



UNIVERSITAT  
POLITÈCNICA  
DE VALÈNCIA

— **TELECOM** ESCUELA  
TÉCNICA **VLC** SUPERIOR  
DE INGENIERÍA DE  
TELECOMUNICACIÓN

UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE VALÈNCIA

Escuela Técnica Superior de Ingeniería de  
Telecomunicación

Optimización y desarrollo de procesos de litografía por  
nanoimpresión para fabricación de chips fotónicos

Trabajo Fin de Máster

Máster Universitario en Ingeniería de Telecomunicación

AUTOR/A: Santos Signes, Álvaro

Tutor/a: Martí Sendra, Javier

CURSO ACADÉMICO: 2024/2025

# Resumen

La técnica de Soft UV Nanoimprint Lithography (Soft UV-NIL) es un método bien conocido desde hace décadas para la fabricación de patrones nanométricos. Se trata de una de las variantes derivadas de la litografía por nanoimpresión (NIL), junto con técnicas como Thermal NIL, Reversal NIL, Room temperature NIL. Aunque Soft UV-NIL presenta un gran potencial para su aplicación en procesos de fabricación a gran escala, su implementación a nivel industrial sigue siendo limitada y objeto de estudio.

En este trabajo se centra en el estudio práctico de Soft UV-NIL como método de fabricación de estructuras a escala nanométrica, con especial atención a una configuración bicapa. En esta configuración la capa superior está enfocada a la impresión y la replicación de los patrones, mientras que la capa inferior, más rígida, permite un proceso *de lift-off* eficiente. El objetivo es evaluar la viabilidad de esta estructura para la fabricación de máscaras y otras aplicaciones funcionales en micro y nanotecnología.

## Palabras clave

Soft UV-NIL, bicapa, *lift-off*, nanoimpresión



# Resum

La tècnica de Soft UV Nanoimprint Lithography (Soft UV-NIL) es un mètode ben conegut des de fa dècades per a la fabricació de patrons nanomètrics. Es tracta d'una de les variants derivades de la litografia per nanoimpressió (NIL), juntament amb altres tècniques com Thermal NIL, Reversal NIL o Room Temperature NIL. Encara que Soft UV-NIL representa un gran potencial per a la seua aplicació en processos de fabricació a gran escala, la seua implementació industrial segueix sent limitada i es motiu d'estudi.

Aquest treball es centra en l'estudi pràctic de Soft UV-NIL com a mètode de fabricació d'estructures a escala nanomètrica, prestant especial atenció a la configuració en bicapa. En aquesta configuració, la capa superior està optimitzada per a la impressió i replicació de patrons, mentre la capa inferior es més rígida i permet un procés de lift-off eficient. L'objectiu es avaluar la viabilitat d'aquesta estructura per a facilitar la fabricació de mascares i altres aplicacions en micro i nanotecnologia.

## Paraules clau

Soft UV-NIL, bicapa, lift-off, nanoimpressió



# **Abstract**

Soft UV Nanoimprint Lithography (Soft UV-NIL) is a well-established technique for fabricating nanometric patterns. It is one of the variants derived from nanoimprinting lithography (NIL), alongside other approaches such as Thermal NIL, Reversal NIL or Room Temperature NIL. Although Soft UV-NIL has great potential for high-volume manufacturing, its industrial implementation remains limited and continues to be subject of research.

This work focuses on a practical study of Soft UV-NIL as a method for fabricating nanoscale structures, with particular attention to a bilayer configuration. In this configuration the upper layer is optimized for pattern imprinting and replication, while the lower layer is more rigid and facilitates a more efficient lift-off process. The aim is to evaluate the viability of this configuration to simplify the fabrication of masks and enable further applications in micro- and nanotechnology.

## **Keywords**

Soft UV-NIL, bilayer, lift-off, nanoimprinting

## RESUMEN EJECUTIVO

La memoria del TFM de **Optimización y desarrollo de procesos de litografía por nanoimpresión para fabricación de chips fotónicos** debe desarrollar en el texto los siguientes conceptos, debidamente justificados y discutidos, centrados en el ámbito de la **Ingeniería de Telecomunicaciones**.

CONCEP (ABET)	CONCEPTO (traducción)	¿Cumple? (S/N)	¿Dónde? (páginas)
<b>1. IDENTIFY:</b>	<b>1. IDENTIFICAR:</b>		
1.1. Problem statement and opportunity	1.1. Planteamiento del problema y oportunidad	S	11-12, 17
1.2. Constraints (standards, codes, needs, requirements & specifications)	1.2. Toma en consideración de los condicionantes (normas técnicas y regulación, necesidades, requisitos y especificaciones)	S	18-22, 27-29, 36-37
1.3. Setting of goals	1.3. Establecimiento de objetivos	S	17
<b>2. FORMULATE:</b>	<b>2. FORMULAR:</b>		
2.1. Creative solution generation (analysis)	2.1. Generación de soluciones creativas (análisis)	S	36-39
2.2. Evaluation of multiple solutions and decisionmaking (synthesis)	2.2. Evaluación de múltiples soluciones y toma de decisiones (síntesis)	S	37-39, 55-67
<b>3. SOLVE:</b>	<b>3. RESOLVER:</b>		
3.1. Fulfilment of goals	3.1. Evaluación del cumplimiento de objetivos	S	41-76
3.2. Overall impact and significance (contributions and practical recommendations)	3.2. Evaluación del impacto global y alcance (contribuciones y recomendaciones prácticas)	S	77

# Índice

Capítulo I: Introducción .....	11
1.1.  Contextualización .....	11
1.2.  NIL y sus variantes.....	11
1.2.1.  Thermal-NIL .....	12
1.2.2.  Soft UV-NIL .....	12
1.2.3.  Hard UV-NIL .....	13
1.2.4.  S-FIL .....	13
1.2.5.  J-FIL .....	13
1.2.6.  SCIL.....	14
1.2.7.  R2R-NIL.....	15
Capítulo II: Soft UV-NIL .....	17
2.1.  Principio de funcionamiento .....	17
2.1.1.  Máster .....	17
2.1.2.  Sello flexible .....	18
2.1.3.  Molde .....	20
2.1.4.  Impresión.....	21
2.2.  Prestaciones y limitaciones.....	22
2.2.  Equipamiento utilizado .....	23
E-BEAM RAITH 150 .....	23
TEPLA PLASMA SYSTEM 200 .....	23
Corial 210IL- 200 mm INDUCTIVELY COUPLED SYSTEM.....	24
EVG101 .....	24
SUSS UV-SFT8 .....	25
SUSS MA/BA8 Gen 4 Mask Aligner & SMILE Imprint.....	25
OPTIwet ST30 .....	26
AFM (Atomic Force Microscope).....	26
Capítulo III: Desarrollo de procesos.....	27
3.1.  Procesos desarrollados en técnica Soft UV-NIL .....	27
3.1.1.  Fabricación del sello .....	27
3.1.2.  Impresión .....	32
3.2.  Caracterización .....	33
3.3.  Recetas .....	36
3.3.1.  Bicapa NIL-212 sobre PMMA .....	36
3.3.2.  Bicapa NIL-212 sobre LOR3A.....	36
3.3.3.  Etching .....	37
3.3.4.  Deposito.....	38
3.3.5.  Lift-off.....	39
Capítulo IV: Resultados y discusiones.....	41
5.1.  Prueba en Monocapa: HSQ, PMMA y LOR3.....	42
5.1.1.  HSQ .....	42
5.1.2.  PMMA.....	54
5.1.3.  LOR3A .....	54
5.2.  Bicapas .....	55
5.2.1.  NIL212 sobre LOR3A .....	55

5.2.2. NIL212 sobre PMMA .....	63
5.2.2.1. Etching, deposito y <i>lift-off</i> .....	67
Capítulo V: Conclusiones y líneas de trabajo futuras .....	77
Referencias .....	78

# Lista de figuras

Figura 1. Esquema T-NIL. Fuente: [7].....	12
Figura 2. Esquema UV-NIL. Fuente: [7].....	13
Figura 3. Esquema S-FIL. Fuente [7] .....	13
Figura 4. Esquema J-FIL. Fuente: [7] .....	14
Figura 5. Esquema J-FIL. Fuente: [7] .....	14
Figura 6. Imagen proceso R2R-NIL. Fuente: [10] .....	15
Figura 7. Sello flexible fabricado con un carrier foil.....	19
Figura 8. Sello flexible fabricado sobre sustrato. Fuente: [11] .....	19
Figura 9. Imagen RAITH 150 .....	23
Figura 10. Imagen PLASMA SYSTEM 200 .....	23
Figura 11. Imagen Corial.....	24
Figura 12. Imagen Spin-coater EVG101 .....	24
Figura 13. UV-SFT8 .....	25
Figura 14. Mask Aligner & SMILE Imprint .....	25
Figura 15. Optiwet ST30 .....	26
Figura 16. Microscopio de fuerza atómica .....	26
Figura 17. Carrier foil más oblea de prueba.....	27
Figura 18. Foil siendo tratado con plasma de oxígeno .....	28
Figura 19. Pantalla y parámetros de la receta de plasma de oxígeno .....	28
Figura 20. Aplicación del promotor de la adhesión con ayuda de una jeringa .....	29
Figura 21. Curación del promotor de la adhesión mediante un hotplate.....	29
Figura 22. Deposición de la resina sobre el máster. El foil ya está en posición sujeto con vacío .....	30
Figura 23. Resina ya extendida sobre el máster .....	30
Figura 24. Curación del sello flexible con luz UV.....	31
Figura 25. Sello flexible acabado.....	31
Figura 26. Oblea sobre el chuck .....	33
Figura 27. AFM con una muestra.....	34
Figura 28. Interfaz del AFM donde se puede observar el cantiléver.....	34
Figura 29. Topografía del sello flexible obtenida mediante AFM. Sección central .....	35
Figura 30. Topografía del patrón impresión obtenida mediante AFM.....	35
Figura 31. Hotpates utilizados en la curación de las diversas resinas .....	36
Figura 32. Corial .....	37
Figura 33. Izquierda: vista exterior evaporadora   Derecha: imagen de la cámara interior.....	38
Figura 34. Equipo de lift-off en funcionamiento .....	39
Figura 35. Imagen general del master.....	41
Figura 36. En la parte izquierda pilares de 1 $\mu\text{m}$ ; En la parte derecha las trincheras de 1 $\mu\text{m}$ .....	41
Figura 37. Imagen de las estructuras del sello flexible bajo microscopio óptico .....	42
Figura 38. Muestra de HSQ sobre la oblea de soporte.....	43
Figura 39. Imagen general de la muestra sin curar de HSQ bajo microscopio óptico .....	43
Figura 40. Imagen detalla de los pilares en la muestra sin curar de HSQ .....	44
Figura 41. Trinchera de 1 $\mu\text{m}$ vistas bajo el AFM .....	44
Figura 42. Trincheras de 500 $\mu\text{m}$ bajo el AFM .....	45
Figura 43. Pilares de 1.8 $\mu\text{m}$ bajo el AFM .....	45
Figura 44. Pilares de 1.2 $\mu\text{m}$ bajo el AFM .....	46
Figura 45. Imagen general del nuevo máster .....	47
Figura 46. Agujeros nuevo sello flexible .....	47
Figura 47. Trincheras nuevo sello flexible .....	48
Figura 48. Trincheras negativas nuevo sello flexible .....	48
Figura 49. Imagen del sello descartado observado bajo AFM. Trincheras 1.....	49
Figura 50. Imagen del sello descartado. Trincheras 2.....	49
Figura 51. Imagen del sello descartado. Trincheras 3.....	50
Figura 52. Imagen del sello descartado. Trincheras 4.....	50
Figura 53. Imagen del sello descartado. Agujeros 1.....	51
Figura 54. Imagen del sello descartado. Agujeros 2.....	51
Figura 55. Imagen del sello descartado. Agujeros 3.....	52

Figura 56. Imagen del sello descartado. Agujeros 4.....	52
Figura 57. De izquierda a derecha y de arriba abajo. Agujeros, trincheras y cuadrado vistos en campo oscuro. Impresos sobre una capa de 135 $\mu\text{m}$ de HSQ al 12%, con una fuerza de 35N.....	53
Figura 58. Agujeros y trincheras sobre una capa de 90 $\mu\text{m}$ de PMMA al 2% .....	54
Figura 59. Agujeros 1   Configuración LOR3A.....	55
Figura 60. Agujeros 2   Configuración LOR3A.....	56
Figura 61. Agujeros 3   Configuración LOR3A.....	56
Figura 62. Trincheras 1 plano general   Configuración LOR3A.....	57
Figura 63. Trincheras 1   Configuración LOR3A.....	57
Figura 64. Trincheras 2 plano general   Configuración LOR3A.....	58
Figura 65. Trincheras 2   Configuración LOR3A.....	58
Figura 66. Trincheras 3 plano general   Configuración LOR3A.....	59
Figura 67. Trincheras 3   Configuración LOR3A.....	59
Figura 68. Trincheras 4 plano general   Configuración LOR3A.....	60
Figura 69. Trincheras 4   Configuración LOR3A.....	60
Figura 70. Trincheras 1 bajo AFM   Configuración LOR3A.....	61
Figura 71. Trincheras 2 bajo AFM   Configuración LOR3A.....	61
Figura 72. Trincheras 3 bajo AFM   Configuración LOR3A.....	62
Figura 73. Agujeros 1   Configuración PMMA.....	63
Figura 74. Agujeros 2   Configuración PMMA.....	64
Figura 75. Agujeros 3   Configuración PMMA.....	64
Figura 76. Agujeros 4   Configuración PMMA.....	65
Figura 77. Trincheras 1   Configuración PMMA.....	65
Figura 78. Trincheras 2   Configuración PMMA.....	66
Figura 79. Trincheras 3   Configuración PMMA.....	66
Figura 80. Trincheras 4   Configuración PMMA.....	67
Figura 81. STS Multiplex ICP AOE System .....	68
Figura 82. Agujeros 1   30 s etching .....	68
Figura 83. Agujeros 2   30 s etching .....	69
Figura 84. Agujeros 3   30 s etching .....	69
Figura 85. Trincheras 1   30 s etching .....	70
Figura 86. Trincheras 2   30 s etching .....	70
Figura 87. Trincheras 3   30 s etching .....	71
Figura 88. Trincheras 4   30 s etching .....	71
Figura 89. Agujeros 1   Después del lift-off.....	72
Figura 90. Agujeros 2   Después del lift-off.....	73
Figura 91. Agujeros 3   Después del lift-off.....	73
Figura 92. Trincheras 1   Después del lift-off .....	74
Figura 93. Trincheras 2   Después del lift-off .....	74
Figura 94. Trincheras 3   Después del lift-off .....	75

## Capítulo I: Introducción

### 1.1. Contextualización

Este año se cumplen treinta años de las primeras publicaciones de Chou et al. sobre litografía por nanoimpresión (nanoimprint lithography, NIL, por sus siglas en inglés) [1], [2], [3]. En este primer trabajo, se propuso un proceso de nanoimpresión por el cual, ejerciendo presión sobre una fina capa de un polímero termoplástico y un sustrato, se conseguían crear vías y trincheras de tamaño nanométrico. Básicamente podríamos decir que NIL permite trasladar un diseño o patrón a una oblea o molde mediante el contacto con un sello.

Como se verá en el siguiente subapartado, NIL ha ido evolucionando a lo largo de estas, tres décadas, desarrollándose diferentes variantes, atendiendo por ejemplo a la forma de fabricación o tipo de molde utilizado o la presión y temperatura aplicadas durante la impresión. NIL se ha convertido en toda una revolución en el campo de la litografía gracias a su bajo coste, la relativa facilidad de producción, la alta resolución que proporciona y un alto *throughput* (nivel de producción). A pesar de estos avances, el uso de NIL en la industria sigue siendo limitado en comparación con otras técnicas litográficas; sin embargo, su aplicación en campos como la óptica, biotecnología o fotónica está en expansión, encontrándose en un desarrollo activo y con un potencial significativo.

Este trabajo se centrará en el soft UV-NIL, una variante del NIL caracterizada por usar un sello flexible y la utilización de luz UV para la curación de las resinas, además de realizarse a temperatura y presión ambiente. Más concretamente se abordarán el desarrollo, la implementación, la optimización y la validación de procesos de soft UV-NIL para el posterior desarrollo de chips fotónicos.

### 1.2. NIL y sus variantes

Como se ha comentado, el término litografía por nanoimpresión (NIL) surge a partir de los trabajos de Chou et al., en los que se fabricaron una serie de vías y trincheras nanométricas mediante esta técnica, más concretamente con lo que hoy se conoce como Thermal-NIL (T-NIL). NIL se ha consolidado como una alternativa prometedora para aplicaciones LEDs, plasmónica, metamateriales o bio-sensado. En particular, destaca en la fabricación de patrones periódicos con alta densidad de estructuras, ya que otras técnicas como EBL (electron beam lithography) o IBL (ion beam lithography) son considerablemente más lentas para la producción de estos patrones a gran escala.

Más concretamente la variante con mayor potencial para la producción en masa es soft UV-NIL, debido a que se lleva a cabo a temperatura y presión ambiente, al uso de sellos flexibles y a la elevada velocidad de fabricación, entre otros motivos. Sin embargo, soft UV-NIL no es la única variante de NIL disponible en la actualidad. En términos generales, las técnicas de nanoimpresión pueden clasificarse en dos grupos principales T-NIL y UV-NIL.

### 1.2.1. Thermal-NIL

T-NIL o a anteriormente utilizado como sinónimo HEL (Hot embossing lithography) [4] es la primera variante de NIL y fue la utilizada por Chou et al. para crear patrones nanométricos. En esta técnica no se usan sellos, ya que, por la necesidad de soportar altas temperaturas y presiones, se suele utilizar directamente el máster, fabricado en silicio, cuarzo u otro material.

La clave del T-NIL radica en la temperatura y la presión, debido a la utilización de polímeros. Estos polímeros necesitan ser calentados por encima de su temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ) para que adquieran una viscosidad lo suficientemente baja como para llenar las cavidades, junto con la presión aplicada. Una vez finalizado el proceso de impresión, se reduce la temperatura a la de desmoldado, siempre menor que  $T_g$ , y se realiza el desmoldado con el polímero ya solidificado.

Este proceso es un compromiso entre los diferentes factores: presión, temperatura y tiempo, y puede ser optimizado a partir de la ecuación de Stefan [5], sobre la que se basa [6], como muestra [4].

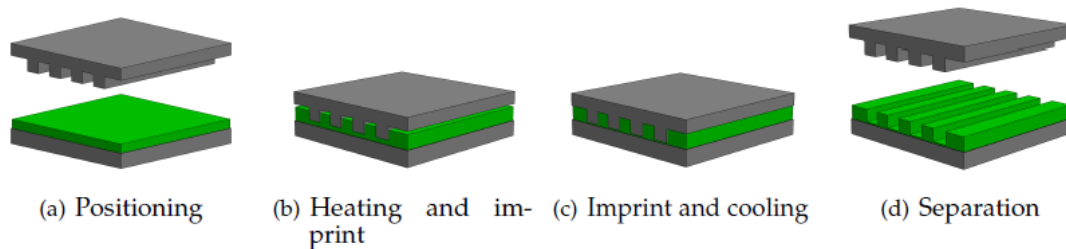


Figura 1. Esquema T-NIL. Fuente: [7]

### 1.2.2. Soft UV-NIL

Esta es la técnica más plausible para la producción en masa y en la que se basa este trabajo, veremos sus conceptos de forma superficial y, en el siguiente capítulo se profundizará en detalle. Soft UV-NIL se caracteriza por curar la resina mediante luz UV. Adicionalmente, se utiliza un sello flexible, de ahí el término ‘soft’, fabricado generalmente con un polímero llamado PDMS (Polidimetilsiloxano) o alguna de sus variantes: s-PDMS, h-PMDS, X-PDMS, entre otras. Estos sellos pueden ser monocapa o bicapa, siempre acompañados de una estructura de soporte donde depositar la resina, en este caso se utilizarán unos ‘carrier foils’ fabricados en PET (Polietileno Tereftalato) y sobre ellos la resina OP-PS91, un polímero curado mediante UV, cuyo resultado es un folio transparente.

Tanto el folio como el sello deben ser transparentes o al menos permitir el paso de la luz UV, ya que el sello se deposita encima del sustrato y la resina depositada en él es curada mediante luz UV. Una vez fabricado el sello, el sustrato debe ser tratado, lo que incluye el depósito de una o más capas de resinas, que, como regla general suelen ser orgánicas.

Una vez que el sello y el sustrato están listos, se colocan en contacto mediante el uso de una máquina, ejerciendo una presión baja y temperatura ambiente, lo cual permite transferir el patrón al sustrato. Posteriormente, la resina se cura mediante una breve exposición a luz UV, lo que asegura así su endurecimiento y la correcta transferencia del patrón. Finalmente, el sello y el sustrato se separan, dejando el sello listo para una nueva impresión.

A diferencia de T-NIL o hard UV-NIL, soft UV-NIL tiene la ventaja de que, al utilizar sellos flexibles, estos son capaces de seguir mejor las rugosidades del sustrato. Por lo tanto, la presión a ejercer es menor que en otras técnicas. Además, al no usarse el máster como sello, se preserva su vida útil, lo que es beneficioso económicamente, ya que el máster es un elemento costoso.

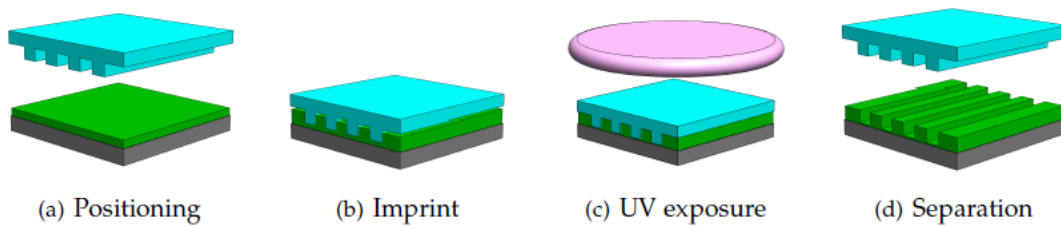


Figura 2. Esquema UV-NIL. Fuente: [7]

### 1.2.3. Hard UV-NIL

Esta técnica es similar a soft UV-NIL, ya que ambas utilizan luz UV para la curación de la resina y operan a presiones bajas a temperatura ambiente. Sin embargo, en hard UV-NIL el sello es rígido, generalmente fabricado en cuarzo o silicio. Debido a la necesidad de rigidez, en algunos casos se emplea el propio máster como sello. Esta rigidez implica que la presión utilizada en hard UV-NIL sea mayor que en la variante soft.

### 1.2.4. S-FIL

Otra variante de UV-NIL es S-FIL (Step and Flash Imprint Lithography), propuesta en 1999 por Colbum et al. [8]. Esta técnica se basa en el uso de un molde pequeño que permite revelar zonas específicas del sustrato, en vez de procesar toda la oblea de una vez. El molde se coloca sobre un área del sustrato, se pone en contacto y se aplica luz UV exclusivamente sobre esa área. Una vez finalizado el proceso, el molde se separa y se traslada a otra área de la oblea, repitiendo el proceso iterativamente tantas veces como sea necesario.

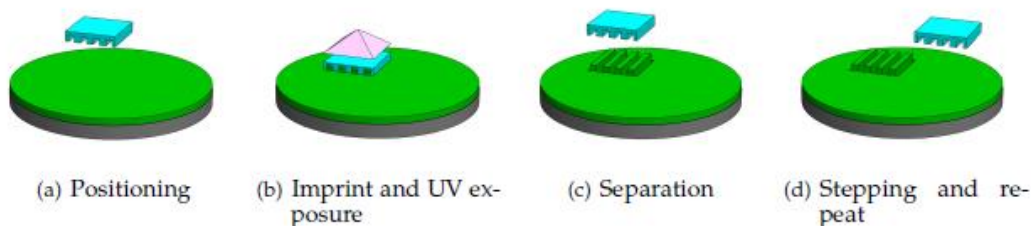


Figura 3. Esquema S-FIL. Fuente [7]

### 1.2.5. J-FIL

J-FIL (Jet and Flash Imprint Lithography) es una mejora de S-FIL. A diferencia de S-FIL, donde la resina se distribuye por toda la oblea mediante *spin-coating*, J-FIL utiliza la técnica de *drop-on-demand*, depositando gotas de resina únicamente en las áreas necesarias. Gracias a esta técnica, J-FIL consume solo entre el 0.1 y el 1% de la resina que se utilizaría con *spin-coating* [7].

Además, la manera en que el sello y el sustrato entran en contacto también difiere. En J-FIL, el sello está inclinado respecto al sustrato y realiza el contacto de un lado a otro, minimizando así la probabilidad de que quede aire atrapado. J-FIL resulta ser una buena solución para aplicaciones que requieren patrones no periódicos o irregulares [7]. Sin embargo, el proceso de *drop-on-demand* también presenta desafíos, ya que la precisión en el control de las gotas de resina es crítica. Se precisa que la ubicación de estas, coincidan con la de los patrones del sello.

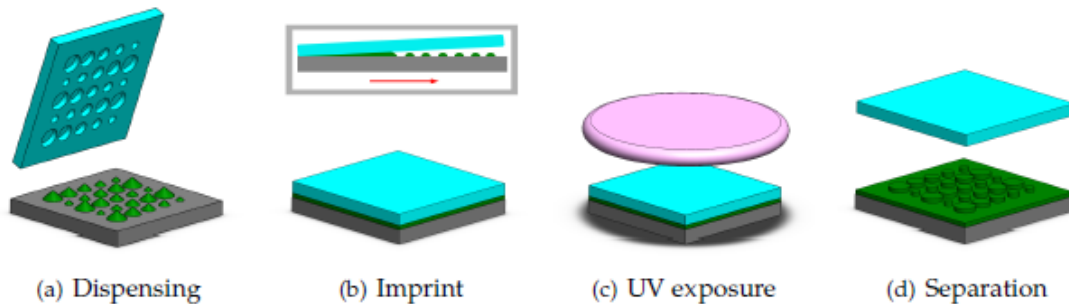


Figura 4. Esquema J-FIL. Fuente: [7]

### 1.2.6. SCIL

SCIL (Substrate Conformal Imprint Lithography) utiliza sellos flexibles, fabricados con PDMS, sobre un plano posterior hecho de una capa fina de cristal. [9]. El sello se fija con vacío a un *chuck* (dispositivo de sujeción) sobre el sustrato, poniendo ambos en contacto de manera gradual, comenzando por un lado hasta que todo el sello esté en contacto. Después, se procede a curar la resina mediante luz UV, una vez finalizado el proceso, se vuelve a crear vacío en el *chuck* para separar el sello. SCIL es una variante avanzada de soft UV-NIL, que ofrece alta fiabilidad en la impresión de nanoestructuras en grandes áreas [7].

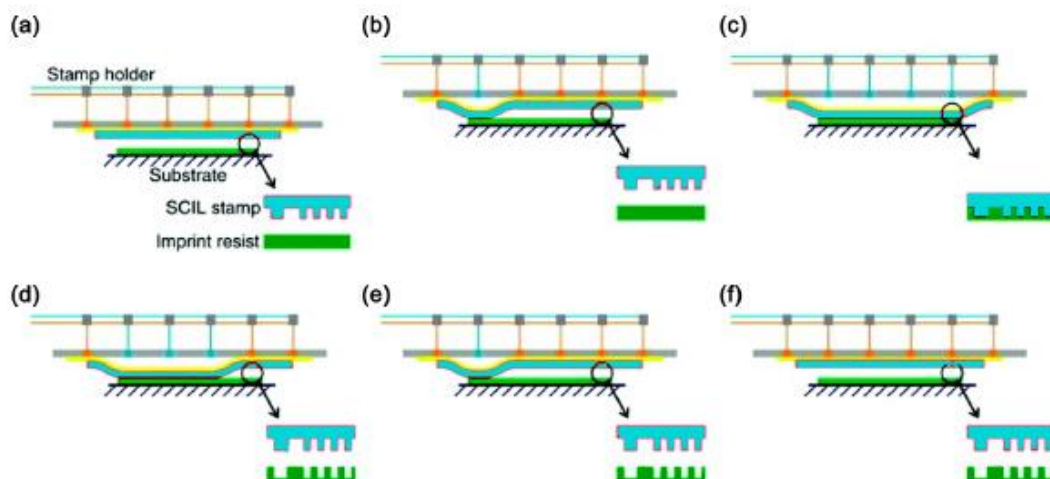


Figura 5. Esquema J-FIL. Fuente: [7]

### 1.2.7. R2R-NIL

R2R-NIL (Roll-to-roll nanoimprint lithography) es utilizado sobre sustratos flexibles. De manera resumida, esta técnica consiste en transferir un patrón a un sustrato flexible mediante un rodillo que contiene dicho patrón. El sustrato se encuentra en otro rodillo, y en la zona de contacto entre ambos, se aplica luz UV para curar la resina una vez que el patrón ha sido transferido.

Además, R2R-NIL permite la impresión mediante *step-and-repeat*, siempre que el rodillo de sustrato sea más ancho que el del sello [10]. En este caso, una vez finalizada la impresión en una zona, el rodillo del sello se desplazará en el eje X, repitiendo el patrón hasta cubrir toda la anchura del sustrato.

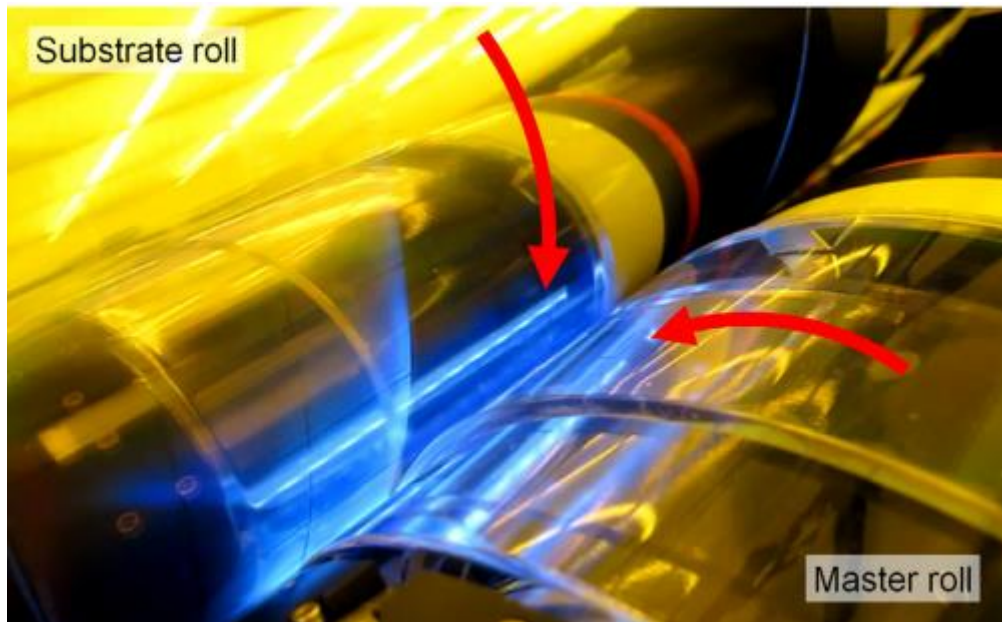


Figura 6. Imagen proceso R2R-NIL. Fuente: [10]



## Capítulo II: Soft UV-NIL

Soft UV-NIL, como se ha mencionado, es una técnica con una buena posición de llegar a la escala industrial, gracias a sus características, la principal siendo la utilización de un sello flexible para la impresión.

### 2.1. Principio de funcionamiento

Soft UV-NIL es un proceso sencillo en el que un sello flexible se emplea para transferir un patrón a un molde mediante la curación con luz UV. Sin embargo, pese a su aparente simplicidad, múltiples factores pueden influir en el resultado final, como el tipo de sello (monocapa o bicapa) y la estructura del molde, que puede ser monocapa, bicapa o incluso tricapa, siendo en este último caso la capa intermedia usualmente un metal o compuesto inorgánico.

Una vez fabricados el máster y el sello, se procede a la impresión del molde y su curado con luz UV. Durante este proceso, la resina no desaparece, sino que es presionada contra el sustrato, generando una capa residual de resina que debe eliminarse mediante un proceso conocido como *descum*, y generalmente realizado por *Reactive ion etching* (RIE).

En este trabajo, soft UV-NIL se emplea para la fabricación de máscaras, por lo que la impresión no es el paso final. En particular, se utiliza un modelo bicapa, donde el proceso continúa con el *etching* de la capa de resina inferior para generar un *undercut*. Esto es crucial para garantizar un *lift-off* eficiente. Luego, se realiza el depósito de una capa metálica mediante evaporación física de vapor (PVD) y, finalmente, se realiza el *lift-off* para retirar la resina restante y obtener la máscara deseada. Posteriormente se explicarán estos procesos con más detenimiento.

En soft UV-NIL, encontramos tres elementos físicos esenciales: el máster, el sello flexible y el sustrato (que servirá de molde). Cada uno de estos componentes requiere procesos previos específicos para garantizar una impresión de calidad.

#### 2.1.1. Máster

El máster es el principal factor que limita la resolución final del proceso, por lo que su fabricación es crucial y suele implicar un coste elevado. En la mayoría de los casos, los másteres se fabrican en silicio, aunque también pueden emplearse otros materiales como cuarzo u otros como metales. Para su fabricación se utiliza otro tipo de litografía. En este trabajo, los másteres han sido fabricados mediante EBL, lo que permite alcanzar una alta resolución. Además, el uso de sellos flexibles en el proceso de impresión ayuda a prolongar su vida útil al reducir el desgaste directo del máster.

Antes de ser utilizado para la fabricación del sello, el máster debe ser tratado con una capa antiadherente hidrofóbica para evitar que la resina quede adherida a su superficie. Esta capa puede depositarse mediante spin-coating con agentes antiadherentes o mediante técnicas basadas en plasma, como RIE o *Plasma-enhanced chemical vapor deposition* (PECVD). En este último caso, se emplean plasmas de fluorocarbonos (como  $CF_4$  o  $C_4F_8$ ) para formar una delgada capa de teflón sobre la superficie del máster, mejorando así sus propiedades antiadherentes.

### 2.1.2. Sello flexible

El sello flexible es el elemento característico de soft UV-NIL. Gracias a su capacidad de adaptación a las rugosidades del sustrato, permite obtener una buena resolución y una alta relación de aspecto. Generalmente, los sellos están fabricados en PDMS o alguna de sus variantes:

- s-PDMS es un material ampliamente utilizado para la fabricación de sellos. Posee un módulo de Young bajo y una baja energía superficial, lo que permite un contacto conformado y un desmoldado sencillo [11]. Además, esta baja energía superficial reduce la adhesión de la resina al sello, facilitando su reutilización. Por esta razón, los másteres suelen recubrirse con una capa antiadherente. Sin embargo, la principal desventaja de s-PDMS es su bajo módulo de Young, lo que le confiere una mayor elasticidad y, por ende, a que las estructuras impresas sean más propensas a colapsar, deformarse o no replicar fielmente los patrones, especialmente cuando estos tienen un alto aspecto ratio.
- h-PDMS soluciona el problema de los colapsos y deformaciones al poseer un módulo de Young mayor, lo que le convierte en más rígido.
- X-PDMS, desarrollado por Philips an SUSS, permite la replicación fiel de patrones de sub-10 nm [11].
- hv-PDMS tiene la ventaja de ser fotocurable, a diferencia del PDMS convencional, que requiere una curación térmica bajo cierta presión. Esta característica fotocurable permite que el hv-PDMS se cure mucho más rápido en comparación.
- PDMS diluido, es un PDMS con baja viscosidad, diseñado para solucionar el problema de la alta viscosidad del s-PDMS. Esta propiedad facilita el llenado de las cavidades, ya que la baja viscosidad permite que el material fluya más fácilmente y penetre en los detalles del patrón.

Pese a que los PDMS son los materiales más utilizados, también se utilizan otros como los polímeros fluorados (PFPE, HPFPE).

Los sellos pueden fabricarse en diversas configuraciones, como bicapa, por ejemplo, s-PDMS/h-PDMS o s-PDMS/X-PDMS, entre otras opciones. Además, existen diferentes métodos para su fabricación. En algunos casos, el sello se forma directamente sobre el máster. Para ello, se deposita el material sobre el máster mediante *spin-coating* y se desgasifica aplicando vacío. Si se desea una segunda capa, se repite el proceso y se realiza el curado de las resinas mediante un *soft baking*. Gracias a un tratamiento antiadherente del máster, el sello se puede desmoldar fácilmente y de forma manual, con la ayuda de unas pinzas u otros instrumentos.

Otro de los métodos, y el utilizado en este trabajo, es mediante una estructura de soporte conocida como *carrier foil*, una lámina transparente formada con materiales como tereftalato de polietileno (PET) o policarbonato (PC). Es sobre este *foil* donde se imprimirá el patrón del máster. Para ello, primero se limpia el *foil* con plasma de oxígeno y se aplica un promotor de adhesión para facilitar la impresión. Una vez listo el proceso, se deposita manualmente la resina sobre el máster y, a través de una máquina, se ejerce presión entre el *carrier foil* y el sello para transferir el patrón. Finalmente, sin separar ambos elementos, se aplica luz UV para la curación, y una vez finalizado el proceso, el sello estará listo.

Cabe señalar que, en un sistema bicapa, la capa inferior de resina debe ser más rígida que la superior, es decir, tener un módulo de Young mayor. Esta capa proporciona estabilidad estructural y evita deformaciones. Por otro lado, la capa superior debe ser más flexible, con un módulo de Young menor, para garantizar una correcta formación de los patrones, permitir que el sello se adapte a las irregularidades del máster y facilitar el desmoldeo. Además, como se puede observar en las figuras 7 y 8, aunque el método de fabricación pueda diferir, los sellos deben ser transparentes o al menos permitir el paso la luz UV. Esto es necesario, ya que durante el proceso de impresión el sello flexible se coloca sobre el sustrato, y debe dejar pasar la luz UV para curar la resina del molde.

Los sellos pueden reutilizarse para múltiples impresiones, aunque la cantidad de usos posibles depende de material del sello y de la técnica de impresión empleada. Existen estudios que analizan la degradación de los sellos con el uso continuado [12][13], mostrando que es posible obtener impresiones óptimas incluso después de más de 50 ciclos. En el caso de Haslinger et al. [13], se alcanzaron hasta 500 impresiones mediante *step&repeat*.



Figura 7. Sello flexible fabricado con un carrier foil

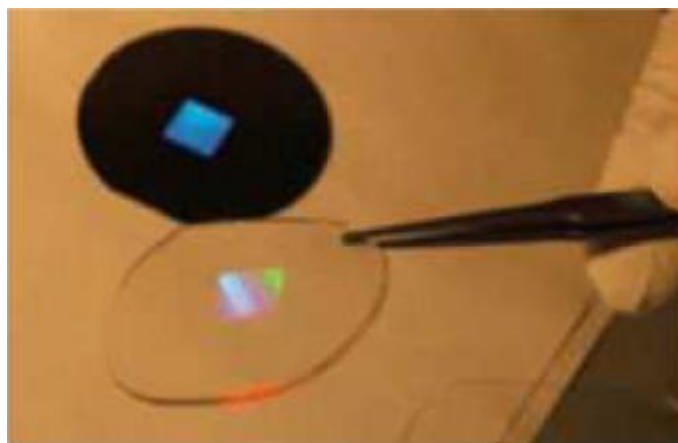


Figura 8. Sello flexible fabricado sobre sustrato. Fuente: [11]

### 2.1.3. Molde

El molde es la pieza donde el patrón va a ser impreso, y suele tratarse de una oblea, ya que en muchos de los casos el proceso final es la fabricación de chips, ya sean fotónicos o eléctricos. En el molde se deposita la capa o capas de resina que lo componen. Estas capas se depositan principalmente mediante *spin-coating*, y posteriormente se curan mediante un *baking* a temperaturas superiores a los 100°C. Sin embargo, antes de la deposición, es una buena práctica limpiar el molde con plasma de oxígeno para asegurar que no haya partículas o contaminantes en la superficie, lo cual podría afectar la calidad del patrón.

Atendiendo al número de capas que tiene el molde, lo más habitual es: monocapa, bicapa o tricapa.

- Monocapa: El molde está compuesto por una sola capa de resina, lo que lo convierte en una opción adecuada si el producto final es el propio molde. No obstante, para aplicaciones como la de este trabajo, donde el molde se utilizará como máscara, emplear una monocapa puede resultar más complicado debido a los procesos adicionales necesarios, como el *etching* y el *lift-off*.
- Bicapa: Esta es una opción adecuada para la fabricación de máscaras. En este caso, la capa de resina inferior se selecciona de manera que sea más sensible al *etching* que la capa superior. Al ser más sensible, la capa inferior facilita el logro del efecto *undercut* necesario para el *lift-off*, además de permitir la eliminación más eficiente de la capa residual de resina formada durante la impresión.

Para la formación de las capas hay variedad a la hora de seleccionar las resinas y materiales a utilizar, entre otras opciones, podemos encontrar:

- HSQ/PVA: Esta combinación tiene la ventaja de que el PVA es soluble en agua. Por lo tanto, tras realizar el RIE para eliminar la capa de HSQ y otro para la capa de PVA, lo que genera el *undercut*, el *lift-off* puede realizarse simplemente con agua. Esto hace que esta opción sea más sostenible al evitar el uso de productos como acetona. Un ejemplo de su aplicación es el trabajo de Nakamatsu et al. [14], quienes utilizaron una combinación de HSQ/PVA para la fabricación de máscaras.
- HSQ/PMMA: Debido a que PMMA es más sensible al *etching* con  $O_2$  la capa de HSQ es más fina, en esta opción, para realizar el *lift-off* de la capa restante de PMMA se utiliza acetona, debido a que PMMA es una resina orgánica.
- PMMA/LOR: En este caso, el PMMA actúa como capa superior, mientras que LOR (Lift-Off Resist) forma la capa inferior. Las resinas LOR están específicamente diseñadas para facilitar el proceso de lift-off, permitiendo que la capa de PMMA sea eliminada fácilmente con acetona u otros disolventes. Posteriormente se crea el *undercut* en la capa de LOR mediante un proceso de RIE de  $O_2$  o utilizando disolventes específicos para LOR.

Por sus propiedades, LOR asegura que el lift-off se realice sin que la resina superior se adhiera al sustrato, debido a que la capa de resina residual es más fácilmente eliminada, y por tanto el patrón tenga mayor calidad.

Existen diversas combinaciones de resinas, pero lo común es que la capa inferior suele tener una rigidez mayor, lo que facilita los procesos necesarios para crear el *undercut*. En cambio, la capa superior ofrece menor rigidez, lo que ayuda a proteger el patrón impreso durante la fabricación. De esta manera, la capa inferior favorece la eliminación del material durante el *etching*, mientras que la capa superior mantiene a integridad del patrón.

- Tricapa: Para evitar la interacción entre capas y mejorar el *etching*, y por lo tanto el *undercut*, se utiliza la aproximación tricapa, con una capa intermedia que puede ser de metal o algún material inorgánico como  $SiO_2$ . Esta capa intermedia actúa como una máscara, permitiendo un *etching* de manera controlada y, en muchos casos, isotrópica, en la capa inferior [15].

#### 2.1.4. Impresión

La impresión en soft UV-NIL es conceptualmente sencilla: se trata de presionar el sello contra el molde para transferir el patrón y aplicar luz UV para la curación de la resina del molde. La máquina utilizada para la impresión en este trabajo sigue un esquema *center-to-edge*, donde se aplica un flujo de nitrógeno al sello, comprimiéndolo contra el sustrato y permitiendo que entre en contacto desde el centro hasta los bordes, consiguiendo que el aire sea empujado fuera.

A diferencia de T-NIL, que utiliza alta presión y temperatura para rellenar las cavidades, soft UV-NIL depende del *fluidic-flow* (flujo fluídico) de la resina líquida para rellenar las cavidades [7]. Aunque las fuerzas de Van der Waals están presentes, son despreciables frente a los efectos de capilaridad, el principal factor que facilita el llenado de las cavidades. Es importante tener en cuenta que para que la resina llene correctamente las cavidades, no debe haber una diferencia significativa de presión entre el exterior y las cavidades: la presión dentro de las cavidades debe ser menor o igual que la exterior. De esta manera, se asegura que no quede aire atrapado en el interior de las cavidades.

Debido al propio proceso de impresión, siempre queda una capa residual de resina cuyo grosor puede variar, aunque suele estar en el rango de unas decenas de nanómetros. Esta capa puede ser eliminada o minimizada mediante una técnica conocida como *zero residual layer imprint* [4]. Sin embargo, dicha técnica requiere el uso de presiones y temperaturas muy elevadas, llegando hasta los 1000 bar, lo que añade una complejidad adicional al proceso de fabricación. Además, esta técnica está más orientada a T-NIL que a soft UV-NIL, por lo que no resulta adecuada en este contexto.

Por último, el desmoldado se puede abordar de dos formas: de manera paralela, con un movimiento vertical, o mediante un movimiento de pelado, comenzando desde un lado y avanzando progresivamente. El método de pelado minimiza la posibilidad de defectos, pero si el sello queda demasiado adherido al molde, podría provocar que la resina del molde sea despegada o incluso arrancada.

## 2.2. Prestaciones y limitaciones

Como ya se ha mencionado, soft UV-NIL posee ciertas ventajas frente a otras técnicas, lo que la convierte en una excelente opción para su implementación en la industria y la fabricación en masa. Entre sus prestaciones podemos encontrar:

- Alta resolución y relación de aspecto, permitiendo la obtención de patrones de tamaño nanométrico (hasta un dígito).
- Baja presión y temperatura en la impresión, a diferencia de otras técnicas como T-NIL, lo que simplifica el proceso y reduce costes.
- Uso de sellos flexibles, lo que mejora la transferencia del patrón al adaptarse mejor a las rugosidades del sustrato en comparación con los sellos rígidos. Además, los sellos facilitan su implantación en la industria en técnicas como el *step&repeat* o el R2R-NIL.
- Alto *throughput*, lo que le hace especialmente recomendable para la producción patrones periódicos y repetitivos en grandes superficies, ofreciendo una velocidad superior a otras técnicas como EBL.

Gracias a estas prestaciones, soft UV-NIL se presenta como una alternativa litográfica viable para competir en aplicaciones como nanofotónica, fabricación de LEDs o dispositivos basados en puntos cuánticos (QDs), todo ello con un coste significativamente menor en comparación con otras técnicas de litografía.

Por otro lado, soft UV-NIL también posee una serie de limitaciones y contrapartes:

- Necesidad de controlar la precisión y las resinas utilizadas.
- Posibilidad de atrapamiento de aire en las cavidades, lo que podría provocar defectos en los patrones o problemas estructurales.
- Degaste del sello con el tiempo, aunque esto no supone un gran problema, ya que se pueden fabricar más sellos a partir del máster.
- Dependencia de un correcto tratamiento antiadherente del molde para evitar defectos durante el desmoldado.

Soft UV-NIL lleva años considerándose una opción prometedora para la industria. Aunque ya se emplea en procesos de fabricación industrial, aún no ha el paso definitivo hacia la producción en masa. No obstante, sus ventajas en términos de alta resolución, bajo coste y compatibilidad con la manufactura a gran escala, la posicionan como una alternativa altamente competitiva frente a otras técnicas de litografía, a pesar de sus limitaciones.

## 2.2. Equipamiento utilizado

### E-BEAM RAITH 150

Cañón de haz de electrones utilizado para el diseño y fabricación del máster.



*Figura 9. Imagen RAITH 150*

### TEPLA PLASMA SYSTEM 200

Utilizada para la limpieza del máster mediante RIE con  $O_2$ , eliminando así impurezas o residuos superficiales.



*Figura 10. Imagen PLASMA SYSTEM 200*

## Corial 210IL- 200 mm INDUCTIVELY COUPLED SYSTEM

Utilizado para la deposición de una capa de teflón sobre el máster.

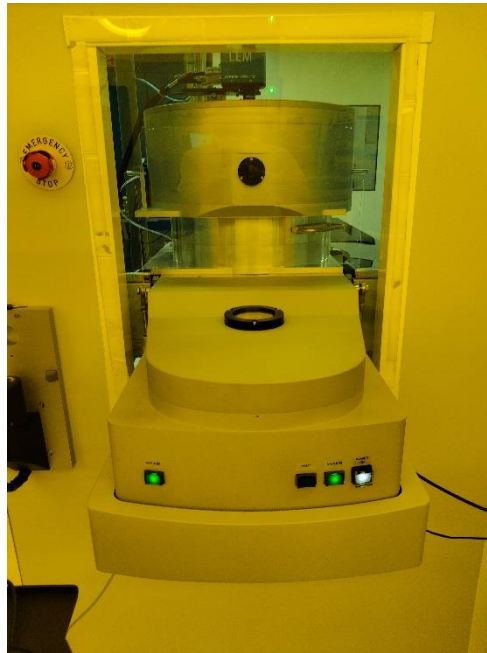


Figura 11. Imagen Corial

## EVG101

Sistema de *spin-coating* utilizado para la deposición uniforme de resinas tanto en el máster como en el molde.

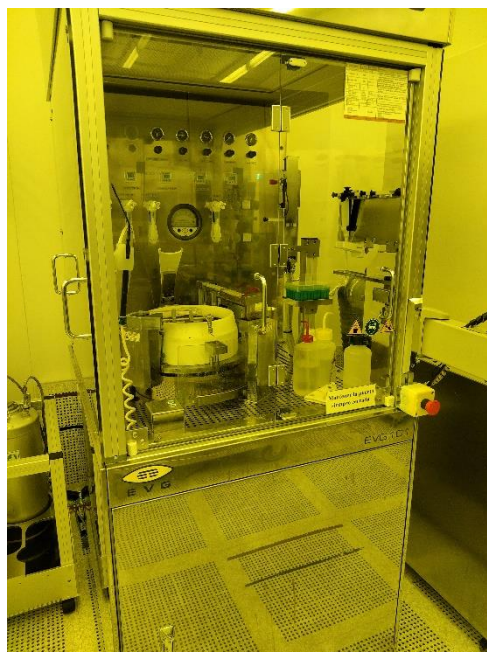
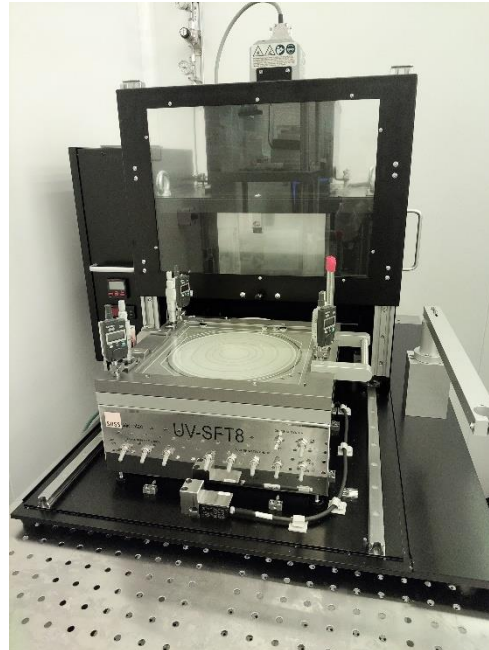


Figura 12. Imagen Spin-coater EVG101

## SUSS UV-SFT8

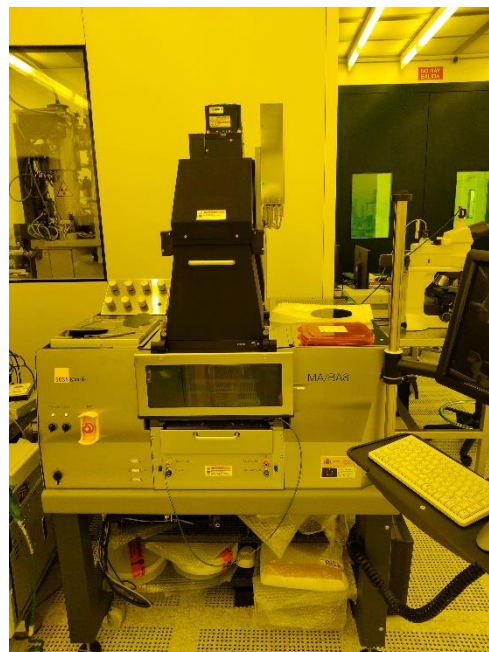
Sistema utilizado para la fabricación de sellos flexibles mediante transferencia de patrones con exposición a luz UV.



*Figura 13. UV-SFT8*

## SUSS MA/BA8 Gen 4 Mask Aligner & SMILE Imprint

Equipamiento utilizado para la alineación e impresión de patrones entre el sello y el molde.



*Figura 14. Mask Aligner & SMILE Imprint*

## OPTIwet ST30

Sistema utilizado para el proceso de *lift-off* en los moldes.



Figura 15. Optiwet ST30

## AFM (Atomic Force Microscope)

Utilizado para la caracterización de sellos y moldes.

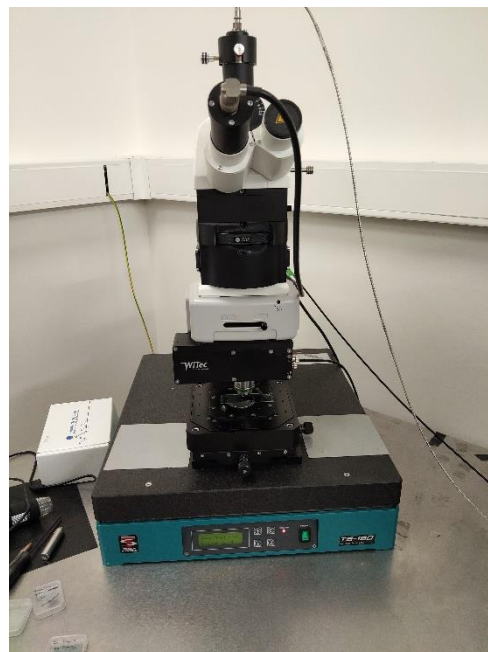


Figura 16. Microscopio de fuerza atómica

## Capítulo III: Desarrollo de procesos

En este capítulo se tratarán de forma detallada los procesos y rutas de fabricación, especificando tiempos, parámetros clave y apoyándose en imágenes para ilustrar cada etapa del procedimiento.

### 3.1. Procesos desarrollados en técnica Soft UV-NIL

En este apartado se describe paso a paso el proceso de fabricación de un patrón mediante soft UV-NIL utilizando una única capa de resina. Se detallan las condiciones de impresión utilizadas, así como los tiempo, parámetros y materiales empleados, con el objetivo de ofrecer una visión clara y práctica del desarrollo completo del proceso.

#### 3.1.1. Fabricación del sello

Para la fabricación del sello se utiliza del equipo UV-SFTT8, mostrado en la figura 13. Como primer paso, se coloca el máster (o, en su defecto, una oblea de pruebas) sobre la máquina, aplicando vacío para asegurar su correcta fijación. Del mismo modo, se posiciona el *carrier foil* en la parte superior, sin retirar aún los plásticos protectores que este incorpora. A continuación, se cierra el soporte, poniendo en contacto ambas partes, y se calibran los micrómetros, dejando una distancia inicial de 3.5 mm entre el máster y el *foil*.

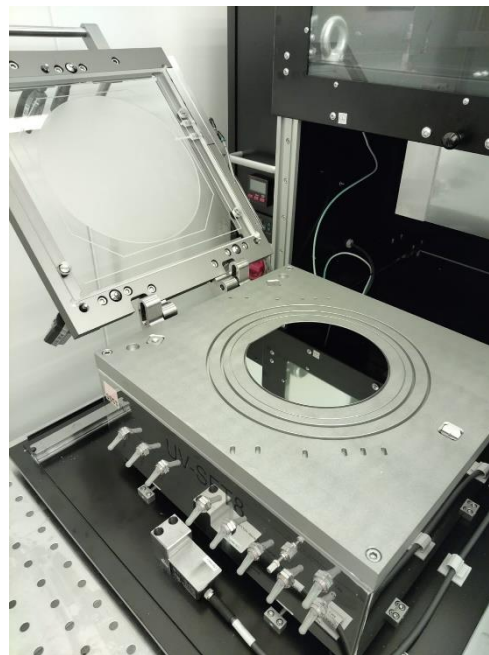


Figura 17. Carrier foil más oblea de prueba

Una vez ya está calibrado el equipo, se retira el protector de una de las caras del *carrier foil* y este se introduce en el Plasma System 200 (Figura 10.) para su limpieza mediante plasma de oxígeno, eliminando así posible suciedad. El tratamiento con plasma tiene una duración de un minuto, utilizando un flujo aproximado de  $O_2$  de 23 sccm (*standard cubic meter per minute*) y una potencia de 200W.

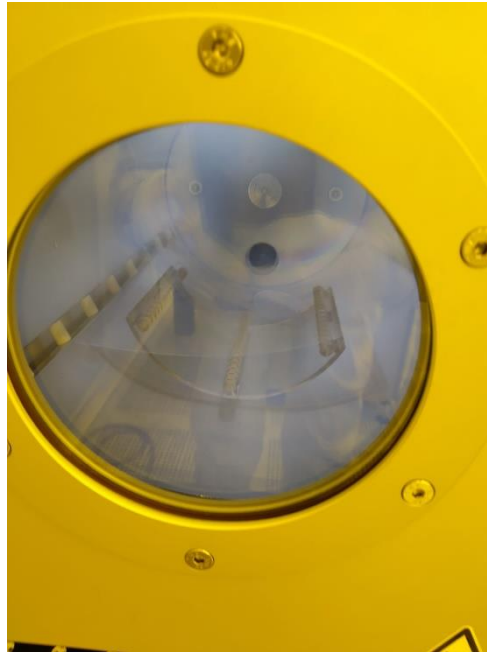


Figura 18. Foil siendo tratado con plasma de oxígeno

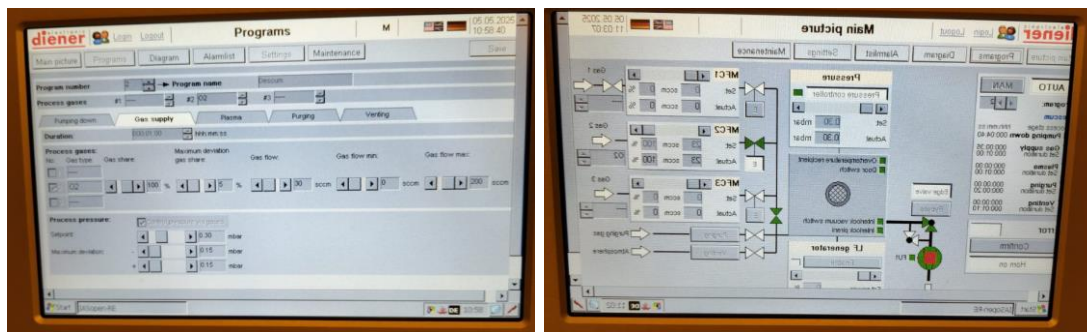


Figura 19. Pantalla y parámetros de la receta de plasma de oxígeno

Tras la limpieza del *foil*, se aplica entre 1 y 2 ml de promotor de adhesión DOW PRIMER 92023. Para ello, se deposita una pequeña cantidad del producto en el centro del *foil* y se extiende uniformemente con un pañuelo especial mediante movimientos circulares. Una vez distribuido el promotor, se realiza un horneado a 60C° durante dos minutos para asegurar su correcto curado.

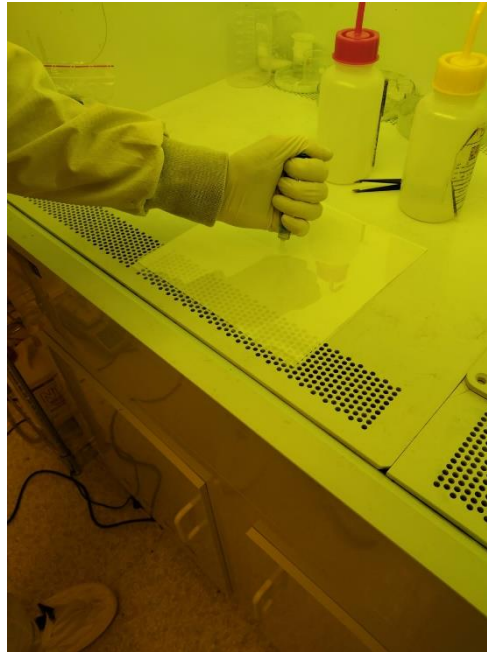


Figura 20. Aplicación del promotor de la adhesión con ayuda de una jeringa

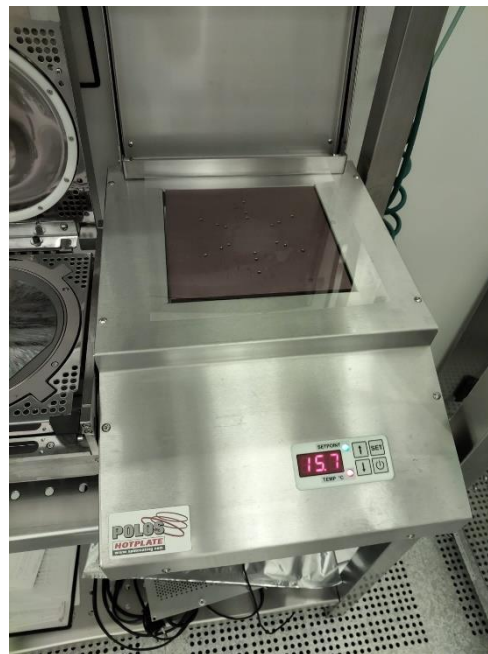


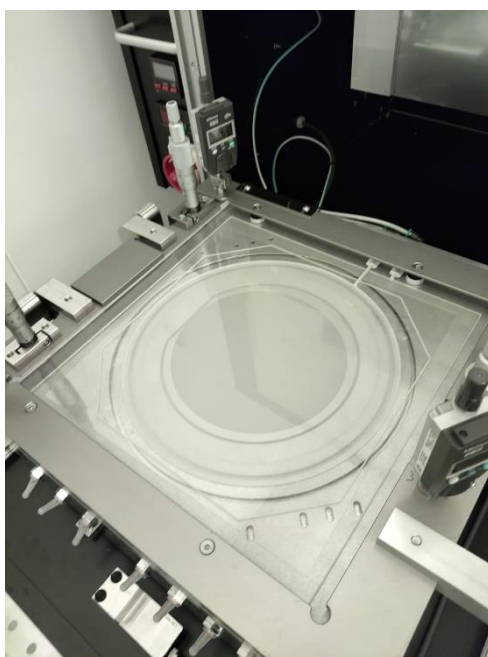
Figura 21. Curación del promotor de la adhesión mediante un hotplate

Con todos los pasos previos completados, el foil está listo para ser impreso y convertirse en el sello flexible. Utilizando nuevamente el equipo UV-SFT8, se colocan tanto el máster como el *foil*. A continuación, se deposita la resina (OP-PS91) con ayuda de una pipeta: entre 2,5 y 3 ml sobre el máster, y una gota adicional en el centro del *foil*. Este último paso permite que el contacto entre ambas superficies comience desde el centro y se propague hacia los bordes, asegurando un *conformal contact*.

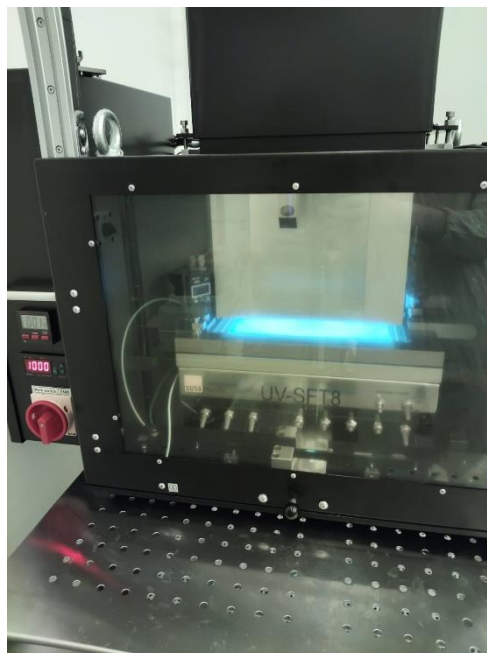
Mediante los micrómetros del equipo, se van apretando los tornillos de forma gradual para ejercer presión y permitir que la resina se extienda uniformemente sobre e máster. Una vez distribuida, se procede al curado de la resina mediante exposición a luz UV durante un minuto y medio, con una densidad de potencia  $100 \text{ mW/cm}^2$ . Finalmente, se retiran el máster y el sello del equipo, y se separan manualmente mediante un movimiento de pelado.



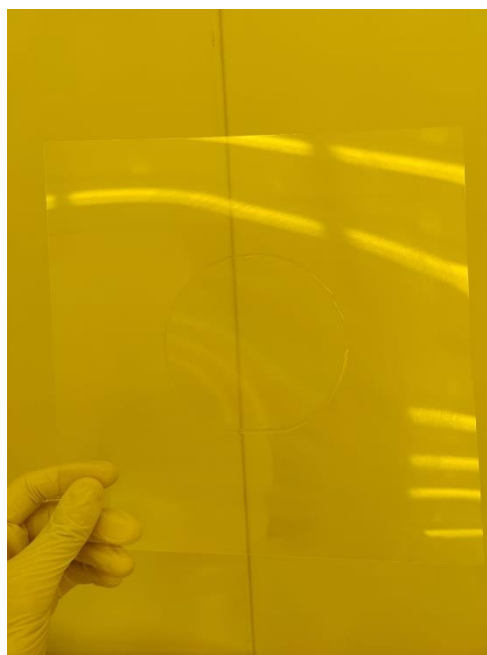
*Figura 22. Deposición de la resina sobre el máster. El foil ya está en posición sujeto con vacío*



*Figura 23. Resina ya extendida sobre el máster*



*Figura 24. Curación del sello flexible con luz UV*



*Figura 25. Sello flexible acabado*

### 3.1.2. Impresión

Antes de proceder a la impresión, es necesario preparar la oblea que servirá como sustrato para el patrón. Para ello, se utiliza un *spin-coater*, donde inicialmente se deposita un promotor de la adhesión (Adhesion Promoter AP3000) y se realiza un horneado a 180 °C durante 2 minutos para asegurar su correcta fijación. A continuación, se deposita la resina mr-NIL212FC-200nm sobre la oblea y se lleva a cabo un horneado a 60 °C durante 3 minutos. El grosor final de la capa de resina depende de la velocidad de giro aplicada en el *spin-coater*, dichos espesores vienen especificados en las gráficas proporcionadas por el fabricante, donde se indican los espesores en función de las revoluciones por minuto.

Para la impresión se utiliza el equipo Mask Aligner & SMILE Imprint (Figura 14). En primer lugar, se introduce el sello y, en el *chuck*, una oblea cubierta con una capa de teflón para llevar a cabo el *wedge error compensation* (WEC). Este proceso permite asegurar el paralelismo entre la oblea y el sello. Una vez finalizada la compensación, se retira la oblea con teflón y se coloca la oblea definitiva donde se transferirá el patrón.

La máquina sigue los pasos definidos en la receta cargada, comenzando por acercar progresivamente la oblea y el sello. Una vez están a una distancia mínima, se inyecta nitrógeno sobre el sello, de tal manera que este se curve, y su parte central sea la primera en entrar en contacto con la oblea, siguiendo el principio de *center-to-edge imprinting*. La fuerza realizada por el equipo durante la impresión es relativamente baja, aproximadamente 10 Newtons.

Para determinar la presión ejercida sobre la oblea de 6 pulgadas (15.24 cm) de diámetro, se calcula el área como:

$$A = \pi \cdot r^2 = \pi \cdot \left(\frac{0.1524}{2}\right)^2 \approx 0,0182 \text{ m}^2$$

A partir del área, la presión aplicada se determina como:

$$P = \frac{F}{A} = \frac{10 \text{ N}}{0,0182 \text{ m}^2} \approx 549,45 \text{ Pa}$$

Si consideramos que 1 atm = 101325 Pa, la presión puede expresarse en atmósferas:

$$P \approx \frac{549.45}{101325} \approx 0,00549 \text{ atm}$$

Cabe destacar que las 0,00549 atm calculados corresponden únicamente a la presión ejercida por los 10N de fuerza aplicada. Sin embargo, durante el proceso de impresión en soft UV-NIL, esta fuerza se suma a la presión ambiente, ya que la impresión se realiza en condiciones atmosféricas normales. Por tanto, la presión absoluta durante el proceso es la suma de ambas:

$$P_{absoluta} = P_{atm} + P_{aplicada} = 1 + 0,00549 = 1,00549 \text{ atm}$$

Como se puede observar, la presión total sigue siendo muy baja, algo característico de la técnica soft UV-NIL, que además se realiza a temperatura ambiente.

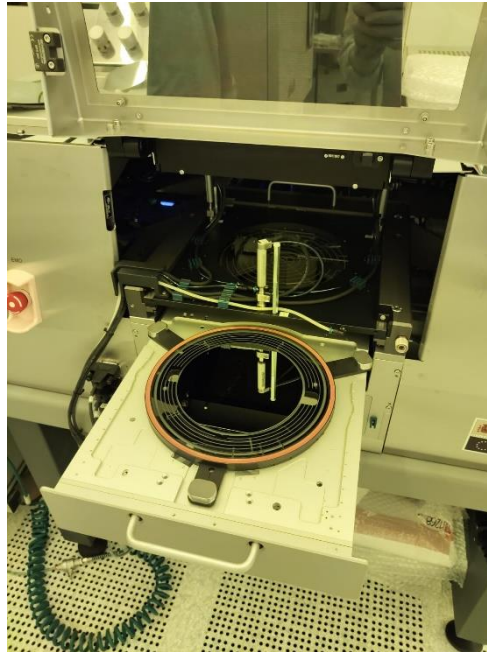


Figura 26. Oblea sobre el chuck

### 3.2. Caracterización

Una vez fabricado el sello, se procede a su caracterización, así como a la del molde una vez finalizados todos los procesos. La caracterización se realiza mediante un microscopio de fuerza atómica (AFM), el cual permite obtener información sobre la topología de la superficie, facilitando así la verificación de si los patrones impresos y el sello se ajustan a lo esperado.

El AFM emplea una punta de tamaño nanométrico montada sobre un *cantilever*, que recorre la superficie de la muestra. En este trabajo se ha utilizado el modo de operación *tapping*, en el cual el *cantilever* oscila a una frecuencia cercana a su frecuencia de resonancia. Al acercarse a la muestra, las fuerzas de interacción entre la punta y a superficie (como las de Van der Waals, electroestáticas, entre otras) modifican ligeramente la frecuencia de oscilación. Estas variaciones permiten detectar transiciones entre diferentes materiales, mientras que el registro de la amplitud de oscilación permite reconstruir la topología de la superficie.

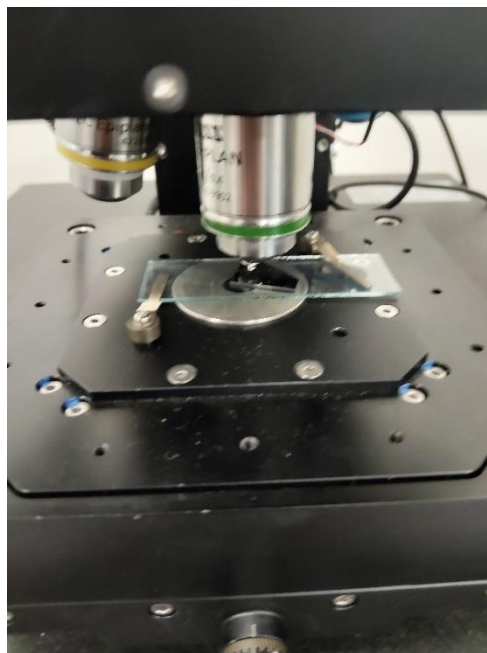


Figura 27. AFM con una muestra

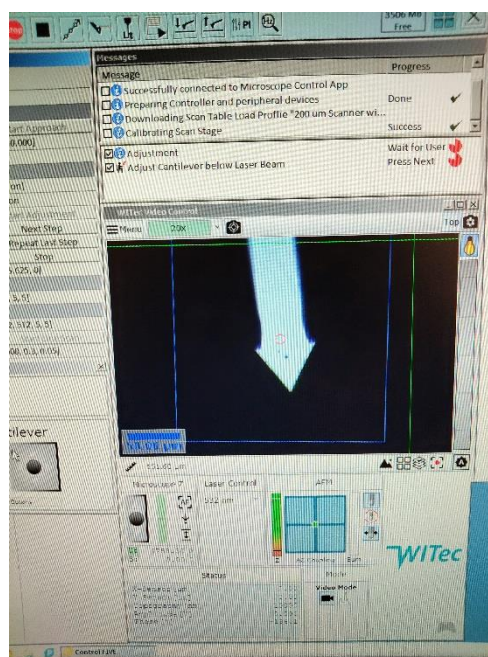


Figura 28. Interfaz del AFM donde se puede observar el cantilèver

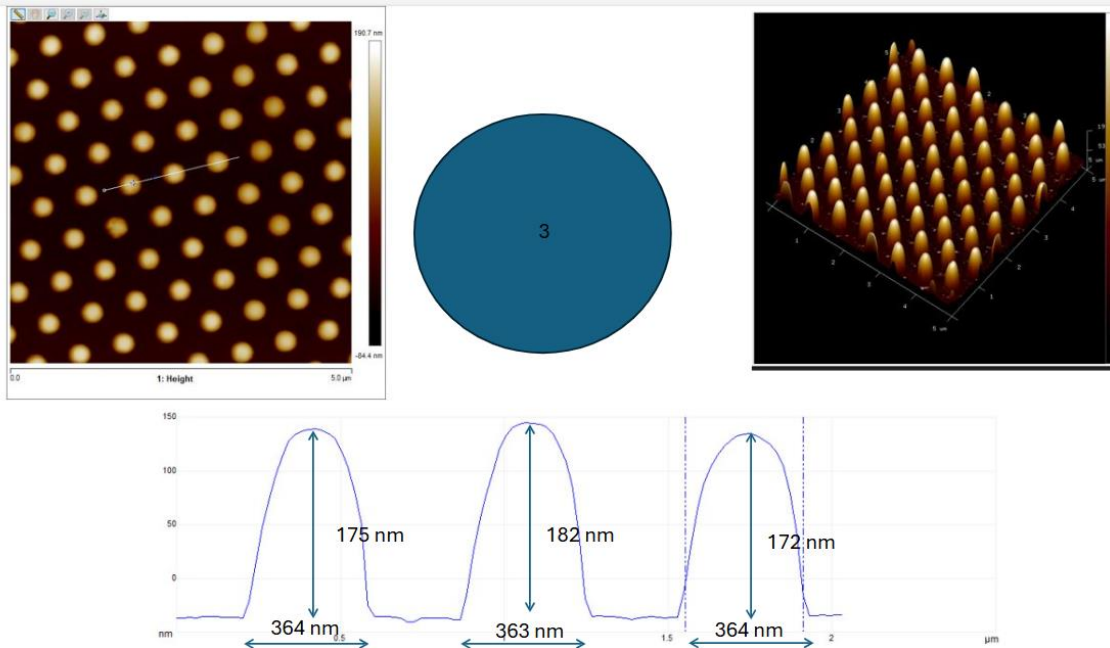


Figura 29. Topografía del sello flexible obtenida mediante AFM. Sección central

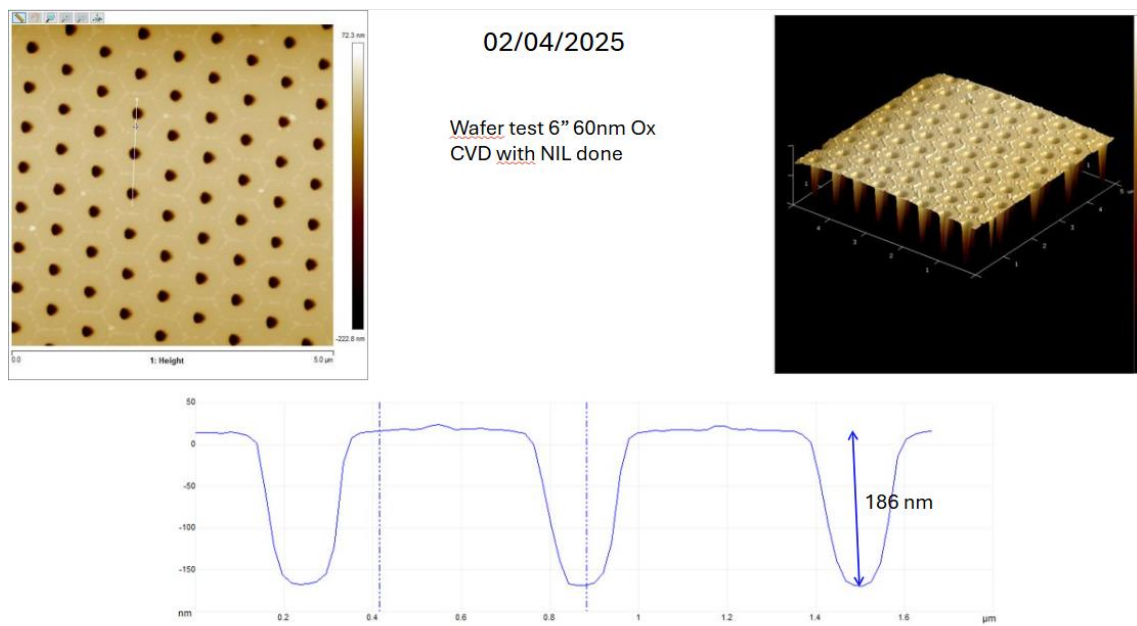


Figura 30. Topografía del patrón impresión obtenida mediante AFM

### 3.3. Recetas

#### 3.3.1. Bicapa NIL-212 sobre PMMA

Se deposita PMMA sobre una oblea de silicio y se configura el equipo de *spin-coating* a 2500 rpm, lo que permite obtener una capa de aproximadamente 90 nm de espesor. A continuación, se realiza un horneado a 150°C durante tres minutos. Una vez preparada la capa de PMMA, se deposita sobre esta la resina NIL-212, girando a 3000 rpm, con lo que se consigue una segunda capa de unos 210 nm. Para finalizar la receta, se lleva a cabo un segundo horneado a 60°C durante tres minutos adicionales.

Con ello, la bicapa formada por PMMA y NIL-212 queda lista para ser utilizada en el proceso de impresión.

#### 3.3.2. Bicapa NIL-212 sobre LOR3A

En esta configuración bicapa, se deposita LOR3A sobre una oblea mediante *spin-coating* a una velocidad de 2500 rpm, obteniéndose una capa con un espesor aproximado de 250 nm de grosor. Posteriormente, se realiza un horneado a 180°C durante tres minutos para curar la resina. La capa superior de NIL-212 se deposita siguiendo el mismo procedimiento descrito en el subapartado anterior.

Es importante destacar que, cuando la resina NIL-212 se utiliza en una configuración monocapa, es necesario aplicar previamente un promotor de la adhesión sobre la oblea, con el fin de asegurar una correcta fijación de la resina y evitar su desprendimiento durante la impresión. No obstante, en ambas configuraciones bicapa —tanto con LOR3A como con PMMA—, no se requiere dicho promotor, ya que se ha comprobado que la NIL-212 presenta una adecuada adhesión sobre ambas capas inferiores y no se desprende durante el proceso de impresión.



Figura 31. Hotpates utilizados en la curación de las diversas resinas

### 3.3.3. Etching

El *etching*, es una técnica utilizada para eliminar de manera controlada materiales depositados sobre una oblea, con el objetivo de definir o crear estructuras funcionales. En este trabajo se hace uso del *etching* seco, mediante un sistema de plasma acoplado inductivamente (ICP), mediante el uso del equipo Corial 210L. Este, permite una elevada anisotropía y un buen control sobre la profundidad del ataque.

Con el objetivo de evaluar la viabilidad de las distintas configuraciones bicapa propuestas, el primer paso consiste en conocer la selectividad a grabado de las resinas empleadas. Para ello, se preparan tres muestras individuales con las resinas NIL-212, PMMA y LOR3A, depositadas en muestras de 2x2 cm siguiendo los parámetros de *spin-coating* y horneado descritos anteriormente.

Cada muestra se somete posteriormente al mismo proceso de grabado, utilizando la siguiente receta de *etching*: 15 segundos de plasma de  $O_2$  a 10 sccm.



Figura 32. Corial

Finalizado el proceso de ataque, se obtienen los siguientes resultados en cuanto a reducción de espesor para cada una de las resinas analizadas:

- LOR3A: el espesor inicial era de 357 nm y se ha reducido hasta los 322 nm, lo que implica una pérdida de 25 nm.
- PMMA: partía de un espesor de 120 nm y, tras el ataque, se ha reducido hasta los 60 nm.
- NIL-212: el espesor inicial de 250 nm se ha visto reducido a 218 nm, lo que supone una pérdida de 32 nm.

Se observa que la selectividad de la PMMA respecto a la resina NIL-212 es mayor, con un valor de  $\frac{60}{32} = 1.875$ , en comparación con la selectividad de la LOR3A, que resulta ser  $\frac{25}{32} = 0.78$ . Esto indica que la capa de PMMA se ataca más rápidamente que la capa de NIL-212 durante el proceso de grabado.

Esta diferencia de comportamiento permite concluir que la configuración bicapa con PMMA como capa inferior resulta más viable para la fabricación, ya que permite eliminar la capa inferior sin afectar excesivamente a la capa de NIL-212. Gracias a ello, se puede generar un *undercut* más pronunciado, lo que facilita notablemente el posterior depósito de metal y el proceso de *lift-off*, mejorando así la eficiencia y calidad del patrón transferido.

Dado que la capa de PMMA presenta un grosor aproximado de 90 nm al ser depositada a 2500 rpm, se establece un tiempo de ataque de 30 segundos en la receta, manteniendo el mismo caudal de gas. De este modo se espera eliminar completamente la capa de PMMA restante y, al mismo tiempo, generar el *undercut* deseado.

### 3.3.4. Deposito

El siguiente proceso, una vez finalizado el *etching* es el depósito del metal. En este caso, se trata del depósito de 15 nm de cromo, para lo cual se emplea el equipo Pfeiffer Classic 500. Este equipo es un evaporador por haz de electrones, cuyo funcionamiento se basa en calentar un filamento de tungsteno, lo que provoca la emisión de electrones por efecto termoiónico. Estos electrones son dirigidos mediante campos magnéticos hacia los crisoles donde se encuentran las obleas. El vapor generado se condensa sobre las obleas situadas en una zona más fría, formando así una capa metálica uniforme sobre la superficie del sustrato.

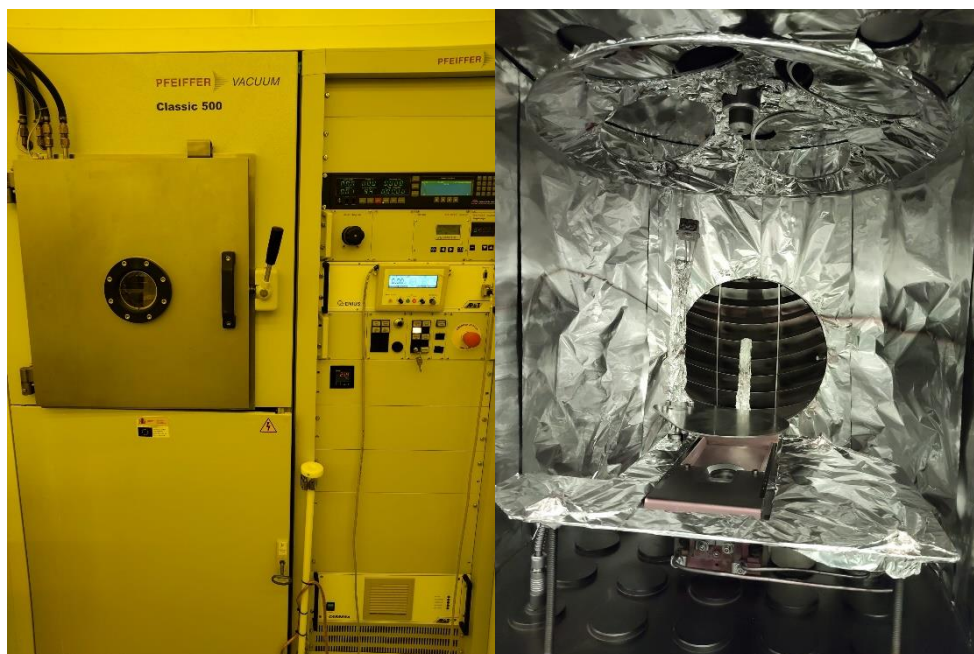


Figura 33. Izquierda: vista exterior evaporadora | Derecha: imagen de la cámara interior

El depósito se realiza en condiciones de alto vacío, a una presión de  $2 \times 10^{-7}$  mbar. El filamento opera con una tensión de 8,5 kV y una corriente de 25 mA. El cromo se deposita a una velocidad de 0,2 nm/s, por lo que se requieren 75 segundos para alcanzar el espesor deseado de 15 nm cromo. Se trata de un proceso ampliamente conocido y preciso para la deposición de capas metálicas delgadas.

### 3.3.5. Lift-off

El *lift-off* constituye el último proceso realizado, y una vez completado, se obtiene la máscara deseada. Se trata de una técnica sencilla de ejecutar, en la que se emplean disolventes como acetona o más potentes como NMP (N-Metil-2-pirrolidona) o DMSO (dimetilsulfóxido).

El equipo utilizado (figura 15), proyecta un chorro de NMP a una temperatura de 90 °C y una presión de 30 bares, mientras hace girar la oblea a una velocidad determinada. Esto favorece la disolución de la resina. A continuación, se aplica IPA (isopropanol) para detener el proceso y eliminar posibles residuos. De esta forma, se obtiene únicamente la capa metálica con el patrón negativo previo al *lift-off*, completando así el proceso.



Figura 34. Equipo de lift-off en funcionamiento



## Capítulo IV: Resultados y discusiones

En este capítulo se exponen los resultados de la fabricación y se discuten en detalle sus implicaciones.

Las impresiones realizadas en este capítulo se han llevado a cabo con el siguiente diseño de máster y sello flexible, que contienen estructuras tipo de trinchera y pilar de diferentes dimensiones: 1  $\mu\text{m}$ , 500 nm, 250 nm y 140 nm de anchura.

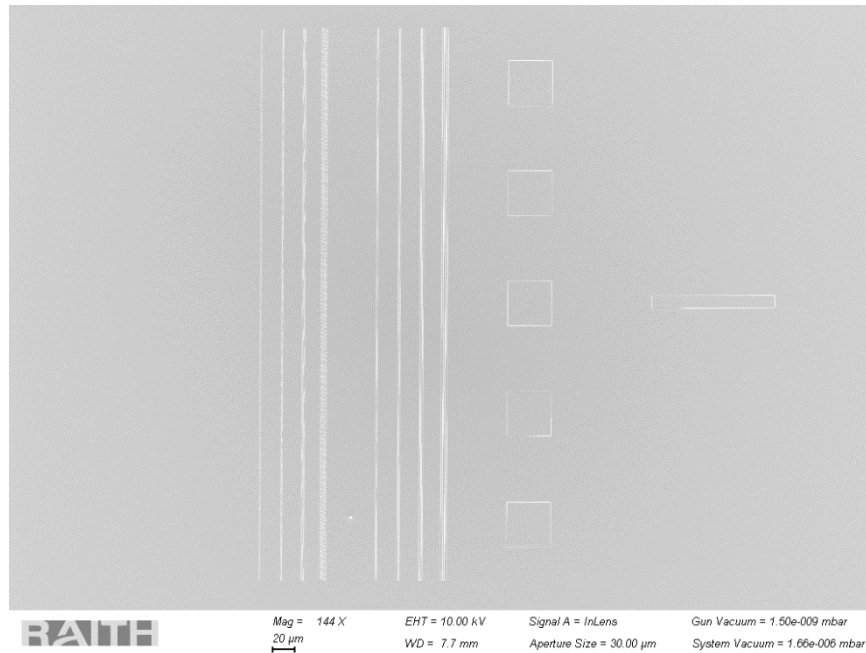


Figura 35. Imagen general del master

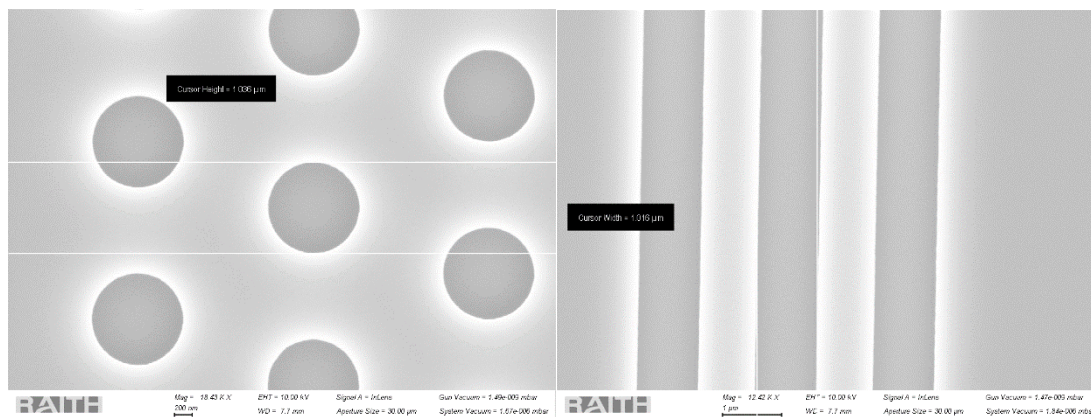


Figura 36. En la parte izquierda pilares de 1  $\mu\text{m}$ ; En la parte derecha las trincheras de 1  $\mu\text{m}$

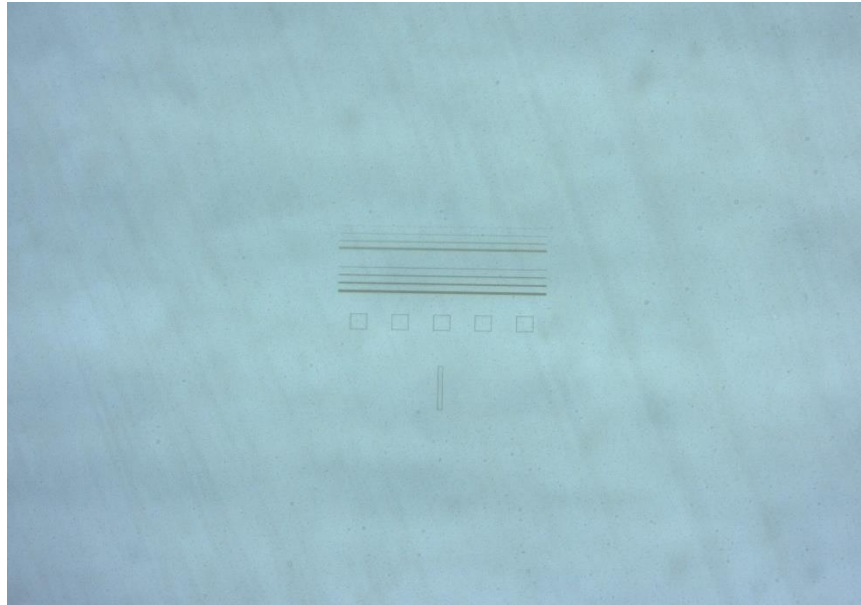


Figura 37. Imagen de las estructuras del sello flexible bajo microscopio óptico

## 5.1. Prueba en Monocapa: HSQ, PMMA y LOR3

Se ha propuesto la fabricación de tres muestras monocapa utilizando HSQ, PMMA y LOR3A respectivamente, con el fin de evaluar su comportamiento durante la impresión y su viabilidad para soft UV-NIL.

Para ello, se seleccionan tres fragmentos de dimensiones 3x2 cm de una oblea de silicio, uno para cada resina. Estos fragmentos se fijan sobre una oblea de silicio mediante cinta de doble cara de carbono, permitiendo su manipulación en equipos que únicamente aceptan obleas completas, como el *spin-coater*.

Antes de proceder, todas las muestras deben ser limpiadas con acetona y alcohol isopropílico, ya que poseen una capa de resina que es deposita antes del proceso de corte de la oblea, con tal de evitar que se adhieran a la superficie partículas o restos provenientes del corte.

### 5.1.1. HSQ

Se deposita una capa de HSQ de 80 nm mediante el equipo de *spin-coating*, operando a 2500 rpm. En este caso, la HSQ no requiere un horneado para su curación, por lo que a muestra queda lista para el proceso de impresión.

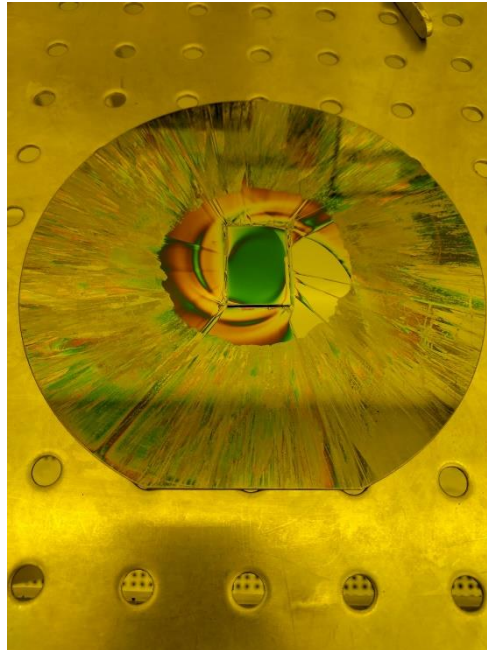


Figura 38. Muestra de HSQ sobre la oblea de soporte

A continuación, se retira cuidadosamente la muestra de la oblea de soporte y se introduce en el equipo de impresión descrito previamente. Para esta operación se utiliza un *chuck* de menor tamaño, adecuado para trabajar con fragmentos en lugar de obleas completas. El proceso de impresión se lleva a cabo de forma idéntica al mencionado anteriormente.

Una vez finalizada la impresión, se observa la muestra bajo microscopio óptico. Adicionalmente, se corta un fragmento de 1x1 cm para ser analizado en el AFM con el objetivo de obtener su perfil topográfico.

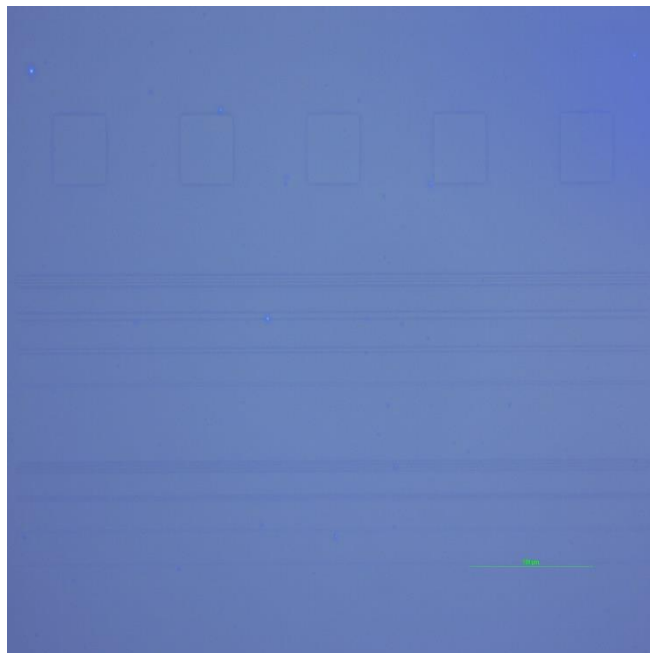


Figura 39. Imagen general de la muestra sin curar de HSQ bajo microscopio óptico

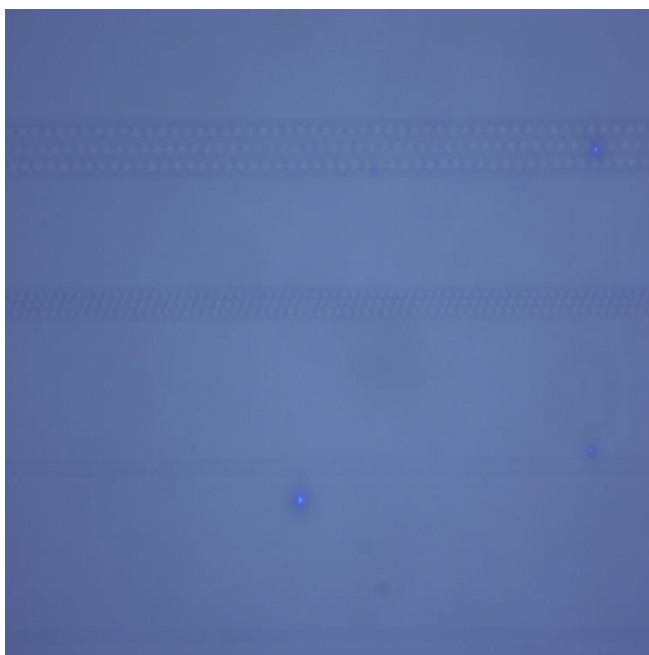


Figura 40. Imagen detalla de los pilares en la muestra sin curar de HSQ

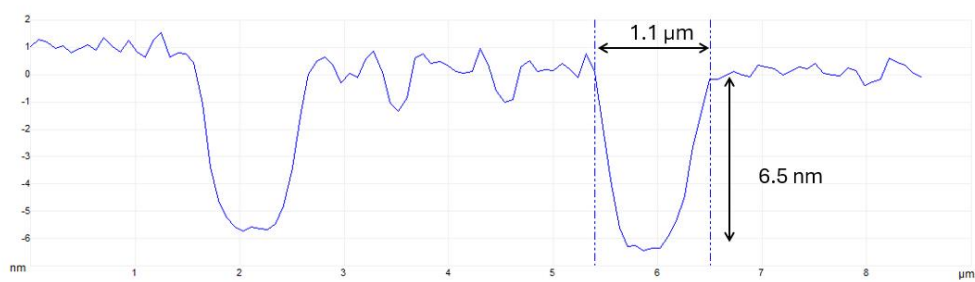
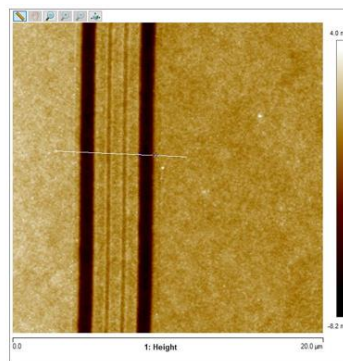
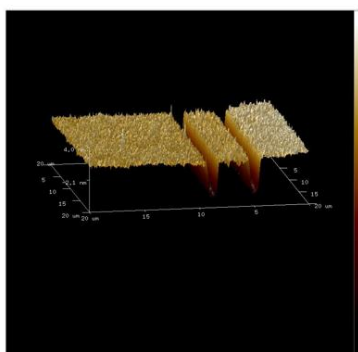


Figura 41. Trinchera de 1μm vistas bajo el AFM

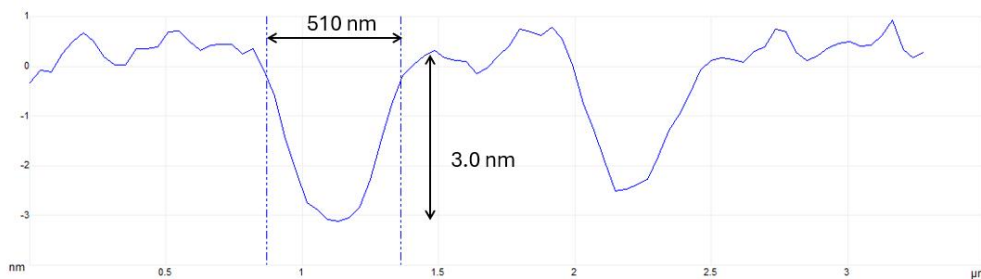
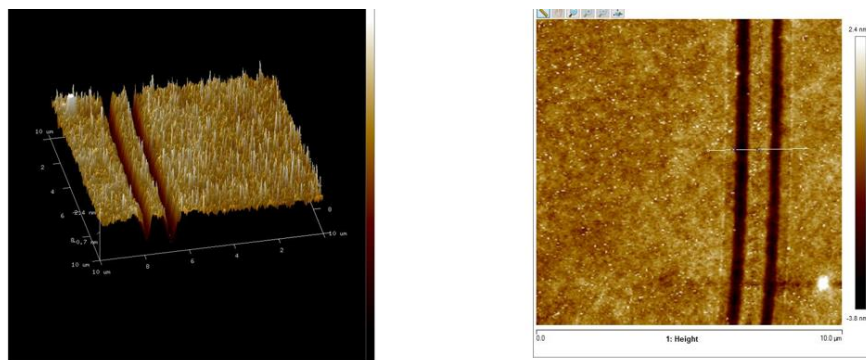


Figura 42. Trincheras de 500  $\mu\text{m}$  bajo el AFM

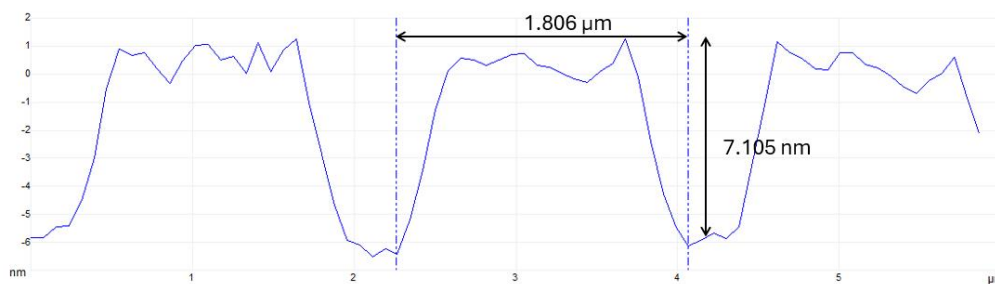
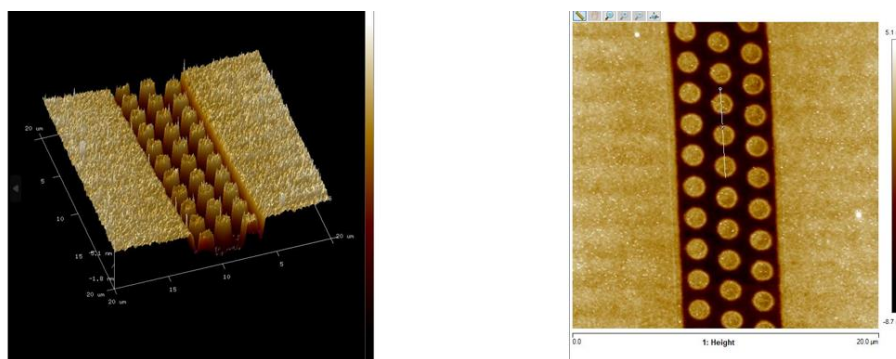


Figura 43. Pilares de 1.8  $\mu\text{m}$  bajo el AFM

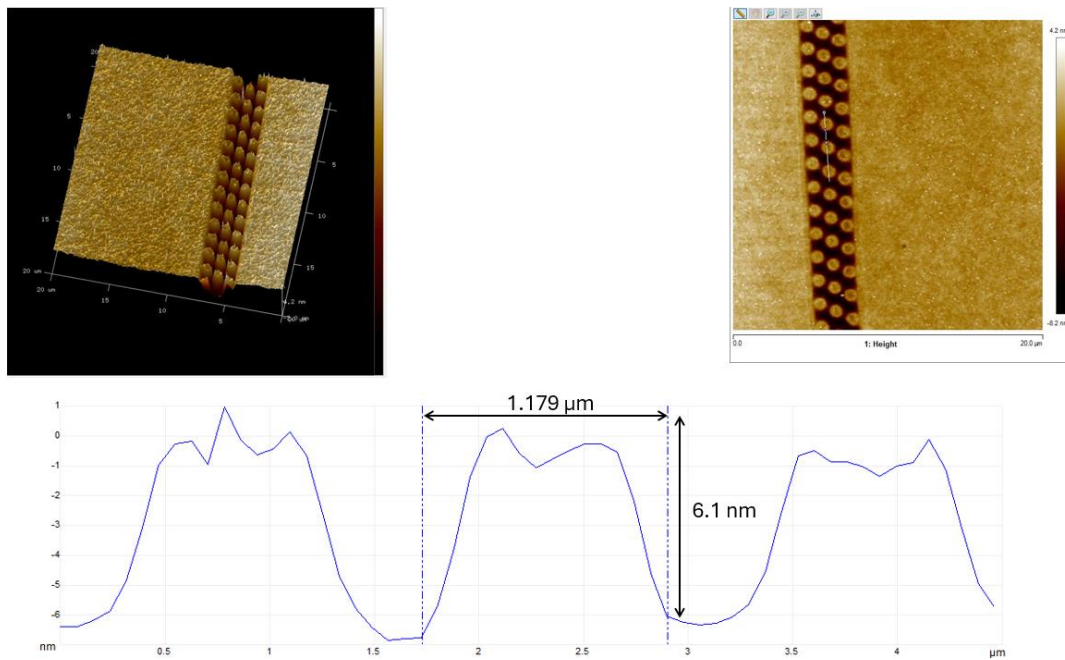


Figura 44. Pilares de 1.2 μm bajo el AFM

Se observa una topografía correcta en las estructuras impresas. Sin embargo, la profundidad máxima alcanzada es de poco más de 7 nm, un valor insuficiente para llevar a cabo el posterior proceso de *etching*. Esta limitación podría deberse a que la curación de la HSQ no se realizó de manera inmediata tras la impresión, si no 24 horas después, lo cual podría haber provocado un flujo del material y un deterioro en la fidelidad del patrón.

La curación de la HSQ se realiza mediante un tratamiento con plasma de oxígeno durante 30 minutos. Para comprobar esta hipótesis, se lleva a cabo una nueva impresión, esta vez realizando la curación de manera inmediata al finalizar el proceso de impresión.

Las primeras observaciones realizadas con microscopio óptico no muestran una definición clara en los patrones, posiblemente debido al desgaste del sello flexible, ya que se trataba de su quinto uso. Por esta razón, se procede a la fabricación de un nuevo sello.

Durante la fabricación de este nuevo sello, la resina se quedó adherida al máster, lo que provocó que quedara inutilizable. A pesar de realizar varias limpiezas con solución piraña y plasma de oxígeno, no fue posible recuperar el máster. Como consecuencia, se procedió a la fabricación de un nuevo máster. A partir de este, se fabrica un nuevo sello, cuyas imágenes pueden observarse a continuación. En este nuevo patrón, además del antiguo motivo, se ha incorporado una modificación: el negativo del patrón, de modo que las trincheras ahora se presentan como elevaciones o mesetas, al igual que los cuadrados. Sin embargo, en el caso de los agujeros, no se ha generado su negativo.

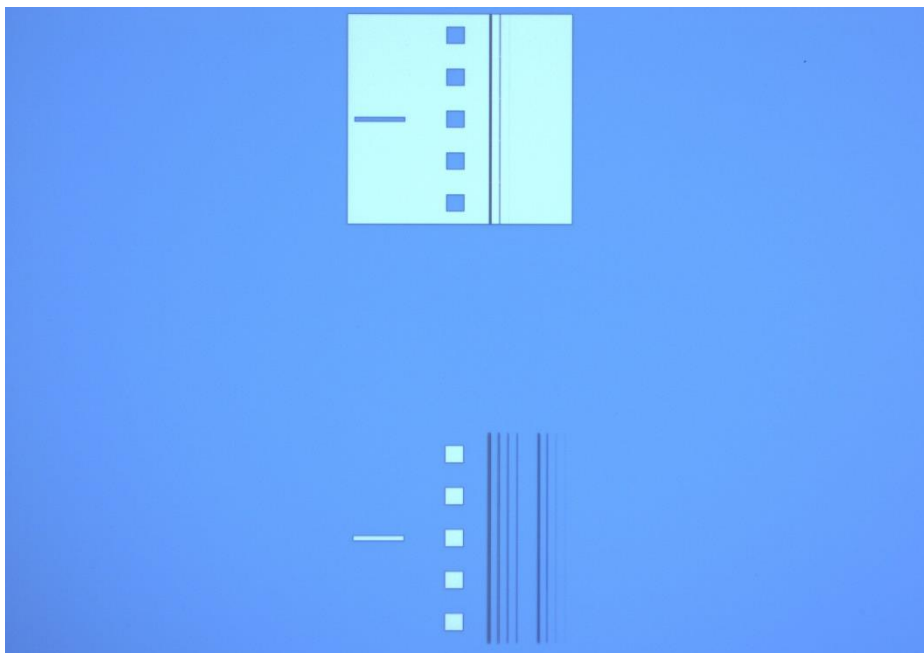
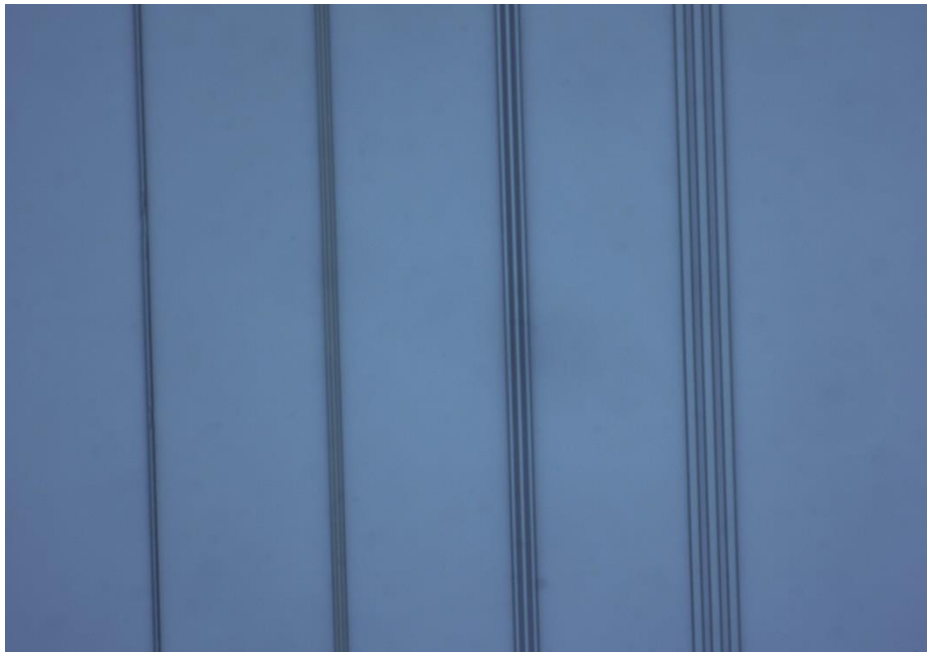


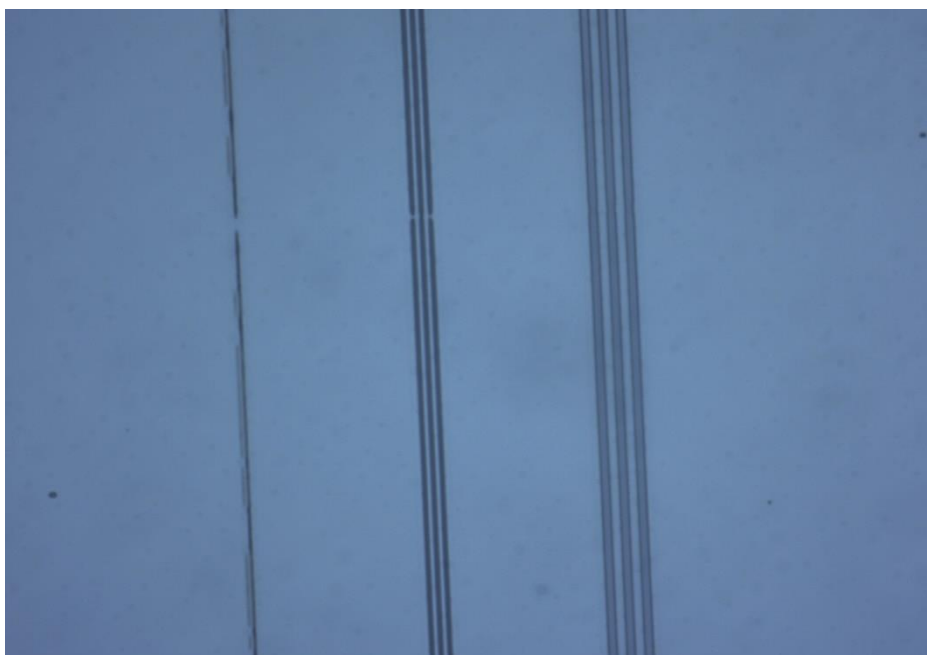
Figura 45. Imagen general del nuevo máster



Figura 46. Agujeros nuevo sello flexible



*Figura 47. Trincheras nuevo sello flexible*



*Figura 48. Trincheras negativas nuevo sello flexible*

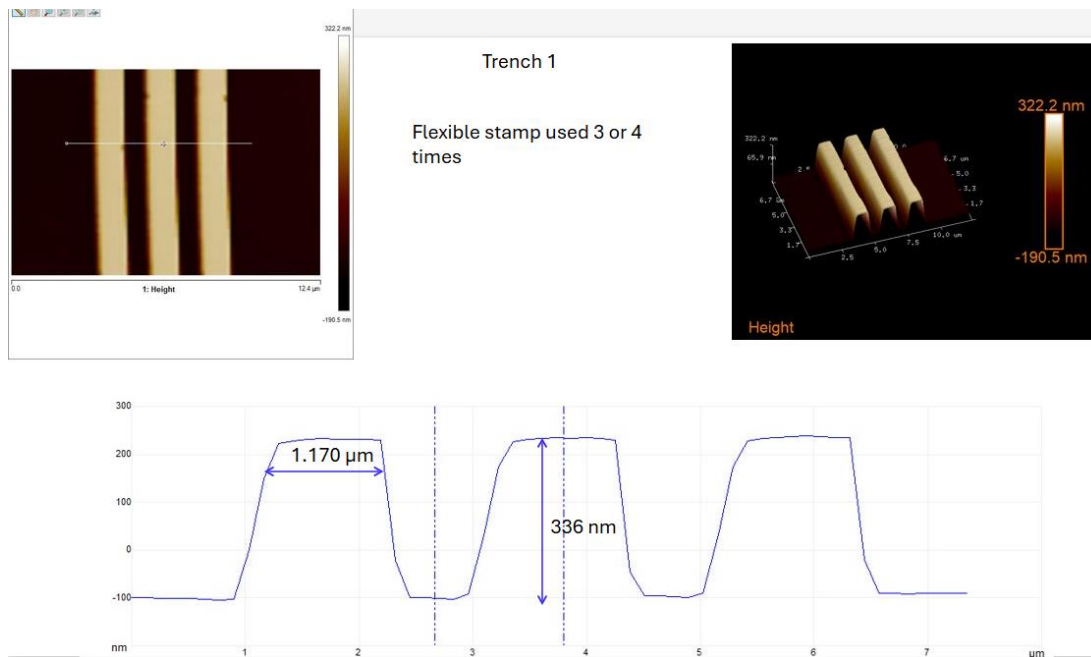


Figura 49. Imagen del sello descartado observado bajo AFM. Trincheras 1

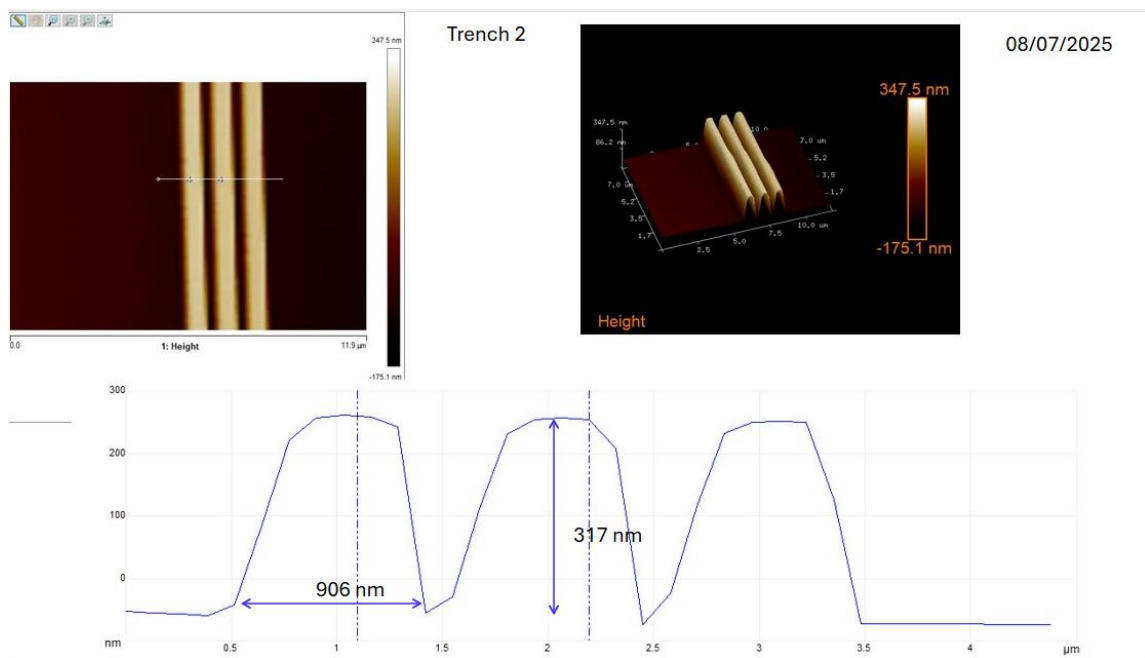


Figura 50. Imagen del sello descartado. Trincheras 2

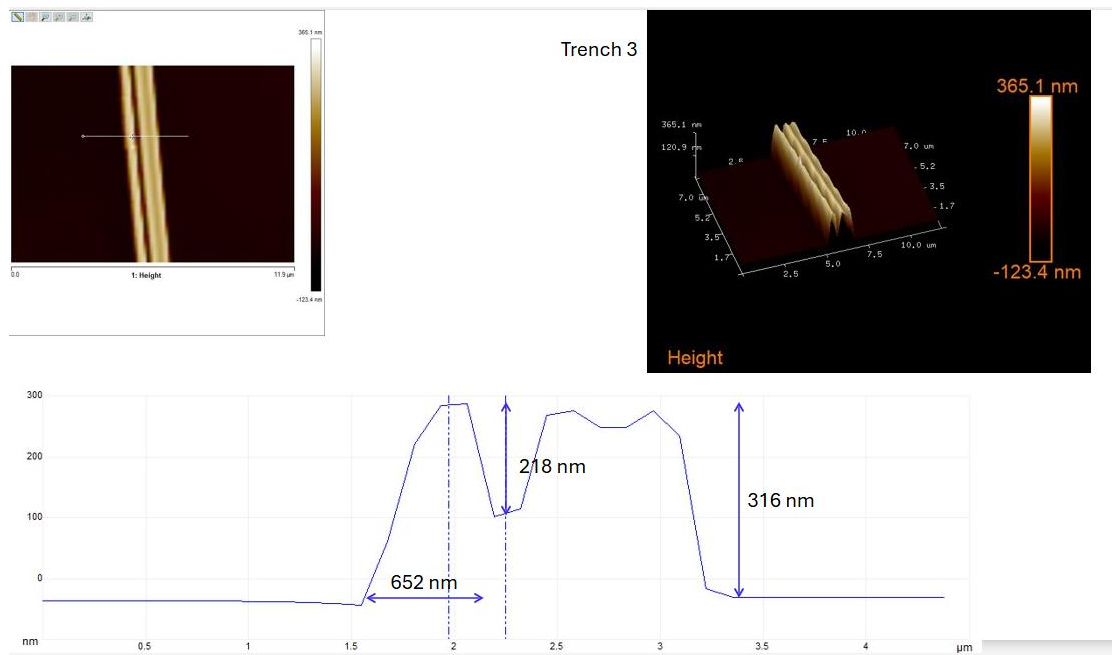


Figura 51. Imagen del sello descartado. Trincheras 3

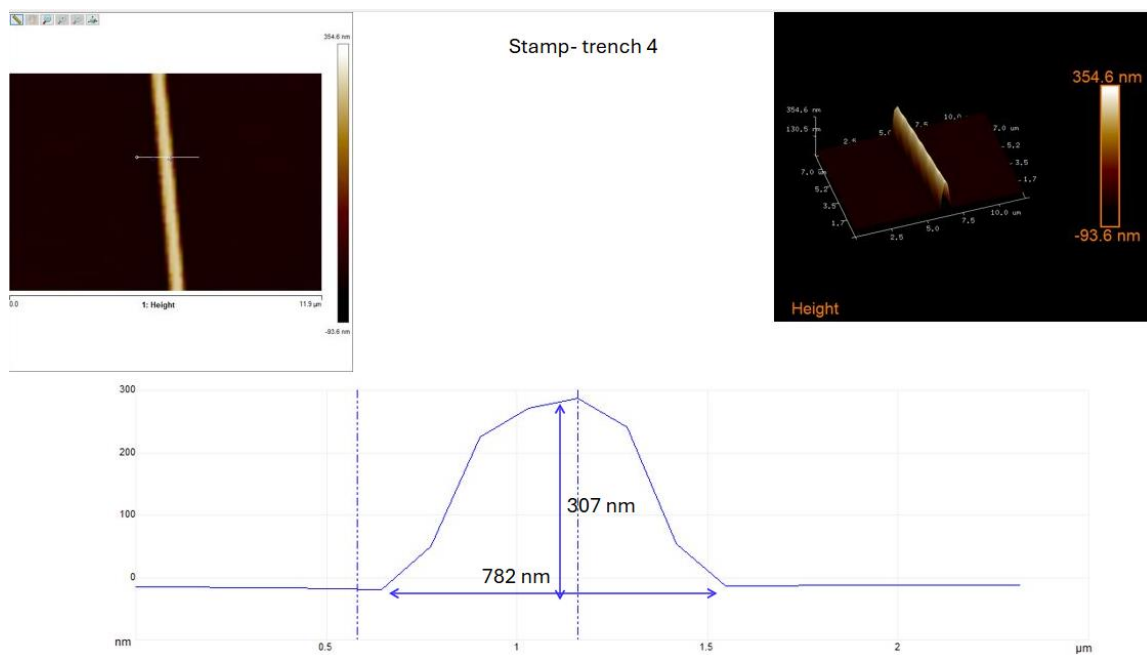


Figura 52. Imagen del sello descartado. Trincheras 4

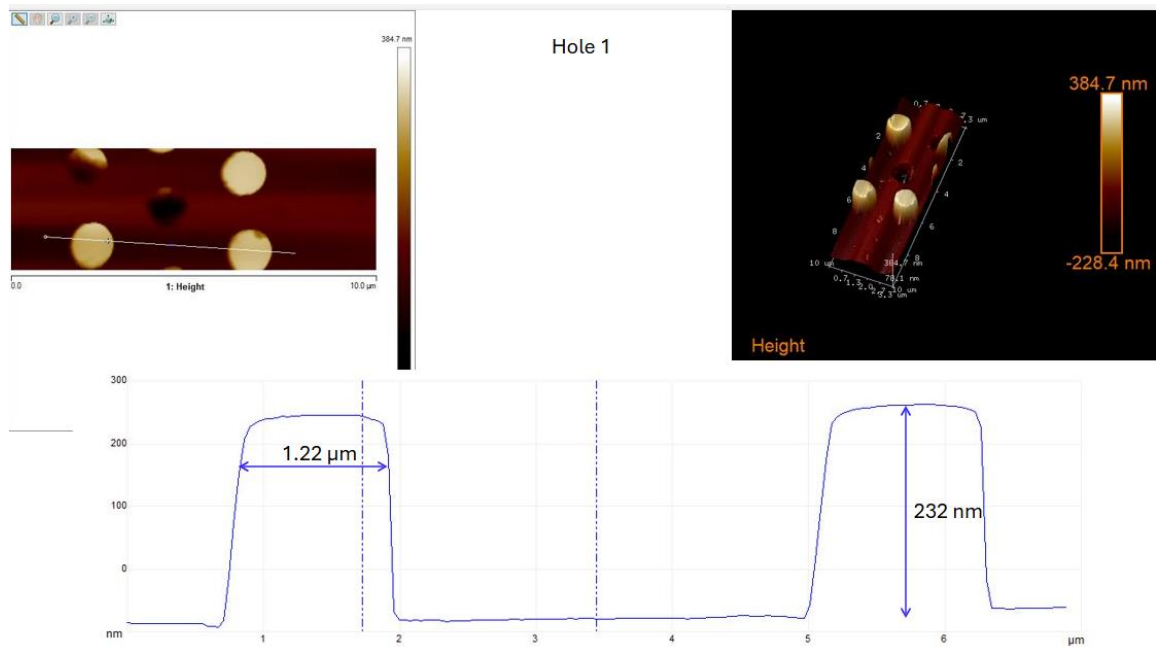


Figura 53. Imagen del sello descartado. Agujeros 1

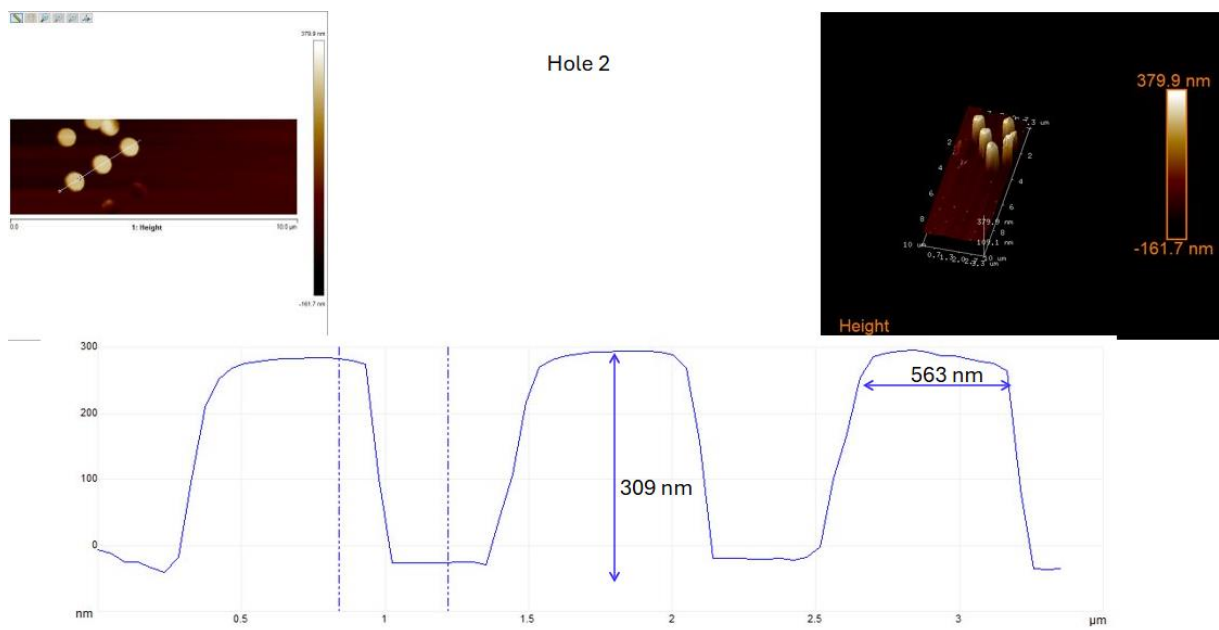


Figura 54. Imagen del sello descartado. Agujeros 2

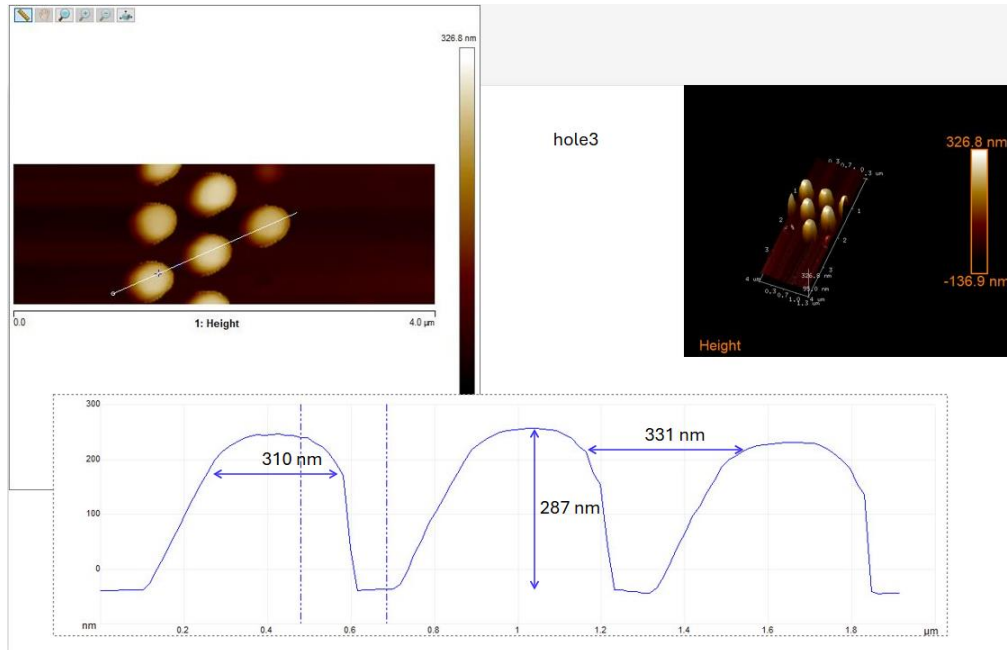


Figura 55. Imagen del sello descartado. Agujeros 3

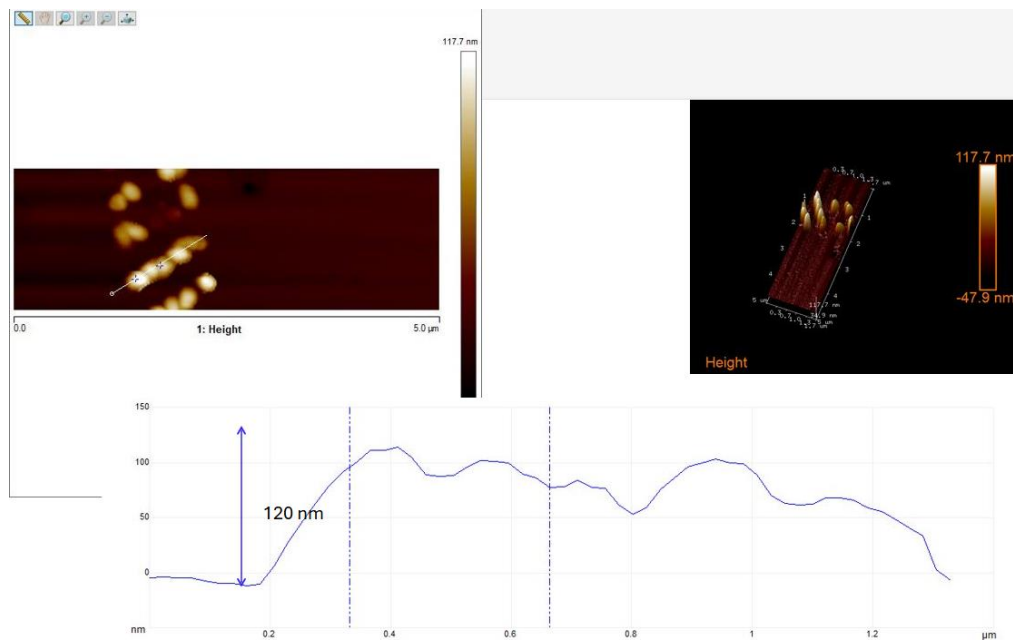


Figura 56. Imagen del sello descartado. Agujeros 4

En las imágenes obtenidas del sello descartado se observa que, a pesar de haber sido utilizado en múltiples ocasiones, las trincheras uno y dos, así como los agujeros uno, dos y tres conservan una buena definición. Además, se aprecia que la altura de la mayoría de las estructuras es superior o cercana a los 300 nm, lo que indica que han mantenido prácticamente la misma altura que las estructuras originales del máster.

Se realizan diversas pruebas con HSQ en concentraciones que varían entre el 2% y el 12%, pero en ningún caso los resultados son remotamente parecidos a los de la primera muestra analizada. En muchas de las muestras no se aprecian los patrones bajo el microscopio óptico en campo claro; solo en un par de ellas se observan con un contraste muy débil, indicando una profundidad de impresión muy reducida. En cambio, en la mayoría de las muestras si se puede apreciar el patrón bajo microscopio, pero en campo oscuro, lo que vuelve a indicar una profundidad muy leve, del orden de unos pocos nanómetros, completamente insuficiente para llevar a cabo un proceso de *etching* posterior.

Volviendo a revisar la literatura sobre impresiones con HSQ, se observa que, pese a ser un materia utilizado en procesos de bicapa y técnicas NIL, en todos los casos la presión aplicada durante la impresión es del orden de docenas de MPa. Este hecho explica de forma razonable por qué, en nuestro caso, no se logra replicar el patrón fielmente: la máquina empleada en este trabajo proporciona, como máximo, una fuerza del orden de 50N, lo que, aplicado sobre una oblea de 6 pulgadas, equivale a una presión inferior a 3000 Pa, muy alejada del orden de los MPa.

Por tanto, en este trabajo no se considera viable el uso de HSQ como capa superior en una configuración bicapa, principalmente debido a las limitaciones de presión del equipo de impresión utilizado. Adicionalmente, la necesidad de curado mediante plasma de oxígeno, propia de la HSQ, parece afectar negativamente a la calidad de los elementos impresos, probablemente debido a la contracción de la resina durante dicho proceso, tal como se ha podido observar a lo largo de las distintas pruebas realizadas.

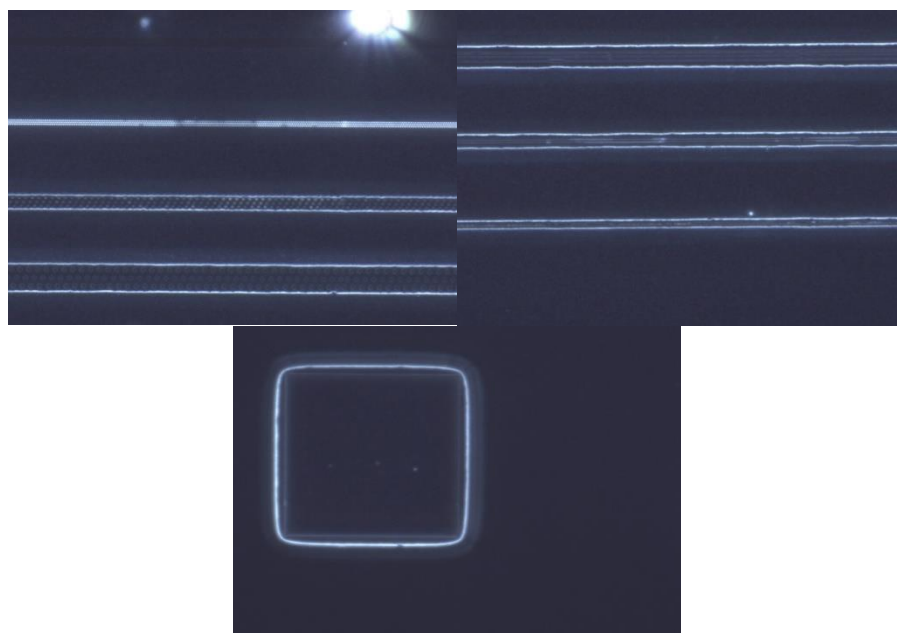


Figura 57. De izquierda a derecha y de arriba abajo. Agujeros, trincheras y cuadrado vistos en campo oscuro. Impresos sobre una capa de 135  $\mu\text{m}$  de HSQ al 12%, con una fuerza de 35N

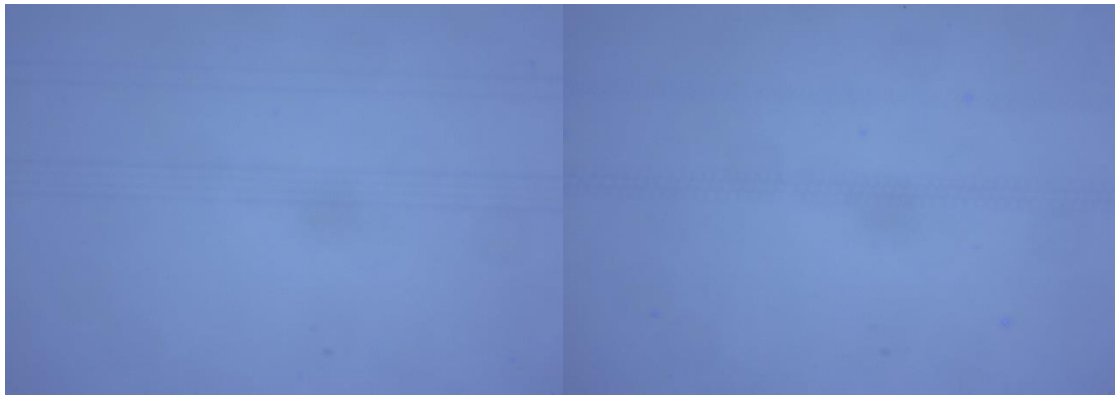


Figura 58. Agujeros y trincheras sobre una capa de 90 $\mu$ m de PMMA al 2%

### 5.1.2. PMMA

De igual modo se fabrica una muestra con PMMA, alcanzando un grosor de 90 nm mediante el uso de *spin-coater* a 2500 rpm. A diferencia de HSQ, el PMMA si requiere un horneado posterior, el cual se realiza a 150 °C durante 3 minutos. Tras finalizar la impresión, la muestra se analiza bajo microscopio óptico, pero no se logra identificar el patrón impreso. Este resultado es coherente, dado que el PMMA es una resina termoplástica comúnmente empleada en T-NIL o como capa inferior en procesos de bicapa en soft UV-NIL.

Debido a su naturaleza termoplástica, el PMMA necesita ser sometido a temperatura y presión para fluir correctamente; de lo contrario, permanecerá rígido. La temperatura de vitrificación del PMMA es de aproximadamente 105 °C, umbral a partir del cual el material se vuelve más dúctil. Por esta razón, en el proceso de impresión mediante soft UV-NIL, que se lleva a cabo a temperatura ambiente y baja presión (prácticamente atmosférica), no se consigue replicar el patrón.

### 5.1.3. LOR3A

La resina LOR (Lift-Off Resist) es un tipo de resina utilizada en procesos de *lift-off*. Similar al comportamiento de la PMMA en soft UV-NIL, LOR se emplea como capa inferior en configuraciones bicapa. El número que acompaña a su denominación, en este caso “3”, indica que, si se aplica la LOR bajo condiciones estándar definidas por el fabricante, se conseguirá un espesor de 300 nm. La letra que le sigue se refiere al tipo de *undercut* que genera.

Para su evaluación, se fabrica una muestra siguiendo el mismo procedimiento que en el caso del HSQ y el PMMA. La resina LOR se deposita con *spin-coater* nuevamente, alcanzando un espesor de 250 nm al aplicarse a 2500 rpm en el equipo. Posteriormente, se somete a un horneado de 180 °C durante 3 minutos para su curado. Sin embargo, al igual que con el PMMA, no se observa ninguna estructura sobre la superficie. Esto es coherente, ya que LOR está específicamente diseñada para procesos de *lift-off* y no como resina de impresión directa en soft UV-NIL.

## 5.2. Bicapas

### 5.2.1. NIL212 sobre LOR3A

Siguiendo la receta descrita en el capítulo anterior para la bicapa de NIL212 sobre LOR3A, se fabrica una estructura compuesta por una capa inferior de LOR3A de 250 nm y una capa superior de NIL-212 de 210 nm. Para verificar los espesores reales obtenidos tras el *spin-coating*, se emplea un reflectómetro que arroja unos valores de 211 nm para la NIL212 y 334 nm para la LOR3A. Aunque la capa inferior resulta algo más gruesa de lo previsto, esta desviación no supone ningún inconveniente para el proceso.

A continuación, se lleva a cabo la impresión del patrón sobre esta configuración bicapa. Los resultados obtenidos se analizan mediante AFM y microscopía electrónica de barrido (SEM), lo que permite comparar la consistencia de las mediciones entre ambas técnicas.

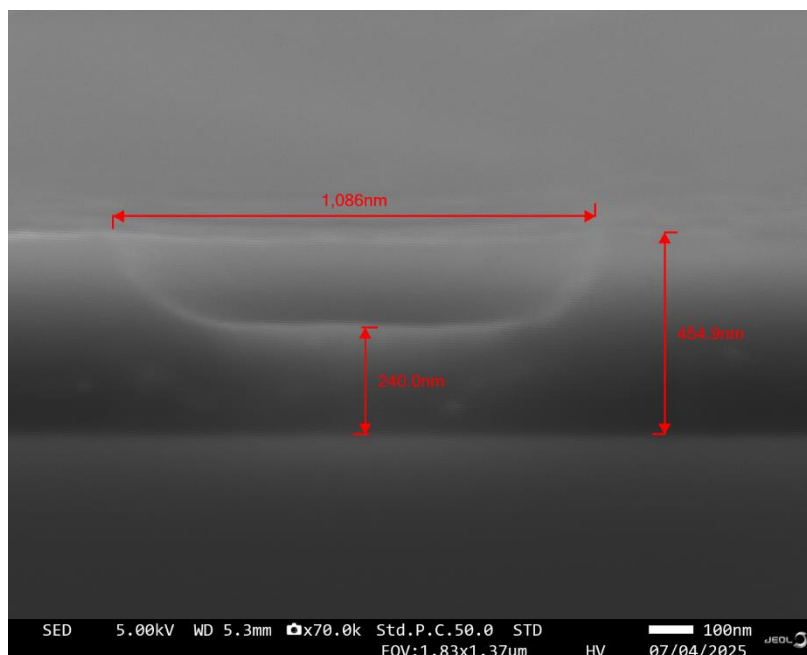


Figura 59. Agujeros 1 | Configuración LOR3A

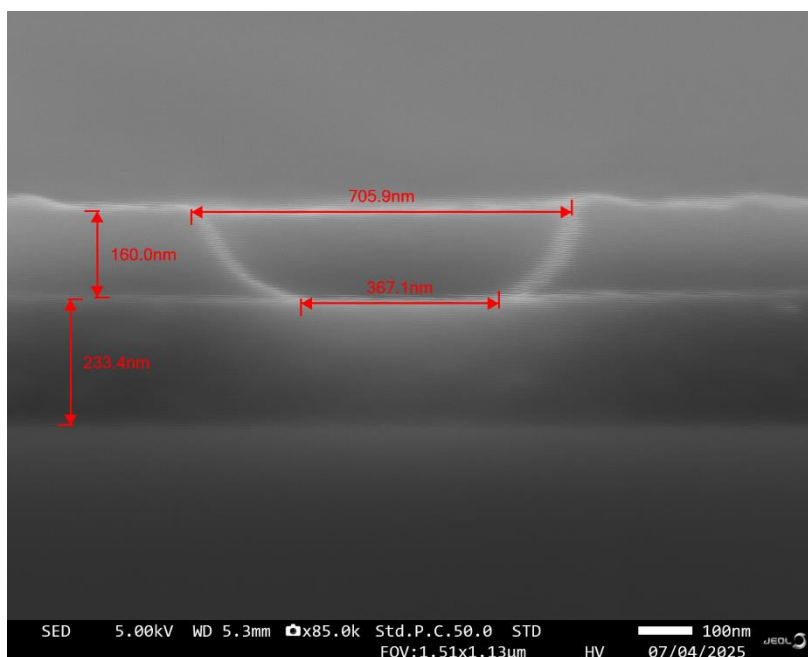


Figura 60. Agujeros 2 | Configuración LOR3A

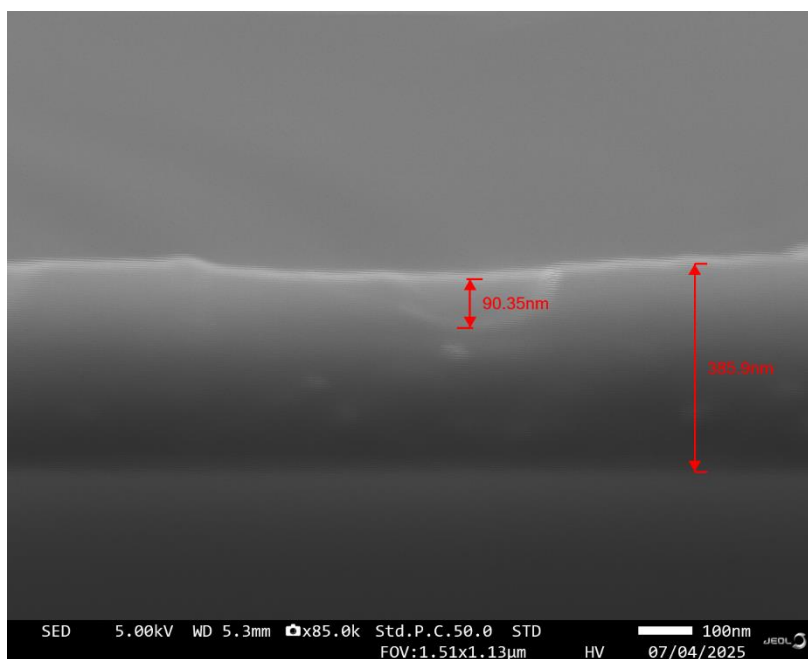


Figura 61. Agujeros 3 | Configuración LOR3A

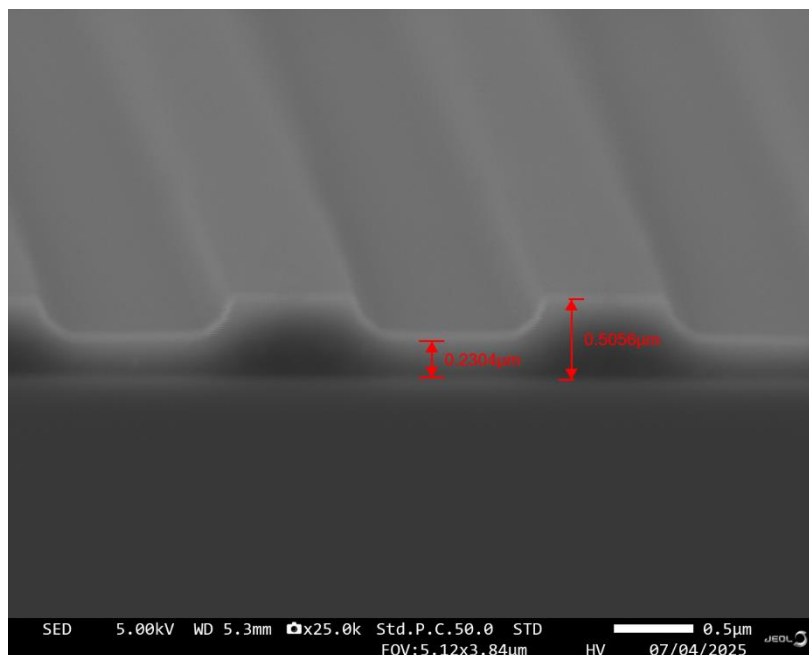


Figura 62. Trincheras 1 plano general | Configuración LOR3A

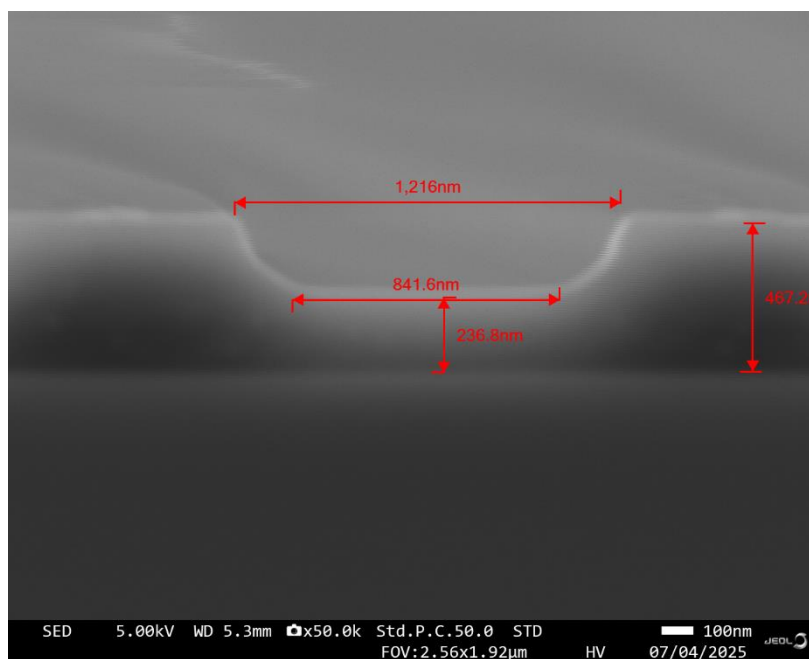


Figura 63. Trincheras 1 | Configuración LOR3A

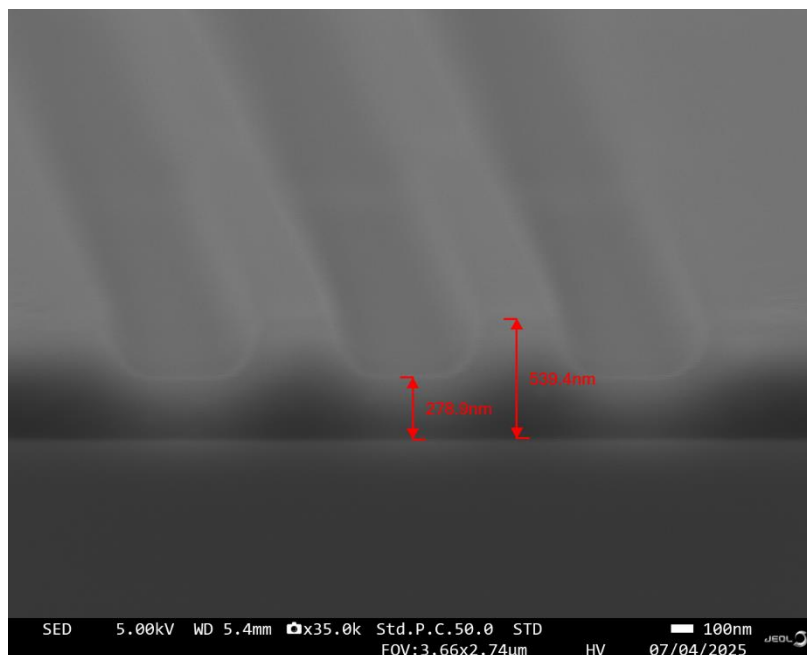


Figura 64. Trincheras 2 plano general | Configuración LOR3A

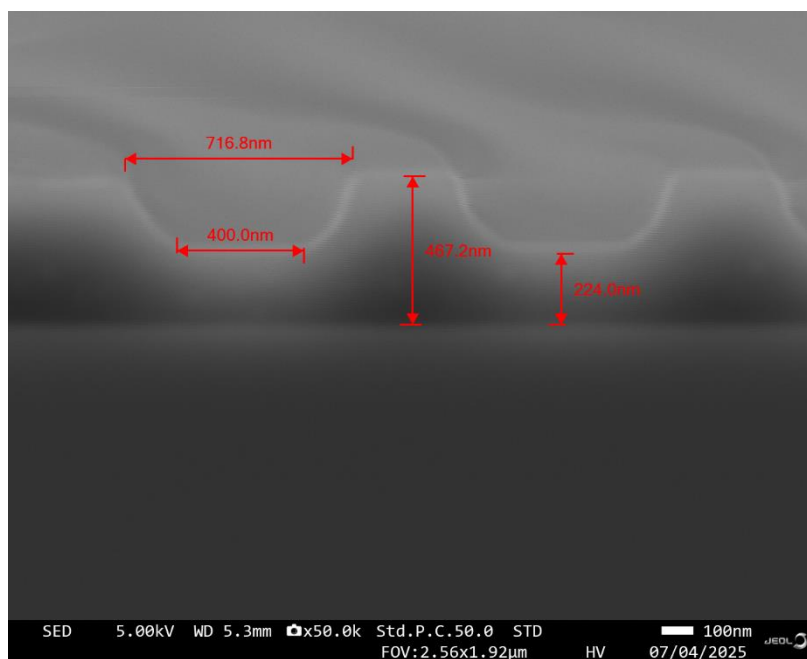


Figura 65. Trincheras 2 | Configuración LOR3A

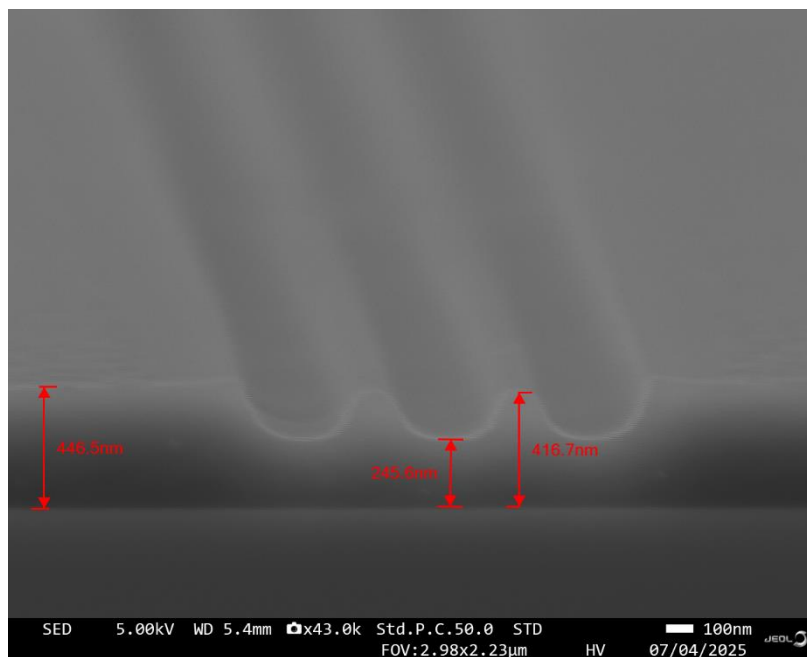


Figura 66. Trincheras 3 plano general | Configuración LOR3A

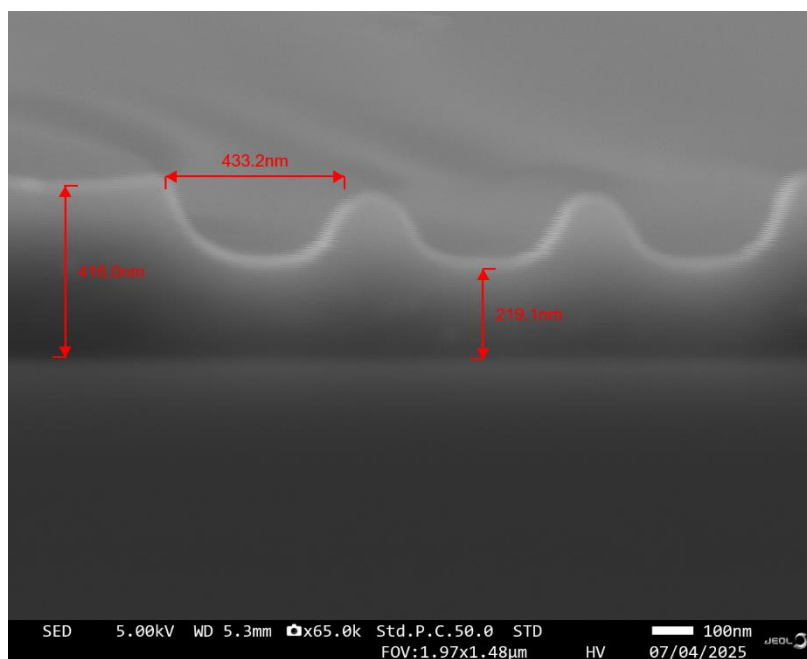


Figura 67. Trincheras 3 | Configuración LOR3A

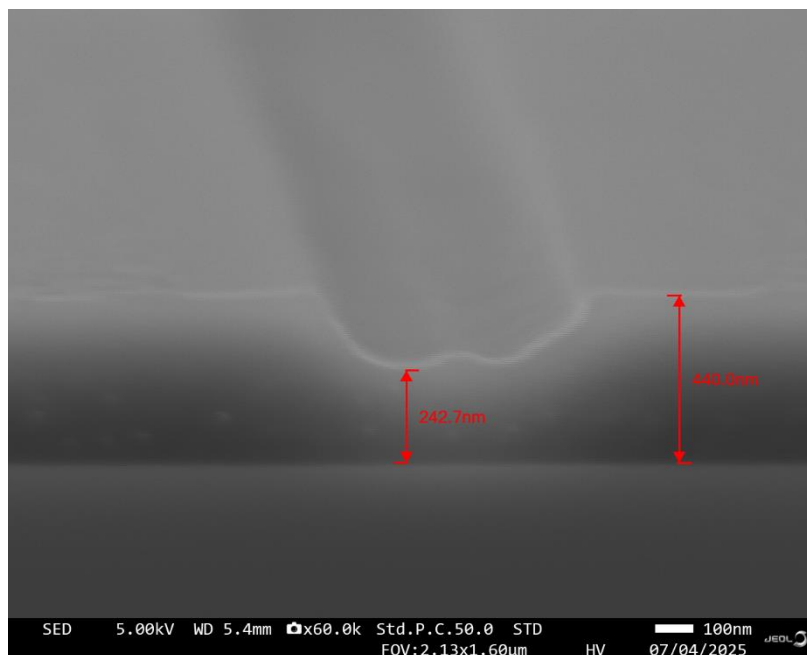


Figura 68. Trincheras 4 plano general | Configuración LOR3A

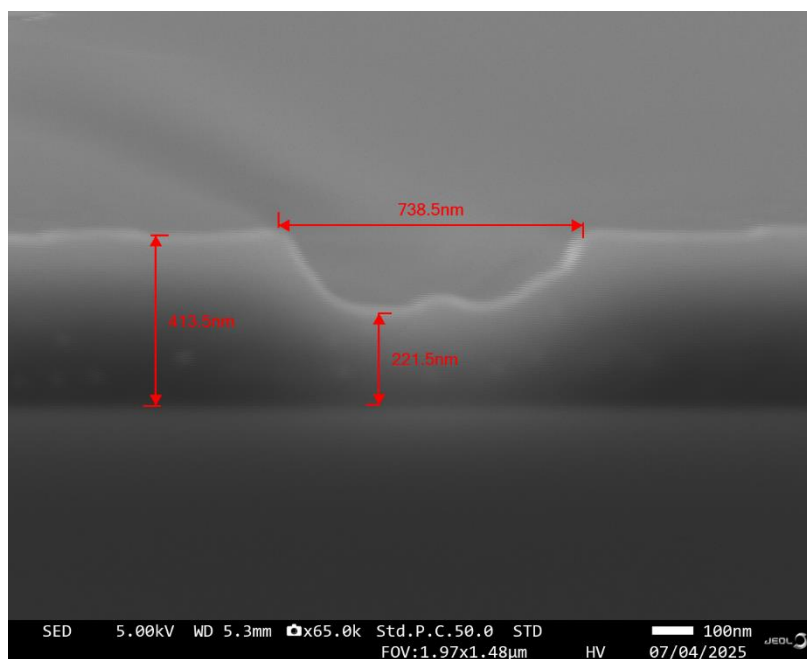


Figura 69. Trincheras 4 | Configuración LOR3A

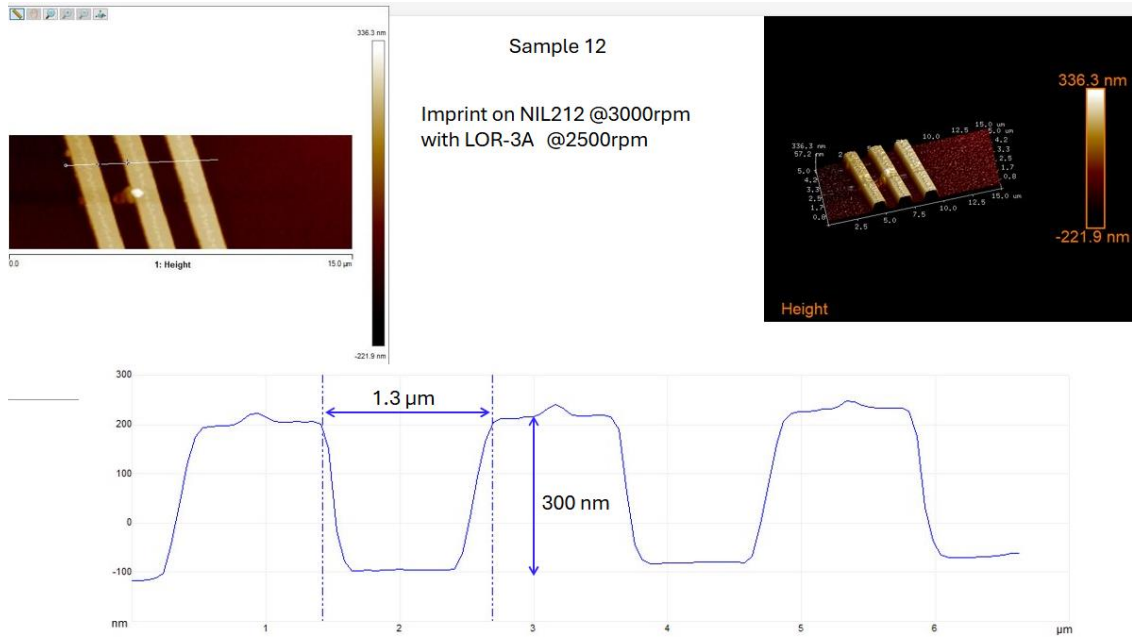


Figura 70. Trincheras 1 bajo AFM | Configuración LOR3A

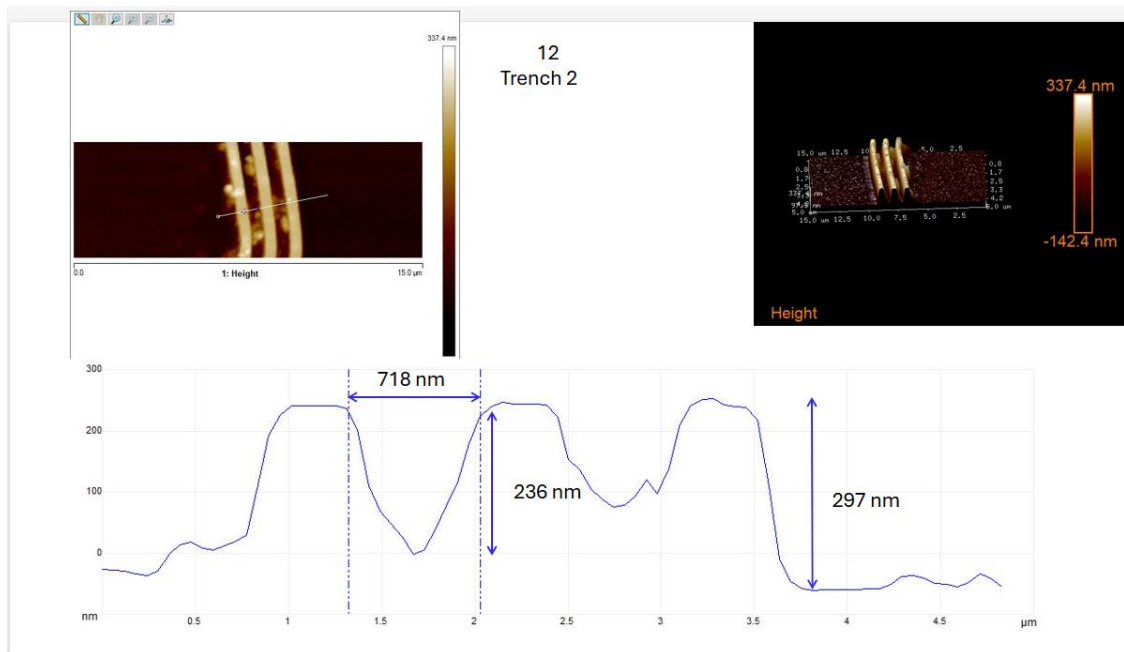


Figura 71. Trincheras 2 bajo AFM | Configuración LOR3A

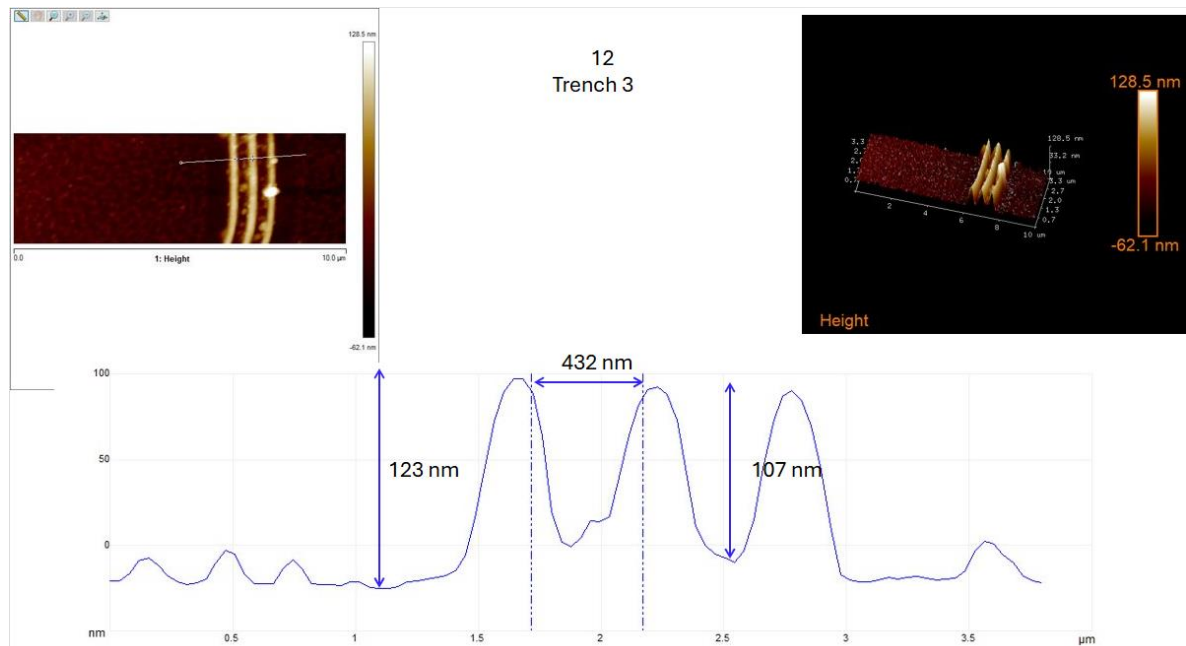


Figura 72. Trincheras 3 bajo AFM | Configuración LOR3A

En las imágenes comparativas de las trincheras entre el SEM y el AFM, se observa que la anchura de estas coincide de forma bastante precisa. En cuanto a su profundidad, aunque se aprecian ligeras diferencias entre ambas técnicas, los valores son similares. Con las profundidades medidas se puede afirmar que la impresión ha alcanzado la capa de PMMA, pese a que en las imágenes no se distingue con claridad la separación entre capas. Excepto en el caso de la trinchera tres, el resto presentan profundidades superiores a los 210 nm (grosor de la capa de NIL212), lo cual confirma que la impresión ha penetrado hasta la capa de LOR.

Otro fenómeno observable en las imágenes SEM es la reducción del grosor total de las capas de resina en zonas próximas a las estructuras impresas, recuperándose dicho grosor en áreas más alejadas. Esto sugiere que durante la impresión se produce una compresión de las capas de resina. Teóricamente, la suma del grosor de ambas capas debería ser aproximadamente 540 nm, sin embargo, en la mayoría de los casos se observa un espesor total entre 400 nm y los 500 nm, e incluso en algunos casos por debajo de 400 nm.

Entrando más en detalle sobre la resolución, vemos que esta técnica tiene buenas resoluciones para los patrones más grandes, teniendo dificultades con los más pequeños, como es lógico. Si se observan las trincheras se puede notar que las tres primeras están bastante correctas, pese a que el tamaño de las paredes internas que separan las tres trincheras va disminuyendo en grosor y deformándose cuanto más pequeñas son las trincheras. Hasta el caso extremo de las trincheras más pequeñas donde únicamente se aprecia una trinchera grande con una ligera pared en su parte central. Pensamos que la resolución de las trincheras si puede ser mejorada, siempre y cuando en lugar de tener tres trincheras paralelas como es el caso, se tenga una sola aislada.

En el caso de los agujeros se observa un comportamiento similar al descrito con las trincheras: los dos primeros presentan buena forma y definición, mientras que el tercero muestra una calidad notablemente inferior, con menor profundidad y una deformación apreciable. Cabe destacar los agujeros de menor tamaño no se observan, ya que no han llegado a imprimirse. Esto se debe a que, en el sello utilizado, estos agujeros ya presentaban una baja calidad de definición, como puede observarse en la figura 56. Sin embargo, en otros sellos fabricados y utilizados, siguiendo los mismos pasos, sí se logra la impresión de dichos agujeros, lo que evidencia un problema de reproducibilidad en el proceso de fabricación de los sellos.

A pesar de obtener buenos resultados en las estructuras de mayor tamaño, se decide no continuar con el proceso de *etching* en esta configuración. Esto se debe a que la selectividad obtenida es de 0,78, lo que implica que la resina NIL-212 se ataca más rápidamente que la capa inferior de LOR3A. Esta situación no es ideal, ya que lo deseable es que la capa superior, en contacto directo con el plasma, sea la más resistente al ataque.

Además, al observar las imágenes del SEM, se aprecia que las estructuras presentan perfiles con pendiente positiva. Este tipo de geometría no es favorable para procesos de *etching* anisotrópico, ya que complica la formación del deseado. La inclinación de los flancos, junto con la baja selectividad anteriormente comentada, refuerza la decisión de no continuar con el proceso de *etching* en esta configuración.

### 5.2.2. NIL212 sobre PMMA

De igual modo que con la configuración con LOR3A, se sigue la receta descrita en el capítulo anterior, aunque con una ligera variación. En esta ocasión, se deposita la PMMA a 5000 rpm, lo que da lugar a una capa de aproximadamente 60 nm de espesor. Sobre esta se deposita nuevamente una capa de NIL-212 de 210 nm, medida también mediante reflectometría.

La muestra es analizada en este caso únicamente mediante SEM, obteniéndose las siguientes imágenes.

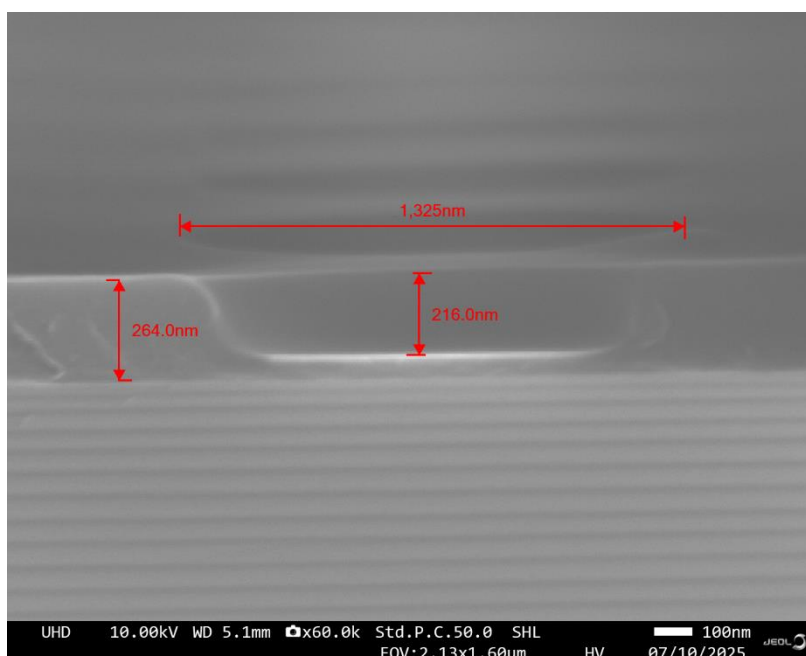


Figura 73. Agujeros 1 | Configuración PMMA

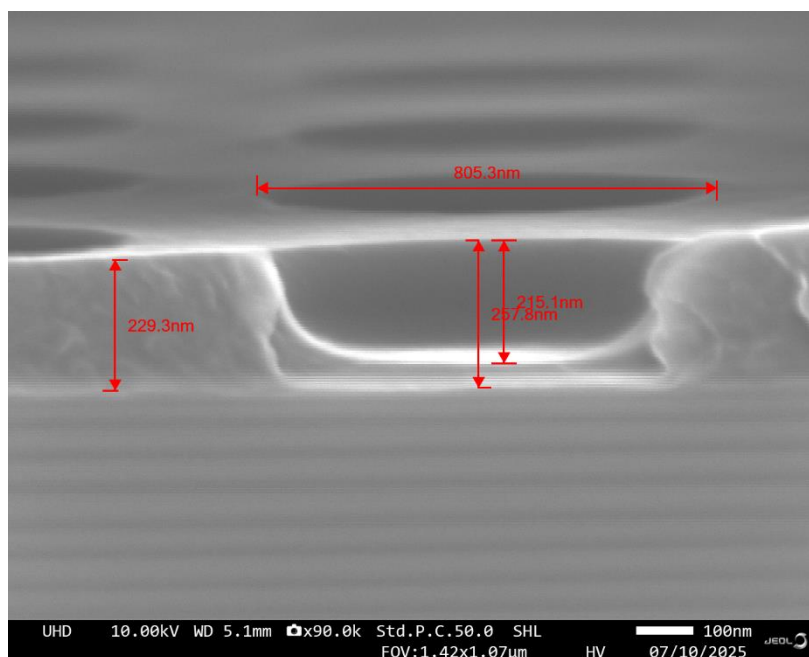


Figura 74. Agujeros 2 | Configuración PMMA

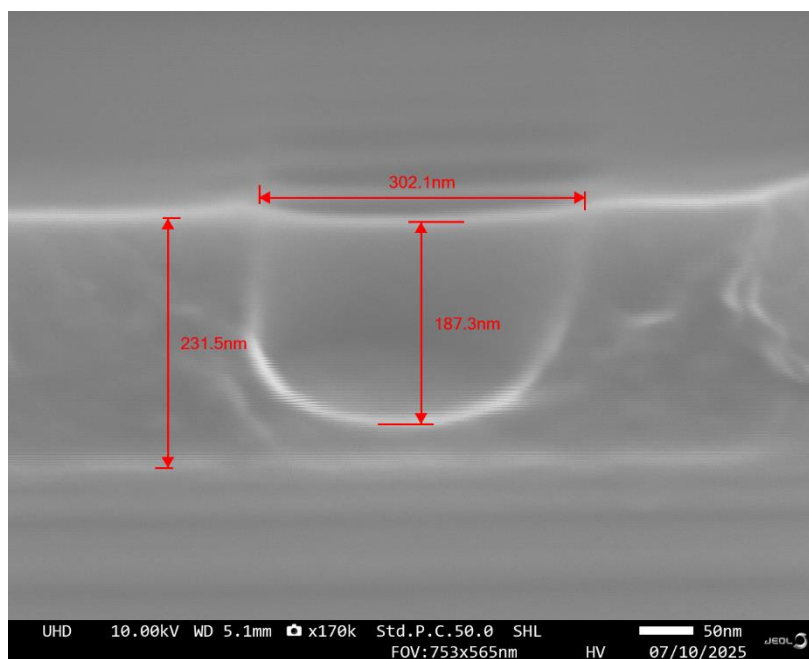


Figura 75. Agujeros 3 | Configuración PMMA

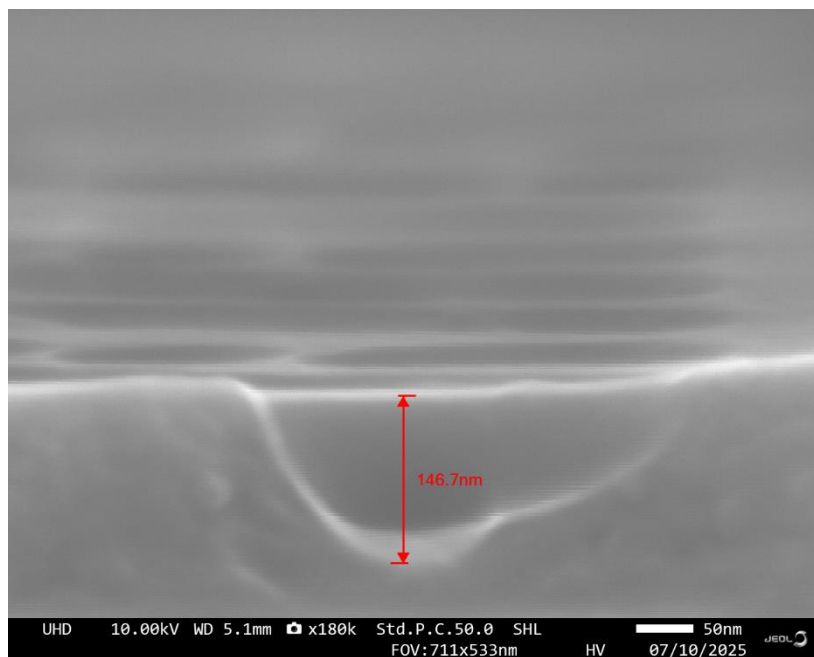


Figura 76. Agujeros 4 | Configuración PMMA

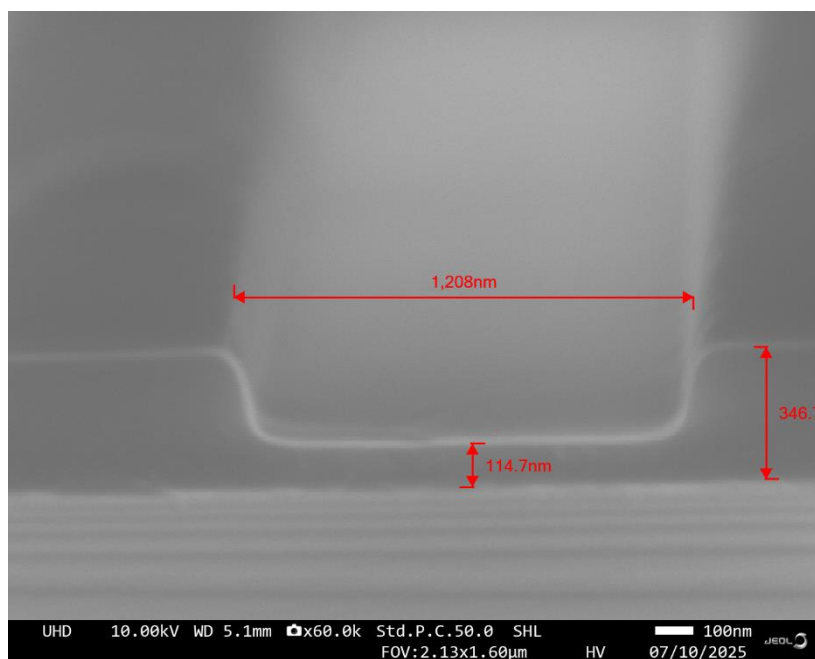


Figura 77. Trincheras 1 | Configuración PMMA

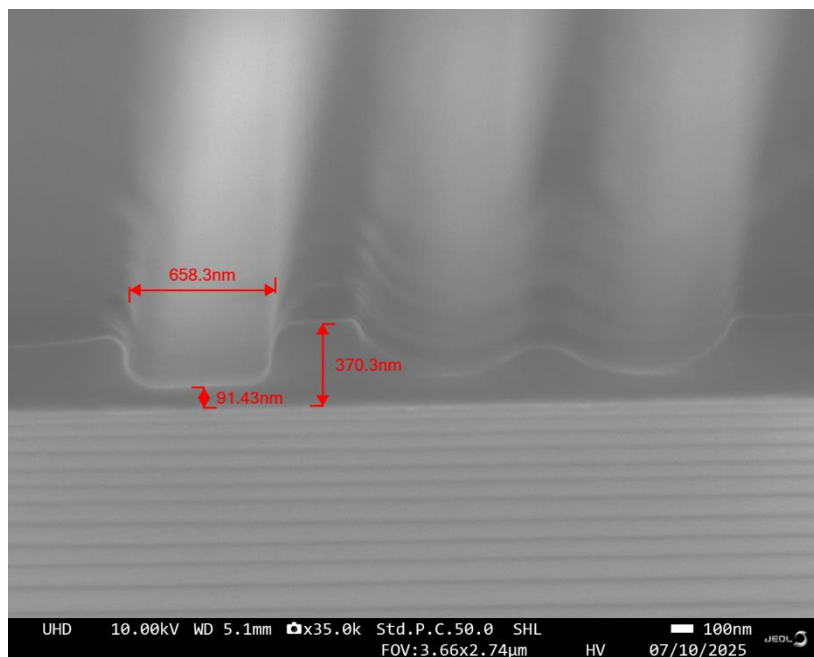


Figura 78. Trincheras 2 | Configuración PMMA

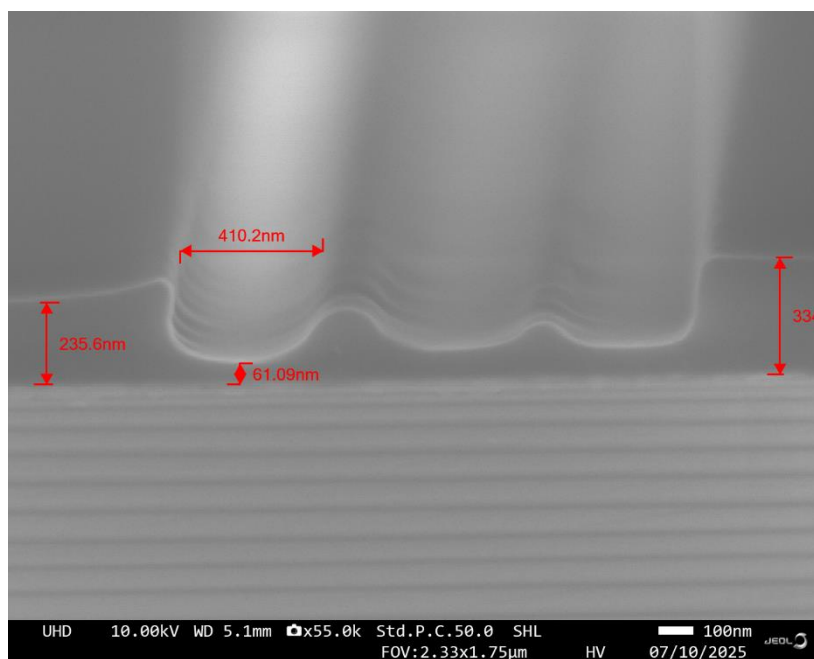


Figura 79. Trincheras 3 | Configuración PMMA

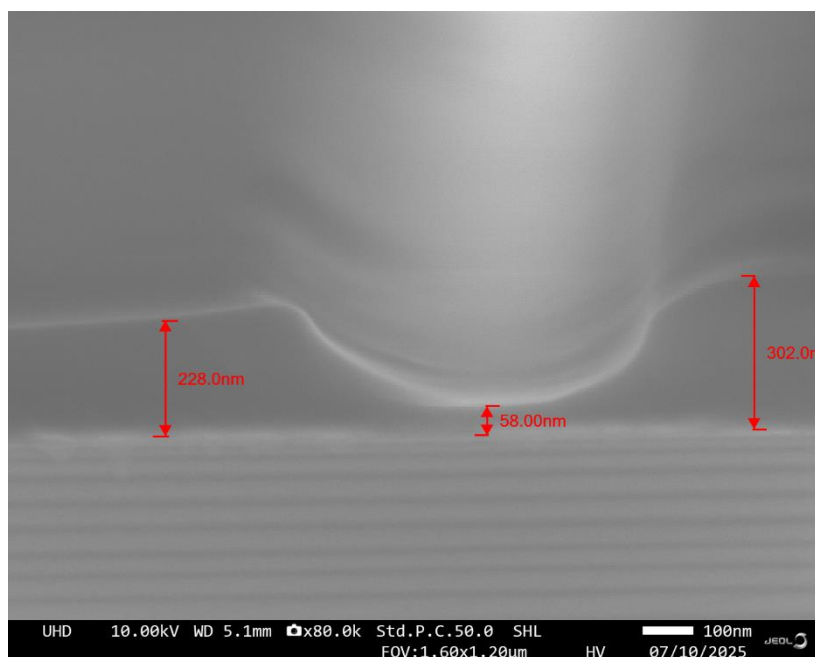


Figura 80. Trincheras 4 | Configuración PMMA

En esta configuración bicapa se observa una mejora en la definición de los agujeros respecto a la configuración anterior. Esto puede apreciarse especialmente en los agujeros 3, y, dado que en este caso se ha utilizado un sello distinto, — ya que el anterior quedó inutilizado —, incluso es posible distinguir los agujeros de menor tamaño, aunque estos presentan una deformación notable.

A pesar de que los agujeros muestran mejores resultados que en la configuración con LOR3A, no ocurre lo mismo con las trincheras. Exceptuando la trinchera 1 — donde se aprecia un menor pie de resina y un perfil, aunque positivo, más vertical que su contraparte con LOR3A —, el resto presentan peores resultados. Las paredes internas que separan las trincheras aparecen deformadas, mientras que las paredes externas conservan en mayor medida la verticalidad de su perfil y la forma del patrón original.

Aun con estas limitaciones, esta configuración se considera la más favorable para llevar a cabo un proceso de *etching* adecuado, seguido de la deposición de metal y el *lift-off*, ya que ofrece un mejor equilibrio entre definición de patrones y geometría del perfil, además de tener una selectividad mayor.

En lo que respecta a la profundidad, y comparando las imágenes obtenidas con las mediciones realizadas y los espesores determinados mediante reflectometría, se puede afirmar que la impresión ha alcanzado la capa inferior, en este caso PMMA. Este resultado es favorable, ya que facilitará el posterior proceso de *etching*.

#### 5.2.2.1. Etching, deposito y *lift-off*

Inicialmente se utiliza la muestra analizada en SEM para realizar el *etching*, este se realiza con el equipo STS Multiplex ICP AOE System, un equipo de grabado por plasma acoplado inductivamente (ICP), diseñado para un grabado anisotrópico.



Figura 81. STS Multiplex ICP AOE System

La receta seguida es la citada en el capítulo anterior, la cual consiste en un plasma de oxígeno con una duración de 30 segundos. Siguiendo estos tiempos se obtienen los siguientes resultados:

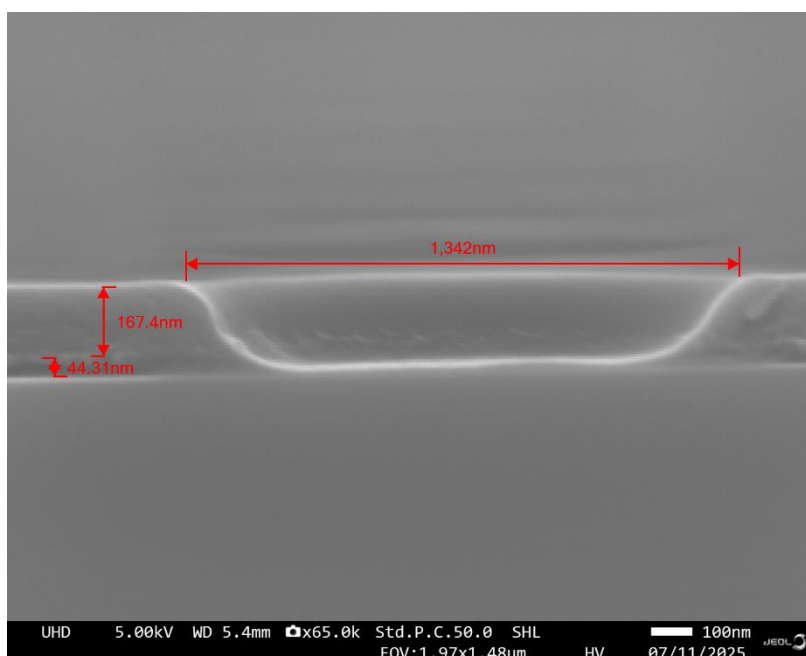


Figura 82. Agujeros 1 | 30 s etching

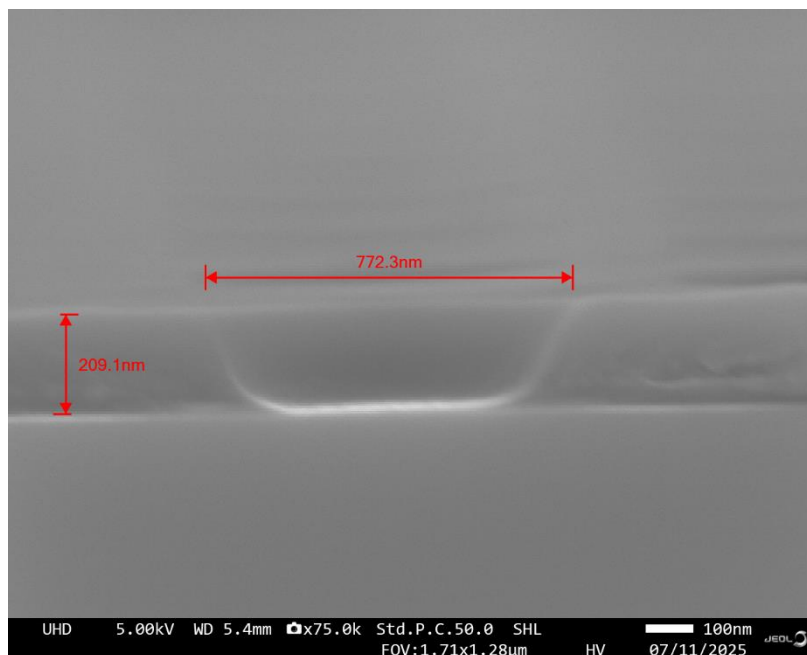


Figura 83. Agujeros 2 | 30 s etching

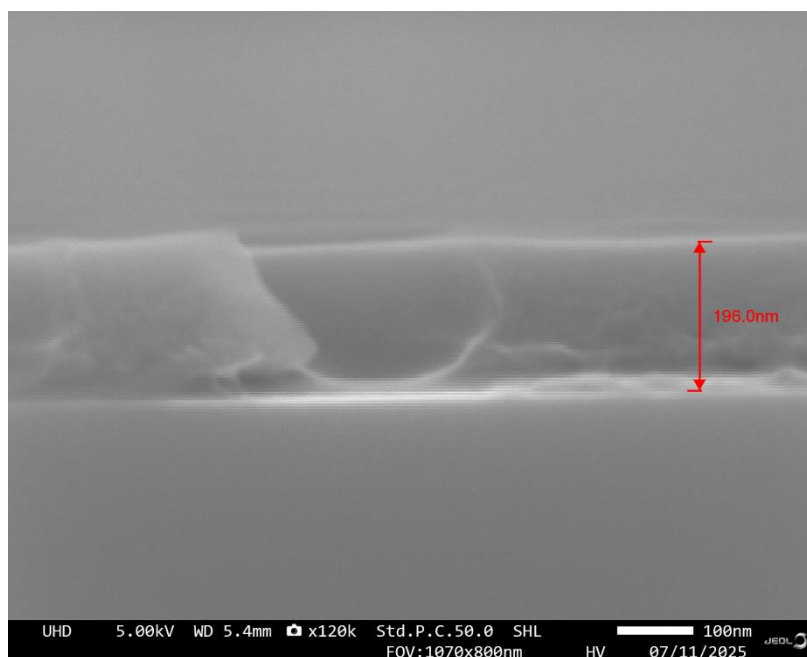


Figura 84. Agujeros 3 | 30 s etching

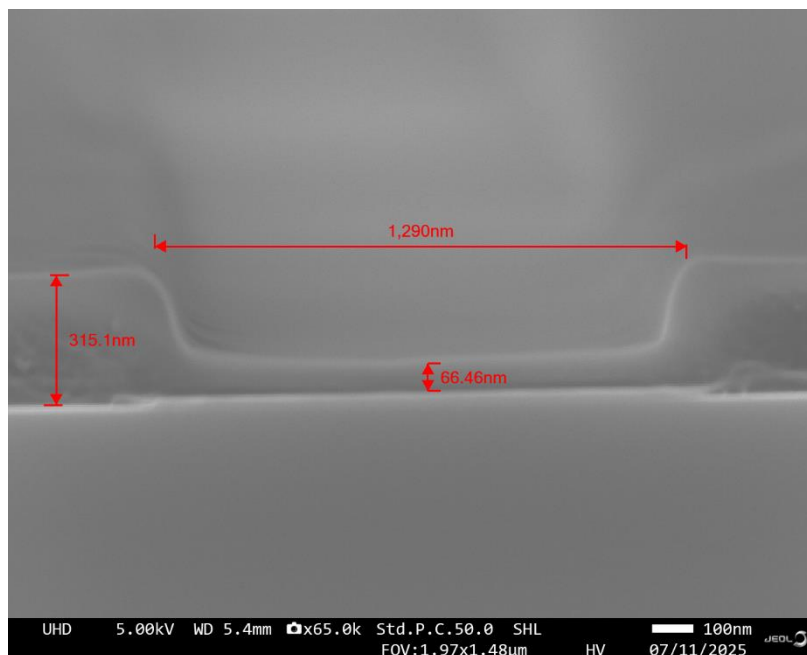


Figura 85. Trincheras 1 | 30 s etching

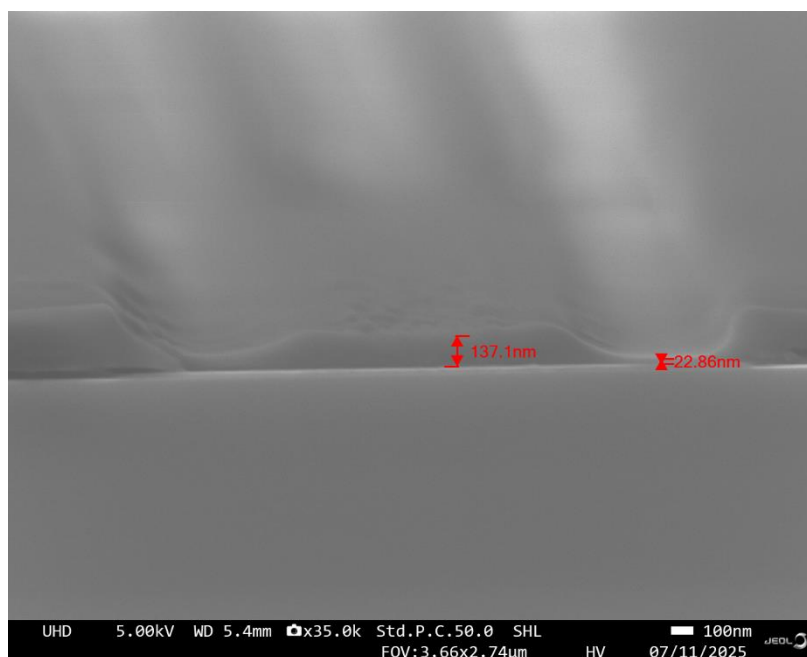


Figura 86. Trincheras 2 | 30 s etching

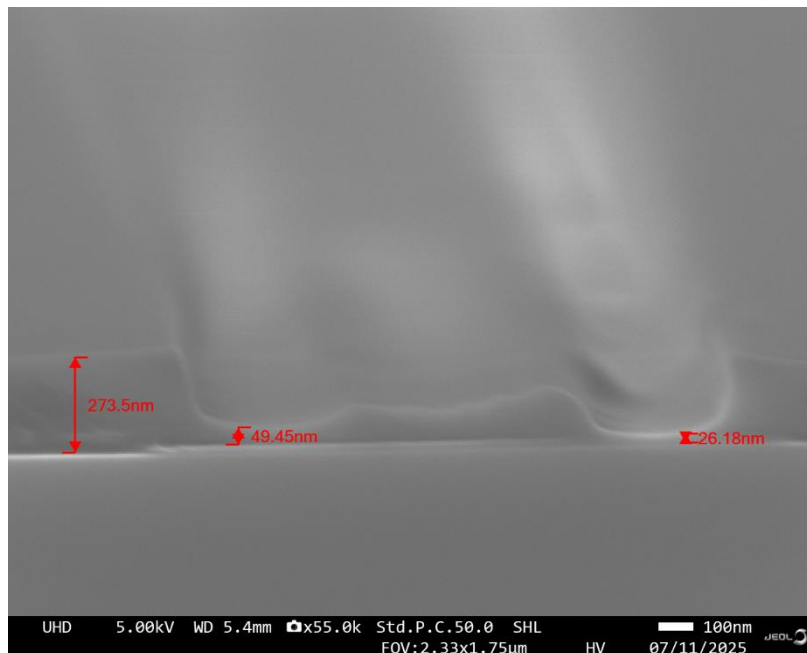


Figura 87. Trincheras 3 | 30 s etching

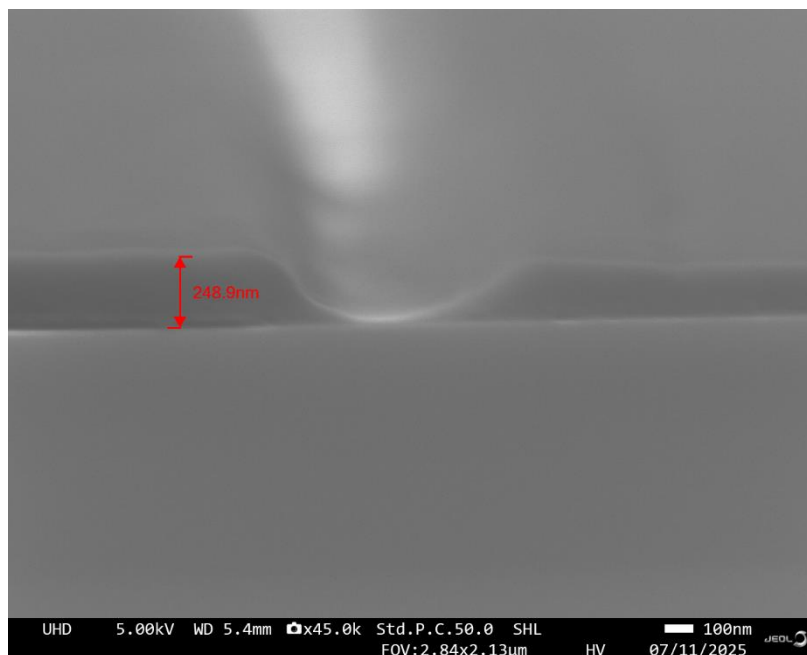


Figura 88. Trincheras 4 | 30 s etching

Se observa el resultado de aplicar un tiempo de *etching* de 30 segundos. Comenzando por los agujeros, se aprecia en los agujeros 1 y 2 el proceso de grabado ha conseguido llegar hasta el silicio. No obstante, no se ha generado el *undercut*, como era de esperar, debido al perfil con pendiente positiva, el cual, como se ha comentado previamente, dificulta este tipo de ataque. En cuanto a la anchura de los patrones, se mantiene prácticamente inalterada respecto a las dimensiones previas al grabado.

En lo que respecta a las trincheras, los resultados son peores: No solo no se ha generado el *undercut*, si no que el ataque no ha logrado eliminar completamente la capa de PMMA, quedando

un pie de resina de algunas docenas de nanómetros. Aunque los patrones han conservado su forma general sin sufrir grandes deformaciones, las trincheras, especialmente aquellas cuya definición ya era deficiente antes del *etching*, muestran ahora mayores deformaciones y menor definición en comparación con los agujeros.

Según las mediciones de elipsometría realizadas tras el proceso, la capa de NIL-212 se ha reducido de 210 nm a 135 nm, mientras que la capa de PMMA se ha mantenido prácticamente constante, entorno a los 65 nm. Este comportamiento es coherente, dado que la PMMA se encuentra protegida por la capa superior de NIL-212 durante el ataque.

Estos resultados indican claramente que el tiempo de ataque ha sido insuficiente para lograr una apertura completa de las estructuras. Por motivos del equipo utilizado los primeros 5-10 segundos del proceso, el plasma no está plenamente activo, por lo que, a efectos prácticos, el tiempo de grabado efectivo es menor.

Por ello, se lleva a cabo un segundo proceso de ataque sobre otra muestra proveniente de la misma tanda de impresión. Este nuevo ataque utiliza la misma configuración de oxígeno y flujo de gas, pero se incrementa el tiempo total a 1 minuto.

A continuación, se detallan los resultados obtenidos tras un tiempo de *etching* de 1 minuto. En este caso, se analiza el proceso completo, que incluye tanto el ataque como la posterior deposición metálica y el *lift-off*.

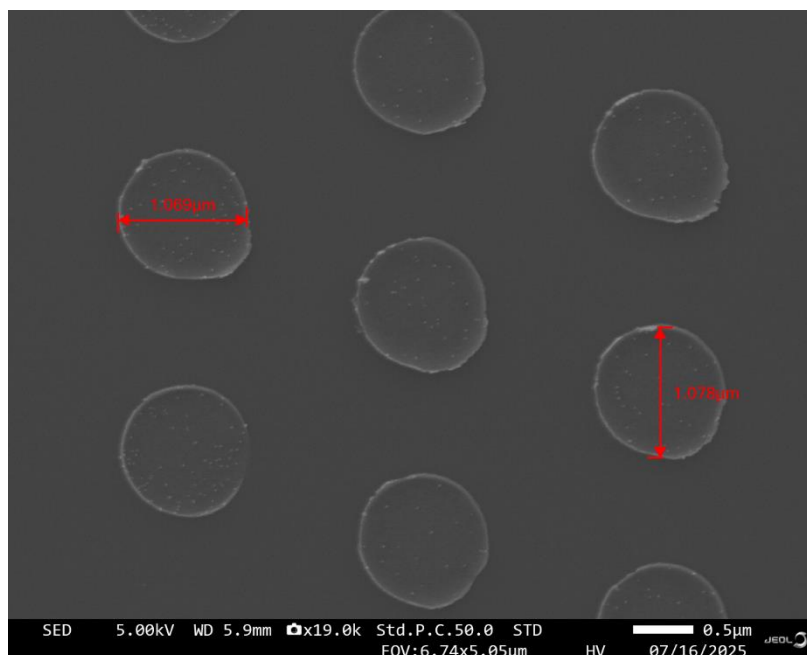


Figura 89. Agujeros 1 | Después del *lift-off*

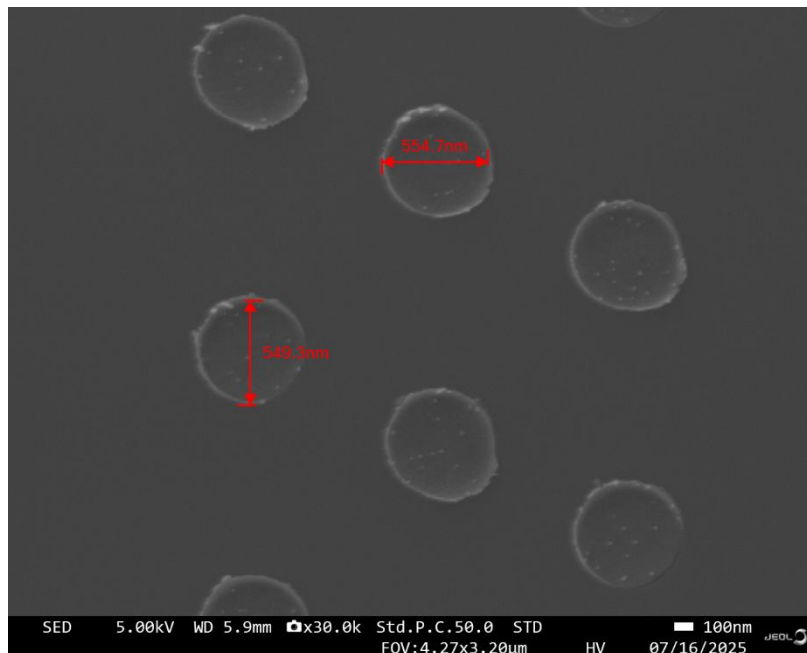


Figura 90. Agujeros 2 | Después del lift-off

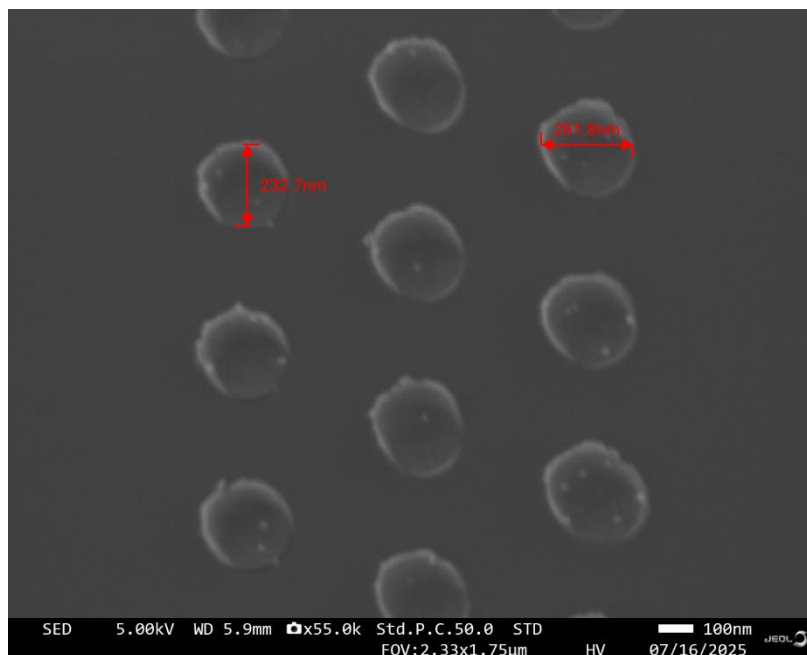


Figura 91. Agujeros 3 | Después del lift-off

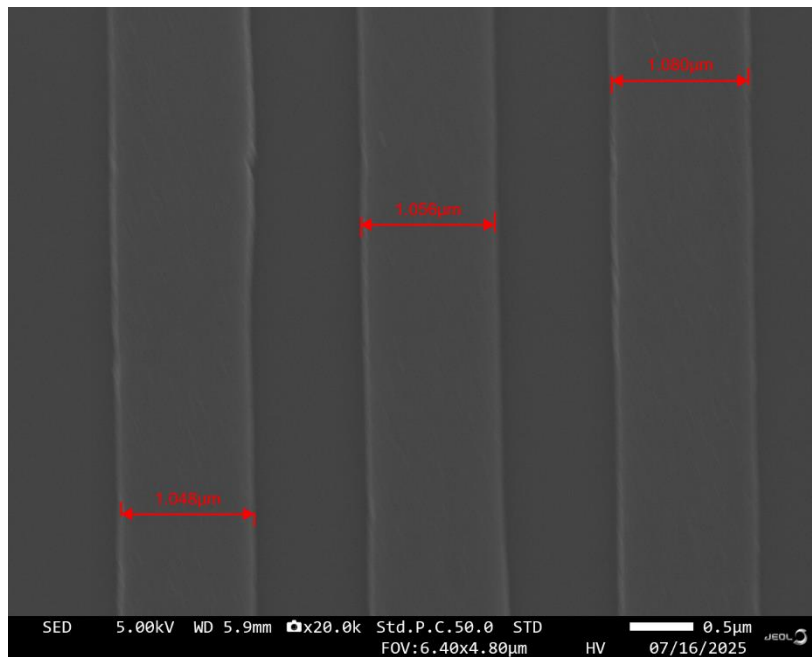


Figura 92. Trincheras 1 | Después del lift-off

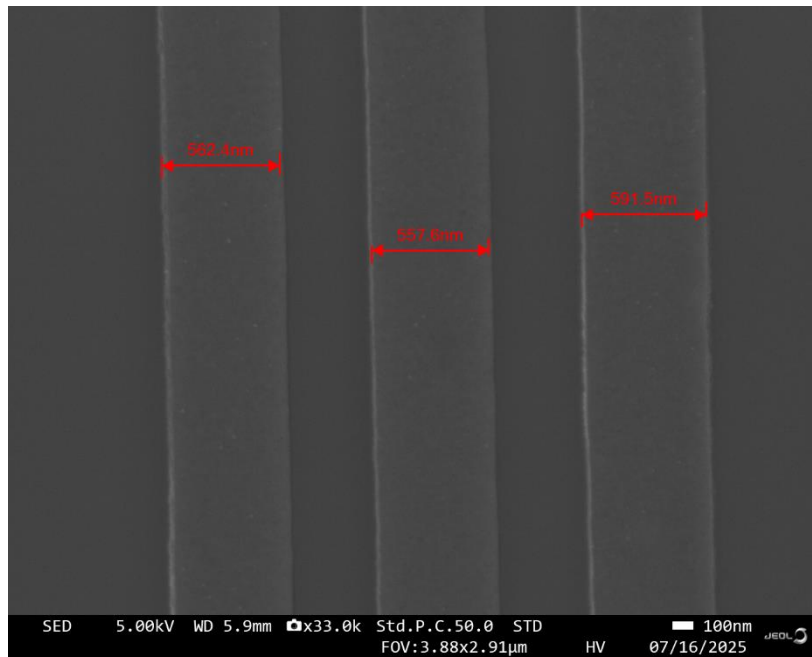


Figura 93. Trincheras 2 | Después del lift-off

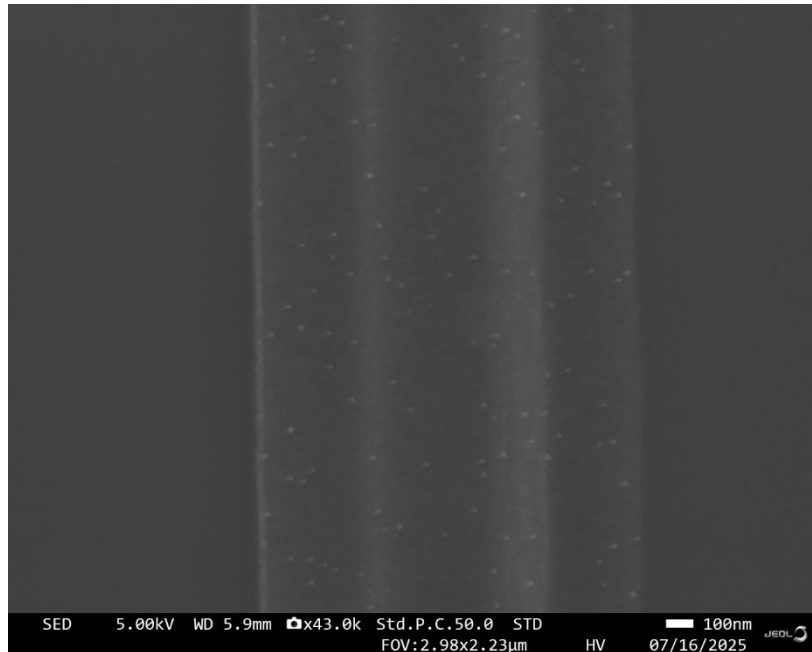


Figura 94. Trincheras 3 | Después del lift-off

Se presentan aquí los resultados finales, tras haber aplicado tanto el proceso de depósito de metal (o evaporación de metal) como el *lift-off*, los cuales fueron descritos en detalle en el capítulo anterior y se han llevado a cabo en esta muestra siguiendo los mismos parámetros.

A partir de las imágenes obtenidas, se observa que el proceso de ataque ha sido exitoso. Esto queda demostrado por el hecho de que, de no haberse alcanzado un *undercut* adecuado, la capa metálica no se habría eliminado correctamente durante el *lift-off* (o se habría eliminado completamente toda). Por lo tanto, se concluye que aumentar el tiempo de ataque a 1 minuto ha sido suficiente para generar el perfil necesario.

En cuanto a los agujeros (1, 2 y 3), estos han sido replicados con éxito. Aunque las formas no son perfectamente circulares, sí se distingue claramente su geometría. En el caso de las trincheras, solo las dos más grandes han mostrado un resultado satisfactorio. Esto era previsible, dado que, como se observa en las figuras 79 y 80, las trincheras más pequeñas presentaban un alto nivel de deformación ya desde la etapa de impresión. De hecho, en la figura 94 se aprecia que, como consecuencia de dicha deformación, la trinchera aparece como una única banda continua de cromo, sin distinguirse claramente las estructuras individuales. Sin embargo, se observan ligeros contrastes en el color que podría corresponder a variaciones de altura, posiblemente asociadas a las paredes interiores que deberían separar las trincheras.

No hay que pasar por alto que, tras el proceso completo, las estructuras presentan una reducción en su anchura respecto a los valores obtenidos inmediatamente después de la impresión. Por ejemplo, se observa cómo los agujeros 1 pasan de un diámetro aproximado de 1300 nm a apenas 1100 nm, y las trincheras 1 de 1200 nm a unos 1100 nm. Esta disminución se puede explicar de forma lógica atendiendo, nuevamente, al perfil de pendiente positiva que presentan las estructuras.

Dado que la base es más estrecha que la parte superior, durante el proceso de ataque esta pendiente se mantiene en proporción, por lo que la anchura final de las estructuras está determinada en gran medida por la anchura de la base. Esto explica la reducción observada tanto en agujeros como en trincheras.

Con esto, la máscara de cromo queda lista para ser usada con dicho propósito. Los 15 nm de cromo depositados permitirán realizar un ataque de hasta aproximadamente  $3\ \mu\text{m}$ , considerando que la selectividad del cromo respecto del silicio — aunque dependiendo de la receta —, puede situarse en torno a 200. En caso de requerir una mayor profundidad de grabado, sería posible incrementar el espesor de la capa de cromo.

En conjunto, estos resultados permiten identificar las limitaciones de cada configuración, así como los parámetros más influyentes del proceso. A partir de esta base, en el siguiente capítulo se extraerán las conclusiones principales del trabajo y se propondrán posibles líneas de mejora y optimización de la técnica empleada.

## Capítulo V: Conclusiones y líneas de trabajo futuras

A lo largo de este trabajo se ha desarrollado un conjunto de procesos orientados a la replicación de patrones nanométricos mediante la técnica Soft UV-NIL. El objetivo principal ha sido evaluar la viabilidad y eficiencia de distintas combinaciones de materiales, así como analizar su comportamiento durante las etapas críticas del proceso.

Los resultados obtenidos han demostrado que el uso de una bicapa formada por PMMA y resina NIL-212 permite una adecuada transferencia del patrón, especialmente frente a otras alternativas como HSQ, que presentaron problemas de fidelidad.

Uno de los principales desafíos encontrados a lo largo del desarrollo ha sido la reproducibilidad de los procesos, especialmente en las etapas de transferencia del patrón y la fabricación del sello flexible. A pesar de haber logrado resultados satisfactorios en ciertas muestras, se ha observado cierta variabilidad entre repeticiones, lo cual limita la fiabilidad del proceso a nivel industrial o incluso investigativo si no se corrige. Esta falta de consistencia podría deberse a pequeñas variaciones en la dosificación de la resina, la presión aplicada, o las condiciones de curado.

A pesar de las limitaciones encontradas en algunas etapas del proceso, se han superado barreras clave que validan la dirección de la investigación.

En base a estos resultados, se proponen a continuación una serie de líneas de trabajo futuras orientadas a optimizar y ampliar la aplicabilidad de los procesos desarrollados.

Para resolver el problema de reproducibilidad, sería necesario llevar a cabo un estudio más exhaustivo de caracterización de parámetros críticos. Esto permitiría no solo mejorar la repetibilidad, sino también optimizar el proceso para obtener mayores rendimientos y calidad en la replicación del patrón. Asimismo, una caracterización detallada permitiría identificar los márgenes operativos de cada etapa, lo cual es clave para consolidar el proceso como una herramienta robusta.

La solución basada en una configuración tricapa, también resulta prometedora. En este enfoque, se intercala una capa intermedia de óxido —como óxido de silicio ( $SiO_2$ )—, entre la capa superior y la inferior. Esta disposición no solo ayuda a prevenir posibles interacciones indeseadas entre las resinas, sino que además facilita el proceso de grabado, ya que el óxido actúa como capa de sacrificio. Esto permite un mayor control sobre la profundidad del grabado. Además, el óxido de silicio presenta, a efectos prácticos, una selectividad prácticamente infinita frente al plasma de oxígeno, ya que su tasa de ataque es casi nula. Pese ello, habría que evaluarse sus posibles contrapartes en otras etapas del proceso.

En resumen, los resultados obtenidos a lo largo del presente trabajo han permitido establecer una base sólida para la mejora de los procesos basados en Soft UV-NIL, identificando configuraciones más eficientes en la transferencia del patrón y en el control del grabado. La combinación de PMMA con resina NIL-212 ha mostrado resultados prometedores tanto en la definición del patrón como en el control del grabado. No obstante, aún persisten retos por resolver, como la variabilidad entre muestras o la necesidad de una caracterización más detallada. Estos aspectos abren nuevas oportunidades para futuras investigaciones que permitan mejorar la reproducibilidad y robustez del proceso.

## Referencias

- [1] S. Y. Chou, P. R. Krauss, and P. J. Renstrom, "Imprint of sub-25 nm vias and trenches in polymers," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 67, no. 21, pp. 3114-3116, 1995.
- [2] S. Y. Chou, P. R. Krauss, and P. J. Renstrom, "Science," vol. 272, p. 85, 1996.
- [3] S. Y. Chou, P. R. Krauss, and P. J. Renstrom, "J. Vac. Sci. Technol. B," vol. 14, pp. 4129, 1996.
- [4] H. Schiff, "Nanoimprint lithography: An old story in modern times? A review," *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures Processing, Measurement, and Phenomena*, vol. 26, no. 2, pp. 458-480, 2008.
- [5] M. J. Stefan, "Über einige Probleme der Theorie der Wärmeleitung," *Sitzungsber. Akad. Wiss. Wien, Math.-Naturwiss. Kl.*, vol. 69, pp. 713-735, 1874.
- [6] H. Schiff and L. J. Heyderman, "Chapter 4," in *Alternative Lithography: Unleashing the Potential of Nanotechnology*, Book Series on Nanostructure Science and Technology, D. J. Lockwood, Ed. New York: Kluwer Academic, 2003, pp. 46-76.
- [7] S. Si, *Soft UV Nanoimprint Lithography: Concept, Development, and Fabrication of Nanostructures with Tunable Feature Sizes at Constant Pitch*, Ph.D. dissertation, Faculty of Mechanical Engineering, Technische Universität Ilmenau, Ilmenau, Germany, 2018.
- [8] M. Colburn et al., "Step and flash imprint lithography: a new approach to high-resolution patterning," in *Emerging Lithographic Technologies III*, SPIE, 1999, pp. 379-389.
- [9] HASLINGER, M. J., et al., "Stamp degradation for high volume UV enhanced substrate conformal imprint lithography (UV-SCIL)," *Microelectronic Engineering*, vol. 153, pp. 66-70, 2016.
- [10] H. Lim, K.-b. Choi, G. Kim, S. Lee, H. Park, J. Ryu, S. Jung, y J. Lee, "Roll-to-roll nanoimprint lithography for patterning on a large-area substrate roll," *Microelectronic Engineering*, vol. 123, pp. 18-22, 2014, doi: 10.1016/j.mee.2014.03.037.
- [11] H. Lan, "Soft UV nanoimprint lithography and its applications," *Updates in Advanced Lithography*, 2013.
- [12] Haslinger, M. J., Mitteramskogler, T., Kopp, S., Leichtfried, H., Messerschmidt, M., Thesen, M. W., y Mühlberger, M. (2020). Desarrollo de una cadena de procesos soft UV-NIL step&repeat y lift-off para la fabricación de nanomallas metálicas a alta velocidad. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 30(6), 065001. <https://doi.org/10.1088/1361-6439/ab870b>
- [13] HASLINGER, M. J., et al. (2016). Degradación del sello para litografía conformal de sustrato mejorada con UV a gran volumen (UV-SCIL). *Microelectronic Engineering*, 153, 66-70.
- [14] K. Nakamatsu, K. Tone, y S. Matsui, "Nanoimprint and lift-off process using poly (vinyl alcohol)," *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 44, no. 11R, p. 8186, 2005.
- [15] HANDTE, Thomas, et al. "Manufacturing of nanostructures with high aspect ratios using soft UV-nanoimprint lithography with bi-and trilayer resist systems." *Micro and Nano Engineering*, 2022, vol. 14, p. 100106.