

飞秒激光双光子聚合构建水溶性石墨烯-光刻胶的 3D 微结构

顾银炜¹, 陈 达¹, 李久荣¹, 董建峰², 王 琴¹, 王 刚¹, 陶卫东¹

(1. 宁波大学 理学院 微电子科学与工程系, 浙江 宁波 315211;

2. 宁波大学 信息科学与工程学院 电子信息科学与技术系, 浙江 宁波 315211)

摘要: 通过将水溶性石墨烯掺入至光引发剂 2-苄基-2-二甲基氨基-1-(4-吗啉苯基)丁酮和季戊四醇三丙烯酸酯混合而成的光刻胶中, 利用飞秒激光双光子聚合技术制作一系列平面图案及三维立体结构。利用亲水角测试表征混合物的浸润性, 激光透过深度测试表征混合物的穿透性。实验结果证明, 掺杂有水溶性石墨烯的混合物与玻璃仍具有较强结合力和一定激光穿透性。最后利用拉曼成像与扫描电子显微镜表征平面图案及三维结构。证实使用去离子水作为分散液可以将水溶性石墨烯掺杂进微结构中, 并且掺杂有水溶性石墨烯的微结构在机械性能上比纯光刻胶微结构, 结构更稳定且形貌更统一。

关键词: 水溶性石墨烯; 双光子聚合; 拉曼成像; 扫描电子显微镜; 收缩率

中图分类号: O437 **文献标志码:** A **DOI:** 10.3788/IRLA201847.1006006

Three-dimensional microstructure doped with water soluble graphene fabricated by laser pulse two-photon polymerization

Gu Yinwei¹, Chen Da¹, Li Jiurong¹, Dong Jianfeng², Wang Qin¹, Wang Gang¹, Tao Weidong¹

(1. Department of Microelectronic Science and Engineering, Faculty of Science, Ningbo University, Ningbo 315211, China;

2. Department of Electronic Information Science and Technology, College of Information Science and Engineering, Ningbo University, Ningbo 315211, China)

Abstract: Graphene is doped into the photoresist which is made by mixing the 2-benzyl-2-(dimethylamino)-4'-morpholino-butyroph and pentaerythritol triacrylate. A series of 2D image and 3D microstructure were fabricated based on the technology of femtosecond laser two-photon polymerization (TPP). The infiltration of the mixture was characterized by the hydrophilic angle test, and the penetration of the mixture was characterized by laser penetration depth test. The experimental results show that the mixture with graphene still has strong binding force with glass and laser penetration. At last, 2D image and 3D microstructure were characterized by Raman mapping and scanning electron microscope (SEM). It is confirmed that graphene can be relatively evenly mixed in microstructure by using deionized water as dispersion liquid, and the composite microstructure is more stable and the appearance is more uniform than the pure photoresist microstructure.

Key words: water-soluble graphene; two-photon polymerization; Raman mapping; SEM; percent of shrinkage

收稿日期: 2018-05-10; 修订日期: 2018-06-20

基金项目: 国家自然科学基金(11704204, 61604084)

作者简介: 顾银炜(1994-), 男, 硕士生, 主要从事光学微加工方面的研究。Email: guyinwei1994@126.com

导师简介: 王刚(1986-), 男, 讲师, 博士, 主要从事二维材料的制备及应用方面的研究。Email: gangwang@nbu.edu.cn

陶卫东(1969-), 男, 教授, 硕士生导师, 博士, 主要从事飞秒激光微加工方面的研究。Email: taoweidong@nbu.edu.cn

0 引言

2004 年,英国曼彻斯特大学 (University of Manchester) 的 Andre Geim 与 Kostya Novoselov 利用微机械剥离的方法发现了石墨烯材料,其是由碳原子按照 sp^2 碳-碳(C-C)键形成的以蜂窝状排列的二维晶体结构^[1]。由于其在机械、电学、光学和化学等方面具有优异的特性,所以石墨烯材料拥有巨大的应用潜力,在学术界和工业界备受瞩目,人们对它的未来充满了无限的憧憬,预计将在超导、能源、生物、医学、复合材料以及微电子器件等领域得到广泛应用,掀起了物理学和材料科学等领域的研究热潮。石墨烯室温载流子迁移率极高,理论预计高达 $2 \times 10^5 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ (载流子迁移率几乎与温度无关,饱和漂移速度高达 10^8 cm/s)。石墨烯在宽光谱范围内(从紫外至远红外)可以吸收约 2.3% 的垂直入射光,当入射光的强度达到某一个临界值时,石墨烯对其的吸收会达到饱和状态,这一非线性的光学行为称之为饱和吸收。石墨烯的杨氏模量(Young's modulus)和抗压强度分别为 1.1 TPa 和 125 GPa^[2]。因此,石墨烯是地球上已知强度最高的材料,比钻石还硬,比钢铁的硬度还要高 100 倍以上。石墨烯材料的抗压能力也极强,所以石墨烯是一种刚性和柔性共存的材料。将二维(2D)单原子层石墨烯组装成三维(3D)宏观结构是充分利用石墨烯特性,并将其投入实际应用的最佳途径之一。3D 石墨烯通常是指具有 3D 结构的 2D 石墨烯组装体,其宏观结构在保留石墨烯本身性质的基础上还兼具更高的比表面积、电导率和更优异的机械性。通过控制 3D 石墨烯的微结构,可以有效地调控其电学、光学、机械、化学和催化特性,极大地扩展石墨烯在能源、信息、环境、生物医学等方面的应用。因此,近年来 3D 石墨烯成为物理化学领域的新型功能性材料,在学术界和产业界备受关注。然而,如何高精度、快捷地构建多样化石墨烯 3D 微结构成为 3D 石墨烯发展的制约因素。现有构建石墨烯 3D 微结构的技术主要分两类:直接合成法和微加工法。直接合成法是指用其他材料如镍或镍的化合物作为模板在其中进行石墨烯的生长,从而得到具有微观结构的 3D 石墨烯材料。H. M. Cheng 等^[3]就以泡沫镍为生长模版,让石墨烯片层在

镍表面直接生长并连接为一个整体。石墨烯因此继承了泡沫镍各向同性的和多孔的 3D 骨架结构,并在刻蚀泡沫镍的过程中借助高分子聚合物的支撑成功制备出了自支撑的 3D 泡沫石墨烯;Hu 等^[4]利用六水氯化镍($\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)作为催化剂和模板,经过退火、还原和化学气相沉积生长等过程后获得了致密的 3D 石墨烯宏观结构。C. Gao 等^[5]先通过水热等过程将氧化石墨烯交联形成水凝胶,再通过冷冻干燥或超临界干燥除去水分生成气凝胶。H. Li 等^[6]利用改进的水热法和定向冷冻工艺设计,制备了具有微观双曲取向形貌和内凹角结构的 3D 石墨烯超轻材料。然而,通过直接合成法制备 3D 石墨烯也有着不可避免的缺点:无法精确控制石墨烯的 3D 空间结构、合成中太多的化学药品使用带来的安全隐患。微加工法利用目前的 3D 打印技术,先将石墨烯制成打印材料,然后构建 3D 石墨烯结构。J. H. Kim 等第一次成功地用 3D 打印制备出石墨烯纳米线。随后,A. E. Jakus 等^[7]利用 3D 打印材料打印出了石墨烯复杂的 3D 几何结构。3D 打印设备昂贵,热效应明显,难于控制石墨烯的构型。此外,3D 打印技术要求材料的高熔点决定了石墨烯无法像塑料一样经过熔融、打印最后固化,同时无法像金属一样经过激光处理,而且石墨烯疏水的特性导致其在水溶液中的难操作性。

1 飞秒激光双光子原理

该实验所用到的双光子微加工技术是一种空间真 3D 的微结构构建技术,精细度可达到纳米级别,该技术为文中实验提供了新的技术思路,其具有真 3D、一次成型及高加工分辨率的特点,是 3D 微纳结构制备的理想工具^[8]。利用双光子微加工技术实现石墨烯 3D 复杂微结构可以视为是 2D 材料在 3D 材料中的再现,对于推动石墨烯深入走向应用领域具有重要意义。

实验采用的双光子与单光子的原理对比如图 1(a)所示,飞秒激光双光子微加工是通过高倍物镜聚焦,如图 1(b)所示,只有当两个光子在 O 点相遇,才能使透明材料在焦点吸收大量的光子,从而使透明材料内部发生光物理或光化学反应^[9-10]。焦点以外的区域因没有吸收足够的光子则不发生反应。没有发生

反应的区域可以使用有机溶剂将其清洗,发生光反应的区域则保留下来,即为所要构建的实体结构。利用双光子加工台中载物台对于焦点的相对运动,可以制作出分辨率超越衍射极限的微结构。

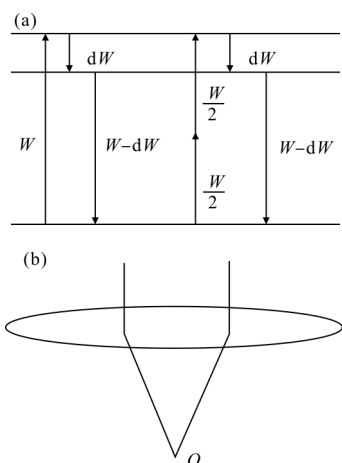


图 1 (a)双光子聚合原理, (b)高倍物镜汇聚双光子

Fig.1 (a) Schematic illustration of two-photon polymerization, (b) schematic diagram of objective lens gathering two photons

该实验中,笔者将水溶性的石墨烯与光刻胶均匀混合,利用了飞秒激光双光子微加工在空间上的精确构建的优点制作水溶性石墨烯-光刻胶复合 3D 结构。通常情况下,笔者利用纯光刻胶进行空间 3D 构型和 2D 图像打印时,加工精度可以达到最低线宽 $1\ \mu\text{m}$,若是使用倍率更高的镜头则可以达到几百纳米的线宽。考虑到片状水溶性石墨烯的厚度薄透光性强,且水溶性石墨烯高度的延展性和空间可塑性,笔者认为,将水溶性石墨烯与光刻胶混合,利用光刻胶作为结构骨架可以实现对水溶性石墨烯的 3D 空间构型。此方法可以解决直接合成法对水溶性石墨烯 3D 微结构构建时精度不够和化学品对环境的污染带来的问题,而且以光刻胶作为结构主体,水溶性石墨烯作为掺杂物改善光刻胶的物理性质,也比 J. H. Kim 等人的直接打印方法对石墨烯结构具有更高的可塑性。

飞秒激光双光子加工平台实验装置如图 2 所示,以 $780\ \text{nm}$ 波长飞秒激光(Coherent 公司, Mira-900 f, 波长为 $780\ \text{nm}$)作为光源。首先在载玻片中间相隔 $1.5\ \text{cm}$ 的地方设两片 $170\ \mu\text{m}$ 厚的垫片,取两滴制备好的混合溶液滴于载玻片或 PVC 基片上,然

后在混合液上盖上盖玻片,使光刻胶均匀地分散在载玻片上。利用 Newport 公司提供的 μFAB 微加工台配套控制软件设计各种 3D 图案,也可导入单色 bmp 格式图片制作平面图案。再利用控制软件控制 3D 位移台移动,将设计好的微阵列利用双光子微加工技术刻写在载玻片上表面。最后,将样品放到无水乙醇中浸泡约 $10\ \text{min}$,取出晾干即得到飞秒激光双光子微加工的各种图案。为了使制作好的结构更加稳定,测试前可先将图案置于紫外光下曝光足够长时间。

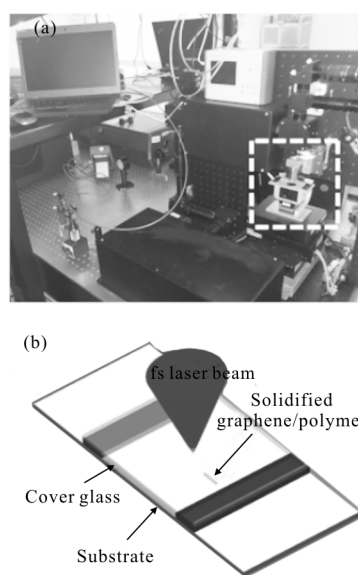


图 2 双光子聚合加工实验装置

Fig.2 Experimental setup of TPP fabrication

2 配置水溶性石墨烯-光刻胶混合液

由于双光子加工为微纳级别精度,所以对石墨烯在光刻胶中的分散度要求较高。而石墨烯-光刻胶混合的技术难点是两相复合的均一性问题,光刻胶和石墨烯密度差别大,石墨烯质轻,在混合时易分相;其次二者比表面能差别大,浸润性差,界面问题会引起石墨烯团聚。因此,选择易分散的水溶性石墨烯作为研究对象。

为了配制出适合进行飞秒激光双光子加工的水溶性石墨烯-光刻胶混合液,分两步将水溶性石墨烯与光刻胶进行混合。第一步,配置水溶性石墨烯溶液,将 $5\ \text{mg}$ 的水溶性石墨烯置于 $4\ \text{ml}$ 的去离子水中,将盛有混合液的试管进行 $50\ ^\circ\text{C}$, 99% 的功率超声 $2\ \text{h}$ 处理;第二步,水溶性石墨烯溶液与光刻胶混

合。由于光刻胶与去离子水不互溶,因此采用无水乙醇作为中介溶剂进混合。首先量取 1 ml 光刻胶置于试管中,然后用滴定法量取 0.25 ml 水溶性石墨烯溶液加入光刻胶中,再次加入 0.5 ml 无水乙醇,摇匀后进行 30 °C,99% 的功率超声 1 h 处理。随后将混合液中的溶剂(去离子水和无水乙醇)挥发去除,挥发后将混合液再进行 50 °C,99% 的功率超声 1 h 处理。用氦氛激光器分别照射纯光刻胶和水溶性石墨烯-光刻胶混合液两种液体,如图 3 所示,对比发现,水溶性石墨烯与光刻胶混合后依然可以被激光穿透,确保在使用能量更高、相似波长的飞秒激光作为加工光源时,激光可以穿透混合液至更深处进行双光子加工。

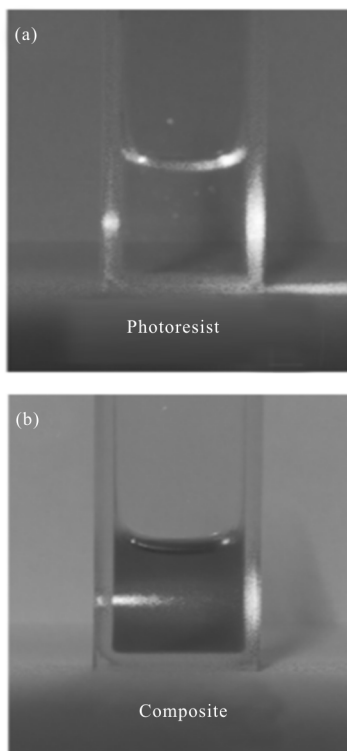


图 3 (a)纯光刻胶,(b)水溶性石墨烯-光刻胶混合液
Fig.3 (a) Pure photoresist, (b) water-soluble graphene/ photoresist mixture

水溶性石墨烯-光刻胶混合物在进行双光子加工前,需要将混合物旋涂在玻璃上,混合物与玻璃的结合程度是后续加工的关键。实验中利用亲水角测试仪表征水溶性石墨烯-光刻胶混合物与玻璃的结合程度。使用匀胶机(转速 500 r/min,旋转 280 s)分别将光刻胶、水溶性石墨烯溶液和水溶性石墨烯-光

刻胶混合物旋涂在玻璃上,然后分别进行测试。如图 4 所示,以水在玻璃上的亲水角(46°)作为对照发现,水溶性的石墨烯(57.23°)加入到光刻胶(62.95°)后,混合物的亲水角发生轻微的变化,说明水溶性石墨烯与光刻胶混合后依然与玻璃之间具有牢固的结合力。

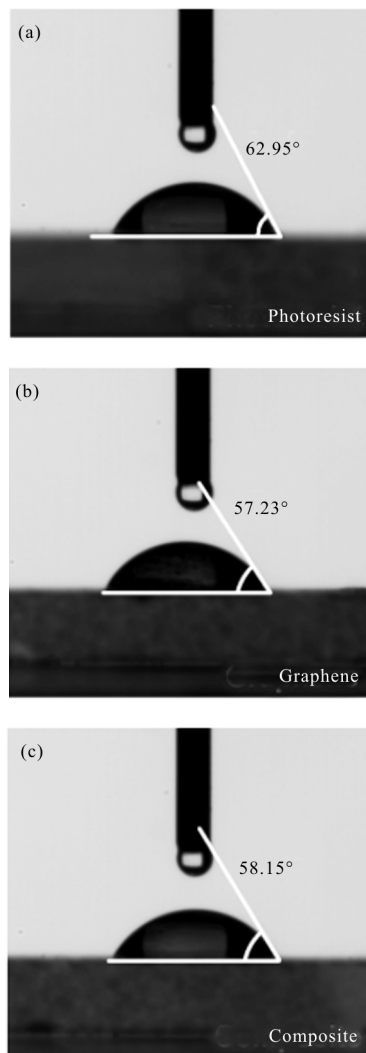


图 4 不同材料亲水角照片

Fig.4 Photos of hydrophilic angles for different materials

3 基于Raman 检测水溶性石墨烯在微结构中的分布情况

该实验设计了一种带有校徽中标志性图案与校名首字母缩写相结合的图形。首先将设计的图案导入 μFAB 加工控制软件调整合适大小,然后对水溶性石墨烯-光刻胶混合物进行制作。拉曼(Raman)光谱在碳材料物性表征中最为常用,提供的信息量最

强大,是一种研究碳材料内部结构和结晶性的有效表征手段^[20-21]。如图 5(a)所示,分别对光刻胶、水溶性石墨烯和水溶性石墨烯-光刻胶进行 Raman 测试。Raman 光谱中,位于 $1\ 350\ \text{cm}^{-1}$ 附近的 D 峰表示缺陷,反映碳材料的无序性,位于 $1\ 580\ \text{cm}^{-1}$ (G 峰)G 峰源于一阶 E_{2g} 声子的平面振动,是碳 sp² 结构的特征峰,G 峰主要反映的是碳质材料内部的有序化程度。而位于 $2\ 700\ \text{cm}^{-1}$ 附近的 2D 峰源于两个双声子共振,是石墨烯材料特有的峰位,在水溶性石墨烯和水溶性石墨烯-光刻胶混合物中,均观察到 2D 峰的出现,表明水溶性石墨烯与光刻胶相互混合。图 5(b)所示为以水溶性石墨烯-光刻胶混合物为源材料,利用飞秒激光双光子制作而成的校徽图形的光学显微镜照片。对其进行 2D 峰的 Raman 成像扫描,如图 5(c)所示,显示水溶性石墨烯在微结构中的分布,Raman 成像图像和光学显微镜照片相匹配,表示水溶性石墨烯确实掺杂进微结构且分布在整个结构中^[22]。在图 5(c)中可见两个黑点,源自于实验中未采用离心等方法只是采用静置沉淀杂质,所以会存在一些悬浮水溶性石墨烯颗粒。通常在图案制作时对图案并没有影响,但是在清洗过程中悬浮颗粒有可能粘附在图案上。针对这种情况,笔者会在后续的实验中进行探索、推进。

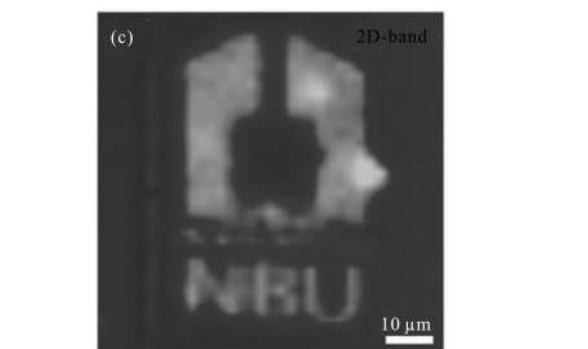
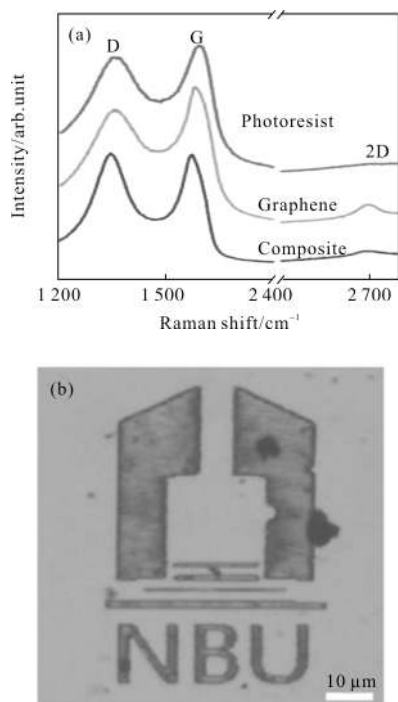


图 5 (a)光刻胶、石墨烯和混合样品的拉曼图谱;
(b)样品光学显微照片;(c)样品的拉曼扫描图像
Fig.5 (a) Raman spectra of photoresist, graphene, and composite, (b) optical micrograph photo of sample, (c) Raman mapping image of the sample

4 基于 SEM 成像技术结合数据处理分析微结构收缩性和数据均值误差

在以往的飞秒激光双光子聚合实验过程中发现,立体结构会随着结构高度的升高而发生收缩,这种情况更多地发生在直写速度数值远大于结构尺寸的时候。文中利用该情况下微结构具有一定收缩性来检测混有水溶性石墨烯是否对其微结构的形貌有所改善,笔者探究了一种 $7\ \mu\text{m}$ 高的多层墙交叉井字结构的收缩性(墙长为 $36\ \mu\text{m}$,高为 $7\ \mu\text{m}$,宽为 $1\ \mu\text{m}$,墙与墙间隔为 $4\ \mu\text{m}$,周期 $8\ \mu\text{m}$)。实验采用水溶性石墨烯-光刻胶混合物与纯光刻胶两种材料来构建井字形微结构。将得到的微结构用扫描电子显微镜(SEM)进行拍摄观察,并从同一个角度对每一个微结构从进行拍照然后用 Gatan Digital Micrograph 软件测绘微结构的上下边长,用结构的上下边长 a 与底边长 b 的差绝对值与底边长 b 的比值作为结构的收缩性参数 PS (Percent of Shrinkage),公式如下:

$$PS = \frac{|a-b|}{b} \quad (1)$$

文中使用的激光参数为: $1\ 000\ \mu\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$ 激光扫描速度、 $0.1\ \text{W}$ 的激光能量,利用 TPP 在同一参数下用掺杂石墨烯和不掺杂石墨烯的两种混合液各制作一组 3×3 的阵列。表 1、表 2 是对两种结构测量数据的整理,并且利用平均值公式:

$$M = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_n \quad (2)$$

表 1 纯光刻胶微结构收缩率

Tab.1 Percent of shrinkage of the pure photoresist microstructure

Number	Top layer/ μm	Bottom layer/ μm	Percent of shrinkage
1	26.33	30.14	12.64%
2	26.93	30.47	11.62%
3	27.34	30.68	10.89%
4	26.61	30.07	11.51%
5	26.07	30.55	14.66%
6	26.73	30.20	11.49%
7	25.60	30.01	14.70%
8	25.67	29.94	14.26%
9	26.13	30.54	14.44%

表 2 混合材料微结构收缩率

Tab.2 Percent of shrinkage of the composite microstructure

Number	Top layer/ μm	Bottom layer/ μm	Percent of shrinkage
1	26.67	29.60	9.90%
2	27.14	30.07	9.74%
3	26.47	29.00	8.72%
4	26.74	29.87	10.48%
5	26.53	29.27	9.36%
6	26.74	29.60	9.66%
7	27.20	29.67	8.32%
8	28.14	29.88	5.82%
9	27.47	30.40	9.64%

对两种结构的收缩率求平均得到掺杂后的井字结构平均收缩率为 9.07%，而未掺杂石墨烯结构平均收缩率为 12.91%，然后对两种材料的数据做了平均值误差范围图(见图 6)，对误差范围进行对比，再利用标准差公式：

$$S = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (x_i - M)^2} \quad (3)$$

对两组数据进行处理，得到未掺杂石墨烯的微结构标准差为 1.59%，这也表示在这组样品中数据相对平均值的偏离度为 1.59%，同理也计算出掺杂有石墨烯的样品偏离度为 1.37%，结合图 7 两组样品相对均值的误差范围也能发现掺杂有石墨烯的结

构收缩性数据离散性较小，未掺杂有石墨烯的结构数据离散性较大，这也说明掺杂过石墨烯的光刻胶所构建的 3D 微结构形貌更为一致，若在误差修正后更容易做出收缩性小结构统一的微结构产品^[15]。

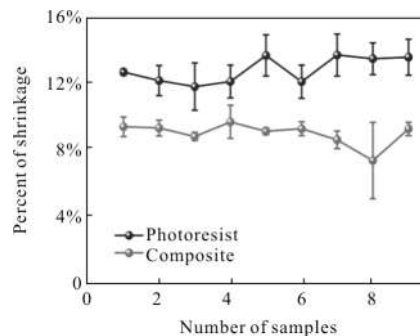
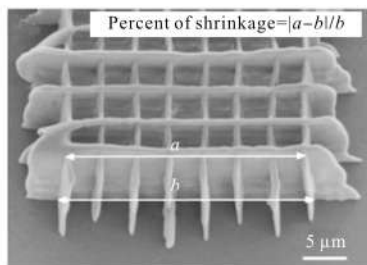


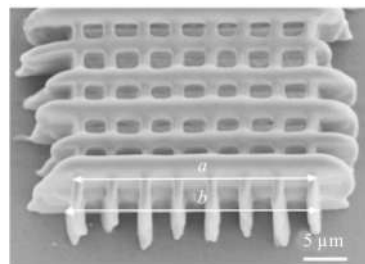
图 6 微结构收缩率与均值误差

Fig.6 Percent of shrinkage and mean error of microstructure



(a) 水溶性石墨烯-光刻胶混合物微结构

(a) Composite microstructure of water-soluble graphene-photoresist



(b) 纯光刻胶微结构

(b) Microstructure of pure photoresist

图 7 测试样品的 SEM 照片

Fig.7 SEM micrograph of the testing sample

5 结论

针对石墨烯的分散效果、混合液体浸润性以及激光透过性做了一系列实验,结果显示:去离子水能极大程度上对石墨烯进行分散,且分散后乙醇可作为去离子水与光刻胶二者的良好溶剂,将石墨烯分

散液与光刻胶混合挥发溶剂后可见石墨烯分散情况较好;亲水角实验表明,水溶性石墨烯-光刻胶混合液与玻璃板之间有较大结合力;激光穿透实验确保混合溶液在飞秒激光双光子实验时有较强的光透过性。上述实验表明,该方法配置的混合液适合在文中实验中使用。接着对两种结构、一种材料的拉曼位移谱表明,利用上述混合方法能将石墨烯掺杂进微结构且石墨烯分布情况良好。收缩性实验证实了掺杂有石墨烯的结构收缩性较纯光刻胶微结构更小,且微结构形貌较为统一。综上所述,该实验研究结果对于微结构掺杂工作具有一定的参考价值,也有助于石墨烯构建方向和石墨烯掺杂优化材料性能方向研究的发展。

参考文献:

- [1] Novoselov K, Geim A, Morozov S, et al. Electric field effect in atomically thin carbon films [J]. *Science*, 2004, 306(5696): 666-669.
- [2] Zhang S, Shao Y, Liao H, et al. Polyelectrolyte-induced reduction of exfoliated graphite oxide: a facile route to synthesis of soluble graphene nanosheets [J]. *ACS Nano*, 2011, 5(3): 1785-1791.
- [3] Chen Z, Ren W, Gao L, et al. Three-dimensional flexible and conductive interconnected graphene networks grown by chemical vapour deposition [J]. *Nature Materials*, 2011, 10(6): 424-428.
- [4] Liang K, Tang X, Hu W. High-performance three-dimensional nanoporous NiO film as a supercapacitor electrode[J]. *Journal of Materials Chemistry*, 2012, 22: 11062-11067.
- [5] Han Y, Xu Z, Gao C. Ultrathin graphene nanofiltration membrane for water purification [J]. *Advanced Functional Materials*, 2013, 23(29): 3693-3700.
- [6] Li H, Wang J, Chu Q, et al. Theoretical and experimental specific capacitance of polyaniline in sulfuric acid[J]. *Power Sources*, 2009, 190(2): 578-586.
- [7] Jakus A E, Rutz A L, Shah R N. Advancing the field of 3D biomaterial printing[J]. *Biomed Mater*, 2016, 11(1): 014102.
- [8] Su Yahui, Fan Zhenzhu, Wang Chaowei, et al. Fabrication of anisotropic and hierarchical structures using femtosecond laser printing capillary force assisted self-assembly [J]. *Optics and Precision Engineering*, 2017, 25(8): 2057-2063. (in Chinese)
- 苏亚辉, 范珍珠, 汪超炜, 等. 毛细力辅助飞秒激光直写制备各向异性及多级结构 [J]. *光学精密工程*, 2017, 25(8): 2057-2063.
- [9] Pan Deng, Li Jiawen, Yang Liang, et al. Femtosecond laser holographic fabrication of hydrogel cell scaffold [J]. *Optics and Precision Engineering*, 2017, 25(9): 2277-2282. (in Chinese)
- 潘登, 李家文, 杨亮, 等. 水凝胶支架的飞秒激光全息加工 [J]. *光学精密工程*, 2017, 25(9): 2277-2282.
- [10] Chai Zhijun, Gao Yachen. Ultrafast nonlinear absorption properties of borate glass doped with CdS_{0.2}Se_{0.8} nanocrystal [J]. *Infrared and Laser Engineering*, 2017, 46(3): 0321004. (in Chinese)
- 柴志军, 高亚臣. CdS_{0.2}Se_{0.8} 纳米晶掺杂玻璃的超快非线性吸收特性[J]. *红外与激光工程*, 2017, 46(3): 0321004.
- [11] Li Yigui, Yan Ping, Huang Yuan, et al. Fabrication of PMMA micro lens array based on X-ray moving lithography [J]. *Infrared and Laser Engineering*, 2016, 45(6): 0620001. (in Chinese)
- 李以贵, 颜平, 黄远, 等. 基于 X 光移动光刻技术的 PMMA 微透镜阵列制备 [J]. *红外与激光工程*, 2016, 45(6): 0620001.
- [12] Usachov D Y, Davydov V Y, Levitskii V S, et al. Raman spectroscopy of lattice-matched graphene on strongly interacting metal surfaces [J]. *ACS Nano*, 2017, 11(6): 6336-6345.
- [13] Zhou Minghui, Liao Chunyan, Ren Zhaoyu, et al. Bioimaging technologies based on surface-enhanced Raman spectroscopy and their applications [J]. *Chinese Optics*, 2013, 6(5): 633-642. (in Chinese)
- 周明辉, 廖春艳, 任兆玉, 等. 表面增强拉曼光谱生物成像技术及其应用 [J]. *中国光学*, 2013, 6(5): 633-642.
- [14] Xiong W, Liu Y, Jiang L J, et al. Laser-directed assembly of aligned carbon nanotubes in three dimensions for multifunctional device fabrication [J]. *Advanced Materials*, 2016, 28(10): 2002-2009.
- [15] Qi Ziwen, Liu Bingguo, Zhang Zhonghai, et al. Comparison of phase extraction algorithms in testing of phase defects with two-point interference [J]. *Chinese Optics*, 2016, 9(4): 483-490. (in Chinese)
- 戚子文, 刘炳国, 张仲海, 等. 双点干涉法位相缺陷检测中的解相算法比较 [J]. *中国光学*, 2016, 9(4): 483-490.