

DOI:10.3969/j.issn.1003-5060.2024.12.009

高精度 Ω 型辐射结构的微纳加工

王欣然¹, 徐南阳^{2,3}, 马钰², 于志飞²

(1. 合肥工业大学 微电子学院, 安徽 合肥 230601; 2. 合肥工业大学 物理学院, 安徽 合肥 230601; 3. 之江实验室 量子传感研究中心, 浙江 杭州 311500)

摘要:微波辐射结构的均匀性以及精度是影响金刚石固态自旋量子态调控实验灵敏度的直接因素, 因此利用微纳工艺制备出高精度、均匀性良好的微波辐射结构显得尤为重要。文章提出一种新的微纳加工流程, 基于 CST MWS 软件 Ω 槽线模型仿真, 通过光学曝光和磁控溅射微纳工艺方法完成具有高精度图形尺寸和致密均匀金属层辐射结构的实物制备。该辐射结构在量子调控 Rabi 振荡实验得到验证。实验中在输入约为 1 W 电流功率的条件下, 在 2.8 GHz 频点处出现频率约为 14.2 MHz 的 Rabi 振荡现象, 辐射结构沿着 NV 轴切面投影方向产生大小约 7.17×10^{-4} T 的有效交变磁场。该文提出的微纳工艺流程相比于传统的电化学镀铜方法, 能较大幅度地缩减步骤流程, 有效地提升辐射结构的图形精度和均匀性, 更加契合量子精密测量实验需求。

关键词:辐射结构; NV 色心; 微纳加工; 光学曝光; 磁控溅射

中图分类号: TN305 **文献标志码:** A **文章编号:** 1003-5060(2024)12-1642-06

Micro-nano processing of high precision Ω type radiation structure

WANG Xinran¹, XU Nanyang^{2,3}, MA Yu², YU Zhifei²

(1. School of Microelectronics, Hefei University of Technology, Hefei 230601, China; 2. School of Physics, Hefei University of Technology, Hefei 230601, China; 3. Research Center for Quantum Sensing, Zhejiang Lab, Hangzhou 311500, China)

Abstract: The uniformity and accuracy of microwave radiation structure are the direct factors affecting the sensitivity of diamond solid-state spin quantum state control experiments, so it is particularly important to prepare microwave radiation structure with high precision and good uniformity by micro-nano processing. Based on the simulation of CST MWS software Ω slotline model, this paper proposes a new micro-nano processing flow through optical exposure and magnetron sputtering micro-nano processing method to complete the physical preparation with high precision pattern size and dense and uniform metal layer radiation structure. The radiation structure has been verified by quantum regulation of Rabi oscillation experiment. In the experiment, under the condition that the input current power is about 1 W, Rabi oscillation with a frequency of about 14.2 MHz appears at the frequency point of 2.8 GHz, and the radiation structure generates an alternating magnetic field with an effective size of about 7.17×10^{-4} T along the projection direction of the section plane of the NV axis. Compared with the traditional electrochemical copper plating method, the micro-nano processing proposed in this paper can greatly reduce the step flow, effectively improve the graphic accuracy and uniformity of radiation structure, and better meet the needs of quantum precision measurement experiments.

Key words: radiation structure; NV center; micro-nano processing; optical exposure; magnetron sputtering

收稿日期: 2023-02-21; **修回日期:** 2023-04-05

基金项目: 国家自然科学基金重点培育资助项目(92265114)

作者简介: 王欣然(1999—), 女, 安徽安庆人, 合肥工业大学硕士生;

徐南阳(1983—), 男, 安徽淮南人, 博士, 合肥工业大学教授, 博士生导师;

于志飞(1991—), 男, 安徽蚌埠人, 博士, 合肥工业大学讲师, 通信作者, E-mail: zfyu-phy@hfut.edu.cn.

NV 色心是由一个氮原子(N)取代金刚石中的碳原子并与相邻晶格的空位(V)共同构成的点缺陷^[1]。NV 色心晶格如图 1 所示,图 1 中:黑色小球代表金刚石晶格的碳(C)原子;黄色小球代表替位的氮(N)原子;绿色小球代表空位(V)。在室温下 NV 色心具有极佳的量子相干时间和光学稳定性,通过复合脉冲和优化控制的方法可实现高保真度的量子逻辑门,被认为是一种十分具有潜力的量子计算机系统^[2]。NV 色心具有自旋依赖的荧光特殊性质,利用光探测磁共振(optically detected magnetic resonance, ODMR)技术能够对其初始化和读出^[3],这些特性是其成为高灵敏度传感器的基础。随着量子传感技术迅猛发展,文献[4-5]分别实现了单个蛋白分子的顺磁共振探测和核磁共振探测。根据 NV 色心的哈密顿量形式,NV 色心构建的固态量子精密测量系统还可用于磁场、电场、温度、应力等^[6-10]物理量以及单核自旋等微小粒子的测量。

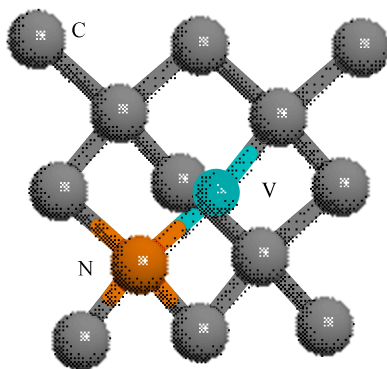


图 1 NV 色心晶格

在固态自旋量子调控实验中,利用辐射结构产生交变场的磁分量与 NV 色心电子自旋相互耦合,可以实现自旋量子态的控制。在前期有关平面辐射结构的工作中,其实物制备是基于导电膜材料的电化学镀铜工艺^[11]实现的,但在电镀过程中铜层的生长速度无法精准控制,导致辐射结构图形的尺寸误差较大;同时铜层与导电膜材料黏附力不佳,无法保证辐射结构的均匀性,从而出现辐射结构效率降低的结果。

本文提出一种新的工艺流程,通过光学曝光^[12]完成掩模版上的图形向介质基底转移;利用磁控溅射在基底表面生长出均匀且致密的金属导电层。基于该微纳工艺流程制备出的辐射结构图形具有高精度、高均匀性的优点,更加契合量子调控技术需求。

1 模型仿真

平面传输线由 1 条或多条平行金属迹线构成,其具有体积小、质量轻、频带宽、易于实现微波集成电路等优点,一般用于绝缘的平面基板上传输频率从千赫兹到数百兆赫兹不等的各种模拟、射频和数字信号。常见的平面传输线类型有带状线、悬浮带状线、微带线、共面波导、槽线等。其中槽线的结构与传统的微带传输线不同,其是在介质基板上层金属薄膜层刻蚀了一条缝隙,在介质基板底层是没有金属薄膜层的一种平面传输线结构,这种结构与常见的共面波导(coplanar waveguide, CPW)^[13]结构很类似,信号线和地线都在介质衬底的同一平面上。

文献[14]提出一种普适于各种量子调控实验的简化版圆盘开路 Ω 槽线辐射结构。 Ω 辐射结构中圆盘形开路槽的槽线宽度相比于圆盘半径足够小时,其呈现出谐振腔特性。在此理论前提下,当实验中施加高于其谐振频率信号时,其会表现出电容性,圆盘内部空间会产生较强的均匀微波场。本文利用 CST MWS 微波仿真软件建立了 Ω 槽线模型,如图 2 所示。图 2 中:外径 r_1 为 0.15 mm;内径 r_2 为 0.10 mm;槽宽 w 为 0.05 mm。通过仿真分析其 S 参数和磁场强度,验证了在满足阻抗匹配的条件下,磁场的转化效率与环的内外半径和槽宽尺寸大小有很强的关联性,这对工艺的精度有很高要求。

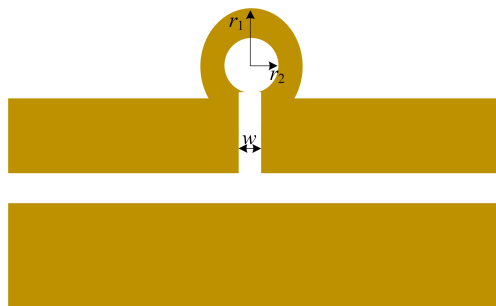


图 2 Ω 槽线模型

在 NV 色心光探测磁共振实验中,采用的共聚焦系统物镜最大工作距离为 0.19 mm,而介质基底越厚,特征阻抗越大,考虑到实验中对透光性的要求,实验采用厚度为 0.1 mm 的旭硝子玻璃作为介质基片。旭硝子玻璃的介电常数 ϵ 为 7.7,属于高介电常数材料,具有很好的导电性,同时透光率可达到 94%~96%,能很好地契合 Rabi 振荡实验中收集光子这一需求。

CST MWS 软件仿真得出的辐射结构中心区域磁场强度分布如图 3 所示,其中磁场主要分布在圆环内部,且贴近金属带区域的磁场强度取得最大值约为 1 420 A/m。在量子调控实验中,将金刚石样品放在圆环中磁场强度最大的区域内,可对通过该种微纳工艺制备出的辐射结构磁场强度进行验证。

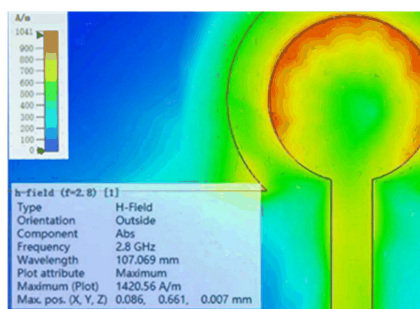


图 3 中心磁场强度

2 微纳加工

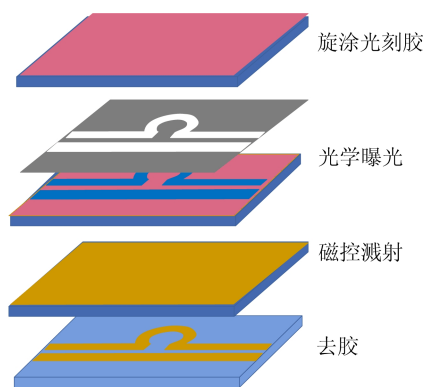
本文采用的工艺流程如图 4a 所示,首先在介质基底表面旋涂一层光刻胶;然后经过光学曝光手段将掩模板的 Ω 图形转移到衬底上, Ω 图形区域的玻璃衬底暴露在外界环境中,其余区域铺满光刻胶;再通过磁控溅射微纳工艺在整个介质基底上生长出导电金属层;最后去除图形外的光刻胶和金属薄膜,从而实现 Ω 型平面电路结构的实物制备。

光学曝光的模式大体可分为掩膜对准式曝光和投影式曝光,其中掩膜对准式曝光根据掩模板与介质基底之间的距离可分为接触式和接近式。本文使用的型号为 MDA-400M 曝光机属于接触式模式,如图 4b 所示。光学曝光流程如图 4c 所示,磁控溅射原理如图 4d 所示。

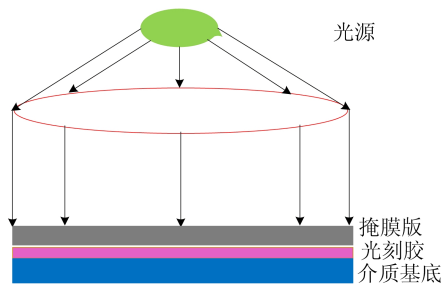
1) 预处理。为了除去基底表面的污染物以及水蒸气,需要对介质基底表面处理,利用丙酮、乙醇、去离子水依次清洗介质基片,然后在 110 °C 的热板上进行烘烤,预防光刻胶后续在基底上脱落。

2) 涂胶。一般涂胶有滴胶、低速旋转、高速旋涂 3 个步骤。每种光刻胶的灵敏度和黏度都不一样,因此需要采用不同的旋转速率、旋转加速度和旋转时间,控制以上参数才能制备出厚度均匀、附着性强、致密性好的光刻胶薄膜。经不断尝试,实验中应先以 500 r/min 低速旋涂 10 s,然后以 3 000 r/min 高速旋涂 30 s,介质基底上就会形成

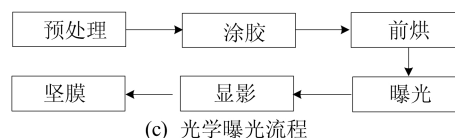
所需的光刻胶薄膜。



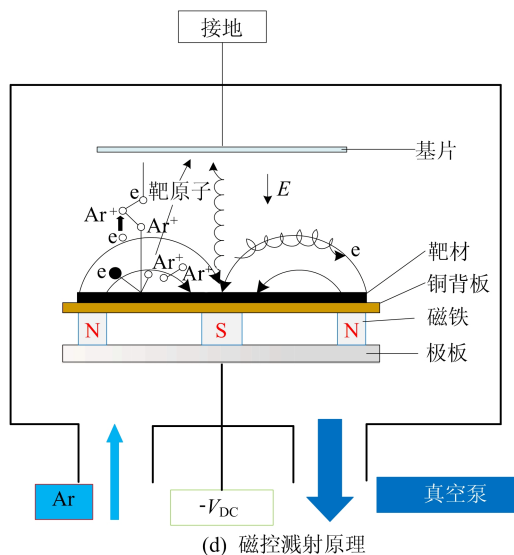
(a) 工艺流程



(b) 接触式曝光



(c) 光学曝光流程



(d) 磁控溅射原理

图 4 微纳加工原理及步骤示意图

3) 前烘。刚形成的光刻胶薄膜中含有其他有机溶剂,可将衬底放在热板上进行烘烤将其挥发。

4) 曝光。在光刻机 MASK 部分吸附上 Ω 图形的掩模板,将旋涂好光刻胶的介质基底放在在纳

米位移台上,通过调整位置使加工图形分布在衬底有效区域面积内,然后进行曝光。

5) 显影。通过上述曝光步骤后光刻胶会发生光反应而变性,光照和未光照的部分在显影液中的溶解度会发生改变,正性光刻胶的曝光区域会被溶解,因此衬底经显影液浸泡后, Ω 图形区域的光刻胶被溶解,玻璃基底暴露在空气中,其余部分均被光刻胶覆盖。

6) 坚膜。通过对显影过后的介质基底加温处理,可以使得光刻胶里的溶剂进一步挥发,增加光刻胶与玻璃片表面的黏附性,并进一步减少驻波效应,但坚膜后会增加去胶的难度,因此坚膜温度要低于光刻胶玻璃化温度。

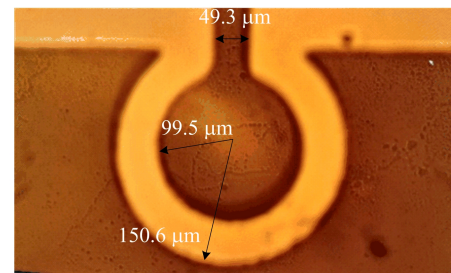
从图 4d 可以看出,在高压电场和交变磁场的作用下,电离出的氩离子加速轰击靶材,使靶原子发生溅射并沉积在衬底上。实验中,首先把样品放在基片上,依次打开机械泵和分子泵进行抽真空处理,调节气压并控制功率进行起辉,然后正式溅射完成金属层的制备。实验上选择铜和钛作为靶材,因铜导体损耗小,其导电率仅次于银且熔点比银大,具有很好的耐热性同时不容易被氧化,但铜层与玻璃片的结合力比较小,在磁控溅射铜层前溅射一层钛金属薄膜,可以增加金属层与玻璃的黏合度。金属层的厚度、均匀性与生长气压和功率密切相关,生长气压太低导致氩离子利用率不高,生长气压过高会减少靶原子的平均自由程,因此实验上生长气压确定为 0.5 Pa,功率为 30 W。

3 实验验证

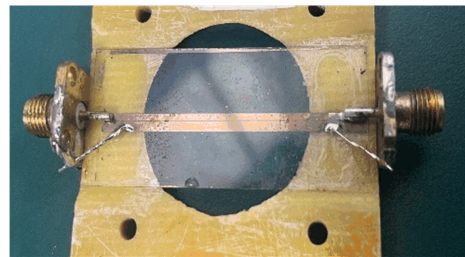
在 AOSVI M330-HD228S 金相显微镜下,观察并测量到 Ω 环内外半径和槽宽,如图 5a 所示,图 5a 中:圆环外径 r_1 为 150.6 μm ;内径 r_2 为 99.5 μm ;槽宽 w 为 49.3 μm 。将电路结构与特氟龙材质的底座结合 SMA 转接头组装完成后,其实物如图 5b 所示,其可相当于一个二端口网络系统。利用 ZNB-8 矢量网络分析仪进行初步的电学测试,通过与 CST MWS 软件得出仿真 S_{11} 数据对比结果,如图 5c 所示,从图 5c 可以看出, S_{11} 曲线基本符合预期要求,并且在频率为 2.8 GHz 时, S_{11} 的值小于 -10 dB。

NV 色心电子自旋能级跃迁如图 6a 所示,其基态 3A_2 和第一激发态 3E 都是自旋为 1 的三重态,在 532 nm 激光作用下,NV 色心电子自旋从基态被泵浦到激发态,再通过自发辐射和系间交

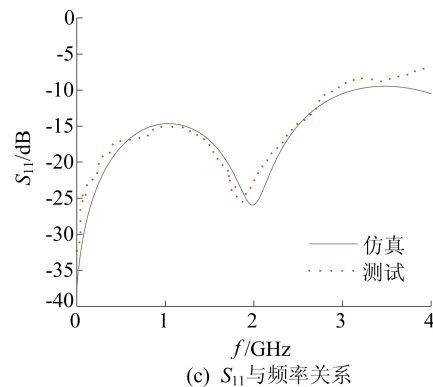
叉(intersystem crossing, ISC) 2 个过程,电子自旋能够以较高保真度极化至基态的 $m_s=0$ 态上。在固态量子调控实验上施加脉冲序列,如图 6b 所示,NV 色心电子首先经 532 nm 激光(功率约为 300 μW)脉冲作用后,实现自旋态的初始化;其次施加与 $m_s=0$ 、 $m_s=1$ 能级之间共振频率相同的微波信号,该微波信号通过辐射结构转化为交变场,NV 电子自旋会与交变场中的磁分量相互耦合,从而产生 Rabi 振荡现象;最后利用 532 nm 激光读取相关荧光信息从而探测电子自旋当前所处状态。实验装置如图 6c 所示,实验测得的电子自旋 Rabi 振荡结果如图 6d 所示。



(a) 显微镜下示意图



(b) 辐射结构实物



(c) S_{11} 与频率关系

图 5 辐射结构实物和测试结果

Rabi 振荡的频率与交变磁场在 NV 轴切面上投影分量大小有关,两者满足以下关系:

$$\Omega_r = \frac{\gamma}{\sqrt{2}} B_{mwp} \quad (1)$$

其中: Ω_r 为 Rabi 振荡频率; γ 为电子自旋旋磁比,约为 2.8025×10^4 MHz/T,由此可知,只需测得

拉比振荡的频率就可反推出 B_{mwp} 的大小。

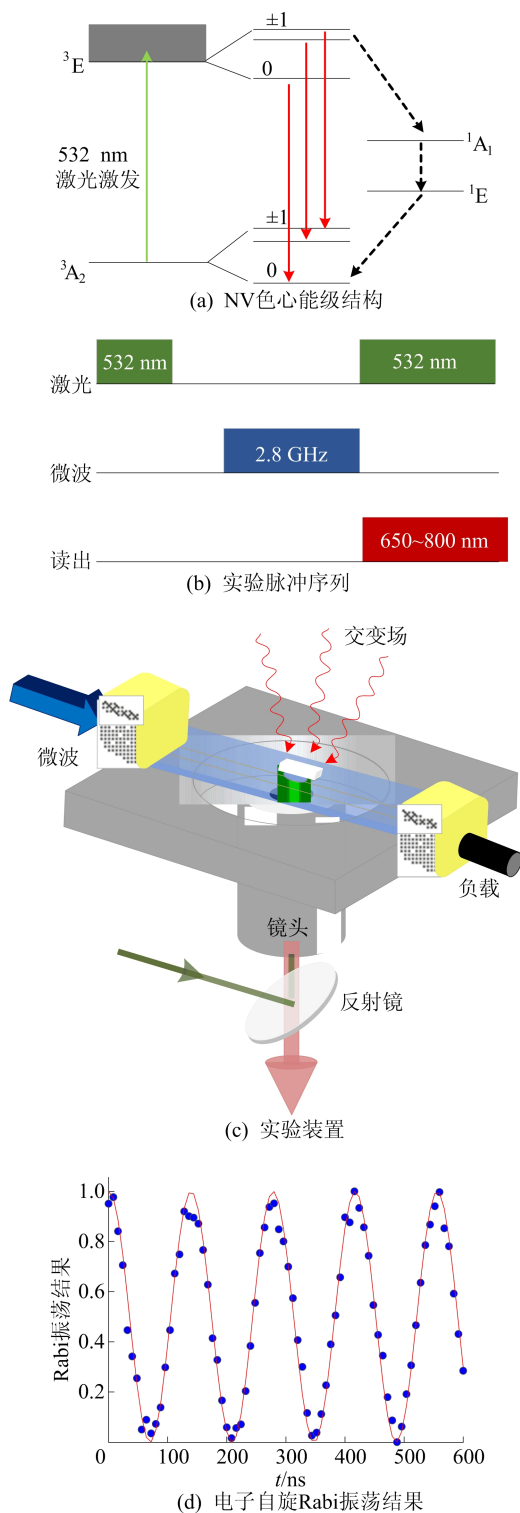


图 6 量子调控 Rabi 振荡实验原理和结果

从图 6c 可以看出,金刚石样品(白色立体)紧贴在平面电路结构上,该结构搭载在具有通孔的特氟龙材质基底上(带有通孔的灰色立方体),两端均由 SMA-KFD 转接头(黄色立方体)连接,一端用来传输微波信号,另一端口接 50Ω 负载阻

抗,系统的镜头则通过油浸与玻璃衬底直接接触。共聚焦系统的镜头可将 532 nm 激光(绿色箭头)直接聚焦到金刚石样品上进行极化,并收集 $650 \sim 800 \text{ nm}$ 波长的荧光信息(红色箭头)。

从图 6d 可以看出,在输入功率为 1 W 、输入频率为 2.8 GHz 的前提下,通过该工艺流程制作出的 Ω 槽线辐射结构测得的 Rabi 频率为 14.2 MHz ,因此可反推出,交变磁场矢量在 NV 轴切面上的投影大小约为 $7.17 \times 10^{-4} \text{ T}$ 。

4 结 论

本文通过光学曝光和磁控溅射微纳工艺完成了 Ω 槽线辐射结构的实物制备、量子调控实验的验证,该结构在输入功率为 1 W 、输入频率为 2.8 GHz 时出现了频率为 14.2 MHz 的 Rabi 振荡现象,辐射出有效大小为 $7.17 \times 10^{-4} \text{ T}$ 的交变磁场。该微纳工艺流程相比于传统电化学镀铜工艺大幅度减少了操作步骤,有效地提高了图形精度和均匀性。该方法还可实现金刚石与微波辐射结构集成一体化,能满足具有更高要求量子精密测量实验的需求。本文采用的磁控溅射靶材损耗率较高,因此后期可采用在靶材背面添加电磁线圈的方法,通过改变电磁线圈中的电流大小,控制阴极靶材表面的磁场分布,提高靶材的利用率,或者在阴极添加机械传动装置,使得靶材在溅射过程中处于可移动的状态,从而降低靶材的损耗率。

[参 考 文 献]

- [1] CHEN B, HOU X, GE F, et al. Calibration-free vector magnetometry using nitrogen-vacancy center in diamond integrated with optical vortex beam[J]. Nano Letters, 2020, 20(11): 8267-8272.
- [2] RONG X, GENG J P, SHI F Z, et al. Experimental fault-tolerant universal quantum gates with solid-state spins under ambient conditions [J]. Nature Communications, 2015, 6: 8748.
- [3] NEUMANN P, BECK J, STEINER M, et al. Single-shot readout of a single nuclear spin[J]. Science, 2010, 329(5991): 542-544.
- [4] SHI F, ZHANG Q, WANG P, et al. Single-protein spin resonance spectroscopy under ambient conditions[J]. Science, 2015, 347(6226): 1135-1138.
- [5] LOVCHINSKY I, SUSHKOV A O, URBACH E, et al. Nuclear magnetic resonance detection and spectroscopy of single proteins using quantum logic[J]. Science, 2016, 351(6275): 836-841.
- [6] WANG P F, YUAN Z H, HUANG P, et al. High-resolution vector microwave magnetometry based on solid-state spins

- in diamond[J]. Nature Communications, 2015, 6: 6631.
- [7] LI R, KONG F, ZHAO P, et al. Nanoscale electrometry based on a magnetic-field-resistant spin sensor[J]. Physical Review Letters, 2020, 124(24): 247701.
- [8] BIAN K, ZHENG W, ZENG X, et al. Nanoscale electric-field imaging based on a quantum sensor and its charge-state control under ambient condition[J]. Nature Communications, 2021, 12: 2457.
- [9] CHOI J, ZHOU H, LANDIG R, et al. Probing and manipulating embryogenesis via nanoscale thermometry and temperature control[J]. Proceeding of the National Academy of Sciences, 2020, 117(26): 14636-14641.
- [10] XU N, JIANG F, TIAN Y, et al. Wavelet-based fast time-resolved magnetic sensing with electronic spins in diamond[J]. Physical Review B, 2016, 93(16): 161117.
- [11] 邢腾腾,周雪莹,翟云鹏,等.用于固态自旋量子调控实验的共面波导辐射结构的镀铜工艺实现[J].量子光学学报, 2020, 26(2): 187-193.
- [12] 王宏睿,祝金国.光刻工艺中的曝光技术比较[J].现代制造工程, 2008(12): 131-135.
- [13] JIA W, SHI Z, QIN X, et al. Ultra-broadband coplanar waveguide for optically detected magnetic resonance of nitrogen-vacancy centers in diamond[J]. Review of Scientific Instruments, 2018, 89(6): 064705.
- [14] 周飞飞,邢腾腾,陈冰,等.用于金刚石 NV 色心实验的辐射结构的设计与实现[J].量子光学学报, 2019, 25(2): 197-204.

(责任编辑 张 镛)

(上接第 1607 页)

1) 2020 年 6 月至 2021 年 6 月同大圩向巢湖排水 $1.06 \times 10^8 \text{ m}^3$, 水中 TN、TP 的年平均质量浓度分别为 $(3.988 \pm 4.748) \text{ mg/L}$ 、 $(0.236 \pm 0.184) \text{ mg/L}$ 。较高比例次数的排水氮磷质量浓度高,少数时极高,对受纳河道感官和水质造成冲击。排水中颗粒态磷、溶解态氮占比高, $\text{NO}_3\text{-N}$ 是氮的主要形态。

2) 同大圩一年间氨氮、TN、 $\text{NO}_3\text{-N}$ 、TP 的排放量分别为 57.39、348.76、173.84、32.46 t, 相应负荷强度大小分别为 8.20、49.82、24.83、4.64 kg/hm^2 。

3) 圩区排水氮磷质量浓度受降水和施肥共同影响,强降水引起的水土流失使排水颗粒态磷增加,而施肥后降水则可能引起显著的氮流失。排水量是决定排放负荷量的主要因素,6—10 月稻季 TN、TP 排放量分别占全年排放量的 66%、90%。

4) 圩区污染防治的重点首先是减少排水量,其次是削减排水氮磷质量浓度。据此提出了相应的策略举措建议。

[参 考 文 献]

- [1] 中华人民共和国生态环境部. 2020 年中国生态环境状况公报[EB/OL]. [2021-05-24]. <https://www.mee.gov.cn/hjzl/sthjzk/>.
- [2] 高斌友,仰礼信,宋超.巢湖治理与保护总体策略和创新实践[J].生物学杂志, 2016, 33(2): 1-7.
- [3] 王永昌.巢湖流域防洪规划简介[J].人民长江, 2000, 31(1): 34-36.
- [4] 左琳琳,胡海棠,李存军,等.基于文献计量的巢湖农业面源污染概况分析[J].中国农学通报, 2019, 35(11): 133-141.
- [5] 储茵,汪丽婷,马友华,等.巢湖沿岸典型圩区夏季水稻生长期营养盐输出特征研究[J].水土保持学报, 2010, 24(5): 135-140.
- [6] 张笑宇,储茵,马友华,等.巢湖沿岸圩区稻季营养盐的输出特征研究[J].中国农学通报, 2015, 31(12): 242-246.
- [7] 王岩,刘圆,高珍,等.环巢湖流域典型圩区水环境模拟与污染控制研究[J].水电能源科学, 2022, 40(9): 71-73, 70.
- [8] 魏东霞,李璇,赵禹恒,等.合肥科学岛大气氮磷沉降及对巢湖影响的分析[J].合肥工业大学学报(自然科学版), 2018, 41(9): 1259-1266.
- [9] 庐江县统计局.庐江县统计年鉴:2021[M].合肥:时代出版传媒股份有限公司, 2021.
- [10] 谭茜.环巢湖支流污染结构及治理方向[J].安徽农业科学, 2016, 44(17): 77-82.
- [11] 王赵飞,林晨,许金朵,等.巢湖流域非点源颗粒态磷负荷的空间差异及关键影响因子研究[J].农业环境科学学报, 2019, 38(3): 659-670.
- [12] 陈育超,李阳,于海明,等.太湖地区何家浜流域初期雨水对水稻田污染物的冲刷效应[J].环境工程学报, 2016, 10(2): 573-580.
- [13] 沈青云.平原河网区圩区的非点源污染产排特征分析[D].南京:南京师范大学, 2018.
- [14] 李玖颖,卫琦,王海渝,等.典型降雨稻田排水过程中氮素流失规律[J].灌溉排水学报, 2020, 39(12): 97-102.
- [15] 马凡凡,邢素林,甘曼琴,等.农田排水沟渠中氮磷迁移转化及净化措施研究[J].安徽农业科学, 2019, 47(10): 10-13, 17.
- [16] 万能胜,齐鹏云.巢湖流域 2020 年特大洪涝灾害应对实践与思考[J].中国防洪抗旱, 2021, 31(4): 37-41.
- [17] 操勤,陶唯意,马祖云,等.巢湖流域蒸发量特征及变化趋势研究[J].资源开发与市场, 2007(9): 811-814.

(责任编辑 吴 亮)