

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 557 507**

21 Número de solicitud: 201431108

51 Int. Cl.:

B81C 3/00 (2006.01)

12

PATENTE DE INVENCION

B1

22 Fecha de presentación:

23.07.2014

43 Fecha de publicación de la solicitud:

26.01.2016

Fecha de la concesión:

31.10.2016

45 Fecha de publicación de la concesión:

08.11.2016

73 Titular/es:

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE MADRID (100.0%)
Ciudad Universitaria de Cantoblanco, C/ Einstein,
3
28049 Madrid (Madrid) ES**

72 Inventor/es:

**LÓPEZ-POLÍN PEÑA, Guillermo;
ARES GARCÍA, Pablo;
ZAMORA ABADANES, Félix y
GÓMEZ HERRERO, Julio**

74 Agente/Representante:

PONS ARIÑO, Ángel

54 Título: **Procedimiento de obtención de microcontactos, microcontacto obtenible y uso del mismo**

57 Resumen:

Procedimiento de obtención de microcontactos, microcontacto obtenible y uso del mismo.

Se describe en este documento un procedimiento de obtención microelectrodo de microcontactos. El procedimiento de la invención se lleva a cabo con un microscopio, una mesa de traslación XY, y un manipulador XYZ. De tal manera que sobre un sustrato con un elemento con alguna de sus dimensiones en la nanoescala adsorbido se coloca alineado con dicho elemento un portamuestras lleva fijado en al menos uno de sus extremos un material de polímero viscoelástico con una lámina, con una capa de un material inorgánico conductor eléctrico, para posteriormente transferir la capa de material inorgánico al sustrato mediante presión. Al retirar la presión, la capa de material inorgánico queda adherida a la superficie del sustrato despegándose de la de polímero viscoelástico, para posteriormente establecer un contacto entre el material inorgánico y al menos un circuito externo.

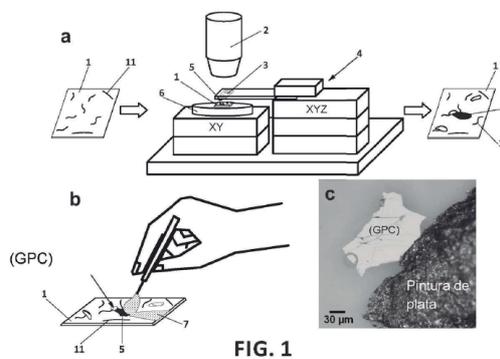


FIG. 1

ES 2 557 507 B1

DESCRIPCIÓN

Procedimiento de obtención de microcontactos, microcontacto obtenible y uso del mismo.

5 OBJETO DE LA INVENCION

El objeto de la presente invención se enmarca en el campo técnico de la nanotecnología así como en el de la electrónica.

10 La presente invención se refiere a un procedimiento basado en el uso de sellos viscoelásticos para la obtención microcontactos eléctricos así como de su posterior transferencia, y posicionamiento controlado sobre objetos con alguna dimensión en la nanoescala.

15 ANTECEDENTES DE LA INVENCION

15 La nanoelectrónica y la electrónica molecular son dos importantes fuentes de inspiración en la ciencia moderna. Los electrodos son un componente básico de cualquier circuito eléctrico. En los estudios de electrónica al nivel de la nanoescala los electrodos habitualmente sirven de puente entre el régimen nanoscópico y la macroescala. La resistencia de contacto entre los electrodos y
20 los objetos nanométricos que se pretenden estudiar es un elemento clave para entender de manera adecuada las propiedades eléctricas de estos nano-objetos. La fabricación de electrodos para estudios de electrónica molecular requiere típicamente un número de pasos y técnicas que en muchos casos incluyen evaporación de metales en vacío, litografía, limpieza de muestra mediante el uso de diversos agentes químicos, etc. Hay un gran número de sistemas, como por
25 ejemplo biomoléculas (ie. ADN, proteínas), hilos metal-orgánicos, y moléculas orgánicas, donde estos procedimientos son inaceptables porque las estructuras moleculares pueden ser dañadas al exponerlas a vacío, o pueden no soportar las altas temperaturas asociadas con la evaporación de metales o pueden ser atacadas por los agentes químicos usados para limpiar la muestras de los restos de las máscaras de litografía. Además, los métodos clásicos conllevan esfuerzos
30 considerables en términos de tiempo y recursos que en muchos casos no están ni tan siquiera disponibles en la mayoría de los laboratorios.

A la vista de todo lo anterior se hace necesario un procedimiento de fabricación y posicionamiento de microcontactos suaves sobre objetos que presentan alguna de sus dimensiones en la
35 nanoescala y poder contactarlos con circuitos externos, asimismo es de interés que dicho procedimiento permita obtener microelectrodos que permitan la reparación de microcontactos y fabricación de nano-micro dispositivos.

40 DESCRIPCIÓN DE LA INVENCION

40 En un aspecto principal de la invención se tiene un procedimiento que permite producir microcontactos eléctricos con objetos con una o más dimensiones en la nanoescala, es decir, con dimensiones comprendidas en el orden de los nanómetros, así como reparar microcontactos, y la realización de dobles contactos eléctricos en objetos de dimensiones nanométricas, para obtener
45 dispositivos y circuitos eléctricos y, en una realización muy particular, se podría obtener un transistor.

El procedimiento aquí descrito se puede definir como un procedimiento de litografía suave basado en la transferencia determinística de microcontactos suaves mediante sellos de polímeros viscoelásticos
50

El uso de este procedimiento puede resultar muy adecuado para contactar moléculas y, particularmente, moléculas que presentan una estabilidad limitada a los procesos de litografía convencionales; para ello se hace uso de un sistema de transferencia que está compuesto por un

microscopio óptico con zoom, una mesa XY de traslación lineal y un micro-manipulador XYZ.

El procedimiento de la invención comienza con la obtención un material como puede ser láminas de grafeno de unas pocas capas (GPC) mediante microexfoliación mecánica de una muestra de grafito. Una cinta adhesiva comprendiendo estas láminas se presiona contra una tira delgada de polímero viscoelástico transparente (Gel-Film® de Gel-Pak®) que previamente se ha fijado sobre un portamuestras de microscopía óptica (de tal manera que se presiona la cinta adhesiva comprendiendo estas láminas fuertemente contra el polímero y a continuación se mueve rápidamente hacia atrás disminuyendo la presión para que las láminas queden pegadas al polímero). El portamuestras de vidrio está sujeto a un manipulador XYZ. Usando un microscopio óptico se selecciona una lámina de GPC con dimensiones laterales mayores de $\square 10 \square m \times 100 \square m$ y espesor entre aproximadamente 3-40 nm. En esta situación se coloca la muestra con los elementos con al menos una dimensión en la nanoescala que se quieren contactar en una mesa de traslación XY.

La muestra se observa a través del portamuestras de vidrio con el polímero viscoelástico con la lámina de GPC adherido a la misma. Mediante inspección con el microscopio óptico se localiza una región adecuada en la muestra, previamente determinada y que se conoce que comprende elementos con al menos una dimensión en la nanoescala, y entonces se mueve el manipulador XYZ para alinear la lámina de GPC con esta región. En este momento, usando el manipulador XYZ, se presiona el polímero fuertemente contra la superficie de la muestra y a continuación se mueve lentamente hacia atrás disminuyendo la presión. Este es el punto crítico del procedimiento: como el viscoelástico muestra una adhesión moderada a bajas velocidades, la lámina de GPC se adhiere a la superficie de la muestra despegándose de la del polímero; este proceso se realiza de forma manual, y mediante monitorización a través del microscopio de manera visual se aprecia el contacto, la adhesión del material (grafeno por ejemplo) y la retirada de la tira delgada de polímero viscoelástico.

Finalmente, con la ayuda del microscopio óptico se contacta la lámina de GPC con un circuito externo, por ejemplo, u otro elemento deseado, contacto que se realiza preferentemente con pintura de plata. Un procedimiento similar se puede realizar con una lámina fina (decenas de nanómetros) de metal, como por ejemplo oro, obteniéndose resultados equivalentes.

DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

Para complementar la descripción que se está realizando y con objeto de ayudar a una mejor comprensión de las características de la invención, de acuerdo con un ejemplo preferente de realización práctica de la misma, se acompaña como parte integrante de dicha descripción, un conjunto de dibujos en donde con carácter ilustrativo y no limitativo, se ha representado lo siguiente:

Figuras 1a-1c. Muestran unas ilustraciones del sistema de transferencia y su utilización. La figura 1a muestra una ilustración del sistema donde se aprecia el sustrato (1) con elementos (11) con al menos una de sus dimensiones en la nanoescala ubicada en su superficie, y cómo se sitúa en el sistema de transferencia que consiste en un microscopio (2) óptico con zoom, una mesa (6) de traslación XY y un manipulador (4) XYZ. La figura 1b muestra una ilustración del proceso de contacto macroscópico que se realiza mediante pintura de plata. La figura 1c muestra una imagen de microscopía óptica donde se aprecian la lámina de GPC (en tono blanco) y la pintura de plata (en textura gris oscuro, a la derecha de la imagen).

Figuras 2a-2d. Muestran una serie de ilustraciones de la implementación de la invención contactando nanotubos de carbono. La figura 2a muestra una topografía de AFM mostrando el borde del microelectrodo de lámina de GPC comprendido en el círculo de la figura 1c (zona derecha de la figura 2a, zona más clara y uniforme delimitada por una línea diagonal que es el

borde de la lámina de GPC). En la esquina superior se muestra un perfil tomado a la largo de la línea gris que muestra la altura de la lámina. Una flecha marca la posición del nanotubo. La figura 2b muestra una topografía de AFM mostrando el borde del microelectrodo de lámina de GPC aplicando 4V entre la punta y la muestra para aumentar el contraste del nanotubo. La figura 2c muestra un detalle de la figura 2a, donde se aprecia la región en la que la caracterización eléctrica ha sido llevada a cabo; asimismo en la parte izquierda de la figura 2c se muestran esquemas de los circuitos eléctricos correspondientes al nanotubo y al microelectrodo. La figura 2d muestra una gráfica que representa características de corriente frente a voltaje en el nanotubo (línea discontinua) y en el microelectrodo (línea continua).

Figura 3a-3d. Muestran una serie de ilustraciones de la implementación de la invención contactando nanocintas MMX. La figura 3a muestra una imagen de microscopía óptica mostrando una lámina de GPC sobre un sustrato de óxido de silicio con nanocintas MMX adsorbidas sobre el mismo. Las líneas finas que se observan en el microelectrodo reflejan nanocintas adsorbidas bajo el mismo. La imagen de la esquina superior muestra la geometría y composición de una cadena de polímeros MMX. Cada nanocinta está compuesta de miles de estas cadenas. La figura 3b muestra una topografía AFM de la región dentro del círculo en la figura 3a donde se aprecia una nanocinta sobresaliendo de la lámina de GPC. La figura 3c muestra una imagen de topografía de AFM mostrando una nanocinta contactada con un microelectrodo de oro. La lámina se obtuvo de un pedazo de película de oro previamente evaporada sobre un sustrato de vidrio de una manera similar a como se obtienen láminas de GPC. La figura 3d muestra una gráfica donde se aprecian características de corriente frente a voltaje tomadas con la lámina de GPC (línea discontinua) y con la de oro (línea negra continua).

Figuras 4a-4h. Muestran una serie de ilustraciones de la implementación de la invención para reparación de microcircuitos. La figura 4a muestra un circuito eléctrico realizado usando una máscara de evaporación para evaporar Au/Cr con la forma del circuito que se quiere utilizar. Las pistas del circuito de Au/Cr (en forma de T y T invertida) contactan con la lámina de grafeno - GPC.. La figura 4b muestra un circuito después de ser rayado con una punta de carburo de tungsteno. La figura 4c muestra un circuito reparado con la lámina de GPC. La figura 4d muestra una gráfica de características eléctricas del circuito intacto (línea discontinua) y reparado (línea continua) a las que se refieren las figuras 4a-4c. Las figuras 4f-4g muestran una serie de ilustraciones de reparación de microcircuitos que se cortó mediante un láser de infrarrojo y la reparación se llevó a cabo mediante una lámina de oro. La figura 4h muestra una gráfica de características eléctricas del circuito intacto (línea discontinua) y reparado (línea continua) a las que se refieren las figuras 4e-4g.

Figuras 5a y 5b. Muestran una serie de fotografías donde se aprecia el doble contacto en un nanohilo de hierro-cobalto. La figura 5a muestra dos láminas de GPC contactando un nanohilo. A izquierda y derecha se aprecian los contactos macroscópicos de pintura de plata. La figura 5b muestra una magnificación del área encerrada por el círculo en la figura 5a, donde se aprecia claramente el nanohilo y los dos microcontactos.

REALIZACIÓN PREFERENTE DE LA INVENCION

En una primera realización preferente de la invención se tiene que el procedimiento de la invención se puede implementar para contactar nanotubos de carbono (CNTs).

Para llevar a cabo el procedimiento aquí descrito se tiene un sustrato (1) que comprende adsorbido al menos un elemento (11) con alguna de sus dimensiones en la nanoescala y se hace uso de un sistema de transferencia como el mostrado en las figuras 1a y 1b donde se aprecia cómo en un manipulador (4) se coloca un portamuestras de vidrio para microscopía óptica. El portamuestras lleva pegado en uno de sus extremos un material de polímero viscoelástico (3) que comprende al menos una lámina que a su vez comprende al menos una

capa de un material inorgánico (5) conductor eléctrico, preferiblemente unas capas de grafeno, para ser transferidas a la superficie de un sustrato (1) apretándolo contra dicho sustrato (1), realizando posteriormente un depósito de un material entre el microelectrodo y un circuito externo para generar contacto (7).

5

Tal y como se observa en la figura 2 se tiene una muestra con nanotubos de carbono adsorbidos en una superficie del sustrato (1), dichos nanotubos a modo de elementos (11) con alguna de sus dimensiones en la nanoescala que fueron depositados desde una suspensión mediante depósito por goteo (denominado en inglés “*drop casting*”) sobre el sustrato que, en este caso, es de mica funcionalizada con aminopropyltriethoxysilano (APTS). La concentración de nanotubos se ajustó para que fuera de 1-2 nanotubos por cada $25 \mu\text{m}^2$, tal y como se observa en la figura 2a, la cual muestra una topografía de AFM tomada dentro del recuadro verde de la figura 1c; donde el nanotubo se encuentra identificado mediante etiquetado con una flecha. El borde de la lámina está extremadamente bien definido y no se observan trazas de contaminación o degradación a lo largo del mismo. Los microcontactos fabricados por evaporación térmica tienen habitualmente bordes mucho más anchos y menos definidos. La figura 2b muestra la misma región que en la figura 2a pero ahora un potencial de 4 V se ha aplicado entre la punta y la muestra con lo que el nanotubo aparece resaltado. La figura 2c es una magnificación del área encerrada en el cuadrado verde de la figura 2a. La figura 2c también muestra los esquemas de circuitos eléctricos asociados. En la figura 2d se pueden ver las dependencias de la corriente frente al voltaje correspondientes a un contacto (7) entre el nanotubo y con el microelectrodo (curvas gris claro y negro, respectivamente).

El cálculo de la pendiente de estas características eléctricas da $25 \text{ k}\Omega$ y $55 \text{ k}\Omega$ en el microelectrodo y en el nanotubo, respectivamente. Podemos estimar que la resistencia de contacto microelectrodo/nanotubo es de unos $30 \text{ k}\Omega$, que se puede considerar bastante baja incluso cuando se usan microelectrodos convencionales. Las imágenes de microscopía de fuerzas atómicas (AFM) fueron adquiridas con un sistema de Nanotec Electrónica SL. Se usaron dos tipos distintos de sondas de AFM en los experimentos. Los resultados de la figura 2 fueron obtenidos con sondas hechas enteramente de metal RMN-25PT300 de la firma Rocky Mountain Nanotechnology. Para los resultados de la figura 3 se usaron sondas recubiertas de Cr/Pt ElectriMulti75-G de la firma BudgetSensors.

Para los resultados obtenidos mediante AFM en modo de conductancia (que se observan en las figuras 2 y 3) se localizó al menos una región determinada de la muestra que comprende al menos parcialmente un elemento (11) con alguna de sus dimensiones en la nanoescala, como puede ser un CNT, para ello se tomaron imágenes en el modo modulación de amplitud. Una vez localizado el elemento (11) con alguna de sus dimensiones en la nanoescala, se procedía a realizar una curva de fuerza frente a distancia sobre el mismo y en el punto de máxima indentación de la punta de AFM se realiza una curva de corriente frente a voltaje.

En un posible ejemplo de aplicación de microcontacto y su método de obtención de la invención, se tiene la aplicación de transferencia de microelectrodos suaves para contactar eléctricamente nanocintas de polímeros MMX basados en platino. Los polímeros MMX basados en platino son cadenas de subunidades dimetálicas con dos centros de platino conectados por cuatro puentes de ligandos de ditioacetato y un átomo de yodo conectando las subunidades metálicas (parte superior en figura 1a). Mediante sublimación de monocristales de $[\text{Pt}_2(\text{dta})_4\text{I}]_n$ (dta= ditioacetato) en un sustrato de SiO_2/Si , se forman nanocintas con un alto grado de perfección estructural. Cada nanocinta está compuesta por miles de cadenas MMX de unos 0.8 nm de diámetro paralelas entre sí interaccionando por fuerzas de van der Waals. Los polímeros MMX son un ejemplo perfecto de elemento (11) con alguna de sus dimensiones en la nanoescala, basados en moléculas que son muy difíciles de contactar eléctricamente cuando se adsorben mediante depósito por goteo (*drop casting* en inglés); ya que las cadenas depositadas de esta manera están coadsorbidas con una cierta cantidad de moléculas de

disolvente que se evaporan cuando se exponen al vacío necesario para evaporar microelectrodos, creando defectos a lo largo de la cadena y convirtiéndolas en aislantes.

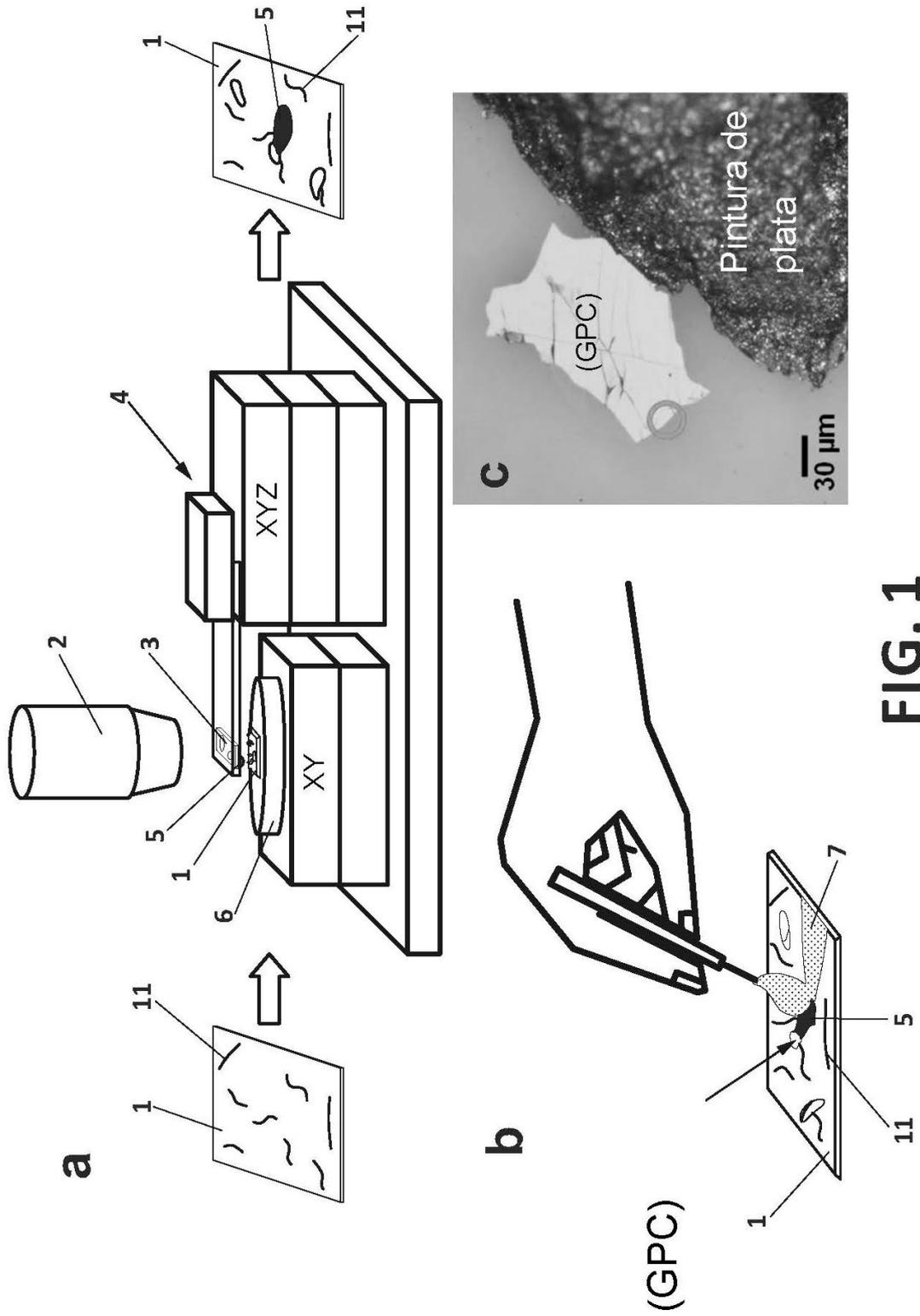
5 La figura 3a muestra un imagen de microscopía óptica en la que se puede apreciar una lámina de grafeno de pocas capas (GPC) transferida a una superficie de óxido de silicio (el sustrato (1) es un monocristal de silicio con 300 nm de óxido crecido térmicamente) con nanocintas de MMX adsorbidas mediante sublimación.. La imagen también permite ver las sombras de varias nanocintas completamente recubiertas por la lámina. La figura 3c es una topografía de AFM mostrando una nanocinta parcialmente cubierta por la lámina de GPC que tiene un borde muy
10 bien definido. De acuerdo con el perfil, insertado en la esquina superior de la figura, el borde del microelectrodo tiene una altura de unos 5 nm.

Las nanocintas fueron también contactadas usando láminas de oro transferidas de un sustrato de vidrio recubierto con una película de oro de 30 nm de espesor. Para preparar una superficie
15 adecuada para transferencia de microelectrodo suave, la evaporación de la película de oro se realizó usando un portamuestras de microscopía electrónica de transmisión que es una rejilla compuesta por agujeros cuadrados de 60 μm separados por barras de Ni de 25 μm . La superficie con la evaporación resultante se presionó contra el polímero viscoelástico consiguiendo de esta manera un buen número de trozos de oro de tamaño micrométrico que
20 fueron a continuación transferidos a la muestra con nanocintas de MMX. La topografía de AFM mostrada en la figura 3c muestra un borde irregular pero bien definido. La caracterización eléctrica mediante AFM usando un microelectrodo de oro (figura 3d, curva clara) muestra una resistencia de contacto similar a la que se obtiene con el microelectrodo de GPC (curva oscura de la figura 3d). Estas características son a su vez similares a las que se obtienen con
25 microelectrodos de oro evaporados térmicamente usando una máscara adecuada.

En otra posible aplicación del microcontacto y su método de obtención de la invención se tiene su aplicación para reparar dos microcircuitos simples como los que se muestran en la figura 4. La figura 4a muestra una lámina de GPC (región encerrada en el círculo) contactada por dos
30 microelectrodos de Au/Cr fabricados usando una máscara de evaporación. La correspondiente caracterización eléctrica se muestra en la figura 4d (línea discontinua a rayas). Para demostrar las capacidades del procedimiento el microelectrodo superior del microcircuito se ha rayado usando una punta de carburo de tungsteno quitando parte del metal (figura 4b). El microcircuito se reparó mediante una lámina de GPC que recubre la parte dañada. La resistencia eléctrica
35 del circuito reparado es de 410 Ω , menos del doble del circuito inicial (línea discontinua rayapunto en la figura 4d). La figura 4e muestra un segundo circuito en el que se ha contactado una nanocinta de GPC (región marcada por el círculo). En este caso, la parte superior del microcircuito se cortó usando un láser infrarrojo y se reparó de manera similar al caso anterior (ver figuras 4f y 4g); La resistencia eléctrica del circuito reparado es de 423 Ω . Tal y como se
40 observa en la figura 4h, la reparación realizada produjo un cambio en la resistencia del circuito; de manera similar a lo ocurrido en el caso anterior de reparación.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de obtención de microcontactos mediante un sistema de transferencia que comprende:
- 5
- un microscopio (2) óptico con zoom,
 - una mesa (6) de traslación XY, y
 - un manipulador (4) XYZ,
- estando el procedimiento de obtención de microcontactos caracterizado por que comprende:
- 10
- colocar en el sistema de transferencia una muestra que comprende un sustrato (1) que a su vez comprende adsorbido al menos un elemento (11) con alguna de sus dimensiones en la nanoescala,
 - colocar bajo el microscopio (2) óptico un portamuestras de vidrio para microscopia óptica donde dicho portamuestras lleva fijado en al menos uno de sus extremos un material de polímero viscoelástico (3) que comprende al menos una lámina de un material inorgánico (5) conductor eléctrico,
 - alinear una lámina con una región determinada de la muestra, región que comprende al menos parcialmente el elemento (11) con alguna de sus dimensiones en la nanoescala,
 - transferir la lámina de material inorgánico (5) a la superficie del sustrato (1) mediante aplicación de presión,
 - retirar la presión para que la lámina de material inorgánico (5) quede adherida a la superficie del sustrato (1) despegándose de la superficie del polímero viscoelástico (3), y
 - establecer un contacto (7) entre la lámina de material inorgánico (5) y al menos un circuito externo.
- 15
- 20
- 25
2. Procedimiento según reivindicación 1 caracterizado por que el material de la lámina de material inorgánico (5) se selecciona de entre: grafeno y oro.
- 30
3. Procedimiento según reivindicación 2 caracterizado por que la lámina de material inorgánico (5) es una lámina de grafeno de unas pocas capas (GPC) y tiene unas dimensiones laterales mayores de 10 μm x 100 μm y un espesor comprendido entre 3 nm y 40 nm.
- 35
4. Procedimiento según reivindicación 1 caracterizado por que comprende realizar inicialmente una caracterización de la muestra para determinar la región que comprende al menos un elemento (11) con algunas de sus dimensiones en la nanoescala.
- 40
5. Procedimiento según reivindicación 5 caracterizado por que la caracterización se realiza mediante técnicas de microscopía de fuerzas atómicas (AFM).
6. Procedimiento según reivindicación 1 caracterizado por que el contacto (7) se lleva a cabo mediante pintura de plata.
- 45
7. Microcontacto obtenible mediante el procedimiento descrito en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6.
8. Uso del microcontacto según reivindicación 7 para contactar con un sistema de caracterización para caracterizar eléctricamente un elemento (11) con alguna de sus dimensiones en la nanoescala.
- 50
9. Uso del microcontacto según reivindicación 7 para realizar reparaciones en microcircuitos mediante reestablecimiento de contacto en los mismos.



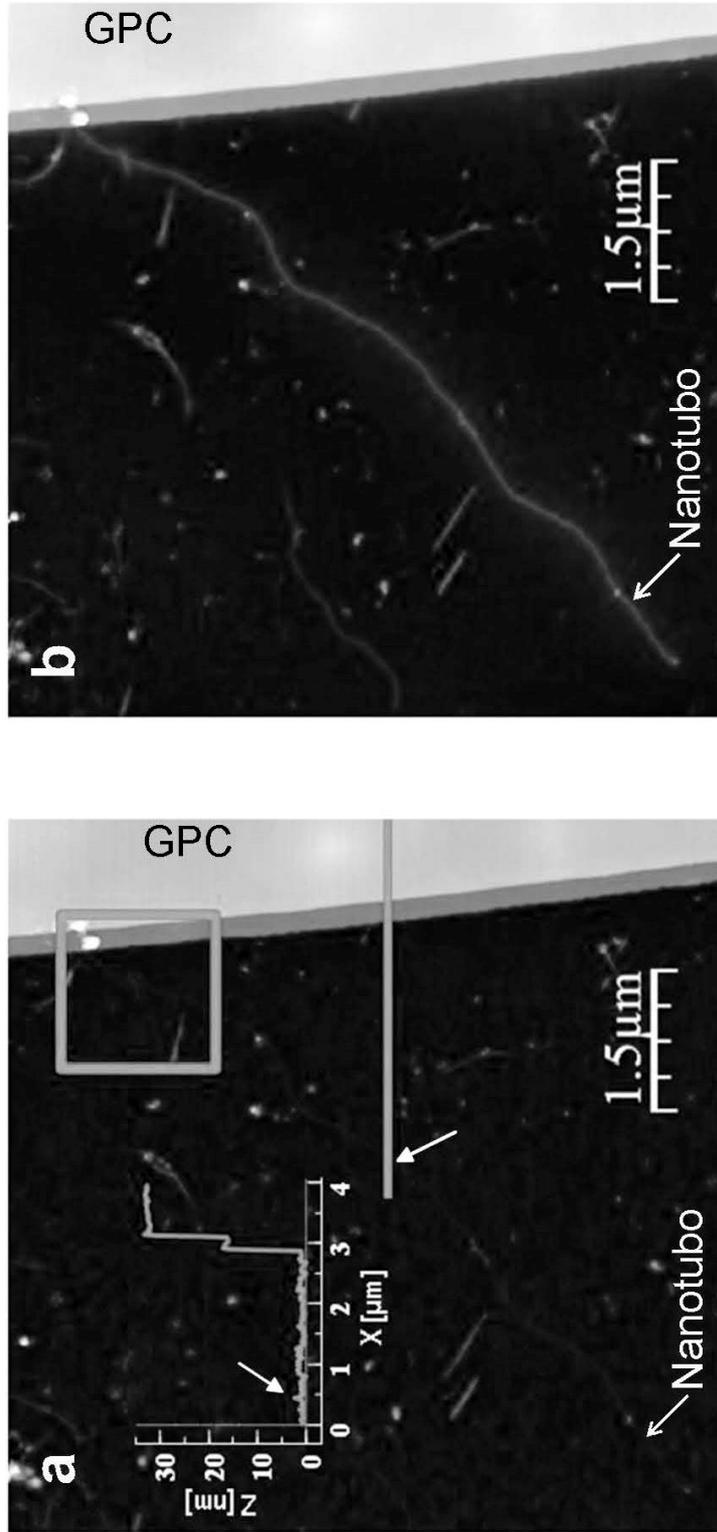


FIG. 2

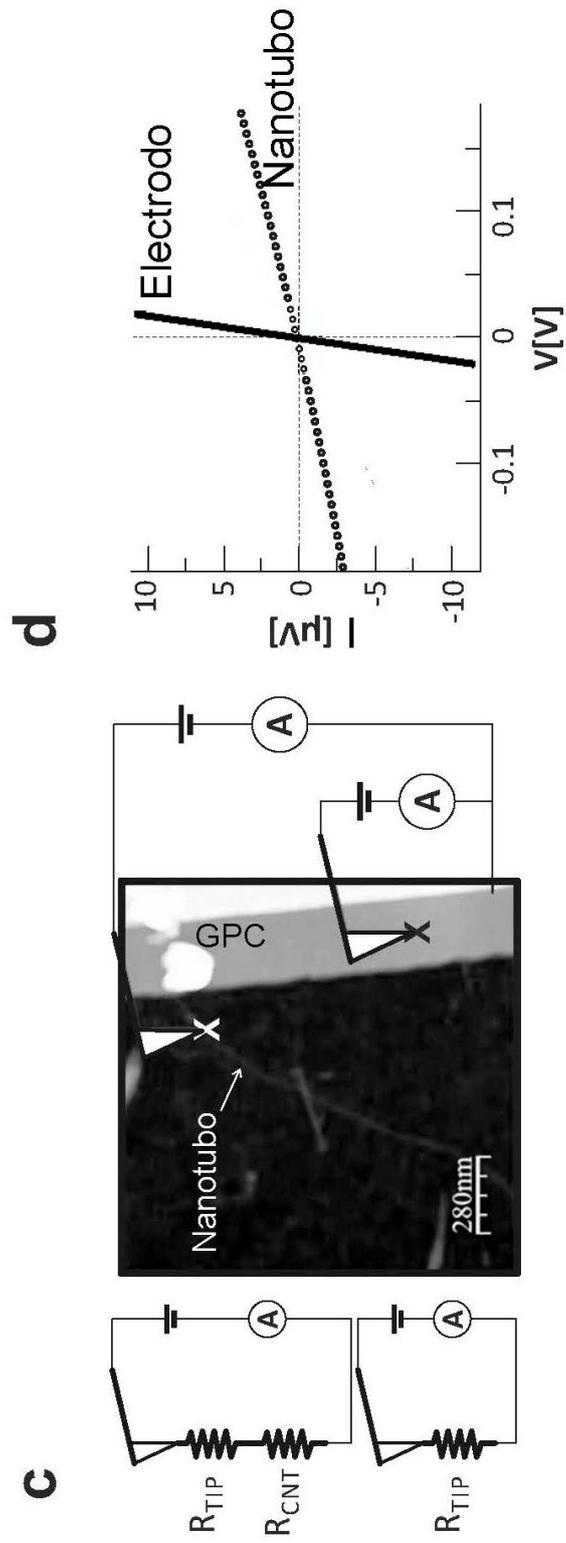


FIG. 2 (cont.)

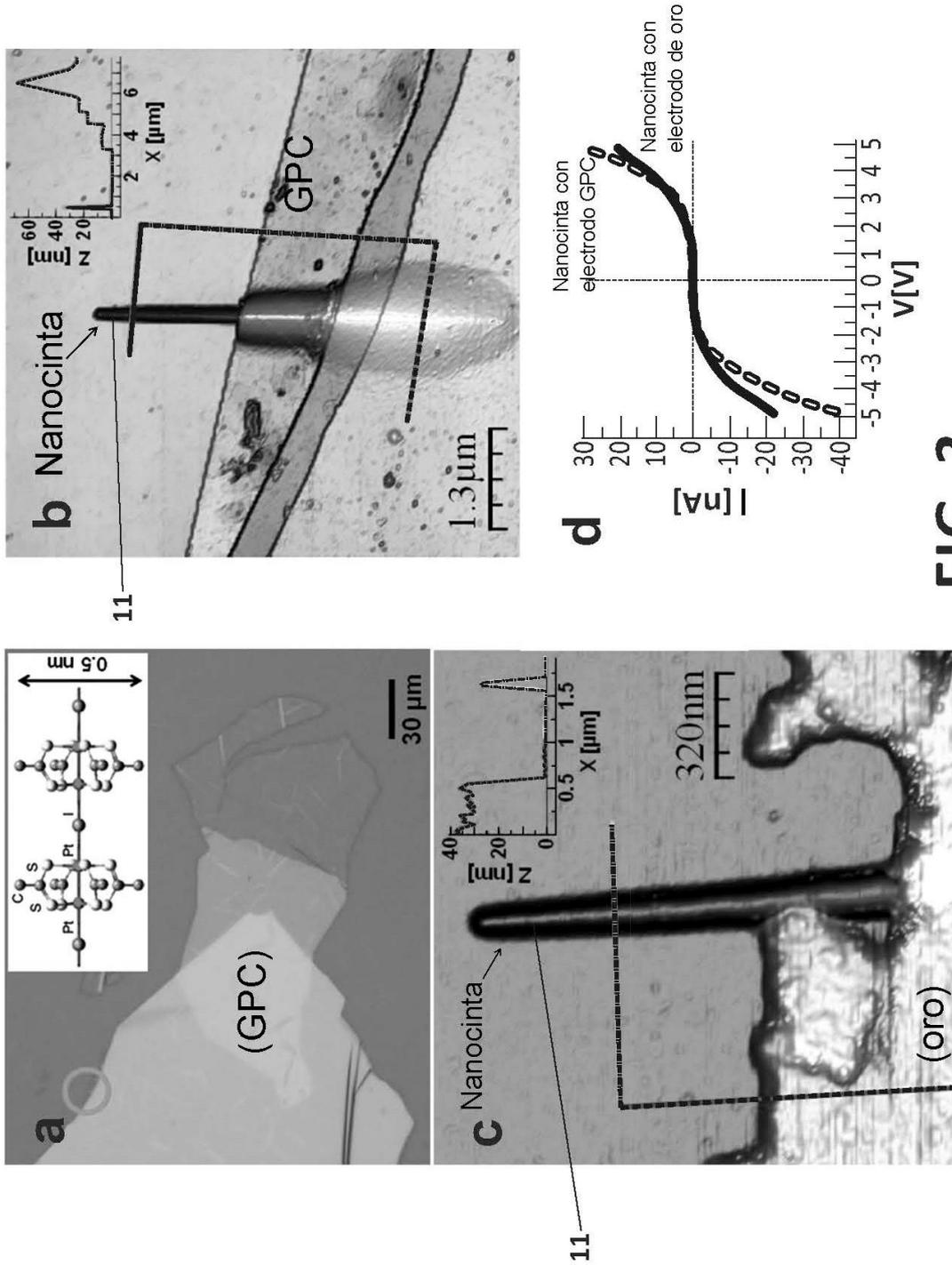


FIG. 3

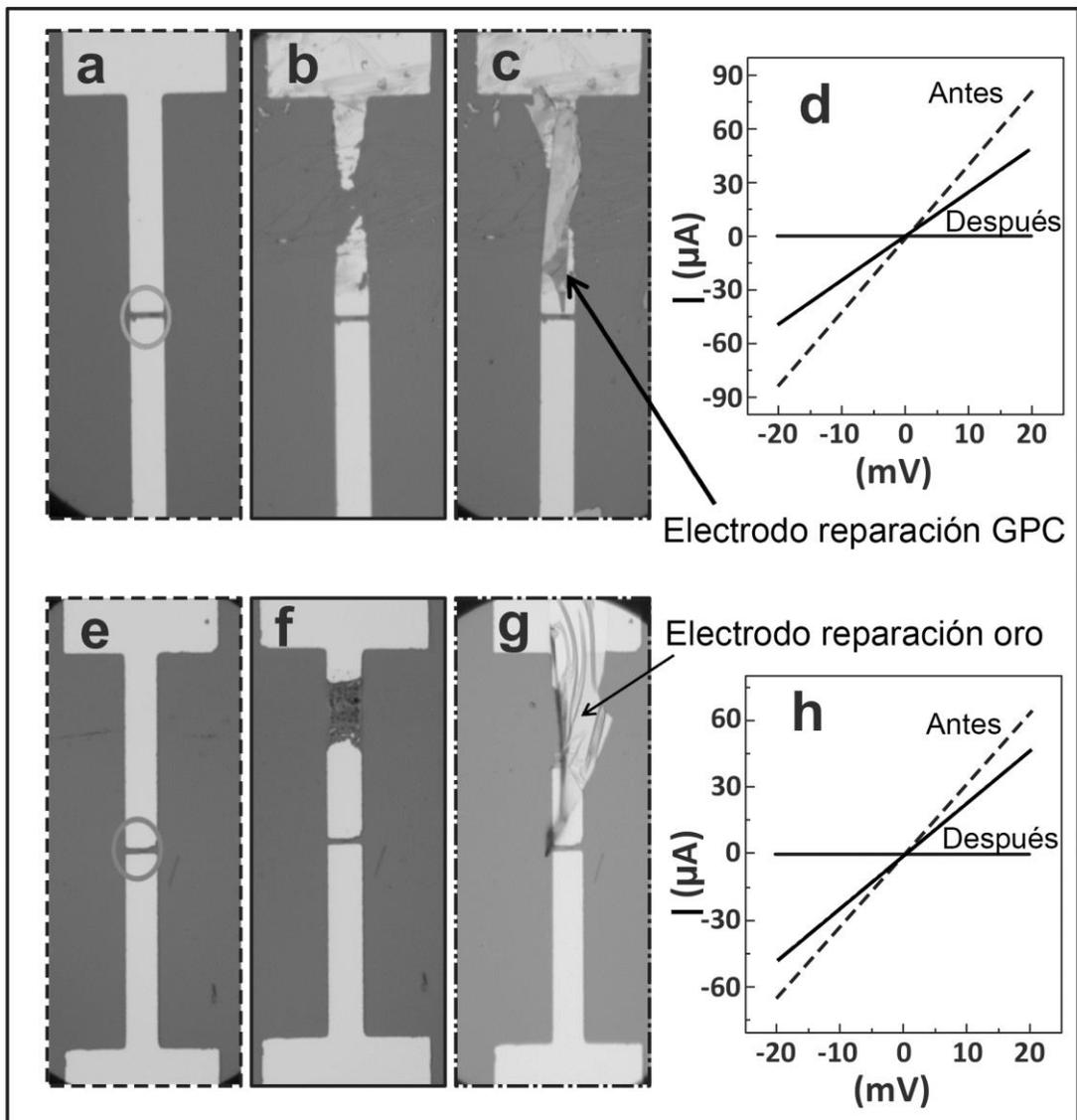


FIG. 4

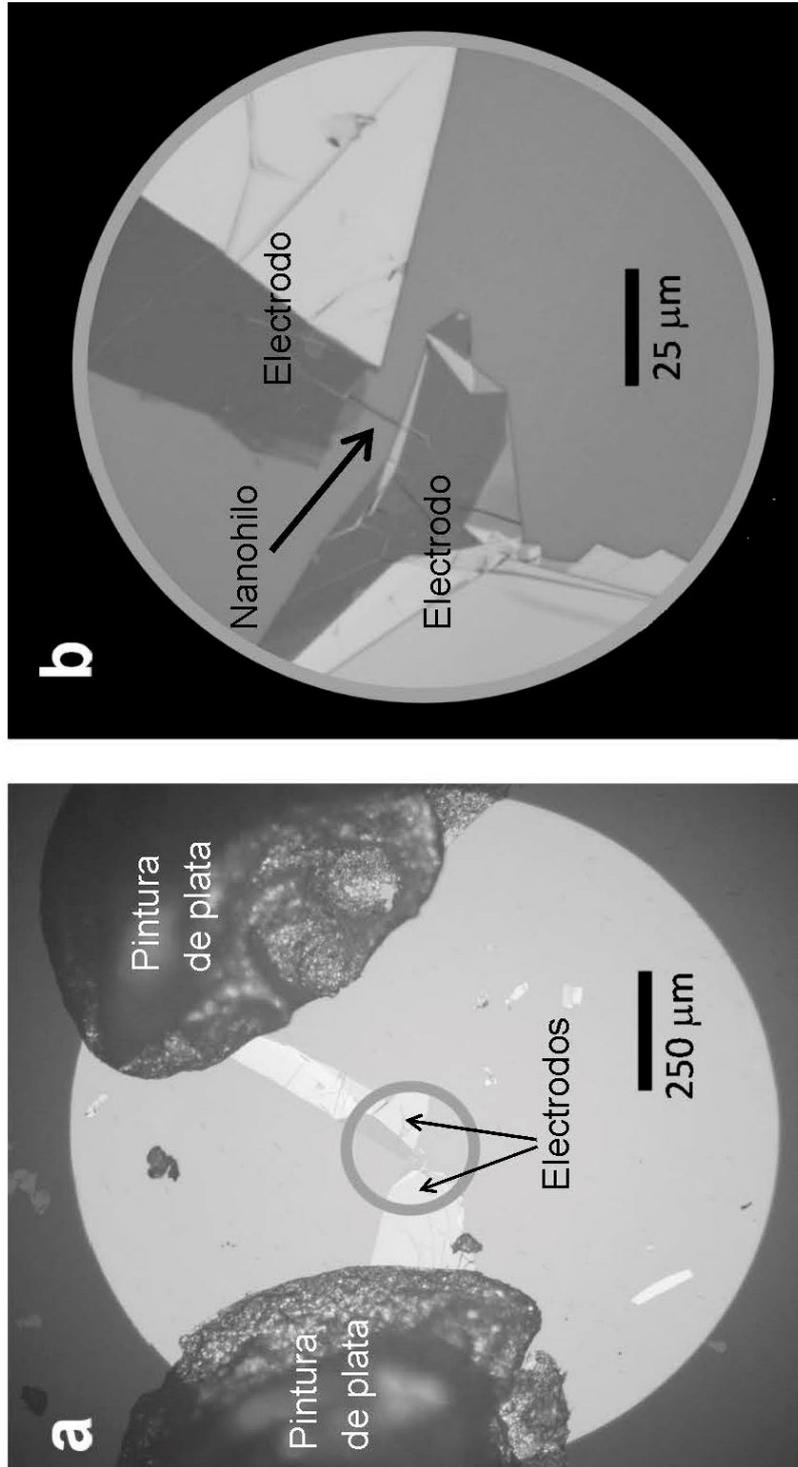


FIG. 5



- ②¹ N.º solicitud: 201431108
②² Fecha de presentación de la solicitud: 23.07.2014
③² Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TÉCNICA

⑤¹ Int. Cl.: **B81C3/00** (2006.01)

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑤ ⁶ Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
Y	LARENTIS, S. et al. Band offset and negative compressibility in graphene-MoS ₂ heterostructures. Nano letters, Vol. 14, No. 4, 10.03.2014, páginas 2039-2045 <DOI:10.1021/nl500212s>.	1-9
Y	CASTELLANOS-GOMEZ, A. et al. Deterministic transfer of two-dimensional materials by all-dry viscoelastic stamping. 2D Materials, Vol. 1, No. 1, 04.04.2014, páginas 011002-1 a 011002-8 <DOI:10.1088/2053-1583/1/1/011002>.	1-9
Y	VALOTA, A.T. et al. Electrochemical behavior of monolayer and bilayer graphene. ACS nano, Vol. 5, No. 11, 22.11.2011, páginas 8809-8815 <DOI:10.1021/nn202878f>.	6

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe
19.11.2015

Examinador
A. Figuera González

Página
1/6

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

B81C

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC, WPI, TXTE, INSPEC, COMPENDEX

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 19.11.2015

Declaración

Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)	Reivindicaciones 1-9	SI
	Reivindicaciones	NO
Actividad inventiva (Art. 8.1 LP11/1986)	Reivindicaciones	SI
	Reivindicaciones 1-9	NO

Se considera que la solicitud cumple con el requisito de aplicación industrial. Este requisito fue evaluado durante la fase de examen formal y técnico de la solicitud (Artículo 31.2 Ley 11/1986).

Base de la Opinión.-

La presente opinión se ha realizado sobre la base de la solicitud de patente tal y como se publica.

1. Documentos considerados.-

A continuación se relacionan los documentos pertenecientes al estado de la técnica tomados en consideración para la realización de esta opinión.

Documento	Número Publicación o Identificación	Fecha Publicación
D01	LARENTIS, S. et al. Band offset and negative compressibility in graphene-MoS2 heterostructures. Nano letters, Vol. 14, No. 4	10.03.2014
D02	CASTELLANOS-GOMEZ, A. et al. Deterministic transfer of two-dimensional materials by all-dry viscoelastic stamping. 2D Materials, Vol. 1, No. 1	04.04.2014
D03	VALOTA, A.T. et al. Electrochemical behavior of monolayer and bilayer graphene. ACS nano, Vol. 5, No. 11	22.11.2011

2. Declaración motivada según los artículos 29.6 y 29.7 del Reglamento de ejecución de la Ley 11/1986, de 20 de marzo, de Patentes sobre la novedad y la actividad inventiva; citas y explicaciones en apoyo de esta declaración**REIVINDICACIÓN 1**

Se considera que el documento D01 es el documento del estado de la técnica más próximo al objeto de la reivindicación 1.

En el documento D01 se caracterizan heteroestructuras formadas por grafeno de una sola capa y MoS2 multicapa (D02, resumen).

En una primera etapa de fabricación de la heteroestructura, las láminas de MoS2 se transfieren a un sustrato. A continuación las láminas de grafeno de una sola capa adheridas a una membrana de PMMA se colocan en una máscara de cristal. Se emplea entonces un dispositivo de posicionamiento con calentamiento para alinear la máscara de forma que la membrana de PMMA es alineada y puesta en contacto con la lámina de MoS2. Después se elimina la membrana de PMMA y se realiza un tratamiento térmico de ultra alto vacío (UHV Ultra High Vacuum) para eliminar las arrugas del grafeno. Por último, mediante litografía de haz de electrones (EBL – Electron Beam Litography), grabado con plasma de O2 y tratamiento térmico UHV se define una barra Hall en la lámina de grafeno y finalmente se definen unos contactos metálicos de Ni/Au en contacto con la lámina de grafeno. Véase D01, párrafo que empieza por “The graphene-MoS2 heterostructures studied in this paper...” y termina en “...using low current, low frequency lock-in techniques” y figura 1.

Así pues se considera que el procedimiento descrito en D01 es un caso particular del procedimiento objeto de la reivindicación 1 en el cual el elemento (11) con una dimensión en la nanoescala adsorbido sobre un sustrato es la lámina de MoS2, la lámina de material inorgánico (5) es la lámina de grafeno y se llevan a cabo las etapas de la reivindicación 1 cuyo texto se reproduce a continuación:

- *colocar en el sistema de transferencia una muestra que comprende un sustrato (1) que a su vez comprende absorbido al menos un elemento (11) con alguna de sus dimensiones en la nanoescala*
- *alinear una lámina con una región de la muestra región que comprende al menos parcialmente el elemento (11) con alguna de sus dimensiones en la nanoescala*
- *transferir la lámina de material inorgánico (5) a la superficie del sustrato (1) mediante la aplicación de presión*
- *establecer un contacto (7) entre la lámina de materia inorgánico (5) y al menos un circuito externo.*

Por lo tanto, las principales diferencias entre el procedimiento objeto de la reivindicación 1 y el procedimiento descrito en D02 son:

- en D01 no se describe explícitamente el sistema de transferencia por lo que no se puede afirmar que conste de los elementos establecidos en el preámbulo de D01.
- el material en el que está comprendida la lámina de grafeno para su transferencia en D01 es una lámina de PMMA que no es viscoelástica y que además se encuentra dispuesta entre la lámina de MoS2 y la lámina de grafeno por lo que, aunque en D01 no se describa explícitamente, no basta con retirar la presión para quitar la lámina de PMMA sino que se requerirán medios adicionales.

Sin embargo, en el documento D02 se describe la transferencia determinística de materiales de dos dimensiones, como puede ser una lámina de grafeno, mediante un método en seco de estampación visco-elástica.

A continuación se reproduce en cursiva la reivindicación 1 indicándose entre paréntesis y subrayadas las expresiones utilizadas para designar los elementos correspondientes en D02.

Procedimiento de obtención de microcontactos mediante un sistema de transferencia que comprende (sistema de transferencia determinística de cristales de dos dimensiones (página 2, último párrafo a página 4 y figura 1):

- *un microscopio (2) óptico con zoom (microscopio óptico con objetivo denominados respectivamente "microscope" y "long working distance objective" en la figura 1) ,*
- *una mesa (6) de traslación XY (un dispositivo de posicionamiento XYZ de la muestra denominado "sample stage (x,y,z)" en la figura 1), y*
- *un manipulador (4) XYZ, (un manipulador micrométrico de tres ejes para posicionar con precisión el sello de estampación denominado "stamping stage (x,y,z)" en la figura 1)*

estando el procedimiento de obtención de microcontactos caracterizado por que comprende:

- *colocar en el sistema de transferencia una muestra que comprende un sustrato (1) que a su vez comprende adsorbido al menos un elemento (11) con alguna de sus dimensiones en la nanoescala (En el dispositivo de posicionamiento XYZ de la muestra se fija un sustrato receptor en el que se encuentra una lámina de nitruro de boro hexagonal h-BN),*
- *colocar bajo el microscopio (2) óptico un portamuestras de vidrio para microscopia óptica donde dicho portamuestras lleva fijado en al menos uno de sus extremos un material de polímero viscoelástico (3) que comprende al menos una lámina de un material inorgánico (5) conductor eléctrico (El sello de estampación es una capa fina de material visco-elástico adherido a un portamuestras de vidrio para facilitar su manipulación. Los cristales de dos dimensiones que se van a transferir se depositan en la capa visco-elástica fig1(b) y su superficie se inspecciona mediante el microscopio óptico para seleccionar las láminas más delgadas),*
- *alineara una lámina con una región determinada de la muestra, región que comprende al menos parcialmente el elemento (11) con alguna de sus dimensiones en la nanoescala (La lámina delgada que se desea transferir se puede visualizar a través del sello por lo que es posible alinearla con una resolución sub-micrométrica con el lugar de la superficie receptora al que se desea transferirla. En el ejemplo de la figura 2, en las vistas (a), (b) y (c) la lámina delgada es una lámina de grafeno de unas pocas capas (FLG flake) y se alinea con una lámina de nitruro de boro hexagonal (BN flake))*
- *transferir la lámina de material inorgánico (5) a la superficie del sustrato (1) mediante aplicación de presión, (Se presiona el sello contra la muestra. Véase figura 2 (d))*
- *retirar la presión para que la lámina de material inorgánico (5) quede adherida a la superficie del sustrato (1) despegándose de la superficie del polímero viscoelástico (3), y (el sello se separa muy lentamente hasta que la lámina de grafeno de unas pocas capas queda transferida sobre la lámina de BN objetivo. Véase figura 2 (e) y (f))*
- *establecer un contacto (7) entre la lámina de material inorgánico (5) y al menos un circuito externo.*

Es decir que la diferencia entre el objeto de la reivindicación 1 y lo descrito en D02 es que el método de transferencia descrito en D01 se termina al conseguir el contacto entre las dos nanoestructuras sin indicarse si posteriormente estas se ponen en contacto o no con un circuito externo.

A la vista del estado de la técnica descrito, se considera que el experto en la materia, enfrentado al problema de transferir la lámina de grafeno de D01 para establecer un contacto con la lámina de MoS₂, hubiera recurrido al método alternativo de transferencia descrito en D02, obteniéndose un resultado que reúne todas las características técnicas de la reivindicación 1. En efecto el empleo del método de transferencia de D02 a la transferencia de la lámina de grafeno de D01 no produce ningún efecto técnico inesperado ni plantea aparentemente ningún problema técnico que hubiera sido necesario resolver. Además en el propio documento D02 se indica que el método de transferencia en seco mediante estampación viscoelástica es un método que permite la fabricación de heteroestructuras y que es una alternativa al método de transferencia de D01 (véase D02, página 2, descripción del método llamado transferencia PVA y página 4, aplicación a la fabricación de heteroestructuras).

En conclusión, la reivindicación 1 no tiene actividad inventiva de acuerdo con lo establecido en el artículo 8 de la Ley de Patentes 11/1986.

REIVINDICACIONES 2 a 6

A continuación se comentan las características técnicas de las reivindicaciones 2 a 6 por comparación con el estado de la técnica:

- Reiv 2 y 3:

En D01 el método se realiza la transferencia de una lámina de grafeno monocapa y en D02 de una lámina de grafeno de unas pocas capas.

Las medidas establecidas en la reivindicación 3 para la lámina de grafeno no parecen contribuir a la resolución de ningún problema técnico y se corresponden con medidas habituales de las láminas de grafeno por lo que no se tienen en cuenta a la hora de evaluar la actividad inventiva.

- Reiv. 4 y 5:

En D01 se indica que la topografía de las láminas de MoS₂ se verifica mediante un microscopio de fuerzas atómicas (AFM)

- Reiv. 6:

El contacto entre la lámina de grafeno y el circuito exterior en D01 es un contacto de Ni/Au fabricado mediante EBL. Sin embargo, es conocido en el estado de la técnica el realizar contactos con láminas de grafeno mediante pintura conductora de plata tal y como se describe en el documento D03 (véase resumen y figura 1).

Se considera que el problema de seleccionar el material empleado para establecer contacto con la lámina de grafeno de una heteroestructura como las descritas en D01 y D02 es independiente de la forma en que dicha heteroestructura haya sido fabricada.

Así pues el experto en la materia, enfrentado al problema de establecer un contacto con una lámina de grafeno de una heteroestructura como la de D01 o la de D02, hubiera recurrido de forma obvia a una alternativa de fabricación conocida como la descrita en D03.

Así pues las características técnicas adicionales de las reivindicaciones 2 a 6 o bien ya han sido divulgadas en el documento D01 o se corresponden a una alternativa de fabricación conocida cuyo empleo hubiera resultado obvio para el experto en la materia a la vista del estado de la técnica divulgado en D03.

En conclusión, las reivindicaciones 2 a 6 que dependen de reivindicaciones anteriores que no tienen actividad inventiva, tampoco tienen actividad inventiva.

REIVINDICACIÓN 7

El objeto de la reivindicación 7 es un microcontacto cuya única característica técnica es que se obtiene mediante el procedimiento descrito en reivindicaciones que no tienen actividad inventiva.

Por lo tanto la reivindicación 7 no tiene tampoco actividad inventiva.

REIVINDICACIÓN 8

En el documento D01 los contactos establecidos se utilizan para la caracterización de la heteroestructura formada por la lámina de MoS₂ y la lámina de grafeno.

Así pues la reivindicación 8, que se refiere al uso de un microcontacto según la reivindicación 7 que no tiene actividad inventiva, no aporta ninguna característica adicional que no haya sido ya divulgada en D01 y no tiene tampoco actividad inventiva.

REIVINDICACIÓN 9

La reivindicación 9 se refiere al uso de un microcontacto para establecer un contacto entre dos extremos de un microcircuito cuando se ha producido una avería que ha interrumpido el microcircuito entre dichos extremos (véase figura 4). Por lo tanto se trata de usar un microcontacto para establecer un contacto, lo que es la función propia de un microcontacto.

Se considera pues que la reivindicación 9, que se refiere al uso de un microcontacto según la reivindicación 7, que no tiene actividad inventiva, para su uso habitual, que es establecer un contacto, no tiene tampoco actividad inventiva.