arXiv:2304.06153v1 [physics.atom-ph] 12 Apr 2023

微加工蒸气气室中的缓冲气体压力实时调节

S. Dyer，[1] A. McWilliam，[1] D. Hunter，[1] S. Ingleby，[1] D. P. Burt，[2] O. Sharp，[2] F. Mirando，[2] P. F. Griffin，[1] E. Riis，[1]和J. P. McGilligan[1]
[1])*Department of Physics*、 *SUPA*、 *University of Strathclyde*、 *Glasgow G4 0NG*、 *United Kingdom*
[2])*Kelvin Nanotechnology*、 *University of Glasgow*、 *Glasgow G12 8LS*、 *United Kingdom*

（日期：2023年4月14日）

我们展示了通过动态加热碱金属药丸分配器中的药丸，可控地降低微加工铯（Cs）蒸气气室中的氮气缓冲气体压力。当激光器激活碱金属源时，碱金属药丸分配器中的吸气剂化合物会减少蒸气中的氮气（N_2）含量，从而精细调节碱金属与缓冲气体的压力比。此外，我们将缓冲气体压力降至100毫托以下，以评估是否存在其他潜在的展宽机制。对蒸气气室中的气体压力比进行实时控制，将显著有助于改进原子传感器的性能，并提供一种常规方法，以便在均匀回填缓冲气体压力的键合晶圆上实现各种目标压力。

原子系综的精密光谱学仍处于量子技术和最先进计量仪器的前沿。为此广泛采用的一种平台是对蒸气相原子进行探测，这种方法提供了相对简单的装置来探测和控制原子态。蒸气相原子平台的实现范围涵盖基础物理研究[1,2]，到磁力测量方面的应用研究[3]，电测量[4]，和太赫兹传感[5] 等其他应用[6,7]。

近年来，原子光学技术的小型化推动了可用于实际应用的现场部署型传感器的发展[6,8]。许多此类仪器的核心是微机电系统（MEMS）碱金属蒸气气室，为原子与光的相互作用提供场所[9]。MEMS 气室通常由蚀刻或机械切割而成的硅腔体构成，腔体夹在两片阳极键合的玻璃晶圆之间。其设计灵活性和可大规模生产的制造工艺，使 MEMS 气室广泛应用于紧凑型时钟[10–13]、磁力计[14–16]和波长基准[17,18]，并且近期还开始应用于冷原子技术[19–21]。

微机电系统（MEMS）气室制造中的一个关键步骤，是将碱金属原子引入蒸气气室时所采用的沉积技术。虽然气室内原子种类的纯度对于减少不必要的碰撞频移和展宽至关重要，但碱金属与缓冲气体的比例对原子传感器的性能也起着重要作用[22]。目前已有多种方案被证明适用于大规模生产，用于实现蒸气沉积，例如碱金属叠氮化物[23,24]、氯化物[25,26]、石墨储库[27] 以及基于铬酸盐的微型药丸分配器[22,28]。对于这些方法，通常会在气室封装前，将所需的混合气体回填至真空键合机中，以获得足够高的额外缓冲气体压力[6]。然而，这种做法可能导致晶圆上各气室之间存在差异，近期对碱金属叠氮化物沉积的研究已证实这一点[23]。虽然偏差距在线不卡可通过改变气室的工作温度来达到目标压力[22,29]，如果气室和激光器需要稳定在同一数值，这种方法不利于集成光学封装[30]。重要的是，在键合过程中回填缓冲气体压力的方法适用于整片晶圆，因此同一晶圆制成的所有气室都只能采用单一的目标缓冲气体压力和成分；若要单独调节各个气室，则需要增加气室的复杂度[31]。

在本信件中，我们展示了微加工铯蒸气气室内氮气缓冲气体压力的实时精细调节。厚硅晶圆在氮气环境中与硼硅酸盐玻璃键合，并在硅框架内沉积了一枚碱金属药丸。通过激光激活后，药丸源可在每个气室内提供饱和铯蒸气压。我们表明，通过激光加热释气药丸内的非蒸散型吸气剂化合物，可以受控地降低初始回填氮气压力。在本研究中，我们通过跟踪药丸加热过程中 D_1 铯光谱亚多普勒特征的展宽和压力位移，表明氮气含量可在150托至低于100毫托的压力范围内进行精细调节。研究表明，在停止加热药丸后的数月较长时间内，气室内目标压力仍能保持稳定。最后，我们测量了一个缓冲气体压力大幅降低的气室的零强度线宽。这种方法有望有益于大量原子传感器中缓冲气体气室的精细调节，同时还能够实现这样的制造流程：从单个晶圆的组成气室中获得多个独立的目标缓冲气体压力。

图1中展示了蒸气气室键合和测量流程的简化示意图。将一块厚度为 6 mm 的硅晶圆通过水刀切割成所需的腔体几何形状，两个腔室通过一条曲折通道相连，以避免药丸激活导致气室光谱区域的玻璃变暗[32]。首先将加工后的硅晶圆与下方的硼硅酸盐玻璃晶圆预键合

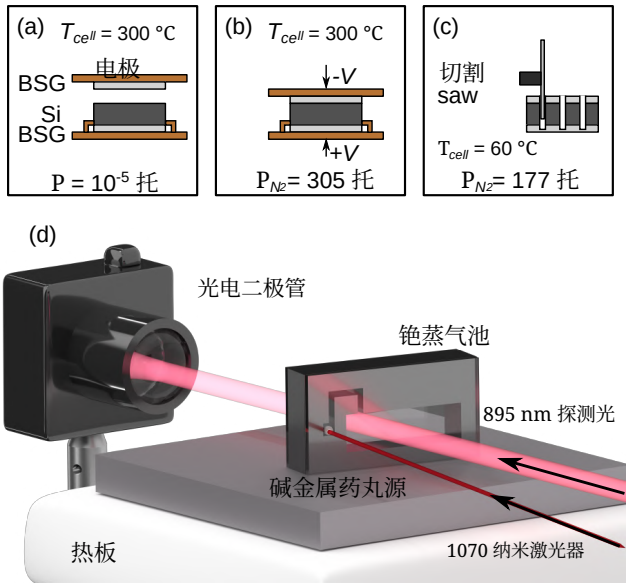

图 1。(a)-(c)：晶圆键合工艺。晶圆加热至 300 ℃，腔室抽至真空，压力为 $P = 10^{-5}$ 托。在此温度下，回填氮气至目标压力。随后将晶圆切割成单个蒸气气室，并在 $T_{cell} = 60$ ℃ 下进行测量。(d)：测量装置示意图。铯蒸气池置于热板上加热，同时监测 894.6 nm 探测光的吸收。使用 1070 nm 激光器对准微加工蒸气池内的碱金属药丸分配器进行激活。

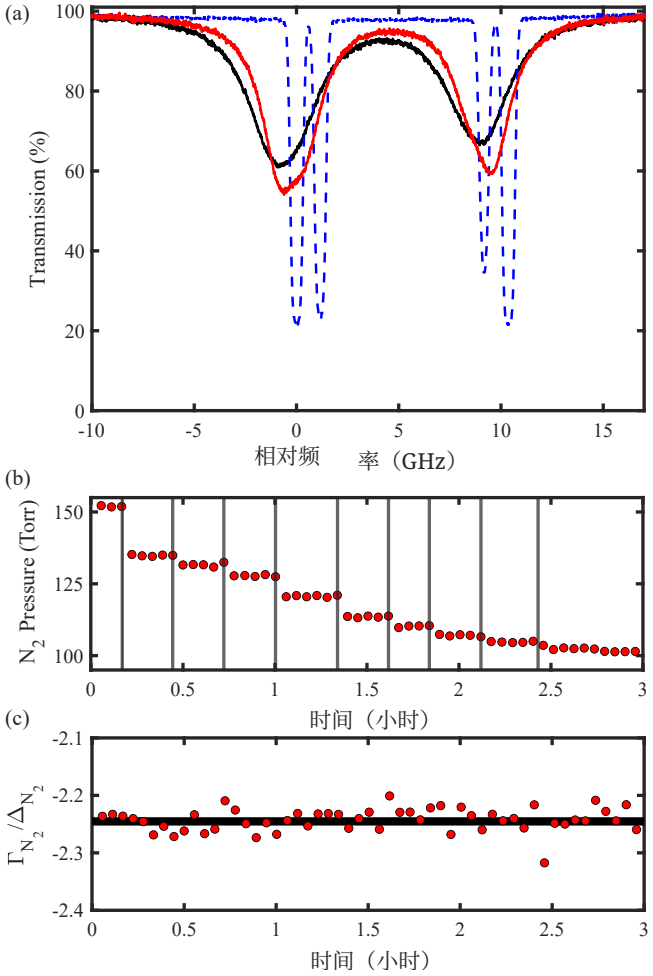

图 2。（a）：氮气压力分别为 150 托（黑色）、100 托（红色）和 100 毫托（蓝色虚线）时测得的铯 D_1 line 光谱。（b）：推算出的氮气压力随时间降低的变化序列；垂直黑线表示 1070 nm 激光器开启的时刻。（c）：测得的线宽展宽与频移之比随时间的变化，以红色表示；预期值以黑色表示。

。随后将药丸分配器沉积在硅框架内。最后在真空装置中进行键合，流程如图1 (a) 所示。将预制的晶圆堆叠体和上方的硼硅玻璃晶圆分别固定在独立的表面电极上，同时抽真空至 10^{-5}托量级。抽真空后，向腔室回填氮气，使压力达到 305 托，同时将晶圆加热至 300 ℃，如图 1(b) 所示。在晶圆两侧施加高电压，通过阳极键合形成气密封接，实现真空封装。随后将晶圆从腔室中取出，并通过机械切割分割成各个蒸气气室，如图1 (c) 所示。然后将单个气室放入光谱测量装置中，并置于热板上加热至工作温度 60 ℃，如图1 (d) 所示。

采用波长为 894.6 nm 的分布式布拉格反射器（DBR）激光器，对 Cs 的 D_1 跃迁（源自 $F = 3$ 和 $F = 4$ 基态）进行光谱分辨。光线经光纤耦合后分为 3 路。第一路耦合进入法布里-珀罗腔，用于校准激光器的频率扫描。第二路通过一段 7 cm 长的铯蒸气池，用于以 Cs 的 D_1 光谱为参照校准频率扫描。第三路通过 MEMS 气室的主腔室，照射到光电二极管上，以记录每种缓冲气体压力下调谐过程中的吸收光谱。探测光束的束腰为 700 μm（1/e^2 半径），平均强度为 75 μW/cm^2。

由于 MEMS 气室中的铯来自药丸源，因此在药丸源被激活之前不会产生初始信号。使用波长为 1070 nm 的光纤激光器加热药丸，并将光束聚焦，使其覆盖直径为 ≈1mm 的药丸表面。铯源是一种碱金属药丸，由铬酸铯与非蒸发型吸气剂（NEG）化合物混合制成[28,33]。近期研究表明，加热 NEG 可通过去除能够扩散至材料内部、并与 NEG 中的铝锆混合物发生不可逆化学反应的气体，实现真空气室的被动抽气[8, 34–37]。研究发现，在可被吸气剂吸收的元素中，蒸气气室内的氮可被吸气剂吸收[38,39]。为形成碱金属蒸气，使用激光加热药丸 40 s，功率为

3 W，以释放铯。将气室加热一小时后，在 100 °C 下促使碱金属通过曲折通道扩散[32], ，测得饱和铯蒸气，其展宽和频移表明氮气$_2$ 压力为≈150 托，温度为 60 °C。测得的初始压力低于根据理想气体定律推算的预期压力 177 托。这一差异可能是由于首次加热脉冲期间，氮气被药丸吸收所致。$_2$

释放铯后，以不同持续时间的 3 W 脉冲重新加热药丸。选择这一激光功率，是因为药丸的时间响应可实现对缓冲气体压≤100力的精细控制。图2 (a) 展示了压力调节在 150 托至$_2$ 毫托之间的气室所测得的光谱。在吸气过程中，通过线宽和碰撞频移推断 N_2 压力；这两者均通过对光谱进行 Voigt 轮廓拟合提取。N D_1 压力对铯谱线的影响此前已得到表征[40], ；对于温度为 21 ℃ 的气室，测得的展宽系数和频移系数分别为 19.8 MHz/托 和 -8.4 MHz/托。吸气过程中推断出的 N_2 压力如图2 (b) 所示，其中红色数据点表示每次后续激活循环后的压力，垂直黑线标示各循环。在压力耗减过程中，展宽与频移之比为 Γ_{BG}/Δ_{BG} ≃-2.24±0.02，与含 N D_1 的铯预期值高度吻合。图2(c) 给出了该比值的跟踪结果；持续测得的比值符合 N_2 占主导的背景压力，表明气室中其他气体种类的含量微不足道。

在首次展示使用碱金属释气药丸可控地降低 N_2 压力后，我们研究了目标压力的稳定性，以确定激光加热停止后，NEG 化合物是否仍会继续去除 N_2。在这项研究中，将两个气室调节至 P_{N_2} ≈ 100 托，并保持在 60 °C，同时监测内部压力环境的变化，监测时间超过 50 天。在后续测量时段之间，将两个气室维持在不同温度，以确定较高的气室工作温度是否会影响压力稳定性；温度升高可能会使 N_2 向吸气剂材料中的扩散速率提高。接下来，

在加热周期期间，随后在工作温度为 60 °C 时再次测量了气室压力。本研究结果如图 3所示，其中蓝色方块和红色圆圈分别表示维持在 60°C 和120°C 时的结果。在测量过程中，N_2 压力在测量温度下始终保持在约102 托，表明在该气室的工作温度范围内，吸气剂化合物不会显著去除蒸气中的成分。对维持在 60°C和 120°C 的气室压力随时间变化进行线性拟合，得到的漂移分别为 ≈ −0.3毫托/天和 ≈ 3毫托/天，与缓冲气体压力没有变化的情况一致。

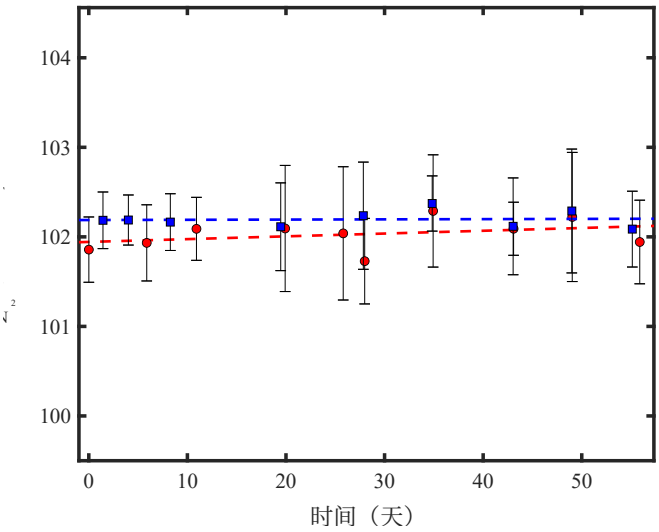

图3. 根据位移 Δ_{BG} 推算出的缓冲气体压力：一个气室保持在 60 ℃（蓝色方块），另一个保持在 120 ℃（红色圆圈）。

最后，为了评估是否存在其他展宽机制，我们让蒸气气室暴露于多次激光脉冲下，试图去除所有 N2 背景气体。我们对先前的装置进行了改造，以便对 $F = 4 \rightarrow F' = 3$ 跃迁进行无多普勒反向传播泵浦-探测光谱，如图4 (a) 所示。我们测量不同泵浦光束强度下亚多普勒共振的线宽，并外推得到零强度线宽。测量期间，泵浦光束和探测光束在蒸气气室处的束腰为 0.9 mm（1/e^2 半径），探测光束强度保持恒定，为 0.1 m W/cm^2，，以确保拟合时有足够的信噪比。亚多普勒特征的典型洛伦兹拟合如图4 (b) 所示。预计功率展宽后的线宽遵循以下形式： $\Gamma = \Gamma_0\sqrt{1 + I/I_{sat}}$，其中 $\Gamma_0 = 2\pi \times 4.5$MHz，且 I_{sat}=2.5mW/cm^2[41]。此处得到的零强度线宽为 Γ =8.4±0.5MHz，如图4 (c) 所示。为排除残余多普勒展宽、激光线宽和渡越时间展宽等系统展宽机制的影响，我们使用玻璃吹制蒸气气室重复了测量，得到的零强度线宽为 Γ =7.0±0.4MHz。比较零强度线宽后，得到耗尽后的 MEMS蒸气池的残余展宽为 ≈1.4±0.6 MHz。若将这种展宽归因于气室中残留的氮气，则在$_2$ C 时，N 21°压力的上限为 100 毫托。未来，我们将研究双光子光谱[42,43] 等替代光谱技术，以更准确地估算气室内的残余压力。

总之，我们展示了一种简单的微加工蒸气池缓冲气体压力调节方法。这种方法大大简化了目前的

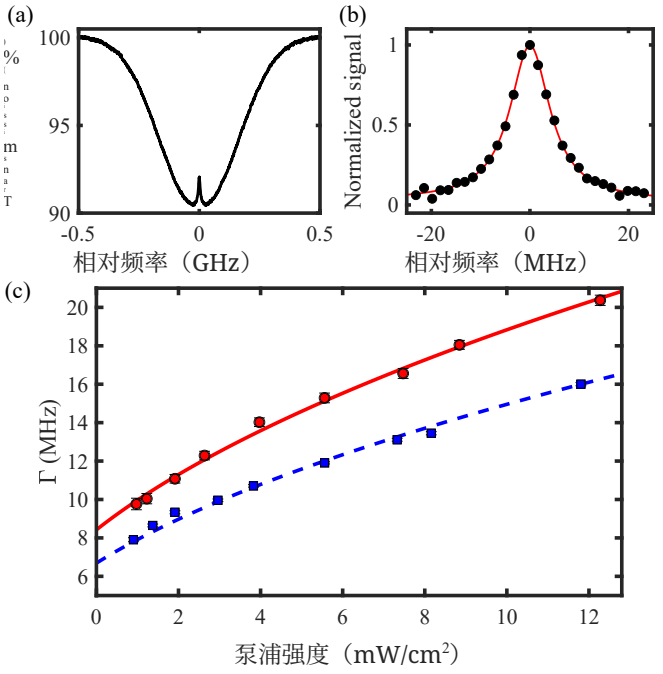

图 4 $F = 4 \rightarrow F' = 3$ 。（a）：室温下，泵浦强度为 . mW/cm 时跃迁的亚多普勒光谱（未平均）。（b）：从（a）中提取的亚多普勒共振光谱（黑色圆圈）和洛伦兹拟合（红线）。（c）：MEMS 气室（红色圆圈）和玻璃吹制气室（蓝色方块）的亚多普勒线宽随泵浦强度的变化，拟合线分别以实红线和虚蓝线表示，其形式为 $\Gamma = \Gamma_0\sqrt{1 + I/I_{sat}}$ 。

在气室尺寸占用空间极小的情况下，对池压力比进行原位调节的方法。这种方法所展现出的可调性和预期的长寿命，有望为基于缓冲气体的原子传感器（如原子钟和光抽运磁力计）的制造带来优势；此类方法可用于实时微调传感器灵敏度。此外，该方法还可通过从单片充入缓冲气体压力的晶圆中制备出一系列目标压力不同的气室，大幅降低制造成本。

致谢

作者谨此感谢Jonathan Pritchard 博士为光学吸收光谱装置所做的工作，并感谢 Terry Dyer 博士在晶圆切割方面提供的协助与培训。此外，我们还要感谢 AidanArnold 博士所进行的有益交谈。作者感谢国防安全与技术实验室提供的资助。作者谨此感谢INMAQS 合作组织（EP/W026929/1）提供的支持。J. P. M 谨致谢英国皇家工程院研究奖学金。

[1]B. Sch¨apers、M. Feldmann、T. Ackemann 和 W. Lange，《物理评论快报》85，748（2000）。[2]R. F. Offer、D. Stulga、E. Riis、S. Franke-Arnold 和 A. S. Arnold，《通讯物理》1，84（2018）。[3]D. Budker 和 M. Romalis，《自然·物理》3，227（2007）。[4]J. A. Sedlacek、A. Schwettmann、H. K¨ubler、R. L¨ow、T. Pfau 和 J. P. Shaffer，《自然·物理》8，819（2012）。[5]L. A. Downes、A. R. MacKellar、D. J. Whiting、C. Bourgenot、C. S. Adams 和 K. J. Weatherill，《物理评论X》10，011027（2020）。[6]J. Kitching，《应用物理评论》5，031302（2018）。[7]M. Shuker、O. Firstenberg、R. Pugatch、A. Ron 和 N. David- son，《物理评论快报》100，223601（2008）。[8]J. P. McGilligan、K. Gallacher、P. F. Griffin、D. J. Paul、A. S. Arnold 和 E. Riis，《科学仪器评论》93，091101（2022）。[9] L.-A. Liew、S. Knappe、J. Moreland、H. Robinson、L. Hollberg 和 J. Kitching，《应用物理学快报》84，2694（2004）。[10]S. Knappe、V. Shah、P. D. D. Schwindt、L. Hollberg、J. Kitching、L.-A. Liew 和 J. Moreland，《应用物理学快报》85，1460（2004）。[11]E. Batori、C. Affolderbach、M. Pellaton、F. Gruet、M. Violetti、Y. Su、A. K. Skrivervik 和 G. Mileti，《物理评论·应用》18，054039（2022）。[12] C. Carl´e、M. A. Hafiz、S. Keshavarzi、R. Vicarini、N. Passilly 和 R. Boudot，《光学快报》31，8160（2023）。[13]A. Gusching、J. Millo、I. Ryger、R. Vicarini、M. A. Hafiz、N. Pas- silly 和 R. Boudot，《光学快报》48，1526（2023）。[14]P. D. D. Schwindt、B. Lindseth、S. Knappe、V. Shah、J. Kitching 和 L.-A. Liew，《应用物理学快报》90，081102（2007）。[15]D. Hunter、T. E. Dyer 和 E. Riis，《光学快报》47，1230（2022）。[16]S. Ingleby、P. Griffin、T. Dyer、M. Mrozowski 和 E. Riis，《科学报告》12，12888（2022）。[17]M. T. Hummon、S. Kang、D. G. Bopp、Q. Li、D. A. Westly、S. Kim、C. Fredrick、S. A. Diddams、K. Srinivasan、V. Aksyuk 和 J. E. Kitching，《Optica》5，443（2018）。[18]M. A. Hafiz、G. Coget、E. D. Clercq 和 R. Boudot，《光学快报》41，2982（2016）。[19]S. Dyer、K. Gallacher、U. Hawley、A. Bregazzi、P. F. Griffin、A. S. Arnold、D. J. Paul、E. Riis 和 J. P. McGilligan，“芯片级激光冷却用可调谐波长基准”（2022）。[20]J. P. McGilligan、K. R. Moore、A. Dellis、G. D. Martinez、E. de Clercq、P. F. Griffin、A. S. Arnold、E. Riis、R. Boudot 和 J. Kitching，《应用物理学快报》117，054001（2020）。[21] A. Bregazzi、P. F. Griffin、A. S. Arnold、D. P. Burt、G. Martinez、R. Boudot、J. Kitching、E. Riis 和 J. P. McGilligan，《应用物理学快报》119，184002（2021）。[22]M. Hasegawa、R. Chutani、C. Gorecki、R. Boudot、P. Dziuban、V. Giordano、S. Clatot 和 L. Mauri，《传感器与执行器A：物理》167，594（2011）。[23]T. Dyer、S. J. Ingleby、C. Dunare、K. Dodds、P. Lomax、P. F. Griffin 和 E. Riis，《应用物理学杂志》132，204401（2022）。[24]L.-A. Liew、J. Moreland 和 V. Gerginov，《应用物理学快报》90，114106（2007）。[25]D. G. Bopp、V. M. Maurice 和 J. E. Kitching，《物理学杂志：光子学》3，015002（2020）。[26]S. Knappe、V. Gerginov、P. D. Schwindt、V. Shah、H. G. Robin- son、L. Hollberg 和 J. Kitching，《光学快报》30，2351（2005）。[27]S. Kang、R. P. Mott、K. A. Gilmore、L. D. Sorenson、M. T. Rakher、E. A. Donley、J. Kitching 和 C. S. Roper，《应用物理学快报》110，244101（2017）。[28]A. Douahi、L. Nieradko、J. Beugnot、J. Dziuban、H. Maillote、R. Boudot、S. Guerandel、M. Moraja、C. Gorecki 和 V. Gior- dano，在 *2007 IEEE International Frequency Control Symposium Joint with the 21st European Frequency and Time Forum*（2007）第58–61页。

[29]E.Kroemer、M. A.Hafiz、V. Maurice、B. Fouilland、C. Gorecki和 R.Boudot，《光学快报》**23**，18373 (2015)。[30]R. Vicarini、M. Abdel Hafiz、V.Maurice、N.Passilly、E. Kroemer、L. Ribetto、V. Gaff、C. Gorecki、S. Galliou 和 R. Boudot，《IEEE超声学、铁电学与频率控制汇刊》**66**，1962 (2019)。[31]V. Maurice、C. Carl´e、S.Keshavarzi、R. Chutani、S. Queste、L. Gauthier-Manuel、J.-M.Cote、R. Vicarini、M. Abdel Hafiz、R. Boudot 和 N. Passilly，《微系统与纳米工程》**8**，129 2022( )。[32]S.Dyer、P. F.Griffin、A.S. Arnold、F. Mirando、D. P.Burt、E. Riis 和 J. P. McGilligan，《应用物理学杂志》**132**，134401 2022( )。[33]A.Douahi、L.Nieradko、J.Beugnot、J. Dziuban、H.Maillote、S. Guerandel、M.Moraja、C. Gorecki 和 V. Giordano，电子学快报**43**，279 (2007)。[34]R. Boudot、J. P. McGilligan、K. R.Moore、V. Maurice、G. D. Martinez、A. Hansen、E. de Clercq 和 J. Kitching，《科学报告》**10**，16590 (2020)。

[35]O. S. Burrow、P. F. Osborn、E. Boughton、F. Mirando、D. P. Burt、P. F. Griffin、A. S. Arnold 和 E. Riis，《应用物理学快报》119，124002（2021）。[36]B. J. Little、G. W. Hoth、J. Christensen、C. Walker、D. J. De Smet、G. W. Biedermann、J. Lee 和 P. D. D. Schwindt，《AVS量子科学》3，035001（2021）。[37]D. R. Scherer、D. B. Fenner 和 J. M. Hensley，《真空科学与技术杂志A辑》30，061602（2012）。[38]V. G. Lucivero、A. Zanoni、G. Corrielli、R. Osellame 和 M. W. Mitchell，《光学快报》30，27149（2022）。[39]R. M. Noor、M. H. Asadian 和 A. M. Shkel，《微机电系统杂志》29，25（2020）。[40]A. Andalkar 和 R. B. Warrington，《物理评论A：原子、分子与光学物理》65，7（2002）。[41]D. A. Steck，“铯D线数据”，在线获取（2001）。[42]Z. L. Newman、V. Maurice、C. Fredrick、T. Fortier、H. Leopardi、L. Hollberg、S. A. Diddams、J. Kitching 和 M. T. Hummon，《光学快报》46，4702（2021）。[43] N. P. Georgiades、E. S. Polzik 和 H. J. Kimble，《光学快报》19，1474 1994( )。