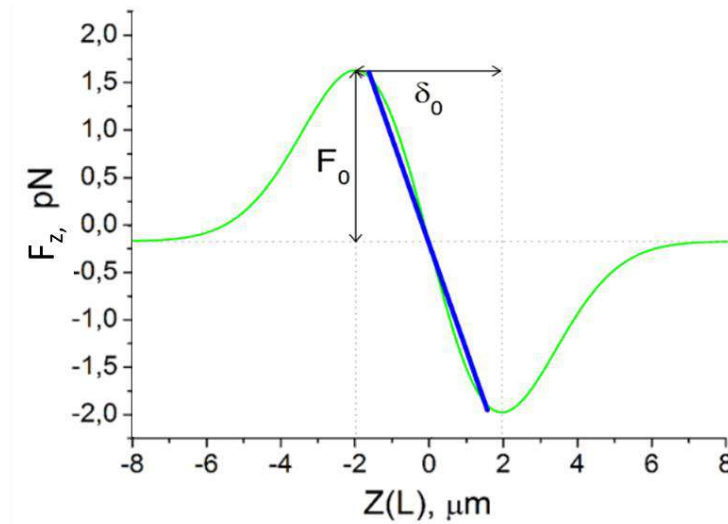


Рисунок 4.5. Профиль оптической силы вдоль z-компоненты, действующей на наночастицу в поле сфокусированного лазерного луча ( $F_0$  - максимальное значение силы)

При анализе линейной области графика в работе [123] были получены формулы для оптической силы и инерциальной силы, действующей на вискер со стороны частички. Из рисунка 4.5 можно заметить, что оптическая сила меняет знак при изменении положения фокуса лазерного луча. Таким образом, реализуются два режима: режим притяжения частиц к оси пучка (когда  $f > 0$ ) и режим выброса частиц из пучка (когда  $f < 0$ ). При этом в зависимости от положения фокуса лазерного луча относительно подложки сдвиг резонансной частоты может быть как больше, так и меньше нуля. Оптическая сила, действующая на частицу с диаметром  $d = 100$  нм, рассчитанная в работе [123], составила в режиме захвата 1,5 пН, а в режиме противозахвата -0,4 пН, и обуславливала сдвиг резонансной частоты -240 Гц и 64 Гц, соответственно. При этом мощность лазера в указанной работе существенно больше 80 мкВт. Численное моделирование нашей системы показывает, что значение оптической силы для частиц диаметром  $d = 300$  нм составляет порядка  $\sim 310$  фН/мВт. При максимальной мощности лазера 80 мкВт ( $1200 \text{ Вт/см}^2$ ) в проведенном экспериментальном исследовании действует соответствующая оптическая сила  $\sim 25$  фН, что значительно ниже чувствительности используемой экспериментальной установки [155]. Таким

образом, оптические силы, действующие на УНВ с локализованной Si НЧ, недостаточны для экспериментально наблюдаемых высоких смещений резонансных параметров системы.

#### **4.3. Влияние модуляции температуры наноосциллятора на режимы колебаний. Параметрический резонанс**

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. УНВ по своим структурным параметрам близки к стеклоуглероду. По данным научно-технической литературы, стеклоуглероды, характеризующиеся модулем Юнга в диапазоне  $E = 20 - 32$  ГПа, имеют линейную температурную зависимость с коэффициентом  $\partial E/\partial T = -1,66 \cdot 10^{-3}$  ГПа/К [156]. Оценки показывают, что экспериментально наблюдаемый сдвиг резонансной частоты  $\sim 3\%$  при лазерном облучении мощностью 80 мкВт (см. рисунок 4.4 б) требует повышения температуры (Т) до 830 К. Такое высокое значение является близким к порогу термического разрушения структуры УНВ. 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 экспериментальные измерения, которые позволили непосредственно оценить температуру нагрева УНВ. Для этого использовались термооптические свойства Si НЧ и применялись методы рамановской термометрии (анализ сдвига линии комбинационного рассеяния света от температуры), как универсального метода локального мониторинга температуры [152, 153].

Температура Si НЧ измерялась с использованием установки спектроскопии комбинационного рассеяния света (КРС) LabRAM HR Evolution, оснащенной лазером возбуждения с длиной волны  $\lambda=632$  нм и объективом Mitutoyo 100X с числовой апертурой  $NA = 0,9$ . Известно, что пик продольной оптической моды КРС Si зависит от температуры Т(К) как  $\omega_{Si} = 520 - 0,02 \cdot (T - 300)$  [157]. Были получены

спектры КРС от Si НЧ, локализованной на конце УНВ, в зависимости от мощности лазерного возбуждения. Следует отметить, что мощность накачки в КРС экспериментах пересчитывалась для прямого сравнения с экспериментами в СЭМ (лазер с длиной волны 658 нм). На рисунке 4.6 а) приведены экспериментально полученные спектральные положения  $\omega_{Si}$  моды нагретой НЧ Si диаметром 300 нм, локализованной на свободной вершине УНВ, при мощности лазера в диапазоне 0 - 100 мкВт. Полученные результаты демонстрируют близкий к линейному сдвиг КРС моды от 520 до 513  $\text{см}^{-1}$  с увеличением мощности лазера, что указывает на повышение температуры НЧ от 300 до 630 К. Следует отметить, что во время КРС измерений УНВ находились в стационарном положении (колебания не возбуждались). Из полученных спектров комбинационного рассеяния следует, что температура НЧ при измерениях АЧХ в наших экспериментах лежит в диапазоне от 420 до 630 К в зависимости от падающей мощности лазера, что подчеркивает важность термооптических эффектов в рассматриваемых экспериментах. Также было проведено численное моделирование оптического нагрева УНВ при лазерном облучении. Для расчета лазерно-индуцированного нагрева за счет поглощения света в Si НЧ и УНВ и последующей передачи тепла к вольфрамовой игле использовалось программное обеспечение Comsol Multiphysics. В начале решались уравнения Максвелла для оценки плотности поглощенной мощности УНВ при лазерном облучении. Расчеты показали, что оптическое поглощение в системе увеличивается в 4,3 раза за счет присутствия оптических резонансных Si НЧ. Затем с помощью трехмерной численной модели рассчитывалось распределение тепла в УНВ, НЧ и вольфрамовой игле. Следует отметить, что изначально все элементы находились при комнатной температуре, при этом оптическим источником нагревалась НЧ, локализованная на конце вискера. Рассчитанные стационарные температуры для мощности лазера 30 и 80 мкВт, показанные на рисунке 4.6 б) (зеленая и черная кривые, соответственно), демонстрируют хорошее соответствие с проведенными КРС измерениями (см. рисунок 4.6 а). Небольшое отклонение полученных расчетных значений температур от экспериментальных данных можно связать с различием

геометрических размеров УНВ и НЧ, используемых в модели, от реальных значений, а также неточными данными о свойствах теплопроводности стеклоглерода. Однако, полученная максимальная температура в стационарном режиме нагрева (650 К) не может обеспечить наблюдаемый в экспериментах значительный прирост амплитуды (см. дальнейшее моделирование и обсуждение).

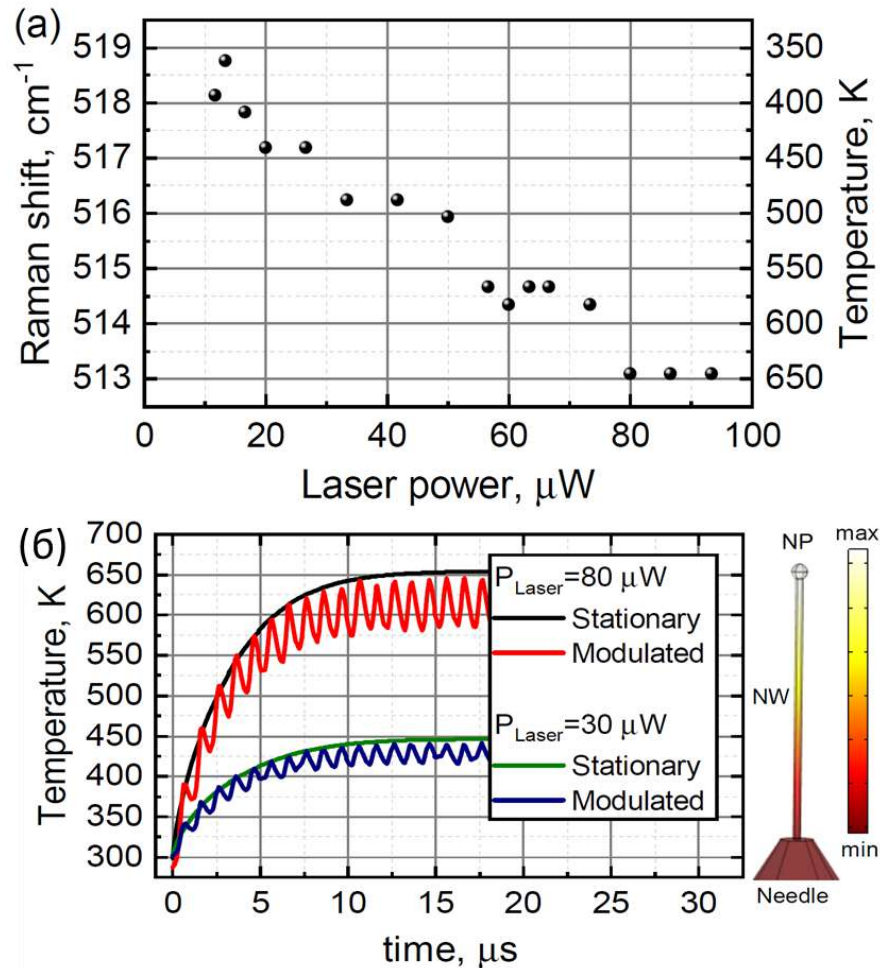


Рисунок 4.6. (а) Положение пика комбинационного рассеяния света Si НЧ и соответствующая температура НЧ в зависимости от мощности оптического излучения; (б) численное моделирование стационарной (черная и зеленая кривые) и зависящей от времени (красная и синяя кривые) температуры углеродного УНВ при различной мощности лазера

Следует отметить, что оптический нагрев колеблющегося в перетяжке гауссова пучка УНВ должен приводить к модуляции температуры наноструктуры с частотой, равной удвоенной резонансной частоте (при колебаниях УНВ без оптического воздействия). При этом, нагрев/отстывание УНВ происходит за время,

превосходящее время нахождения колеблющегося вискера в области перетяжки (см. модуляции температуры на рисунке 4.6 б. Таким образом, рассматриваемая численная модель оптического нагрева УНВ была модифицирована за счет введения зависимости мощности источника тепла от времени  $P(t)$ , выражаемой как  $P(t) = G(A \cos(2\pi ft))$ , где  $G$  — функция Гаусса с экспериментально полученными величинами диаметра пучка 3 мкм,  $f$  и  $A$  — частота и амплитуда колебаний УНВ. Рассчитанная зависимость температуры колеблющейся системы “НЧ и УНВ” от времени для минимальной и максимальной мощности лазера (30 и 80 мкВт, соответственно) представлена на рисунке 4.6 — красная и синяя кривые. 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 мощности 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 до 0,5-0,75% [156].

Далее была разработана численная модель механических колебаний УНВ, учитывающая периодическую модуляцию оптического нагрева и связанные с этим параметрические эффекты. Так, периодический оптический нагрев УНВ приводит к модуляции модуля Юнга с частотой, удвоенной по сравнению с частотой колебаний вискера. Приведенная 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. Функция, описывающая амплитуду колебаний, подчиняется следующему уравнению в частных производных:

$$\rho S \frac{\partial^2}{\partial t^2} u(x, t) = \frac{\partial^2}{\partial x^2} \left[ E(x, t) J_x \frac{\partial^2}{\partial x^2} \left( u(x, t) + \alpha \frac{\partial u(x, t)}{\partial t} \right) \right], \quad (4.4)$$

где  $u(x,t)$  – вертикальное смещение УНВ относительно положения равновесия,  $x$  – горизонтальная координата вдоль оси УНВ,  $t$  – время,  $\rho$  – плотность материала УНВ,  $S$  – площадь поперечного сечения,  $E(x,t)$  – модуль Юнга,  $J_x$  – момент инерции УНВ вдоль оси  $x$ ,  $\alpha$  – коэффициент затухания (см. схему на рисунке 4.1 а).

Применялись следующие граничные и начальные условия:

$$\left\{ \begin{array}{l} u(x,t)|_{x=0,t=0} = 0 \\ \frac{\partial u(x,t)}{\partial x} |_{x=0,t=0} = 0 \\ \frac{\partial^2 u(x,t)}{\partial x^2} |_{x=L,t=0} = 0, \\ \frac{\partial^3 u(x,t)}{\partial x^3} |_{x=L,t=0} = 0 \\ \frac{\partial u(x,t)}{\partial t} |_{t=0} = 0 \end{array} \right. \quad (4.5)$$

Возбуждение гармонических колебаний определялось возбуждающей силой, описываемой формулой  $u(x,t)|_{x=0} = a \cdot \sin(\omega t)$ , где  $a$  — амплитуда модуляции, равная 2 нм, а  $\omega$  — частота модуляции. Для численного решения данной системы уравнений использовался пакет дифференциальных уравнений Julia [158, 159], а для производных применялась явная конечно-разностная схема четвертого порядка с  $N = 200$  точками дискретизации. Полученная система уравнений затем интегрировалась по времени с использованием A-стабильного жестко устойчивого метода Розенброка 5-го порядка с адаптивным шагом по времени [160, 161]. Интервал интегрирования составлял 500 мкс для обеспечения стабилизации системы. Чтобы учесть влияние периодически модулированного нагрева на колебания УНВ, предполагалось, что в окрестности первого резонанса модуль Юнга модулировался в соответствии с уравнением (4.6):

$$E(x, t) = E_0(1 - (k_T + k_{\Delta T} \cos(2\omega t)) \frac{x}{L}), \quad (4.6)$$

где  $k_T$  — член, соответствующий стационарному нагреву УНВ при облучении лазером (зеленая и черная кривые на рисунке 4.6 б),  $k_{\Delta T}$  — глубина модуляции за счет колебаний УНВ относительно фокуса лазерного пятна,  $x/L$  соответствует градиенту температуры по длине УНВ. Важно отметить, что  $\cos(2\omega t)$  отражает модуляцию на удвоенной частоте.

На рисунке 4.7 а показаны нормированные АЧХ при различных значениях параметра  $k_T$  (отвечающего за уменьшение модуля Юнга при нагреве) 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. Графики АЧХ для различной глубины модуляции ( $k_{\Delta T}$ ) представлены на рисунке 4.7 б. Важно отметить, что предполагается, что коэффициенты  $k_T$  и  $k_{\Delta T}$  находятся в линейной зависимости, поскольку увеличение мощности лазера приводит к росту как стационарной температуры, так и амплитуды температурной модуляции (см. рисунок 4.6 б). Для простоты будем считать, что их отношение ( $k_T/k_{\Delta T}$ ) равно 5 и пропорционально соотношению стационарной и модулированной температур УНВ (см. рисунок 4.6 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 соответствуют полученным экспериментальным данным на рисунке 4.4. Таким образом, увеличение мощности лазера приводит к стационарному нагреву УНВ, который смещает резонансную частоту, а колебание УНВ относительно перетяжки лазера приводит к модуляции температуры системы с удвоенной частотой, что, в свою очередь, обеспечивает

рост амплитуды колебаний за счет возникновения в системе параметрического резонанса.

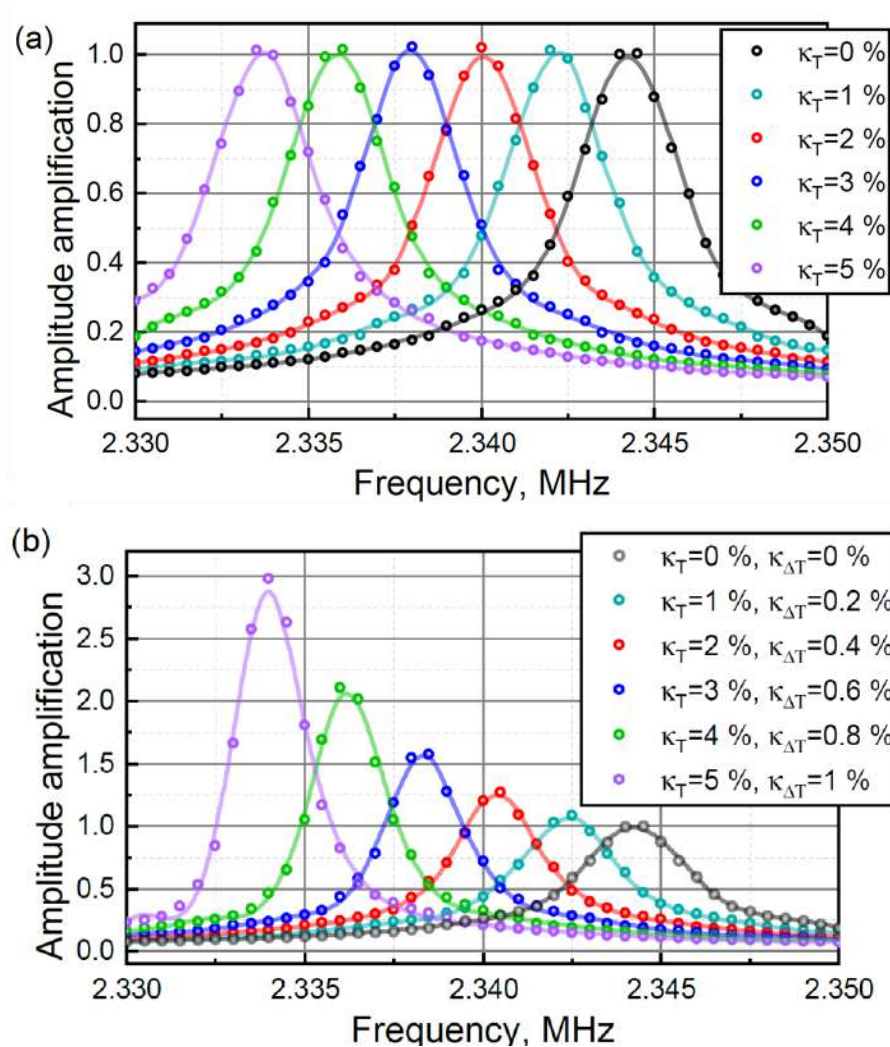


Рисунок 4.7. АЧХ УНВ с (а) изменяющимся модулем Юнга (разными  $k_T$  и  $k_{\Delta T} = 0$ ), (б) модулированным модулем Юнга, разными  $k_T$  и  $k_{\Delta T}$ . Точки соответствуют результатам численного моделирования, сплошные линии — аппроксимация

Таким образом, показано, что колебания наномеханической системы, состоящей из УНВ 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, позволяя детектировать нагрев

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 (на удвоенной частоте). Последний механизм приводит к увеличению амплитуды колебаний более чем в два раза при мощности лазера 80 мкВт (по сравнению с вискером 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. Результаты проведенного исследования, описанного в данной Главе, представлены в публикациях [162] и [163].

#### **Выводы к Главе 4**

В 4 Главе показан метод определения фокусного расстояния линзированного волокна, которое для используемых волокон составило  $\sim 6,5$  мкм.

Освещение НМР лазерным излучением приводит к смещению резонансной частоты в низкочастотную область 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).

Наличие Si НЧ приводит к более выраженной зависимости резонансной амплитуды колебаний от мощности лазера. Можно отметить, что присутствие НЧ усиливает оптически индуцированные изменения в режиме колебаний нановискеров.

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 Si НЧ и резонансного усиления поглощения света частицей. Присутствие Si НЧ также позволяет проводить прямую оптическую термометрию наноструктуры,

позволяя детектировать нагрев 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 (на удвоенной частоте). Последний механизм приводит к увеличению амплитуды колебаний более чем в два раза при мощности лазера 80 мкВт (по сравнению с вискером без НЧ). Таким образом, исследуемые наномеханические системы представляют собой уникальную оптико-механическую платформу, характеризующуюся связью оптических и механических характеристик наноосциллятора, усиленную резонансами Ми Si НЧ.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

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. Показано, что добавление массы на свободном конце углеродных вискерев определенных размеров приводит к сдвигу резонансных частот, а также детектируемому изменению положения точки перетяжки на второй резонансной частоте.
3. Разработана теоретическая модель, описывающая режимы колебаний наномеханической системы на основе составных вискерев различного размера в диапазоне диаметром до 500 нм и длин до 5 мкм. Показано, что при определенном выборе размеров вискерев в системе возможно возникновение механического резонанса Фано с резким профилем амплитудно-частотной характеристики.
4. Предложенная конструкция составной кантилеверной резонансной системы на основе двух вискерев, расположенных друг на друге, позволяет увеличить точность измерения массы резонансным методом, по сравнению с резонаторами на основе одиночных вискерев.
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  $M_i$  которой совпадает с длиной волны внешнего лазерного излучения, на свободной вершине нанорезонатора приводит к увеличению глубины модуляции колебаний в лазерном пучке.

## СПИСОК СОКРАЩЕНИЙ И УСЛОВНЫХ ОБОЗНАЧЕНИЙ

МЭМС - микроэлектромеханические системы

НЭМС - наноэлектромеханические системы

НМР - наномеханический резонатор

УНТ - углеродная нанотрубка

ННК - нитевидный нанокристалл

НОМС - нанооптомеханическая система

АЧХ - амплитудно-частотная характеристика

СЭМ - сканирующий электронный микроскоп

FEVID - метод осаждения материала под действием сфокусированного электронного пучка (от англ. Focused electron beam induced deposition)

УНВ - углеродный нановискер

НЧ - наночастица

Pick and Place - метод механического манипулирования микро- и нанообъектами

Spot - размер пятна электронного пучка (параметр “spot”)

HV - ускоряющее напряжение (от англ. High voltage)

## СПИСОК ПУБЛИКАЦИЙ АВТОРА ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

1. **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.
2. 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.
3. **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.
4. 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:

5. **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.
6. **Надоян И.В.**, Соломонов Н.А., Новикова К.Н., Павлов А.В., Шаров В.А., Мозхаров 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, р. 68.

7. 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», р. 140-141.

8. 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.

9. 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.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Jensen K., Kim K., Zettl A. An atomic-resolution nanomechanical mass sensor //Nature nanotechnology. – 2008. – Т. 3. – №. 9. – С. 533-537.
2. Гринберг Я. С., Пашкин Ю. А., Ильичев Е. В. Наномеханические резонаторы //Успехи физических наук. – 2012. – Т. 182. – №. 4. – С. 407-436.
3. Malvar O. et al. Mass and stiffness spectrometry of nanoparticles and whole intact bacteria by multimode nanomechanical resonators //Nature communications. – 2016. – Т. 7. – №. 1. – С. 13452.
4. 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.
5. Штукин Л. В. и др. Электромеханические модели нанорезонаторов //Физическая мезомеханика. – 2016. – Т. 19. – №. 1. – С. 24-30.
6. Nishio M. et al. Carbon nanotube oscillators toward zeptogram detection //Applied Physics Letters. – 2005. – Т. 86. – №. 13.
7. Ilic B. et al. Attogram detection using nanoelectromechanical oscillators //Journal of applied physics. – 2004. – Т. 95. – №. 7. – С. 3694-3703.
8. Ekinici K. L., Huang X. M. H., Roukes M. L. Ultrasensitive nanoelectromechanical mass detection //Applied physics letters. – 2004. – Т. 84. – №. 22. – С. 4469-4471.
9. 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..
10. 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.
11. Lukashenko S. Y. et al. Q-factor study of nanomechanical system “metal tip–carbon nanowhisiker” at low and ambient pressure //Physica status solidi (a). – 2016. – Т. 213. – №. 9. – С. 2375-2379.

12. 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.
13. 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.
14. Mukhin I. S. et al. Framed carbon nanostructures: Synthesis and applications in functional SPM tips //Ultramicroscopy. – 2015. – Т. 148. – С. 151-157.
15. Ремпель А. А. Нанотехнологии, свойства и применение наноструктурированных материалов //Успехи химии. – 2007. – Т. 76. – №. 5. – С. 474-500.
16. Cheng Y., Huang T., Chieng C. C. Thick-film lithography using laser write //Microsystem Technologies. – 2002. – Т. 9. – С. 17-22.
17. Cleland A. N. Foundations of nanomechanics: from solid-state theory to device applications. – Springer Science & Business Media, 2013.
18. Tseng A. A. et al. Electron beam lithography in nanoscale fabrication: recent development //IEEE Transactions on electronics packaging manufacturing. – 2003. – Т. 26. – №. 2. – С. 141-149..
19. Semiconductor Industry Association et al. International technology roadmap for semiconductors //http://www. itrs. net. – 2009.
20. Chen Y. Nanofabrication by electron beam lithography and its applications: A review //Microelectronic Engineering. – 2015. – Т. 135. – С. 57-72.
21. Voiculescu I., Zaghoul M. (ed.). Nanocantilever beams: modeling, fabrication, and applications. – CRC Press, 2015.
22. Cho A. Y. Film deposition by molecular-beam techniques //Journal of Vacuum Science and Technology. – 1971. – Т. 8. – №. 5. – С. S31-S38.
23. Herman M. A., Sitter H. Molecular beam epitaxy: fundamentals and current status. – Springer Science & Business Media, 2012. – Т. 7.
24. Chang L. L., Ploog K. (ed.). Molecular beam epitaxy and heterostructures. – Springer Science & Business Media, 2012. – Т. 87.

25. Messing M. E. et al. Generation of size-selected gold nanoparticles by spark discharge—for growth of epitaxial nanowires //Gold Bulletin. – 2009. – Т. 42. – С. 20-26.
26. Noor Mohammad S. Investigation of the oxide-assisted growth mechanism for nanowire growth and a model for this mechanism //Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures Processing, Measurement, and Phenomena. – 2008. – Т. 26. – №. 6. – С. 1993-2007.
27. Wagner R. S., Ellis W. C. Vapor-liquid-solid mechanism of single crystal growth //Applied physics letters. – 1964. – Т. 4. – №. 5. – С. 89-90.
28. Hiruma K. et al. Growth and optical properties of nanometer-scale GaAs and InAs whiskers //Journal of Applied Physics. – 1995. – Т. 77. – №. 2. – С. 447-462.
29. Кочетков Ф. М. СОЗДАНИЕ И ИССЛЕДОВАНИЕ ГИБКИХ СВЕТОДИОДОВ НА ОСНОВЕ МАССИВОВ ФОСФИДНЫХ И НИТРИДНЫХ ПОЛУПРОВОДНИКОВЫХ СОЕДИНЕНИЙ НИТЕВИДНЫХ НАНОКРИСТАЛЛОВ, ИНКАПСУЛИРОВАННЫХ В ПОЛИМЕРНЫЕ МАТРИЦЫ.
30. Utke I., Moshkalev S., Russell P. (ed.). Nanofabrication using focused ion and electron beams: principles and applications. – Oxford University Press, 2012.
31. Orús P. et al. Superconducting materials and devices grown by focused ion and electron beam induced deposition //Nanomaterials. – 2022. – Т. 12. – №. 8. – С. 1367.
32. Alkemade P. F. A., Miro H. Focused helium-ion-beam-induced deposition //Applied Physics A. – 2014. – Т. 117. – №. 4. – С. 1727-1747.
33. van Gastel H. G. V. V. R. Poelsema B. Helium ion microscopy //J. Vac. Sci. Technol. B. – 2014. – Т. 32. – №. 2. – С. 020801.
34. Мухин И. С. и др. Специализированные СЗМ-зонды на основе каркасных висцерных структур //Научное приборостроение. – 2011. – Т. 21. – №. 3. – С. 23-29.
35. Folch A. et al. High-vacuum versus “environmental” electron beam deposition //Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures Processing, Measurement, and Phenomena. – 1996. – Т. 14. – №. 4. – С. 2609-2614.

36. Chang T. H. P. Combined microminiature processing and microscopy using a scanning electron probe system : дис. – University of Cambridge, 1967.
37. Scheuer V., Koops H., Tschudi T. Electron beam decomposition of carbonyls on silicon //Microelectronic Engineering. – 1986. – Т. 5. – №. 1-4. – С. 423-430.
38. Matsui S., Mori K. New selective deposition technology by electron-beam induced surface reaction //Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics Processing and Phenomena. – 1986. – Т. 4. – №. 1. – С. 299-304.
39. Muller K. H. SPEED-CONTROLLED ELECTRON-MICRORECORDER. 2 //Optik. – 1971. – Т. 33. – №. 4. – С. 331-&.
40. Crozier P. A. et al. Synthesis of uniform GaN quantum dot arrays via electron nanolithography of D 2 GaN 3 //Applied physics letters. – 2004. – Т. 84. – №. 18. – С. 3441-3443.
41. Mitsuishi K. et al. Electron-beam-induced deposition using a subnanometer-sized probe of high-energy electrons //Applied physics letters. – 2003. – Т. 83. – №. 10. – С. 2064-2066.
42. Guise O. et al. Formation and thermal stability of sub-10-nm carbon templates on Si (100) //Applied physics letters. – 2004. – Т. 85. – №. 12. – С. 2352-2354.
43. van Kouwen L., Botman A., Hagen C. W. Focused electron-beam-induced deposition of 3 nm dots in a scanning electron microscope //Nano letters. – 2009. – Т. 9. – №. 5. – С. 2149-2152.
44. Tanaka M. et al. The size dependence of the nano-dots formed by electron-beam-induced deposition on the partial pressure of the precursor //Applied Physics A. – 2004. – Т. 78. – С. 543-546.
45. Broers A. N. et al. Electron-beam fabrication of 80-Å metal structures //Applied Physics Letters. – 1976. – Т. 29. – №. 9. – С. 596-598.
46. Jiang H. et al. Fabrication of 2-and 3-dimensional nanostructures //International Journal of Modern Physics B. – 2001. – Т. 15. – №. 2425. – С. 3207-3213.
47. Silvis-Cividjian N. et al. Direct fabrication of nanowires in an electron microscope //Applied Physics Letters. – 2003. – Т. 82. – №. 20. – С. 3514-3516..

48. Van Dorp W. F. et al. Approaching the resolution limit of nanometer-scale electron beam-induced deposition //Nano letters. – 2005. – T. 5. – №. 7. – C. 1303-1307.
49. MARTIN J. P., SPEIDEL R. SELF-SUSTAINING MICROGRATINGS MANUFACTURED IN STEREOCAN MK II SCANNING ELECTRON-MICROSCOPE //OPTIK. – 1972. – T. 36. – №. 1. – C. 13-&.
50. Matsui S., Ichihashi T. In situ observation on electron-beam-induced chemical vapor deposition by transmission electron microscopy //Applied physics letters. – 1988. – T. 53. – №. 10. – C. 842-844.
51. Kislov N. A. Direct STEM fabrication and characterization of self-supporting carbon structures for nanoelectronics //Scanning. – 1993. – T. 15. – №. 4. – C. 212-218..
52. Fujita J. et al. Carbon nanopillar laterally grown with electron beam-induced chemical vapor deposition //Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures Processing, Measurement, and Phenomena. – 2003. – T. 21. – №. 6. – C. 2990-2993.
53. Shimojo M. et al. Application of transmission electron microscopes to nanometre-sized fabrication by means of electron beam-induced deposition //Journal of microscopy. – 2004. – T. 214. – №. 1. – C. 76-79.
54. Hübner B. et al. Tips for scanning tunneling microscopy produced by electron-beam-induced deposition //Ultramicroscopy. – 1992. – T. 42. – C. 1519-1525.
55. Schiffmann K. I. Investigation of fabrication parameters for the electron-beam-induced deposition of contamination tips used in atomic force microscopy //Nanotechnology. – 1993. – T. 4. – №. 3. – C. 163.
56. Weber M. et al. Electron-beam induced deposition for fabrication of vacuum field emitter devices //Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures Processing, Measurement, and Phenomena. – 1995. – T. 13. – №. 2. – C. 461-464.
57. Wendel M., Lorenz H., Kotthaus J. P. Sharpened electron beam deposited tips for high resolution atomic force microscope lithography and imaging //Applied physics letters. – 1995. – T. 67. – №. 25. – C. 3732-3734.

58. Kunz R. R., Allen T. E., Mayer T. M. Selective area deposition of metals using low-energy electron beams //Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics Processing and Phenomena. – 1987. – T. 5. – №. 5. – C. 1427-1431.
59. Koops H. W. P. et al. High-resolution electron-beam induced deposition //Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics Processing and Phenomena. – 1988. – T. 6. – №. 1. – C. 477-481.
60. Koops H. W. P. et al. Three-dimensional additive electron beam lithography //Metal/Nonmetal Microsystems: Physics, Technology, and Applications. – SPIE, 1996. – T. 2780. – C. 388-395.
61. Baker A. G., Morris W. C. Deposition of metallic films by electron impact decomposition of organometallic vapors //Review of Scientific Instruments. – 1961. – T. 32. – №. 4. – C. 458-458.
62. Ekinici K. L., Roukes M. L. Nanoelectromechanical systems //Review of scientific instruments. – 2005. – T. 76. – №. 6.
63. Roukes M. L. Nanoelectromechanical systems //Transducers' 01 Eurosensors XV: The 11th International Conference on Solid-State Sensors and Actuators June 10–14, 2001 Munich, Germany. – Springer Berlin Heidelberg, 2001. – C. 658-661.
64. Knobel R. G., Cleland A. N. Nanometre-scale displacement sensing using a single electron transistor //Nature. – 2003. – T. 424. – №. 6946. – C. 291-293.
65. LaHaye M. D. et al. Approaching the quantum limit of a nanomechanical resonator //Science. – 2004. – T. 304. – №. 5667. – C. 74-77.
66. Nishiguchi N. Elastic deformation blockade in a single-electron transistor //Physical Review B. – 2003. – T. 68. – №. 12. – C. 121305.
67. Buks E. et al. Quantum nondemolition measurement of discrete Fock states of a nanomechanical resonator //Europhysics Letters. – 2007. – T. 81. – №. 1. – C. 10001.
68. Blencowe M. P., Buks E. Quantum analysis of a linear dc SQUID mechanical displacement detector //Physical Review B. – 2007. – T. 76. – №. 1. – C. 014511.
69. Xue F. et al. Cooling a micromechanical beam by coupling it to a transmission line //Physical Review B. – 2007. – T. 76. – №. 20. – C. 205302.

70. Cleland A. N., Roukes M. L. Fabrication of high frequency nanometer scale mechanical resonators from bulk Si crystals //Applied Physics Letters. – 1996. – T. 69. – №. 18. – C. 2653-2655.
71. Carr D. W. et al. Measurement of mechanical resonance and losses in nanometer scale silicon wires //Applied Physics Letters. – 1999. – T. 75. – №. 7. – C. 920-922.
72. Henry Huang X. M. et al. Nanodevice motion at microwave frequencies //Nature. – 2003. – T. 421. – 73. Beck R. G. et al. GaAs/AlGaAs self-sensing cantilevers for low temperature scanning probe microscopy //Applied physics letters. – 1998. – T. 73. – №. 8. – C. 1149-1151.
74. Tang H. X. et al. Two-dimensional electron-gas actuation and transduction for GaAs nanoelectromechanical systems //Applied Physics Letters. – 2002. – T. 81. – №. 20. – C. 3879-3881.
75. Sekaric L. et al. Nanomechanical resonant structures in silicon nitride: fabrication, operation and dissipation issues //Sensors and Actuators A: Physical. – 2002. – T. 101. – №. 1-2. – C. 215-219.
76. Cleland A. N., Pophristic M., Ferguson I. Single-crystal aluminum nitride nanomechanical resonators //Applied Physics Letters. – 2001. – T. 79. – №. 13. – C. 2070-2072.
77. Sekaric L. et al. Nanomechanical resonant structures in nanocrystalline diamond //Applied Physics Letters. – 2002. – T. 81. – №. 23. – C. 4455-4457.
78. Hutchinson A. B. et al. Dissipation in nanocrystalline-diamond nanomechanical resonators //Applied Physics Letters. – 2004. – T. 84. – №. 6. – C. 972-974.
79. Han S. M., Benaroya H., Wei T. Dynamics of transversely vibrating beams using four engineering theories //Journal of Sound and vibration. – 1999. – T. 225. – №. 5. – C. 935-988.
80. Postma H. W. et al. Dynamic range of nanotube-and nanowire-based electromechanical systems //Applied Physics Letters. – 2005. – T. 86. – №. 22.
81. Li T. F. et al. High-frequency metallic nanomechanical resonators //Applied Physics Letters. – 2008. – T. 92. – №. 4.

82. Hoehne F. et al. Damping in high-frequency metallic nanomechanical resonators //Physical Review B. – 2010. – Т. 81. – №. 18. – С. 184112.
83. Truitt P. A. et al. Efficient and sensitive capacitive readout of nanomechanical resonator arrays //Nano letters. – 2007. – Т. 7. – №. 1. – С. 120-126.
84. Pashkin Y. A. et al. Detection of mechanical resonance of a single-electron transistor by direct current //Applied Physics Letters. – 2010. – Т. 96. – №. 26.
85. Cleland A. N., Roukes M. L. Noise processes in nanomechanical resonators //Journal of applied physics. – 2002. – Т. 92. – №. 5. – С. 2758-2769.
86. Huang X. M. H. et al. Nanomechanical hydrogen sensing //Applied Physics Letters. – 2005. – Т. 86. – №. 14.
87. Pope C. R. P. Detecting Radiation Pressure in Waveguides Using Microelectromechanical Resonators : дис. – 2012.
88. Lukashenko S. et al. Visualization of complex oscillations of carbon nanowhiskers in SEM //AIP Conference Proceedings. – AIP Publishing, 2019. – Т. 2064. – №. 1.
89. Solomonov N. A. et al. Nanoobject mass measurement using the node displacement of the second mode of the nanomechanical resonator //Journal of Physics: Conference Series. – IOP Publishing, 2021. – Т. 2086. – №. 1. – С. 012026.
90. Ekinici K. L., Yang Y. T., Roukes M. L. Ultimate limits to inertial mass sensing based upon nanoelectromechanical systems //Journal of applied physics. – 2004. – Т. 95. – №. 5. – С. 2682-2689.
91. Naik A. K. et al. Towards single-molecule nanomechanical mass spectrometry //Nature nanotechnology. – 2009. – Т. 4. – №. 7. – С. 445-450.
92. Lassagne B. et al. Ultrasensitive mass sensing with a nanotube electromechanical resonator //Nano letters. – 2008. – Т. 8. – №. 11. – С. 3735-3738.
93. Батулин В. А. и др. Измерение толщины тонких углеродных фольг методом кварцевого резонатора //Вопросы атомной науки и техники. – 2002.
94. Коломиец Л. В. и др. Измерение толщины кластерного слоя методом кварцевого резонатора //Сборник научных трудов Кировоградского Национального технического университета. – 2010. – №. 23. – С. 17-22.

95. Хыдырова С., Васильев Д. Д. ИЗМЕРЕНИЕ ТОЛЩИН ТОНКИХ ПЛЕНОК МЕТОДОМ ПЬЕЗОЭЛЕКТРИЧЕСКОГО МИКРОВЗВЕШИВАНИЯ.
96. Яхно Т. А. и др. ДИНАМИКА МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ КАПЕЛЬ БИОЛОГИЧЕСКИХ ЖИДКОСТЕЙ В ПРОЦЕССЕ ВЫСЫХАНИЯ КАК ОТРАЖЕНИЕ ОСОБЕННОСТЕЙ САМОСБОРКИ ИХ КОМПОНЕНТОВ ОТ НАНОДО МИКРОУРОВНЯ //Биофизика. – 2011. – Т. 56. – №. 6. – С. 1016-1023.
97. Штукин Л. В. и др. Электромеханические модели нанорезонаторов //Физическая мезомеханика. – 2016. – Т. 19. – №. 1. – С. 24-30.
98. Craighead H. G. Nanoelectromechanical systems //Science. – 2000. – Т. 290. – №. 5496. – С. 1532-1535.
99. Yang Y. T. et al. Monocrystalline silicon carbide nanoelectromechanical systems //Applied Physics Letters. – 2001. – Т. 78. – №. 2. – С. 162-164.
100. Hu Z., Thundat T., Warmack R. J. Investigation of adsorption and absorption-induced stresses using microcantilever sensors //Journal of Applied Physics. – 2001. – Т. 90. – №. 1. – С. 427-431.
101. Ilıc B. et al. Mechanical resonant immunospecific biological detector //Applied physics letters. – 2000. – Т. 77. – №. 3. – С. 450-452.
102. Fritz J. et al. Translating biomolecular recognition into nanomechanics //Science. – 2000. – Т. 288. – №. 5464. – С. 316-318.
103. Ilıc B. et al. Single cell detection with micromechanical oscillators //Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures Processing, Measurement, and Phenomena. – 2001. – Т. 19. – №. 6. – С. 2825-2828.
104. Subramanian A. et al. Glucose biosensing using an enzyme-coated microcantilever //Applied Physics Letters. – 2002. – Т. 81. – №. 2. – С. 385-387.
105. Pinnaduwege L. A. et al. Sensitive detection of plastic explosives with self-assembled monolayer-coated microcantilevers //Applied Physics Letters. – 2003. – Т. 83. – №. 7. – С. 1471-1473.
106. Ромашко Р. В., Ефимов Т. А. Система для измерения сверхмалых масс на основе адаптивного голографического интерферометра //Доклады Томского государственного университета систем управления и радиоэлектроники. – 2012. –

№. 2-2 (26). – C. 75-77.

107. Davis Z. J., Boisen A. Aluminum nanocantilevers for high sensitivity mass sensors //Applied physics letters. – 2005. – T. 87. – №. 1.

108. Calleja M. et al. Highly sensitive polymer-based cantilever-sensors for DNA detection //Ultramicroscopy. – 2005. – T. 105. – №. 1-4. – C. 215-222.

109. Wu G. et al. Origin of nanomechanical cantilever motion generated from biomolecular interactions //Proceedings of the National Academy of Sciences. – 2001. – T. 98. – №. 4. – C. 1560-1564.

110. Yang Y. T. et al. Zeptogram-scale nanomechanical mass sensing //Nano letters. – 2006. – T. 6. – №. 4. – C. 583-586.

111. Wachter E. A., Thundat T. Micromechanical sensors for chemical and physical measurements //Review of Scientific Instruments. – 1995. – T. 66. – №. 6. – C. 3662-3667.

112. Ilic B., Yang Y., Craighead H. G. Virus detection using nanoelectromechanical devices //Applied physics letters. – 2004. – T. 85. – №. 13. – C. 2604-2606.

113. Gupta A., Akin D., Bashir R. Single virus particle mass detection using microresonators with nanoscale thickness //Applied Physics Letters. – 2004. – T. 84. – №. 11. – C. 1976-1978.

114. Dohn S. et al. Enhanced functionality of cantilever based mass sensors using higher modes //Applied physics letters. – 2005. – T. 86. – №. 23.

115. Burg T. P. et al. Weighing of biomolecules, single cells and single nanoparticles in fluid //nature. – 2007. – T. 446. – №. 7139. – C. 1066-1069.

116. Gfeller K. Y., Nugaeva N., Hegner M. Micromechanical oscillators as rapid biosensor for the detection of active growth of Escherichia coli //Biosensors and Bioelectronics. – 2005. – T. 21. – №. 3. – C. 528-533.

117. Gfeller K. Y., Nugaeva N., Hegner M. Rapid biosensor for detection of antibiotic-selective growth of Escherichia coli //Applied and environmental microbiology. – 2005. – T. 71. – №. 5. – C. 2626-2631.

118. Nugaeva N. et al. Micromechanical cantilever array sensors for selective fungal immobilization and fast growth detection //Biosensors and Bioelectronics. – 2005. – T.

21. – №. 6. – С. 849-856.
119. Nugaeva N. et al. An antibody-sensitized microfabricated cantilever for the growth detection of *Aspergillus niger* spores // *Microscopy and Microanalysis*. – 2007. – Т. 13. – №. 1. – С. 13-17.
120. Braun T. et al. Micromechanical mass sensors for biomolecular detection in a physiological environment // *Physical Review E*. – 2005. – Т. 72. – №. 3. – С. 031907.
121. Dorrestijn M. Nanomechanical sensing in liquid : дис. – University\_of\_Basel, 2006.
122. Dorrestijn M. et al. Chladni figures revisited based on nanomechanics // *Physical review letters*. – 2007. – Т. 98. – №. 2. – С. 026102.
123. Kislov D. A. et al. Measurement surface plasmon polariton assisted optical force using a carbon nanowhisiker mechanical resonator // *Journal of Physics: Conference Series*. – IOP Publishing, 2020. – Т. 1461. – №. 1. – С. 012065.
124. Gloppe A. et al. Bidimensional nano-optomechanics and topological backaction in a non-conservative radiation force field // *Nature nanotechnology*. – 2014. – Т. 9. – №. 11. – С. 920-926.
125. Tavernarakis A. et al. Optomechanics with a hybrid carbon nanotube resonator // *Nature communications*. – 2018. – Т. 9. – №. 1. – С. 662..
126. Gruber G. et al. Mass sensing for the advanced fabrication of nanomechanical resonators // *Nano letters*. – 2019. – Т. 19. – №. 10. – С. 6987-6992.
127. Электронный ресурс <https://nano.ifmo.ru/autoprobos/>
128. Schoessler C., Koops H. W. P. Nanostructured integrated electron source // *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures Processing, Measurement, and Phenomena*. – 1998. – Т. 16. – №. 2. – С. 862-865.
129. Bøggild P. et al. Fabrication and actuation of customized nanotweezers with a 25 nm gap // *Nanotechnology*. – 2001. – Т. 12. – №. 3. – С. 331.
130. Kindt J. H. et al. Automated wafer-scale fabrication of electron beam deposited tips for atomic force microscopes using pattern recognition // *Nanotechnology*. – 2004. – Т. 15. – №. 9. – С. 1131.
131. Madsen D. N. et al. Soldering of nanotubes onto microelectrodes // *Nano Letters*. – 2003. – Т. 3. – №. 1. – С. 47-49.

132. Rowntree P., Parenteau L., Sanche L. Anion yields produced by low-energy electron impact on condensed hydrocarbon films //The Journal of Physical Chemistry. – 1991. – Т. 95. – №. 12. – С. 4902-4909.
133. Чивилихин С. А., Голубок А. О., Мухин И. С. Рост нановискера под воздействием электронного пучка: математическая модель //Научно-технический вестник информационных технологий, механики и оптики. – 2010. – №. 2 (66). – С. 78-83.
134. Lukashenko S. et al. Precise mass detector based on carbon nanooscillator //AIP Conference Proceedings. – AIP Publishing, 2016. – Т. 1748. – №. 1.
135. Комиссаренко Ф. Э. МАНИПУЛИРОВАНИЕ НАНООБЪЕКТАМИ И МОДИФИКАЦИЯ МАТЕРИАЛОВ С ПОМОЩЬЮ СФОКУСИРОВАННОГО ЭЛЕКТРОННОГО ПУЧКА ДЛЯ СОЗДАНИЯ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ НАНОСТРУКТУР.
136. Анисимов С. И., Лукьянчук Б. С. Избранные задачи теории лазерной абляции //Успехи физических наук. – 2002. – Т. 172. – №. 3. – С. 301-333.
137. Contreras-Naranjo J. C., Ugaz V. M. A nanometre-scale resolution interference-based probe of interfacial phenomena between microscopic objects and surfaces //Nature Communications. – 2013. – Т. 4. – №. 1. – С. 1919.
138. Cazaux J. Charging in scanning electron microscopy “from inside and outside” //Scanning: The Journal of Scanning Microscopies. – 2004. – Т. 26. – №. 4. – С. 181-203.
139. Egerton R. F., Li P., Malac M. Radiation damage in the TEM and SEM //Micron. – 2004. – Т. 35. – №. 6. – С. 399-409.
140. Yasuda M. et al. Direct measurement of optical trapping force gradient on polystyrene microspheres using a carbon nanotube mechanical resonator //Scientific Reports. – 2017. – Т. 7. – №. 1. – С. 2825.
141. Yasuda M. et al. Direct measurement of optical trapping force gradient on polystyrene microspheres using a carbon nanotube mechanical resonator //Scientific Reports. – 2017. – Т. 7. – №. 1. – С. 2825.

142. Wu J. S. Analytical and numerical methods for vibration analyses. – John Wiley & Sons, 2013.
143. Mozharov A. et al. Nanomass sensing via node shift tracing in vibrations of coupled nanowires enhanced by fano resonances //ACS Applied Nano Materials. – 2021. – Т. 4. – №. 11. – С. 11989-11996.
144. Karnovsky I. A., Lebed O. Advanced methods of structural analysis. – Springer Nature, 2021.
145. Garrett S. L. Understanding acoustics: an experimentalist's view of sound and vibration. – Springer Nature, 2020. – С. 783.
146. Бабаков И. М. Теория колебаний: изд. 4-е, испр //М.: Изд. Дрофа. – 2004.
147. Карлов Н.В., Кириченко Н.А. Колебания, волны, структуры. –М.: Физматлит, 2008. – С. 496.
148. Miroshnichenko A. E., Flach S., Kivshar Y. S. Fano resonances in nanoscale structures //Reviews of Modern Physics. – 2010. – Т. 82. – №. 3. – С. 2257-2298.
149. Molina J. et al. Optical transduction for vertical nanowire resonators //Nano letters. – 2020. – Т. 20. – №. 4. – С. 2359-2369.
150. Braakman F. R., Poggio M. Force sensing with nanowire cantilevers //Nanotechnology. – 2019. – Т. 30. – №. 33. – С. 332001.
151. De Lépinay L. M. et al. A universal and ultrasensitive vectorial nanomechanical sensor for imaging 2D force fields //Nature nanotechnology. – 2017. – Т. 12. – №. 2. – С. 156-162.
152. Zograf G. P. et al. Resonant nonplasmonic nanoparticles for efficient temperature-feedback optical heating //Nano letters. – 2017. – Т. 17. – №. 5. – С. 2945-2952.
153. Zograf G. P. et al. All-dielectric thermonanophotonics //Advances in Optics and Photonics. – 2021. – Т. 13. – №. 3. – С. 643-702.
154. Tang Y. L. et al. Mie-enhanced photothermal/thermo-optical nonlinearity and applications on all-optical switch and super-resolution imaging //Optical Materials Express. – 2021. – Т. 11. – №. 11. – С. 3608-3626.
155. Ivinskaya A. et al. Plasmon-assisted optical trapping and anti-trapping //Light: Science & Applications. – 2017. – Т. 6. – №. 5. – С. 16258-16258.

156. Zhao J. X., Bradt R. C., Walker Jr P. L. The fracture toughness of glassy carbons at elevated temperatures //Carbon. – 1985. – T. 23. – №. 1. – C. 15-18.
157. Balkanski M., Wallis R. F., Haro E. Anharmonic effects in light scattering due to optical phonons in silicon //Physical Review B. – 1983. – T. 28. – №. 4. – C. 1928.
158. Rackauckas C., Nie Q. Differentialequations. jl—a performant and feature-rich ecosystem for solving differential equations in julia //Journal of open research software. – 2017. – T. 5. – №. 1. – C. 15-15.
159. Rackauckas C., Nie Q. Confederated modular differential equation APIs for accelerated algorithm development and benchmarking //Advances in Engineering Software. – 2019. – T. 132. – C. 1-6..
160. Rosenbrock H. H. Some general implicit processes for the numerical solution of differential equations //The Computer Journal. – 1963. – T. 5. – №. 4. – C. 329-330.
161. Press W. H. Numerical recipes 3rd edition: The art of scientific computing. – Cambridge university press, 2007.
162. Nadoyan I. V. et al. Parametric Optothermal Modulation of Carbon Nanooscillator Decorated with Mie Resonant Silicon Particle //Advanced Optical Materials. – C. 2400228.
163. Nadoyan I. V. et al. Nanooscillators based on carbon whiskers for detectors of optomechanical effects //St. Petersburg Polytechnic University Journal: Physics and Mathematics. – 2023. – T. 68. – №. 3.1. – C. 182-186.