

基于厚硅片的MEMS碱金属原子气室的制备研究

呼振宇¹, 吴森亮², 赵彦晴¹, 丁祝顺², 李志伟^{1*}, 魏贤龙^{1*}

(1. 北京大学电子学院 纳米器件物理与化学教育部重点实验室, 北京 100871;

2. 国测量子科技(浙江)有限公司, 浙江 湖州 313000)

摘要: 碱金属原子气室是原子钟、原子磁力计和原子陀螺仪等量子传感器的核心部件。利用微机电系统(MEMS)技术实现气室的片上化和微型化, 是当前原子气室发展的重要方向。为实现原子气室微型化与光路长度扩展的协同优化, 设计了玻璃/硅/玻璃三层双腔结构, 采用激光切割技术加工3 mm厚带通孔的硅片, 并结合阳极键合工艺与高功率激光解吸释放剂技术, 成功制备了填充7 kPa氮气缓冲气体的MEMS芯片级铷原子气室。单个原子气室尺寸为6 mm×6 mm×5 mm, 光路长度为3 mm, 经氦质谱检漏, 键合界面漏率不高于 5×10^{-10} Pa·m³·s⁻¹。通过光学实验平台测试, 能够测量到铷原子的吸收谱线, 说明了该工艺方案的可行性。

关键词: CPT; MEMS 原子气室; 碱金属

中图分类号: TB71

文献标志码: A

文章编号: 1006-7086(2025)03-0371-06

DOI: 10.12446/j.issn.1006-7086.2025.03.013

Research on the Fabrication of MEMS Alkali Metal Atomic Vapor Cell Based on Thick Silicon Chip

HU Zhenyu¹, WU Senliang², ZHAO Yanqing¹, DING Zhushun², LI Zhiwei^{1*}, WEI Xianlong^{1*}

(1. Key Laboratory for the Physics and Chemistry of Nanodevices,

School of Electronics, Peking University, Beijing 100871, China;

2. Guoce Quantum Technology (Zhejiang) Co., Ltd., Huzhou 313000, Zhejiang, China)

Abstract: Alkali metal atomic vapor cell is the core component of quantum sensors, such as atomic clocks, atomic magnetometers, and atomic gyroscopes, which play an important role in quantum precision measurement and aerospace fields. Among them, atomic clocks based on Coherent Population Trapping(CPT) principle, compared with traditional microwave clocks, are an important development direction for atomic clock miniaturization due to their small size, low power consumption, and ease of integration, as the physical part does not require a microwave resonant cavity. Using micro electromechanical systems (MEMS) technology to achieve on-chip miniaturized vapor cells is an important direction for the development of atomic vapor cells. In order to achieve miniaturization of atomic vapor cells while increasing the optical path length, a glass-silicon-glass three-layer structure with two chambers is designed. A 3 mm thick silicon chip with two chambers and a micro-channel was processed using laser cutting technology, and a chip-level MEMS rubidium atomic vapor cell containing 7 kPa N₂ as buffer gas was fabricated using anodic bonding technology and high power laser releasing method. The size of a single atomic vapor cell is 6 mm×6 mm×5 mm, and the optical path length is 3 mm. Through baking accelerated aging tests on an atomic vapor cell with a size of 10 mm×10 mm×5 mm, it can be observed that rubidium atoms are not significantly lost during the baking process, and there is a significant quantity of residual rubidium atoms after being left at room temperature for six months. Using helium mass spectrometry leak detection, the bonding interface leakage rate is not higher than 5×10^{-10} Pa·m³·s⁻¹. Through optical experimental platform testing, four different absorption spectra of ⁸⁵Rb and ⁸⁷Rb can be measured, demonstrating the feasibility of this fabrication method and the possibility of wafer processing.

Key words: CPT; MEMS atomic vapor cell; alkali metal

收稿日期: 2024-12-16

基金项目: 国家自然科学基金(62350040)

作者简介: 呼振宇, 博士研究生。E-mail: hzy@pku.edu.cn

通信作者: 李志伟, 理学博士, 副研究员。E-mail: lzw111@pku.edu.cn

魏贤龙, 理学博士, 长聘副教授。E-mail: weixl@pku.edu.cn

0 引言

随着量子传感技术和微机电系统(Micro-electro-Mechanical System, MEMS)技术的发展,量子传感器件逐渐向片上化、集成化的方向发展^[1],包括以碱金属原子的能级跃迁提供频率标准的原子钟、原子磁强计、原子陀螺仪等。其中基于相干布居囚禁原理(Coherent Population Trapping, CPT)的原子钟,和传统的微波钟相比,由于物理部分不需要微波谐振腔,体积小、功耗低、更利于集成化,是原子钟微型化的一个重要发展方向^[2]。CPT 原子钟的主要工作原理是通过相干双色光与碱金属原子相互作用,如图 1 所示,当两束频率分别为 ω_1 和 ω_2 的相干激光满足共振条件时,原子就会被囚禁在两个基态能级上,不再向激发态跃迁。此时控制光频差的微波频率可以锁定在原子基态的两个超精细能级之间的跃迁频率上,从而获得高精度的参考标准频率^[3]。对于使用热原子的微型化芯片级 CPT 原子钟,碱金属原子必须被限制在气室内才能与激光作用产生 CPT 现象,因此,原子气室的结构和性能直接影响了原子钟整体的性能,是 CPT 原子钟的核心部件。

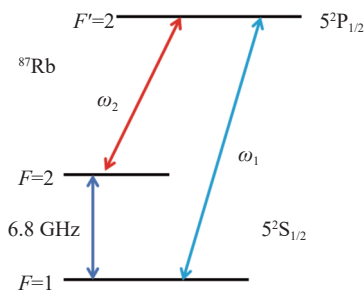


图 1 CPT 原理示意图

Fig. 1 CPT principle schematic diagram

从 20 世纪 60 年代以来^[4],原子气室主要通过玻璃吹制的方法加工,这种结构可以实现较高的透明度和一定程度的小型化,但是批量生产时产量较低,且一致性较差,难以精准控制尺寸并实现集成。随着 MEMS 加工技术的发展,MEMS 原子气室由于其可大批量生产、可实现微型化和集成化,得到了快速的发展。MEMS 气室通常为玻璃/硅/玻璃三层结构,其光路长度取决于硅片的厚度,为了提高光与碱金属原子作用的路径长度,需要采用更厚的硅晶片。但是,由于深度反应离子刻蚀(Deep Reactive Ion Etching, DRIE)技术的限制,硅片的厚度一般小于 2 mm^[5],这限制了与光作用的原子数量,

对气室的信噪比产生了不利影响。为了在 MEMS 结构的基础上增加光路长度,本文采用激光切割打孔和喷砂的技术加工 3 mm 厚的通孔硅片,并利用阳极键合技术和激光分解释放剂的方法制备含有缓冲气体的 MEMS 原子气室,同时搭建光学实验平台测量铷原子的吸收谱线信号。

1 结构设计

由于光路长度增加对原子气室的信噪比和阿伦方差都有所提升^[6],近年来有多种提升气室中光路长度的结构设计,包括加入反射镜结构^[5,7],采用五层厚玻璃片结构^[8],采用加热回流技术制成横向光路结构^[9]等,但这些工艺方法较为复杂,为了提升更简单的三层玻璃/硅/玻璃结构气室的光路长度,本文利用激光切割打孔和喷砂的技术,加工 3 mm 厚的通孔硅片,同时考虑到键合需要保证的热膨胀系数匹配以及气密性强度问题,在硅片两侧都选用了 1 mm 厚的 BF33 玻璃片。

此外, MEMS 气室制备的一个关键问题是碱金属填充工艺。目前常用的填充工艺主要包括:直接填充法^[9]、石蜡包裹法^[10]、化学反应法^[11]、紫外线光分解法^[12]等,其中直接填充法需要在真空环境中进行,对设备要求高、操作难度大;石蜡熔点较低,无法与阳极键合工艺兼容;化学反应法操作简单,但是在键合的高温下存在可逆反应,使碱金属含量减少,影响气室寿命;紫外线光分解法避免了杂质的干扰,但是反应时间较长^[13]。为了简化工艺的同时保证键合质量,本文选择结合了化学反应法和光分解法优点的释放剂光分解法。由于本实验的目的主要是展示一种工艺方法和证明其可行性,因此选用了成本较低的含自然铷的释放剂(SAES Getters RB/AMAX/PILL/1-0.6),其在阳极键合的温度下不会分解,同时设计了双腔结构,避免释放剂分解后留下的残余物对光产生干扰。气室的整体结构如图 2 所示,包括光学腔和反应腔两个腔室,加工时先将碱金属释放剂放置在反应腔中,封装完成后用高功率激光照射释放剂,在 800~900 °C 温度范围内,其中的 Zr/Al 合金与钷酸铷发生反应,释放出铷原子。在水平尺寸上,由于实验中采用的 VCSEL 激光器输出的光束直径为 3~4 mm,因此设计光学腔的直径为 3 mm,反应腔的尺寸略大于释放剂,为了保证键合的气密性和机械强度,四周的键合界面需要 1 mm 左右的宽度,综合考虑整体尺寸,最后设计的结构体积为 6 mm×6 mm×5 mm。

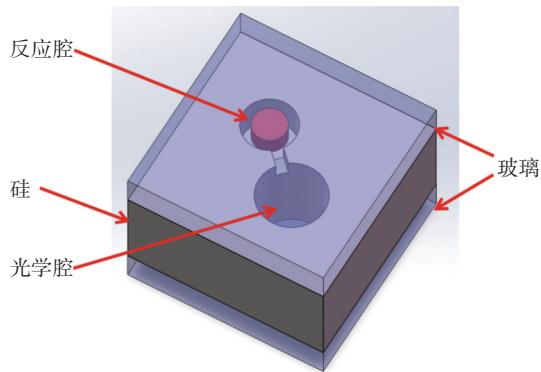


图 2 MEMS 原子气室结构示意图

Fig. 2 Schematic diagram of MEMS atomic vapor cell

2 加工过程

原子气室的加工过程如图 3 所示, 包含厚硅片加工、第一次阳极键合、填充释放剂并充入缓冲气体、第二次阳极键合、激光激活释放剂几个步骤。

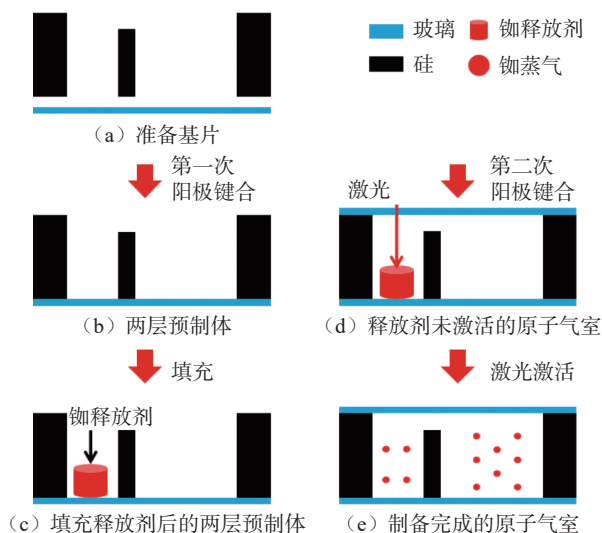


图 3 MEMS 原子气室制备流程示意图

Fig. 3 Schematic diagram of MEMS atomic vapor cell fabrication process

2.1 厚硅片加工

将 3 mm 厚的硅片加工成图 2 的形状, 包含一个通孔光学腔、一个圆槽反应腔和一个微通道。首先要对硅片进行激光切割(合肥中科岛晶科技有限公司), 激光切割的过程是利用高功率密度激光束照射 3 mm 厚的硅片, 硅片快速升温至汽化温度, 蒸发形成间隙, 之后随着激光的移动, 间隙扩大形成裂缝, 将通孔中间部分的硅切下, 从而在硅片上形成通孔。之后对硅片进行两次喷砂处理, 用压缩空气为动力, 将喷料形成高速喷射束喷射到硅片表面。两次喷砂采用不同形状的挡板并使用不同的参数, 可以对硅片进行不同

厚度的刻蚀, 分别在硅片上形成小圆槽和微通道。最后还需要对硅片进行双面研磨和抛光, 清理掉激光切割过程中产生的熔渣, 保证硅片表面的平整度可以进行后续的阳极键合。

2.2 第一次阳极键合

将 1 mm 厚的 BF33 高硼硅玻璃片和激光打孔后的硅片表面分别清洗干净, 然后紧密地压在一起并升温至 350 °C, 在硅片和玻璃片之间加 800 V 的高压, 其中硅片接正极, 玻璃片接负极。在电场的作用下, 玻璃中的 Na^+ 离子移动至玻璃与硅片接触面的另一侧, 而留下的 O^{2-} 离子与硅中的电荷相互吸引, 形成静电场。同时在较高的温度下, 硅和玻璃片接触面上的氧发生反应, 形成牢固的硅-氧键, 完成键合, 得到如图 3(b) 所示的结构。使用氦质谱检漏仪对得到的玻璃-硅两层结构进行检漏, 得到键合界面的漏率为 $5 \times 10^{-10} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$, 说明第一次键合质量较好, 可以满足原子气室的需求。

2.3 填充释放剂并充入缓冲气体

本实验中选用的铷释放剂是直径为 1 mm、高为 0.6 mm 的圆柱体固体颗粒, 由 Zr/Al 合金和钼酸铷组成, 在常温下和阳极键合的温度下都很稳定。将释放剂从干燥剂中取出并放入硅片的小孔反应腔中, 如图 3(c) 所示。然后将清洗好的另一片 1 mm 厚的 BF33 玻璃覆盖在硅片上方, 并对整个键合腔室抽气至 10^{-3} Pa , 之后关闭泵组, 将腔室与氮气瓶相连并打开放气阀, 控制 N_2 流速的同时观察腔室真空计的示数, 充入 7 kPa 的 N_2 后关闭气阀, 准备进行第二次键合。

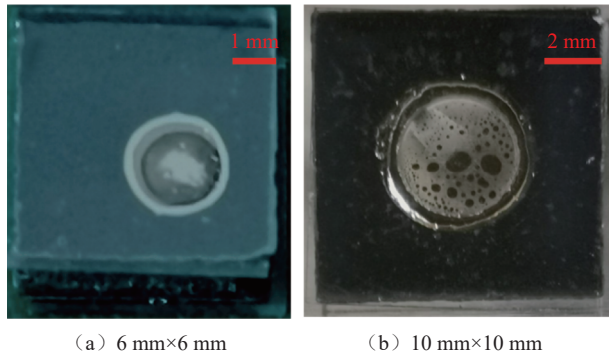
2.4 第二次阳极键合

在第二次键合的过程中, 由于中间层的硅片不与键合腔室的底面直接接触, 需要使用相应尺寸的铝箔纸或铁片将硅片与底面连接起来, 从而使键合的电压差跨过底层的玻璃直接传递到硅片上。升温后将硅片接正极, 玻璃片接负极, 施压 800 V 的电压差, 进行键合直到电流降为零, 得到如图 3(d) 所示的玻璃/硅/玻璃三层结构。

2.5 激光激活释放剂

键合完成后, 使用高功率半导体激光器照射释放剂, 采用的激光波长为 980 nm, 功率为 10 W, 搭建简易的光学平台使激光精准聚焦在气室反应腔内的释放剂上, 照射 10 s。被照射的释放剂表面温度可以达到 800 °C 以上, 在高温下释放剂内的 Zr/Al 合金和钼酸铷会发生化学反应, 释放出其中的铷原子, 如图 3(e) 所示。关闭激光, 冷却后完成原子气室的加工, 考虑到工艺的可行性和测试的稳定性,

加工两种结构类似、尺寸不同的气室,一种为 $6\text{ mm}\times 6\text{ mm}\times 5\text{ mm}$, 如图 4(a)所示, 另一种为 $10\text{ mm}\times 10\text{ mm}\times 5\text{ mm}$, 如图 4(b)所示。图中可以清晰地看到释放后凝结的铷液滴, 以及硅通孔边界上的金属光泽, 说明气室中的铷处于过量状态, 超出饱和蒸汽压的铷原子以液态形式凝结在玻璃壁上。



(a) $6\text{ mm}\times 6\text{ mm}$ (b) $10\text{ mm}\times 10\text{ mm}$

图 4 制备完成后的 MEMS 原子气室

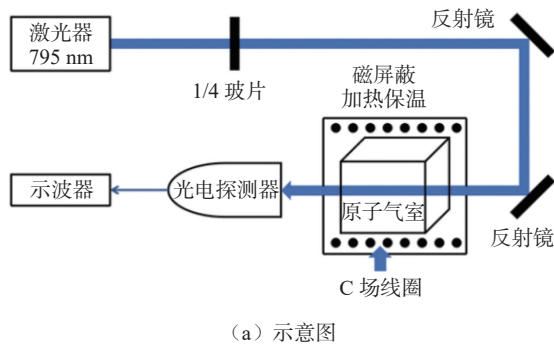
Fig. 4 Atomic vapor cell after fabrication

3 测试结果

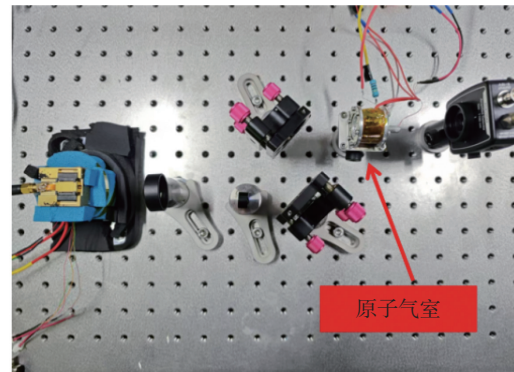
3.1 铷原子吸收谱线测量

为了进一步验证原子气室内壁的液滴为铷元

素, 搭建光学平台对 $6\text{ mm}\times 6\text{ mm}\times 5\text{ mm}$ 的原子气室进行了测试, 其中包括激光器、1/4 偏振片、反射镜、原子气室、磁屏蔽装置、C 场线圈、加热保温装置、光电探测器和示波器等, 其示意图和实物图分别如图 5(a)和(b)所示。激光器的波长为 795 nm , 对应铷原子的 D1 谱线跃迁波长, 测试时对原子气室进行加热并控制温度稳定, 常温下铷元素的饱和蒸气压很低, 主要以固态形式存在, 无法显示出信号。加热后铷的饱和蒸气压逐渐提高, 至 $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 左右开始出现吸收峰的信号, 随着温度逐渐升高, 吸收峰逐渐增大, 这是因为随着温度升高, 铷原子的饱和蒸气压逐渐变大, 铷原子的数密度增大, 与光作用的气态形式铷原子变多, 使得吸收峰更加明显。图 6 显示了加热到 $65\text{ }^{\circ}\text{C}$ 原子气室的吸收谱线图, 激光频率随着时间呈周期性变化, 在半个扫描周期, 即一个上升沿内, 可以观察到四个明显的吸收峰, 左起第一个吸收峰和最后一个吸收峰幅度较小, 是 ^{87}Rb 的两个 D1 吸收峰, 中间两个吸收峰幅度较大, 是 ^{85}Rb 的两个 D1 吸收峰, 这是由于碱金属释放剂中的铷元素是自然铷, 其中 ^{85}Rb 约占 72.2% , ^{87}Rb 约占 27.8% 。



(a) 示意图



(b) 实物图

图 5 铷原子气室光学测试装置

Fig. 5 Rubidium atomic vapor cell optical testing device

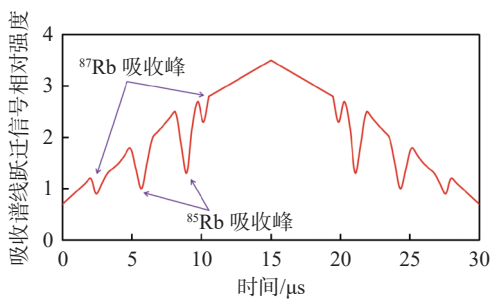


图 6 $65\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下铷原子气室吸收谱线图

Fig. 6 Absorption spectrogram of rubidium vapor cell at $65\text{ }^{\circ}\text{C}$

3.2 原子气室寿命测试

为了检测原子气室的键合质量和寿命, 测试了 $10\text{ mm}\times 10\text{ mm}\times 5\text{ mm}$ 的原子气室寿命。相关研究表明, 原子气室内碱金属原子的消耗速度随温度上升而加快^[14], 因此可以通过高温烘烤的方式来加速原子气室的老化。将原子气室放入烘箱, 在 $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下烘烤 6 h , 在不同阶段取出并观察记录, 如图 7(a) ~ (e)所示, 可以观察到铷液滴会因为气室在取出烘箱时的角度不同, 凝结在不同的位置, 烘烤 6 h 后

仍然有铷液滴存在,且凝结在玻璃壁上的铷液滴面积没有显著减小,这说明铷原子在烘烤过程中没有明显损失。此外,原子气室在室温下放置 6 个月后

的图片如图 7(f)所示,仍然可以观察到铷液滴凝结的位置,铷原子仍然有大量剩余且过量,说明该工艺加工的 MEMS 原子气室的寿命至少为 6 个月。

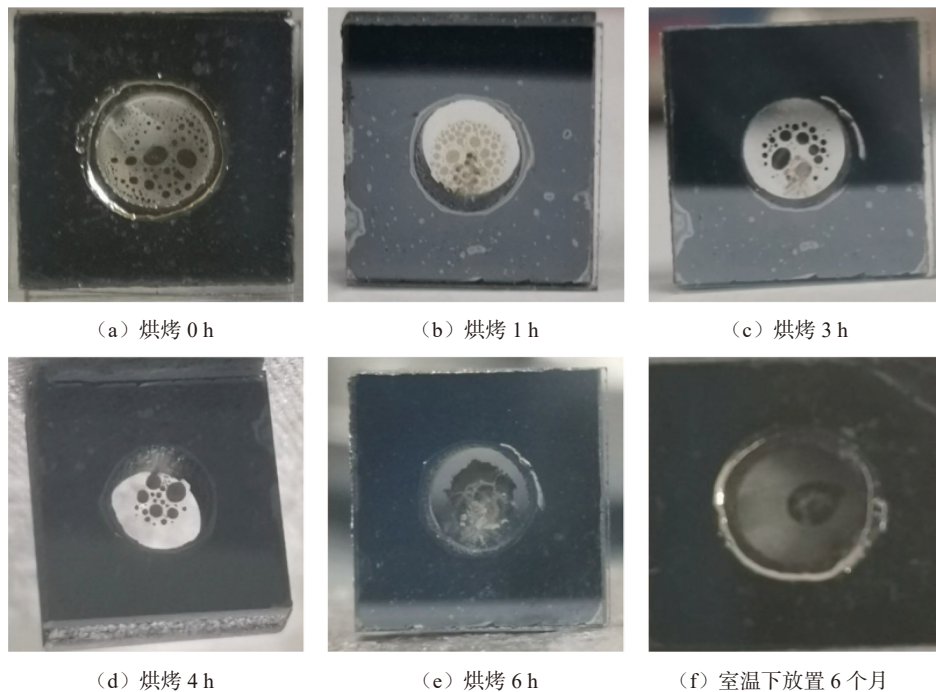


图 7 原子气室在 250 °C 下烘烤 6 h 不同阶段以及在室温下放置 6 个月后的图片

Fig. 7 Atomic vapor cell baked at 250 °C for 6 hours at different stages and left at room temperature for 6 months

4 总结

本文设计了一种具有两个腔室的玻璃/硅/玻璃三层结构的原子气室,利用激光切割和喷砂技术,在不加入其他复杂工艺的条件下实现了 3 mm 的光路长度。利用阳极键合技术和高功率激光分解释放剂的方法制备了内有 7 kPa 氮气作为缓冲气体的 MEMS 铷原子气室,单个原子气室的尺寸可以达到 6 mm×6 mm×5 mm。该工艺在不加入复杂工艺和结构的条件下,完成了 MEMS 原子气室的封装并达到了 3 mm 的光路长度,而且可以根据需要加工更厚的硅片,达到更长的光路长度。由于本实验主要是为了验证工艺方法和可行性,因此采用了成本较低的自然铷释放剂,下一步研究将会根据应用需要,采用铷同位素释放剂或铯释放剂。通过搭建光学平台测试,能够测量到铷原子的 D1 吸收谱线,证明原子气室封装成功,且维持 6 个月后气室内仍有明显的铷液滴存在,这证明了该工艺方法的可行性,且具备晶圆加工的条件,可以实现 MEMS 原子气室的批量生产和小型化。

参考文献:

- [1] KITCHING J. Chip-scale atomic devices[J]. *Applied Physics Reviews*, 2018, 5(3): 031302.
- [2] KNAPPE S, SHAH V, SCHWINDT P D D, et al. A microfabricated atomic clock[J]. *Applied Physics Letters*, 2004, 85(9): 1460–1462.
- [3] 李云超, 胡旭文, 刘召军, 等. 芯片原子钟原子气室的研究进展 [J]. *激光与光电子学进展*, 2018, 55(6): 060003.
- [4] BELL W E, BLOOM A L, LYNCH J. Alkali metal vapor spectral lamps[J]. *Review of Scientific Instruments*, 1961, 32(6): 688–692.
- [5] 王涛龙. 芯片原子钟的集成反射型气室设计、制造和测试 [J]. *中国激光*, 2025, 52(1): 0104003.
- [6] KITCHING J, KNAPPE S, HOLLBERG L. Miniature vapor-cell atomic-frequency references[J]. *Applied Physics Letters*, 2002, 81(3): 553–555.
- [7] CHUTANI R, MAURICE V, PASSILLY N, et al. Laser light routing in an elongated micromachined vapor cell with diffraction gratings for atomic clock applications[J]. *Scientific Reports*, 2015, 5(1): 14001.

- [8] PÉTREMAND Y, AFFOLDERBACH C, STRAESSLE R, et al. Microfabricated rubidium vapour cell with a thick glass core for small-scale atomic clock applications[J]. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 2012, 22(2): 025013.
- [9] KNAPKIEWICZ P. Technological assessment of MEMS alkali vapor cells for atomic references[J]. *Micromachines*, 2018, 10(1): 25.
- [10] RADHAKRISHNAN S, LAL A. Alkali metal-wax micro-packets for chip-scale atomic clocks[C]//The 13th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems, 2005: 23-26.
- [11] SU J, DENG K, WANG Z, et al. Microfabrication of ^{85}Rb vapor cell for chip-scale atomic clocks[C]//2009 IEEE International Frequency Control Symposium Joint with the 22nd European Frequency and Time forum, 2009: 1016-1018.
- [12] 李新坤, 王飞飞, 梁德春, 等. 芯片级铷原子气室的制备[J]. *中国科学: 信息科学*, 2015, 45(5): 693-700.
- [13] 李云超, 党峰, 辛红强, 等. 基于 MEMS 技术的原子气室封装工艺[J]. *仪表技术与传感器*, 2023(2): 22-26.
- [14] KARLEN S, GOBET J, OVERSTOLZ T, et al. Lifetime assessment of RbN_3 -filled MEMS atomic vapor cells with Al_2O_3 coating[J]. *Optics Express*, 2017, 25(3): 2187-2194.

(责任编辑: 郭云)

引文信息: 呼振宇, 吴森亮, 赵彦晴, 等. 基于厚硅片的 MEMS 碱金属原子气室的制备研究[J]. *真空与低温*, 2025, 31(3): 371-376.

HU Z Y, WU S L, ZHAO Y Q, et al. Research on the fabrication of MEMS alkali metal atomic vapor cell based on thick silicon chip[J]. *Vacuum and Cryogenics*, 2025, 31(3): 371-376.