

3次元微細加工を応用した 超小型原子時計用ガスセルのプロセス開発

Alkali Metal Vapor Cells for Chip-Scale Atomic Clocks Utilizing Three-Dimensional Silicon Dry Etching Process

H30助自82

代表研究者 平井 義和 京都大学 大学院工学研究科 マイクロエンジニアリング専攻 助教
Yoshikazu Hirai Assistant Professor, Department of Micro Engineering, Kyoto University

Microfabricated alkali vapor cells are a key component of chip-scale atomic clocks (CSAC), and finding increased use in atomic-based instruments. To achieve high clock performance, dedicated cell fabrication to seal pure Cs and buffer gas (N_2) in the cell is required. Recently, Cs-dispenser technologies have been utilized for wafer-level cell fabrication since they can avoid the complexity in conventional methods and obtain excellent clock performance. However, the dispenser itself in the cell might be reactive contaminants and causes buffer gas pressure change.

To prevent outgassing in the cell, *in-situ* thermal decomposition of CsN_3 on Si or glass substrate is the promising approach; however, it requires a high-temperature heating around 550 °C. Here, an effective Cs vapor cell fabrication at the wafer-level utilizing a novel Cs-source is proposed. In this method, a microfabricated Si grooves with multiple re-entrant structures (i.e., “micro-size” scalloped patterns) is employed as a preform, and CsN_3 precursor is deposited on the surface. This method enables *in-situ* thermal decomposition of CsN_3 with high efficiency at the wafer-level. Furthermore, the cell fabrication is combined with plasma activated low-temperature Si/glass bonding to reduce the outgassing in the cell.

To confirm efficiency of groove with scalloped pattern, pressure of N_2 produced by CsN_3 decomposition was investigated. Taking advantage of the geometrical benefits, Si preform with the suitable re-entrant pattern could achieve high efficiency. Thus, in the Cs-filled cells fabrication at the wafer-level, Cs was successfully released from the scalloped grooves of Si preform by heating at 315 °C for 10 min. In addition, absorption contrast was stable over 700 days, indicating a stable Cs density without the oxidization and leading to long-term stability. Finally, the frequency stability estimated from the CPT resonance was 5×10^{-11} at an integration time of 1 sec.

研究目的

社会インフラの再構築が必要な課題が山積となっている今日、センサを活用して高度なインフラを構築するIoT社会が動き始めている。本格的なIoT社会では正確な時刻情報の重要

性が増しており、容易かつ高精度に時刻情報を一致させる原子時計に対する期待は大きい。原子時計は、量子干渉効果の一種であるアルカリ金属と電磁波の共鳴現象のCPT共鳴を利用するため、既存のクォーツ時計と比べると約1万倍以上も正確な時計である。2004年に米

国・NISTが米粒大の超小型原子時計を発表した後、世界で精力的に研究が進められてきた。しかしIoT社会に向けては、更なる高性能化が求められる。

本研究は小型原子時計の心臓部である「ガスセル」の高性能化に取り組む。ガスセルは、シリコンとガラスで作製した容器にアルカリ金属（セシウム）を封入したものである。正確な時刻測定の実現には、ガスセル内の環境が長期的に変動しないように作製することが必要である。その解決法として、アジ化セシウムとシリコンの3次元構造を使ったセシウム生成源を開発して、封入したセシウムの酸化やガスセル内の緩衝ガス圧の変動を抑制する。この生成源とガスセル内の脱ガスを低減可能なプラズマ処理を使った低温のガスセル作製プロセスとの融合で、ガスセルの性能向上（周波数の安定性）が期待される。さらに得られた知見を応用して、生成源とガスセル構造が一体となった新規の小型ガスセルの作製へ展開する。

概 要

本研究では、小型原子時計の心臓部であるアルカリ金属封入ガスセル（以下、ガスセル）を、アジ化セシウムとシリコン3次元構造によるセシウム生成源で高効率に作製可能なプロセスを開発した。低温のガスセル作製プロセスとセシウム生成源を使うことで、ガスセル内の残留ガスが減少し、長期の性能安定性が得られることも実証した。

アルカリ金属原子（セシウムやルビジウム）の量子力学的な干渉効果を使った高精度な小型の原子時計や磁気センサ、ジャイロセンサの開発に注目が集まっており、それに向けて半導体微細加工を使った種々のウェハレベルのガスセル作製法が提案されている。特に最近では、ガラスとシリコンの陽極接合で作製したガスセ

ル内に、市販のアルカリ金属生成源を封止し、それをレーザ照射してアルカリ金属を生成する方法が多く利用されている。我々は、従来のアルカリ金属生成法よりも格段に低い加熱温度（550℃から310℃に低減）でセシウムを簡便に生成するセシウム生成源を開発した。これはセシウム生成試薬のアジ化セシウム水溶液を多孔質アルミナの細孔構造に滴下して乾燥させ、細孔構造体の表面に再結晶したアジ化セシウムを加熱分解してセシウムを生成する方法である。しかしこれらのアルカリ金属生成源を用いたガスセル作製法に共通する課題は、ガスセル内に残存した生成源が脱ガスの発生源となり、アルカリ金属の酸化（ガスセルに封止したアルカリ原子密度の低下）や最適な緩衝ガス圧が変動（周波数の精度低下と変動）し、ガスセル性能が劣化することであった。

本研究ではこの課題を解決する方法として、ガスセル構造材と同じシリコンを使ったセシウム生成源を開発した。その特徴は、半導体微細加工で使うシリコンの深堀ドライエッチングの条件を制御して連続的な凹（約30μm）形状を有する深溝構造（深さ約700μm）を作製し、そこにアジ化セシウムを担持する点にある。この3次元構造によって、約310℃の低温加熱でも効率的にセシウムを生成して、ガスセル内に封入できる。

アルカリ金属生成源にシリコンの3次元構造を用いたアプローチが、セシウム生成とガスセル内の脱ガス低減に有効であることを、4つの実験で実証した。まずアジ化セシウムをシリコンや多孔質アルミナの各基板に担持して高真空中（約 10^{-5} Pa）で加熱し、アジ化セシウムの分解反応の指標となる窒素量を、質量分析計の測定結果から推定した。その結果、シリコンの深溝構造へ適切な寸法の凸凹を付与することで、アジ化セシウムの融点とされる310℃付近で効率的にセシウム生成が可能であること

－以下割愛－

を確認した。次に、光学計測用チャンバとセシウム生成源封入チャンバで構成されるガスセルを設計し、ガスセル内の残留ガスを質量分析計で調べた。ガスセル作製プロセスでは、酸素プラズマと窒素ラジカル処理を組み合わせた低温プラズマ活性化接合を適用し、アジ化セシウムが担持されていない生成源用基板を封止した。ガスセル内に封止されたシリコンの3次元構造からの脱ガス種・分量を分析すると、セシウムを酸化する酸素や水は極めて小さな値を示し、原子時計として機能する最適な緩衝ガス圧からのズレとなる窒素は微量であった。

またシリコン構造体のセシウム生成源を封入して作製したガスセルを315℃に加熱すると、約10分後にガスセル内にセシウム塊が付着していること確認した。さらにガスセル内のセシウム原子密度と相関するセシウムの吸光度を分光光度計で測定すると、ガスセル作製後の700日間も安定した値を示した。これはセシウム原子密度が長期間安定した状態であり、ガスセル性能の長寿命化を示唆するとともに、前述した残留ガス分析において酸素や水が極めて小さかった結果とも整合する。さらに原子時計の精度を表す短期周波数安定度を求めると 5×10^{-11} (積算時間1秒) となり、先行研究のガスセルと同等の高い周波数精度を示した。以上から、本研究のガスセル作製プロセスが原子時計用ガスセルに有効であることが実証された。

最後にガスセルのさらなる小型化を目的に、ガスセルの基本構造とシリコンの3次元構造を使ったセシウム生成源が一体になった新しいガスセル構造を設計した。本ガスセルは、中央に光学チャンバ、その周辺にセシウム生成源となる3次元構造を配置した。このガスセル構造を深溝構造の寸法と深堀ドライエッチングの条件を最適化することで、設計通りのガスセル構造の作製に成功した。