

(12) 按照专利合作条约所公布的国际申请

(19) 世界知识产权组织
国际局

(43) 国际公布日
2019 年 10 月 24 日 (24.10.2019)



(10) 国际公布号
WO 2019/200760 A1

(51) 国际专利分类号:
G01N 3/08 (2006.01) *G01N 3/20* (2006.01)

(21) 国际申请号: PCT/CN2018/095793

(22) 国际申请日: 2018 年 7 月 16 日 (16.07.2018)

(25) 申请语言: 中文

(26) 公布语言: 中文

(30) 优先权:
201810375892.1 2018年4月18日 (18.04.2018) CN

(71) 申请人: 大连理工大学 (DALIAN UNIVERSITY OF TECHNOLOGY) [CN/CN]; 中国辽宁省大连凌工路 2 号大连理工大学专利中心, Liaoning 116024 (CN)。

(72) 发明人: 张振宇 (ZHANG, Zhenyu); 中国辽宁省大连凌工路 2 号大连理工大学专利中心, Liaoning 116024 (CN)。 崔俊峰 (CUI, Junfeng); 中国辽宁省大连凌工路 2 号大连理工大学专利中心, Liaoning 116024 (CN)。 陈雷雷 (CHEN, Leilei); 中国辽宁省大连凌工路 2 号大连理工大学专利中心, Liaoning 116024 (CN)。 王博 (WANG, Bo); 中国辽宁省大连凌工路 2 号大连理工大学专利中心, Liaoning 116024 (CN)。 郭东明 (GUO, Dongming); 中国辽宁省大连凌工路 2 号大连理工大学专利中心, Liaoning 116024 (CN)。

(81) 指定国 (除另有指明, 要求每一种可提供的国家保护): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS,

(54) **Title:** IN-SITU TESTING METHOD FOR FORCE-ELECTRICAL COUPLING OF TRANSMISSION ELECTRON MICROSCOPE FOR ONE-DIMENSIONAL MATERIAL

(54) 发明名称: 一维材料透射电镜力-电耦合原位测试方法

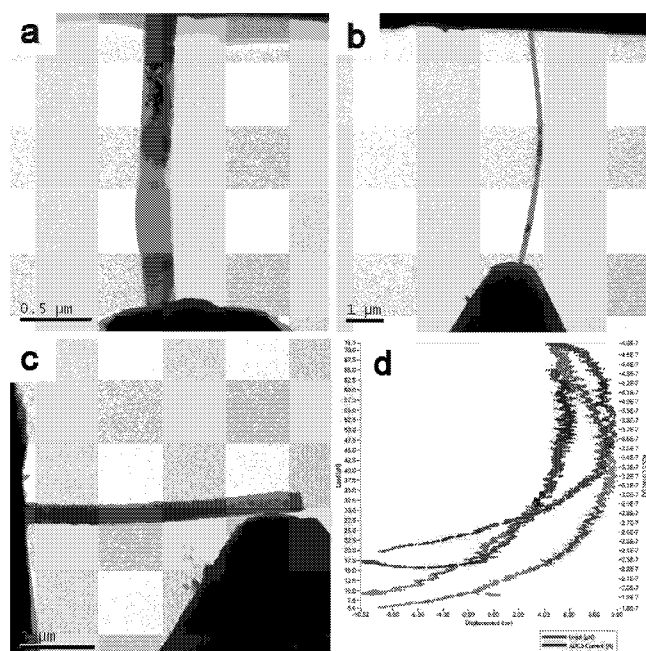


图 3

(57) **Abstract:** An in-situ testing method for force-electrical coupling of a transmission electron microscope for one-dimensional material: designing and fabricating a multifunctional sample station capable of compressing, buckling and bending a sample; removing a carbon film of a copper grid of a transmission electron microscope, and cutting same into two halves from the center; ultrasonically dispersing a sample in alcohol; using a pipette to drip the sample at the edge of a semi-circular copper grid; utilizing a micromechanical

JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW。

(84) 指定国(除另有指明, 要求每一种可提供的地区保护): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 欧亚 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 欧洲 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG)。

本国际公布:

— 包括国际检索报告(条约第21条(3))。

device for an epoxy resin conductive silver adhesive under an optical microscope to fix a single sample at the edge of a substrate of the sample station, and smearing the surface of the substrate of the sample station using conductive silver paint; and performing in-situ testing for force-electrical coupling in the transmission electron microscope. Provided is a simple and efficient sample preparation and testing method for an in-situ observation experiment for the force-electrical coupling of a transmission electron microscope, which is may perform compressing, buckling and bending experiments on a sample and which is capable of observing in real time changes in the microstructure of material and changes in the electrical performance of the sample during a force-receiving process, thereby achieving in-situ testing for force-electrical coupling of a transmission electron microscope for one-dimensional material.

(57) 摘要: 一维材料透射电镜力-电耦合原位测试方法, 设计制造一种可用来对样品进行压缩、压曲以及弯曲的多功能样品台, 将透射电镜铜网的碳膜去除, 并经圆心将其切成两半, 将样品在酒精中超声分散, 用移液枪将样品滴在半圆形铜网边缘, 在光学显微镜下利用微机械装置用环氧树脂导电银胶将单个样品固定在样品台基片边缘, 并将样品台基片表面用导电银漆进行涂抹, 在透射电镜中进行力-电耦合原位测试。提供了一种简单、高效的透射电镜力-电耦合原位观察实验的样品制备及测试方法, 可对样品进行压缩、压曲以及弯曲实验, 并且能够实时观测样品在受力过程中材料微观结构的变化以及电学性能的变化, 实现了一维材料透射电镜力-电耦合原位测试。

一维材料透射电镜力-电耦合原位测试方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一维材料透射电镜力-电耦合原位测试方法，特别涉及一维材料原位纳米力学的力-电耦合测试，属于透射电镜原位纳米力学测试领域。

背景技术

[0002] 随着航空、航天、深空探测等国家重大工程的建设和发展，对高性能装备的性能提出了一系列更高的要求，而高性能装备的性能取决于高性能零件的性能，一般要求表面达到亚纳米级表面粗糙度和纳米级平面度、表面/亚表面无损伤，传统的加工方法很难达到这种要求，并且产生的表面/亚表面损伤往往会影响材料的电学性能，从而影响整个器件的性能，所以需要开发新的超精密加工装备及加工工艺。要开发新的超精密加工装备及加工工艺，需要对加工机理进行了解，而机械加工即是对材料施加载荷，因此需要研究材料在受载时的变化过程及机理，在透射电镜中从原子尺度对其进行探索是一个非常重要的手段。传统的研究方法一般是分别对材料加载前和加载后在透射电镜中进行观察，而不能实时的观察材料在受载时的变化过程，所以很难对其机理进行解释。因此近几年发展了一种透射电镜原位纳米力学测试技术，它可以实时观察材料在受载时的变化过程，并且能够测量样品的电学性能，所以，透射电镜力-电耦合原位测试是一种研究材料变形及断裂机理的重要的测试方法。

[0003] 一维材料在透射电镜原位纳米力学研究中具有独特的优势，其中一个重要的原因是在透射电镜中要观察材料的微观结构，样品厚度必须足够小，一般要求厚度小于200 nm，而在另外一个维度方向上尺寸要足够大，保证样品能够固定而承受力的作用，一维材料本身无需额外的加工处理便能满足这两个要求，避免了加工过程中带来的损伤和污染。目前关于一维材料透射电镜力-电耦合原位测试的方法，主要是对样品在透射电镜中进行原位拉伸，观察样品在拉伸过程中其电学性能的变化，该方法只能使样品承受一种拉伸应力，并且样品制备及其困难，需要利用聚焦离子束系统（FIB）进行焊接，而FIB焊接过程中对样品

的损伤和Pt污染对样品的力学性能、电学性能以及微观结构的观察都有重要的影响。因此，设计开发一种能够对一维材料在透射电镜中进行原位压缩、压曲以及弯曲实验的力-电耦合测试，同时又对样品无污染、无损的测试方法是十分重要的。

发明概述

技术问题

[0004] 本发明设计制造了一种多功能样品台，可对样品在透射电镜中进行原位压缩、压曲以及弯曲实验，可实时观测样品在受力过程中材料微观结构的变化以及电学性能的变化，并且提供了一种对样品无损伤的样品制备方法，实现了一维材料透射电镜力-电耦合原位测试。

问题的解决方案

技术解决方案

[0005] 本发明的技术方案：

[0006] 一维材料透射电镜力-电耦合原位测试方法，设计制造一种多功能样品台，将透射电镜铜网的碳膜去除，并经圆心将其切成两半，将样品在酒精中超声分散，用移液枪将样品滴在半圆形铜网边缘；在光学显微镜下或在FIB中将单个样品从半圆形铜网边缘移至样品台边缘；在光学显微镜下利用微机械装置将样品用环氧树脂导电银胶进行固定，在空气中放置4-8小时使环氧树脂导电银胶固化，然后将样品台表面涂一层导电银漆。本发明提供了一种简单、高效的透射电镜力-电耦合原位观察实验的样品制备及测试方法，可对样品进行压缩、压曲以及弯曲实验，并且能够实时观测样品在受力过程中材料微观结构的变化以及电学性能的变化，实现了一维材料透射电镜力-电耦合原位测试。

[0007] 所述的样品为纳米线、纳米管一维材料。一维材料在一个维度方向上尺寸较大，方便对样品进行固定，其他维度方向尺寸较小，可以在透射电镜下对其进行原子尺度的微观结构表征。

[0008] 所述的多功能样品台是利用刻蚀以及激光隐形切割方法对SOI芯片加工而成，其材料为掺硼的P型硅，整体尺寸为：长2-3 mm，宽1.5-2 mm，厚0.25-0.4 mm，通过激光隐形切割方法加工而成；多功能样品台包括衬底和基片两部分，其中

基片厚5-15 μm ；首先通过刻蚀将衬底加工出宽1.5-1.7 mm，深30-70 μm 的沟槽，然后在基片上刻蚀出宽4-100 μm ，深20-60 μm 的沟槽；样品固定在垂直于沟槽方向的基片边缘，使样品伸出基片长度与样品直径之比小于10，进行压缩实验；样品固定在垂直于沟槽方向的基片边缘，使样品伸出基片长度与样品直径之比大于10，进行压曲实验；样品固定在平行于沟槽方向的基片边缘，使样品伸出基片长度大于2 μm ，进行弯曲实验。为使样品台导电，并且便于加工，样品台材料选用掺硼的P型硅，是利用刻蚀以及激光隐形切割方法对SOI芯片加工而成；由于透射电镜极靴间隙较小，样品台也必须足够小才能够固定在原位透射电镜样品杆上，考虑到操作过程的方便性，样品台整体尺寸选择为长2-3

mm，宽1.5-2

mm，为了使样品在透射电镜中能够达到共心高度，其厚度选择为0.25-0.4 mm，由于尺寸较小，传统的金刚石刀片切割方法由于刀片尺寸限制以及容易出现崩裂现象，很难加工较小样品，而激光隐形切割方法利用穿透率较高的激光束使单晶硅结构发生变化，形成分割用的起点，然后通过外力将其分割成较小的芯片，制成的芯片边缘平滑且无崩裂现象，所以利用激光隐形切割方法；样品台在加工或在安装过程中不可避免会导致样品台倾斜，会造成要观察的样品被倾斜的样品台遮挡住，为了减小样品台倾斜对样品的观测，将样品台分为衬底和基片两部分，并通过刻蚀将衬底加工出宽1.5-1.7 mm，深30-70 μm 的沟槽，基片厚度5-15 μm ，基片上刻蚀出宽4-100 μm ，深20-60 μm 的沟槽；基片沟槽是为了实现对样品进行压缩、压曲以及弯曲的功能。样品固定在垂直于沟槽方向的基片边缘，使样品伸出基片长度与样品直径之比小于10，可进行压缩实验；样品固定在垂直于沟槽方向的基片边缘，使样品伸出基片长度与样品直径之比大于10，样品在达到压缩应力极限之前能够发生弯曲，所以可进行压曲实验；样品固定在平行于沟槽方向的基片边缘，可进行弯曲实验。

[0009] 将透射电镜铜网上的碳膜去除，并将透射电镜铜网经圆心用刀片切成两半，成半圆形铜网。透射电镜铜网作为样品的载体，为避免铜网上面的碳膜与样品交缠在一起，便于将单个样品从上面取出，应预先将碳膜去除，可在空气中通过打火机内焰将其烧掉或在酒精溶液中超声30 min将其去除；为使更多样品分布在

铜网边缘，以及便于取出单个样品，将铜网沿其圆心用刀片切成两半，取其中半个铜网。

[0010] 将样品分散在酒精溶液中，并超声1-3 min，然后利用移液枪将样品滴在半圆形铜网边缘。酒精是一种较常用，并且分散效果较好的一种有机溶剂，所以将样品放入酒精溶液中，并且超声1-3 min，使样品分散；利用移液枪将样品滴在半圆形铜网边缘，便于从中取出单个样品。

[0011] 若样品直径大于100 nm，利用微机械装置在光学显微镜下将单个样品从半圆形铜网边缘移至样品台基片边缘；若样品直径小于100 nm，利用聚焦离子束系统将单个样品从半圆形铜网边缘移至样品台基片边缘。样品直径大于100 nm，在光学显微镜下可以观察到单个样品，所以可以在光学显微镜下利用微移动装置将单个样品从半圆形铜网边缘移至样品台基片边缘；样品直径小于100 nm，在光学显微镜下很难观测到单个样品，所以需要利用FIB机械手将单个样品从半圆形铜网边缘移至样品台基片边缘。

[0012] 在光学显微镜下利用微机械装置将样品用环氧树脂导电银胶进行固定，在空气中放置4-8小时，使环氧树脂导电银胶固化，然后将多功能样品台的基片表面涂一层导电银漆。为避免FIB焊接过程中对样品的损伤和污染，利用微机械装置在光学显微镜下将样品用环氧树脂导电银胶进行固定，采用环氧树脂导电银胶，一方面其便于进行滴胶，固化时间4-8小时，有足够的操作时间，另一方面其导电性好，可以在透射电镜对样品进行力-电耦合测试；待其固化后，将样品台基片表面涂一层导电银漆，增强样品台的导电性。

[0013] 利用导电银漆将固定有样品的样品台固定在透射电镜原位纳米力学系统样品杆的样品座上。导电银漆可以使电流从样品杆通入样品中。

[0014] 将样品座利用螺钉固定在样品杆上，用平头掺硼金刚石压针或平头钨压针在透射电镜下对样品进行力-电耦合原位观察实验。压针作为与样品接触的材料，为使电流通过样品，压针必须导电性要好，同时为了对样品进行压缩、压曲或者弯曲，所以使用平头掺硼金刚石压针或者钨压针对样品进行力-电耦合测试。

发明的有益效果

有益效果

[0015] 本发明的效果和益处是设计制造了一种多功能样品台，并且在光学显微镜下采用微机械装置对样品用环氧树脂导电银胶进行固定，可实现在透射电镜下对样品进行压缩、压曲以及弯曲实验，并且实时观测样品微观结构的变化以及电学性能的变化，实现了一维材料透射电镜力-电耦合原位测试。

对附图的简要说明

附图说明

[0016] 图1是设计的多功能样品台的示意图，样品固定在样品台基片边缘的沟槽附近，制成悬臂梁状，如图2b所示。

[0017] 图2a是一维材料透射电镜力-电耦合原位测试的原理图，样品台是利用刻蚀以及激光隐形切割技术对SOL芯片加工而成，其材料为掺硼的P型硅，利用环氧树脂导电银胶将样品固定在样品台基片边缘，制成悬臂梁状，然后将样品台基片利用导电银漆进行涂抹，增强样品台的导电性，平头压针在接触到样品并对样品施加载荷的过程中，可以通入一个恒定电压，测出通过样品的电流并测出在样品发生应变过程中电流的变化，平头压针固定在传感器上，传感器可以测得压针所执行的力和位移，从而可以获得样品的应力-应变曲线。图2b是图1方框所示的放大图，若样品固定在垂直于沟槽方向的基片边缘，使样品伸出基片长度与样品直径之比小于10，如位置1所示样品，可对样品进行压缩实验；若样品固定在垂直于沟槽方向的基片边缘，使样品伸出基片长度与样品直径之比大于10，如位置2所示样品，可对样品进行压曲实验；若样品固定在平行于沟槽方向的基片边缘，如位置3所示样品，可对样品进行弯曲实验；

[0018] 图3a是实际压缩测试的透射电镜照片。

[0019] 图3b是压曲测试的透射电镜照片。

[0020] 图3c是弯曲测试过程的透射电镜照片。

[0021] 图3d是压缩测试的力学信息和电学信息图。

发明实施例

本发明的实施方式

[0022] 以下结合附图和技术方案，进一步说明本发明的具体实施方式。

[0023] 一维材料透射电镜力-电耦合原位测试方法，设计制造了一种可用来对样品进

行压缩、压曲以及弯曲的多功能样品台，利用微机械装置在光学显微镜下对样品用环氧树脂导电银胶进行固定，并将样品台基片表面用导电银漆进行涂抹，在透射电镜下可对样品进行力-电耦合原位测试；

[0024] (1) 所述的样品为纳米线、纳米管一维材料；

[0025] (2) 所述的多功能样品台是利用刻蚀以及激光隐形切割技术对SOI芯片加工而成，其材料为掺硼的P型硅，整体尺寸为：长2-3 mm，宽1.5-2 mm，厚0.25-0.4 mm，是通过激光隐形切割技术加工而成；样品台包括衬底和基片两部分，其中基片厚5-15 μm ；首先通过刻蚀将衬底加工出宽1.5-1.7 mm，深30-70 μm 的沟槽，然后在基片上刻蚀出宽4-100 μm ，深20-60 μm 的沟槽。样品固定在垂直于沟槽方向的基片边缘，使样品伸出基片长度与样品直径之比小于10，可进行压缩实验；样品固定在垂直于沟槽方向的基片边缘，使样品伸出基片长度与样品直径之比大于10，可进行压曲实验；样品固定在平行于沟槽方向的基片边缘，使样品伸出基片长度大于2 μm ，可进行弯曲实验；

[0026] (3) 将透射电镜铜网上面的碳膜去除，并将铜网经圆心用刀片切成两半；

[0027] (4) 将样品分散在酒精溶液中，并超声1-3 min，然后利用移液枪将样品滴在半圆形铜网边缘；

[0028] (5) 若样品直径大于100 nm，可利用微机械装置在光学显微镜下将单个样品从半圆形铜网边缘移至样品台基片边缘；若样品直径小于100 nm，可利用FIB将单个样品从半圆形铜网边缘移至样品台基片边缘；

[0029] (6) 利用微机械装置在光学显微镜下将样品用环氧树脂导电银胶进行固定，在空气中放置4-8小时使环氧树脂导电银胶固化，然后将样品台基片表面涂一层导电银漆，增强样品台导电性；

[0030] (7) 利用导电银漆将固定有样品的样品台粘在原位透射电镜样品杆的样品座上；

[0031] (8) 将样品座利用螺钉固定在原位透射电镜样品杆上，用平头掺硼金刚石压针或钨压针在透射电镜下对样品进行力-电耦合原位观察实验。

实施例

[0032] 设计加工多功能样品台，如图1所示，样品台是利用刻蚀以及激光隐形切割技

术对SOI芯片加工而成，其材料为掺硼的P型硅，总体尺寸长2-2.1 mm，宽1.7-1.8 mm，厚0.3-0.31 mm，是通过激光隐形切割技术加工而成；衬底沟槽宽1.6-1.7 mm，深30-40 μm ，绿色方框对应的基片沟槽宽60-63 μm ，深20-23 μm ，沟槽通过刻蚀加工而成。

[0033] 在空气中通过打火机内焰将透射电镜铜网的碳膜烧掉，用刀片沿铜网中心将其切成两半。样品选取直径100-300 nm、长度50-100 μm 的单晶3C-SiC纳米线，将样品放入酒精溶液中超声分散2 min，用移液枪将样品滴在半圆形透射电镜铜网边缘。利用微移动装置在光学显微镜下将单根纳米线从半圆形透射电镜铜网边缘移至样品台基片边缘，并用环氧树脂导电银胶进行固定。在空气中静置5小时之后，利用导电银漆对样品台基片表面进行涂抹。样品1直径239 nm，固定在垂直于沟槽方向的边缘，伸出基片长度2047 nm，可进行压缩实验，压缩过程如图3a所示；样品2直径145 nm，固定在垂直于沟槽方向的边缘，伸出基片长度6392 nm，可进行压曲实验，压曲过程如图3b所示；样品3直径250 nm，固定在平行于沟槽方向的边缘，伸出基片长度3440 nm，可进行弯曲实验，弯曲过程如图3c所示；实验过程中可实时获得样品受载过程中的微观结构变化以及电学性能变化，图3d所示为样品在压缩过程中的载荷-位移曲线和电流-位移曲线，其中电压为10 V，压针为掺硼金刚石平头压针，可以看出样品所受载荷越大，通过样品的电流越大，即样品导电性越好，测得样品的压阻系数为 $-3 \times 10^{-10} \text{ Pa}^{-1}$ 。

权利要求书

[权利要求 1]

一维材料透射电镜力-电耦合原位测试方法，设计制造一种可用对样品进行压缩、压曲以及弯曲的多功能样品台，在光学显微镜下利用微机械装置对样品用环氧树脂导电银胶进行固定，并将多功能样品台基片表面用导电银漆进行涂抹，在透射电镜下对样品进行力-电耦合原位测试，并且观察样品微观结构的变化过程，其特征在于：

- (1) 所述的样品为纳米线、纳米管一维材料；
- (2) 所述的多功能样品台是利用刻蚀以及激光隐形切割方法对SOI芯片加工而成，其材料为掺硼的P型硅，整体尺寸为：长2-3 mm，宽1.5-2 mm，厚0.25-0.4 mm，通过激光隐形切割方法加工而成；多功能样品台包括衬底和基片两部分，其中基片厚5-15 μm ；首先通过刻蚀将衬底加工出宽1.5-1.7 mm，深30-70 μm 的沟槽，然后在基片上刻蚀出宽4-100 μm ，深20-60 μm 的沟槽；样品固定在垂直于沟槽方向的基片边缘，使样品伸出基片长度与样品直径之比小于10，进行压缩实验；样品固定在垂直于沟槽方向的基片边缘，使样品伸出基片长度与样品直径之比大于10，进行压曲实验；样品固定在平行于沟槽方向的基片边缘，使样品伸出基片长度大于2 μm ，进行弯曲实验；
- (3) 将透射电镜铜网上的碳膜去除，并将透射电镜铜网经圆心用刀片切成两半，成半圆形铜网；
- (4) 将样品分散在酒精溶液中，并超声1-3 min，然后利用移液枪将样品滴在半圆形铜网边缘；
- (5) 若样品直径大于100 nm，利用微机械装置在光学显微镜下将单个样品从半圆形铜网边缘移至样品台基片边缘；若样品直径小于100 nm，利用聚焦离子束系统将单个样品从半圆形铜网边缘移至样品台基片边缘；
- (6) 在光学显微镜下利用微机械装置将样品用环氧树脂导电银胶进行固定，在空气中放置4-8小时，使环氧树脂导电银胶固化，然后将多功能样品台的基片表面涂一层导电银漆；

(7) 利用导电银漆将固定有样品的样品台固定在透射电镜原位纳米力学系统样品杆的样品座上；

(8) 将样品座利用螺钉固定在样品杆上，用平头掺硼金刚石压针或平头钨压针在透射电镜下对样品进行力-电耦合原位观察实验。

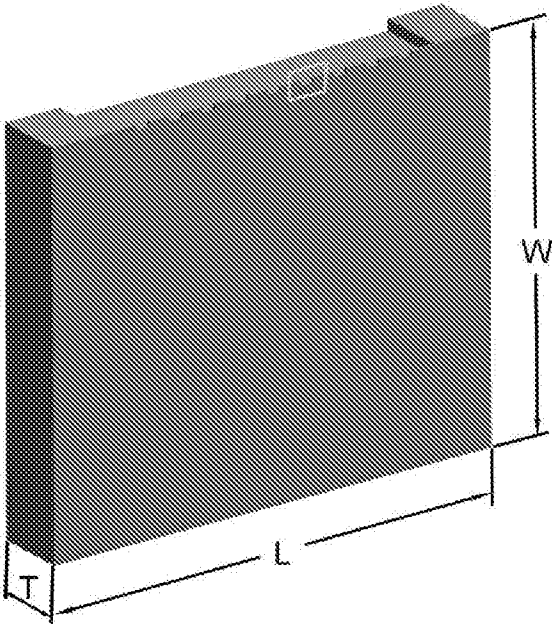


图 1

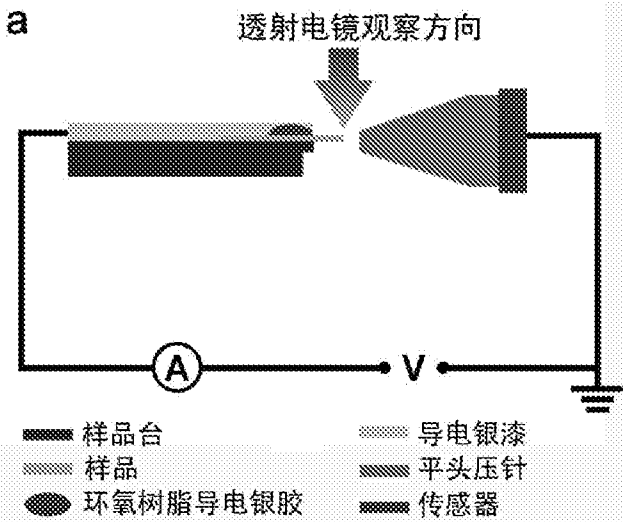
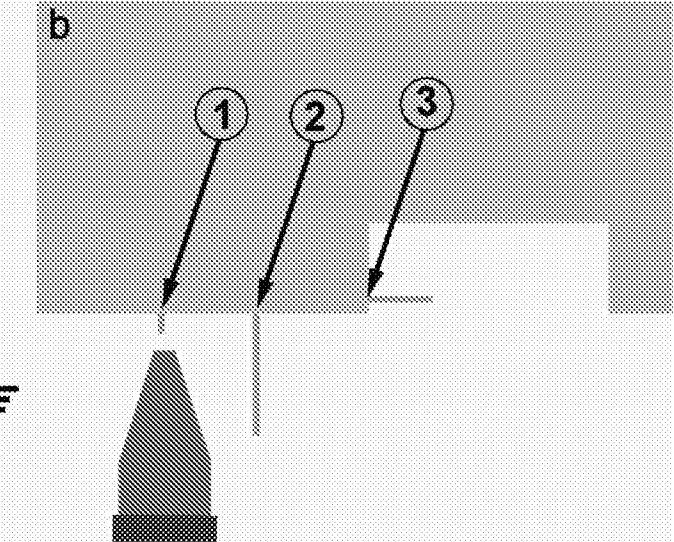


图 2



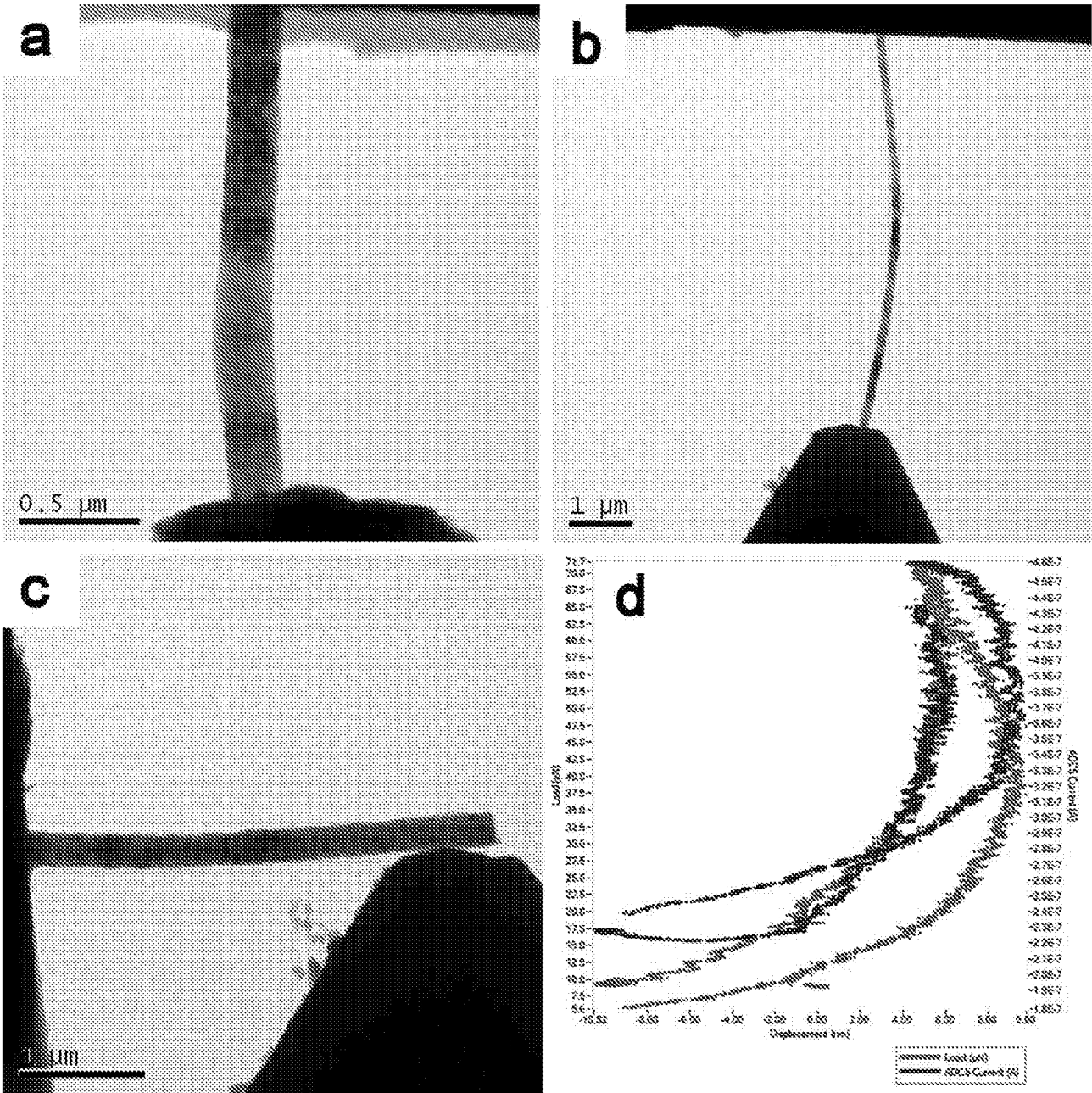


图 3

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/CN2018/095793

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

G01N 3/08(2006.01)i; G01N 3/20(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

G01N 3/-

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

CNPAT, CNKI, WPI, EPODOC: 大连理工大学; 张振宇 OR 崔俊峰 OR 陈雷雷 OR 王博 OR 郭东明; 电镜, 原位, 压 AND (曲 OR 弯), 测试 OR 试验, (硅 OR 基片) s (沟 OR 槽), 铜网, TEM OR microscope, in w situ, copper w mesh, test+

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	CN 1995963 A (BEIJING UNIVERSITY OF TECHNOLOGY) 11 July 2007 (2007-07-11) description, page 2, paragraph 2 to page 4, paragraph 2	1
A	CN 1815180 A (BEIJING UNIVERSITY OF TECHNOLOGY) 09 August 2006 (2006-08-09) entire document	1
A	CN 103743608 A (SOUTHEAST UNIVERSITY) 23 April 2014 (2014-04-23) entire document	1
A	CN 107219243 A (DALIAN UNIVERSITY OF TECHNOLOGY) 29 September 2017 (2017-09-29) entire document	1
A	CN 1995962 A (BEIJING UNIVERSITY OF TECHNOLOGY) 11 July 2007 (2007-07-11) entire document	1
A	US 2014013854 A1 (THE BOARD OF TRUSTEES OF THE UNIVERSITY OF ILLINOIS) 16 January 2014 (2014-01-16) entire document	1

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.☒ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date

“L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

“X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

“Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

“&” document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

04 December 2018

Date of mailing of the international search report

03 January 2019

Name and mailing address of the ISA/CN

State Intellectual Property Office of the P. R. China
No. 6, Xitucheng Road, Jimenqiao Haidian District, Beijing
100088
China

Facsimile No. (86-10)62019451

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/CN2018/095793

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)			Publication date (day/month/year)
CN	1995963	A	11 July 2007	CN	100590412	C	17 February 2010
CN	1815180	A	09 August 2006	CN	100520351	C	29 July 2009
CN	103743608	A	23 April 2014	CN	103743608	B	20 January 2016
CN	107219243	A	29 September 2017	None			
CN	1995962	A	11 July 2007	None			
US	2014013854	A1	16 January 2014	US	2011317157	A1	29 December 2011
				US	9019512	B2	28 April 2015
				US	8351053	B2	08 January 2013

国际检索报告

国际申请号

PCT/CN2018/095793

A. 主题的分类

G01N 3/08(2006.01)i; G01N 3/20(2006.01)i

按照国际专利分类(IPC)或者同时按照国家分类和IPC两种分类

B. 检索领域

检索的最低限度文献(标明分类系统和分类号)

G01N 3/-

包含在检索领域中的除最低限度文献以外的检索文献

在国际检索时查阅的电子数据库(数据库的名称, 和使用的检索词(如使用))

CNPAT, CNKI, WPI, EPDOC:大连理工大学; 张振宇 OR 崔俊峰 OR 陈雷雷 OR 王博 OR 郭东明; 电镜, 原位, 压 AND (曲 OR 弯), 测试 OR 试验, (硅 OR 基片) s (沟 OR 槽), 铜网, TEM OR microscope, in w situ, copper w mesh, test+

C. 相关文件

类 型*	引用文件, 必要时, 指明相关段落	相关的权利要求
A	CN 1995963 A (北京工业大学) 2007年 7月 11日 (2007 - 07 - 11) 说明书第2页第2段-第4页第2段	1
A	CN 1815180 A (北京工业大学) 2006年 8月 9日 (2006 - 08 - 09) 全文	1
A	CN 103743608 A (东南大学) 2014年 4月 23日 (2014 - 04 - 23) 全文	1
A	CN 107219243 A (大连理工大学) 2017年 9月 29日 (2017 - 09 - 29) 全文	1
A	CN 1995962 A (北京工业大学) 2007年 7月 11日 (2007 - 07 - 11) 全文	1
A	US 2014013854 A1 (THE BOARD OF TRUSTEES OF THE UNIVERSITY OF ILLINOIS) 2014 年 1月 16日 (2014 - 01 - 16) 全文	1

☐ 其余文件在C栏的续页中列出。☒ 见同族专利附件。

* 引用文件的具体类型:

“A” 认为不特别相关的表示了现有技术一般状态的文件

“E” 在国际申请日的当天或之后公布的在先申请或专利

“L” 可能对优先权要求构成怀疑的文件, 或为确定另一篇引用文件的公布日而引用的或者因其他特殊理由而引用的文件 (如具体说明的)

“O” 涉及口头公开、使用、展览或其他方式公开的文件

“P” 公布日先于国际申请日但迟于所要求的优先权日的文件

“T” 在申请日或优先权日之后公布, 与申请不相抵触, 但为了理解发明之理论或原理的在后文件

“X” 特别相关的文件, 单独考虑该文件, 认定要求保护的发明不是新颖的或不具有创造性

“Y” 特别相关的文件, 当该文件与另一篇或者多篇该类文件结合并且这种结合对于本领域技术人员为显而易见时, 要求保护的发明不具有创造性

“&” 同族专利的文件

国际检索实际完成的日期

2018年 12月 4日

国际检索报告邮寄日期

2019年 1月 3日

ISA/CN的名称和邮寄地址

中国国家知识产权局(ISA/CN)
中国北京市海淀区蓟门桥西土城路6号 100088

受权官员

尹眉

传真号 (86-10)62019451

电话号码 86-(10)-53962626

国际检索报告
关于同族专利的信息

国际申请号

PCT/CN2018/095793

检索报告引用的专利文件			公布日 (年/月/日)	同族专利			公布日 (年/月/日)
CN	1995963	A	2007年 7月 11日	CN	100590412	C	2010年 2月 17日
CN	1815180	A	2006年 8月 9日	CN	100520351	C	2009年 7月 29日
CN	103743608	A	2014年 4月 23日	CN	103743608	B	2016年 1月 20日
CN	107219243	A	2017年 9月 29日	无			
CN	1995962	A	2007年 7月 11日	无			
US	2014013854	A1	2014年 1月 16日	US	2011317157	A1	2011年 12月 29日
				US	9019512	B2	2015年 4月 28日
				US	8351053	B2	2013年 1月 8日

表 PCT/ISA/210 (同族专利附件) (2015年1月)