

Oberflächenfunktionalisierungen und ihre Wechselwirkung zur Verkapselung von Alkalidampfzellen

Dissertation
Zur Erlangung des akademischen Grades
Doktor-Ingenieur (Dr.-Ing.)

vorgelegt dem Rat der Physikalisch-Astronomischen Fakultät
der Friedrich-Schiller-Universität Jena

von M.Sc. Florian Christof Dominik Wittkämper

geboren am 15.01.1991 in Köln

Gutachter

1. Apl. Prof. Dr. Frank Schmidl, Friedrich-Schiller-Universität Jena
2. Prof. Dr. habil. Joachim Albrecht, Hochschule Aalen
3. Prof. Dr. Michael Rüb, Ernst-Abbe-Hochschule Jena

Tag der Disputation: 15. März 2024

Zusammenfassung in deutscher und englischer Sprache

Alkalidampfzellen sind das Herzstück eines jeden Optisch gepumpten Magnetometers (OPM). Sie können als Glas-Silizium-Glas-Sandwich hergestellt werden. Werden insbesondere auch Technologien für Mikro-Elektro-Mechanische-Systeme (MEMS) genutzt, so können diese MEMS-Zellen mit Dünnschichttechnologie funktionalisiert werden. Die vorliegende Dissertation untersucht verschiedene Funktionalisierungen zum Aufbau einer Technologieplattform für die Herstellung und aufgabenorientierte Optimierung von Alkalidampfzellen für OPM. Eine besondere Herausforderung war die Entwicklung von technologischen Verfahren und deren Ausführung, welche mit dem Fügeprozess des anodischen Bondens kompatibel sind.

Gold-Spiegel, welche sich innerhalb der Alkalidampfung befinden, konnten im Rahmen dieser Arbeit mittels Verdampfen hergestellt und mittels Atomlagenabscheidung passiviert werden. Mikroskopieaufnahmen zeigen lokale Defekte in der Passivierung, wo das Caesium mit dem Gold der Spiegel reagiert hat. Ein Vergleich der Reflexionswerte mit unpassivierten Goldspiegeln zeigt eine Reflexion von über 90 % für passivierte und eine Reflexion von unter 6 % für unpassivierte Goldspiegel im gesamten sichtbaren Bereich. Zur Reduktion der reflektierten Leistung an Materialübergängen der MEMS-Zelle wurden Antireflexschichten aus Al_2O_3 und TiO_2 mittels Atomlagenabscheidung realisiert. Die dielektrische Schicht reduziert zwar die Ausbeute beim anodischen Bondprozess, erniedrigt aber im gleichen Zug die Reflektivität des Glases von fast 4 % auf ca. 0,2 %. Durch den anodischen Bondprozess verändert sich die Reflektivität auf Werte zwischen 0,1 % und 0,6 %.

Zur Steuerung der Temperaturverteilung der MEMS-Zellen wurden verschiedene Materialien und Designs von Dünnschicht-Heizwiderständen untersucht. Metallische Heizwiderstände aus Niob haben sich bei den Untersuchungen als unzureichend erwiesen. Heizwiderstände aus Gold-Palladium zeigen hingegen stabile Widerstandswerte sowohl bei hohen Umgebungstemperaturen als auch als aktiv betriebener Heizwiderstand. Beim anodischen Bondprozess mit den vorher aufgetragenen Heizwiderstandsschichten wurden elektrische Überschlüsse und lokale Defekte an den Heizwiderständen erzeugt. Die Zahl dieser Defekte konnte durch eine Anpassung des Herstellungsprozesses stark reduziert werden. Mit AuPd-Heizwiderständen ausgestattete MEMS-Zellen zeigten bei Langzeitbenutzung eine Kondensation von Caesium im optischen Strahlengang. Diese Kondensation kann durch Designanpassung des elektrischen Heizwiderstands verhindert werden.

Eine weitere Möglichkeit, das Kondensieren von Caesium im optischen Strahlengang zu verhindern, ist das Implementieren von transparenten elektrischen Heizwiderständen. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurden aluminiumdotiertes Zinkoxid (AZO) und Indiumzinnoxid (ITO) untersucht. Während sich AZO aufgrund des immer weiter steigenden Widerstandswertes bei hohen Umgebungstemperaturen als unzureichend herausgestellt hat, zeigte sich, dass ITO nicht nur eine hohe optische Transmission aufweist, sondern auch langzeitstabil bezüglich des Widerstands während der Verwendung ist. Zur Untersuchung der Eignung dieser technologischen Realisierung von Heizwiderständen wurden MEMS-Zellen in verschiedenen Designs mit ITO-Heizwiderständen hergestellt. Mit ITO beschichtete MEMS-Zellen reduzieren nicht nur das Kondensieren von Caesium im optischen Strahlengang, sie entfernen auch zuvor kondensiertes Caesium. Als letzte Funktionalisierung der Glaswafer wurden verschiedene Ätzprozesse zum Erstellen von Gräben zum mechanischen Schutz von anderen Dünnschichtstrukturen auf ihre Kompatibilität mit dem Herstellungsprozess von MEMS-Zellen untersucht. Hierbei zeigte sich, dass induktiv gekoppeltes Plasma-Ätzen zu stalagmitartigen Strukturen im Ätzgraben führt. Eine Untersuchung des Ätzprozesses mittels Flusssäure zeigte, dass die besten Ergebnisse mit einer Ätzmaske aus Photolack erzielt werden können und Nickel-Chrom negative Einflüsse auf den Bondprozess haben kann.

Cells filled with alkali atom vapor are the heart-piece of almost all optically pumped magnetometers (OPM). Those cells can be realized as a sandwich of glass, silicon and glass. By utilizing technologies originated in micro-electro-mechanic-systems (MEMS), those cells can be functionalized using thin-film technology. This PhD thesis investigates several options for functionalization to build a technological platform for the fabrication and task-specific optimization of alkali-vapor cells for OPM. A specific challenge was the development of processes which are compatible with the fabrication step of anodic bonding.

Gold mirrors were deposited by evaporation and passivated by atomic layer deposition. Microscopic images show localized defects in the passivation layer where cesium vapor reacted with the gold. A comparison between passivated and unpassivated gold mirrors show a reflectivity of more than 90 % for passivated mirrors and a reflectivity of below 6 % for unpassivated mirrors in the spectrum of visible light and the near infrared region. In order to reduce the amount of reflected power at the interfaces between the different materials of the MEMS-cell, anti-reflective coatings made of Al_2O_3 and TiO_2 have been realized via atomic layer deposition. This dielectric layer reduces the yield at the fabrication step of anodic bonding but reduces the reflectivity compared to Glass from nearly 4 % to about 0,2 %. During the anodic bonding process the reflectivity changes to values between 0,1 % and 0,6 %.

To control the temperature distribution of the MEMS-cells different materials and designs of thin-film heater resistors were investigated. Metallic Niobium has proven to be ineligible as a heating material for MEMS-cells. Gold-Palladium has been investigated and shows stable resistance values both, at high surrounding temperatures as well as an active heating element. During the anodic bonding process electrical discharge occurs, which damages the AuPd heating element. We were able to reduce the amount of defects through an adaptation of the bonding process. MEMS-cells with AuPd-heaters show condensation of Cesium in the optical path if used over long times. This condensation can be prevented with a change in the heater design.

Another option to prevent Cesium from condensing in the optical path of the MEMS cell is the use of transparent electrical heaters. In this thesis both, aluminum-doped zinc oxide (AZO) and indium tin oxide (ITO) have been investigated. While AZO proved to be ineligible due to its on and on increasing resistance at high ambient temperatures, ITO proved not only to have high transmission values at relevant wavelengths but also to be longtime stable concerning its resistance while in use. To evaluate the adequacy of ITO-heaters, MEMS-cells using different designs have been realized with ITO-heaters.

With implemented ITO heaters, they not only reduce the amount of Cesium condensation, they remove prior Cesium from the optical paths.

The last functionalization that was evaluated in this work concerning the compatibility with the fabrication process of MEMS-cells are trenches which are etched into the glass. It was shown that inductively coupled plasma etching leads to stalacmite like structures in the etched trenches. An investigation of HF etching showed that NiCr as an etchmask can have negative impact on the bond quality, while the best results are achieved with only photoresist as an etching mask.

Teile dieser Arbeit sind bereits in folgender Publikation zur Veröffentlichung eingereicht:

F. Wittkämper, T. Scholtes, S. Linzen, M. Ziegler, R. Stolz "Integration of passivated gold mirrors into microfabricated alkali vapor cells" In: Ceramic Coatings and Engineering Technology (2023) ISSN 2079-6412

Im Rahmen dieser Arbeit sind verschiedene Publikationen in Co-Autorschaft entstanden, welche keinen Einzug in diese Dissertation gefunden haben:

G. Oelsner, V. Schultze, R. IJsselsteijn, F. Wittkämper, R. Stolz "Sources of heading errors in optically pumped magnetometers operated in Earth's magnetic field". In: Physical Review A 99 (1 2019) <https://doi.org/10.1103/PhysRevA.99.013420>

V. Schultze, T. Scholtes, G. Oelsner, F. Wittkämper, T. Wieduwilt, R. Stolz "An Optically Pumped Magnetometer with Omnidirectional Magnetic Field Sensitivity" In: Sensors 23 (15 2023) S. 6866 <https://doi.org/10.3390/s23156866>

H. Wagner, V. Ripka, A. Dellith, J. Dellith, F. Wittkämper, U. Hübner, M. Ziegler "Plasmonic black coatings with broadband absorption for space applications" In: Journal of Vacuum Science & technology A 41 (5 2023) <https://doi.org/10.1116/6.0002821>

Im Rahmen dieser Arbeit wurden folgende wissenschaftliche Vorträge gehalten:
Vortrag im Dornburg-Seminar 2019 "Techniques for advanced fabrication of optically pumped magnetometers based on vapor gas cells"

Zusätzlich wurden folgende wissenschaftliche Veröffentlichungen erstellt:

F. Wittkämper, A. Bikowski, K. Ellmer, K. Gärtner, E. Wendler "Energy-Dependent RBS Channelling Analysis of Epitaxial ZnO Layers Grown on ZnO by RF-Magnetron Sputtering" In: Crystals 9 (6 2019) 290. <https://doi.org/10.3390/cryst9060290>

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	4
2	Physikalische Grundlagen	8
2.1	Energiespektrum von Alkalimetallen	8
2.2	Optisches Pumpen	11
2.3	Linienverbreiterungsmechanismen optischer Spektrallinien	13
2.4	Relaxationsmechanismen	15
2.5	Optisch gepumpte Magnetometer	15
2.6	Magnetfeldempfindlichkeit	17
3	Technologische Grundlagen	18
3.1	Wahl des Alkalimetalls	18
3.2	Anforderungen an Alkalidampfzellen	19
3.3	Befüllung mit Alkalimetall	20
3.3.1	Elementares Caesium	20
3.3.2	Wachstaschen	21
3.3.3	Chemische Reaktion	21
3.3.4	Pillen	21
3.3.5	Azide	22
3.4	Strukturierungsprozesse für Silizium	23
3.4.1	Nasschemisches Ätzen	23
3.4.2	Ultraschallfräsen	24
3.5	Strukturierungsprozesse für Glas	24
3.5.1	HF-Ätzen	24
3.5.2	ICP-Ätzen	25
3.5.3	IBE	25
3.6	Verkapselungsprozesse	26
3.6.1	Anodisches Bonden	26
3.6.2	Thermokompressionsbonden	26
3.7	Anodisches Bonden	27
3.7.1	Materialwahl	28
3.7.2	Prozess des anodischen Bondens	29
3.7.3	Fehlbondungen	31

4	Ergebnisse und Diskussion	33
4.1	Zellherstellung	33
4.1.1	Designs	33
4.1.2	Probenherstellung	34
4.1.2.1	Probenvorbehandlung	36
4.1.2.2	Erste Bondung	36
4.1.2.3	Befüllung und zweite Bondung	39
4.1.2.4	Photolyse und Charakterisierung	42
4.2	Dünne optische Schichten	44
4.2.1	Integrierte Spiegel	44
4.2.1.1	Materialwahl und Probenherstellung	45
4.2.1.2	Ergebnisse	48
4.2.2	Antireflex-Schichten	52
4.2.2.1	Materialwahl	53
4.2.2.2	Bonduntersuchung mit ALD-Schicht	53
4.3	Realisierung metallischer Dünnschichtheizwiderstände	57
4.3.1	Thermische Simulationen	57
4.3.2	Materialwahl	58
4.3.2.1	Niob	59
	Heiztest	59
	Bondtest	61
4.3.2.2	Gold-Palladium	64
	Heiztest	64
	Bondtest	66
4.3.2.3	Realisierung	69
4.4	Transparente elektrische Heizwiderstände	71
4.4.1	Motivation	71
4.4.2	Materialwahl	71
4.4.2.1	AZO	72
	Optische Eigenschaften	72
	Elektrische Eigenschaften	73
4.4.2.2	ITO	74
	Optische Eigenschaften	74
	Elektrische Eigenschaften	75
	Wechselwirkung ITO mit Excimerlaser	77

4.4.3	MEMS-Zellen mit transparenten Heizwiderständen	78
4.5	Glasstrukturierung	82
4.5.1	ICP-Ätzen	83
4.5.2	Untersuchungen HF-Ätzen und Bondversuche	87
5	Zusammenfassung und Ausblick	91
6	Anhang	96
	Literatur	99
	Abbildungsverzeichnis	99
	Tabellenverzeichnis	103
	Ehrenwörtliche Erklärung	104
	Danksagung	106

1 Einleitung

Mit der technologischen Entwicklung des Menschen, die Detektion von Magnetfeldern immer neue Anwendung, im Alltag werden sie als Schalter für Waschmaschinen oder Autos verwendet, ansonsten finden sie zur Navigation [1], in der Medizin [2, 3], in der Werkstoffprüfung [4, 5], bei geophysikalischen und geotechnischen Untersuchungen [6, 7] immer neue Aufgabenfelder.

Für diese Anwendungen stehen verschiedene Magnetometer zur Verfügung, von Hall-Sonden, Fluxgatesensoren, über supraleitende Quanteninterferenz-Detektoren (Englisch: *superconducting quantum interference device*, SQUID), optisch gepumpte Magnetometer (OPM) oder Stickstoffvakanz in Diamanten (NV-Zentren) und noch vielen weiteren [8–10].

Während SQUID, Hall-Sonden und Fluxgatesensoren Vektormagnetometer darstellen, sind NV-Zentren und OPM vom Wirkprinzip, dem Zeeman-Effekt, her Absolutfeld-Sensoren (mit Ausnahme von OPM, die im Spin Austausch Relaxationsfreien Modus gemessen werden). Bei NV-Zentren. Bei OPM existieren zusätzlich Richtungsfehler und Totzonen, welche die Messgenauigkeit der Sensoren in bestimmten Winkeln zum Magnetfeld beeinflussen [11, 12]. Abhängig von benötigter Empfindlichkeit, dem verfügbaren Abstand zum Messobjekt, technischem Aufwand zur Realisierung, benötigter Infrastruktur und gewünschter Information kommen für unterschiedliche Messaufgaben, -verfahren und Bedingungen verschiedene Magnetometertypen in Frage. Während Hall-Sensoren und Fluxgatesensoren über ein höheres Rauschen als SQUID verfügen, sind letztere nur bei kryogenen Temperaturen anwendbar, was wiederum den minimal möglichen Abstand zur Probe einschränkt und gleichzeitig eine aufwändige mechanische Kühlung oder die Versorgung mit flüssigem Helium (bei Tieftemperatur-Supraleitern) oder flüssigem Stickstoff (bei Hochtemperatur-Supraleitern) erfordert. Gleichzeitig waren SQUID aber über viele Jahre mit Abstand die empfindlichsten Magnetometer. Allerdings führen die Weiterentwicklung von anderen Magnetfeldsensoren, vor allem von OPM dazu, dass Anwendungsbereiche, die ursprünglich von SQUID aufgrund ihrer Magnetfeldempfindlichkeit dominiert wurden mittlerweile auch mit anderen Sensoren realisiert werden können. Zu diesen Anwendungen gehören zum Beispiel die Magnetoenzephalographie [13–16], die (fötale) Magnetokardiographie [17–22] oder die Magnetresonanztomographie [23]. Außerdem können mit OPM Anwendungsgebiete erschlossen werden, welche bisher nicht so flexibel durch SQUID realisiert werden konnten, wie ein zweidimensionales Array aus Messpunkten zur grafischen Darstellung einer Magnetfeldverteilung [24].

Diese erhöhte Verbreitung von OPM sind nicht nur auf die mittlerweile zu SQUID-Systemen vergleichbar gute Sensitivität zurückzuführen, sondern auch, aus den oben aufgeführten Gründen, auf den geringeren Aufwand zur Durchführung einer Messung.

OPM verwenden die magnetfeldabhängige Änderung von Eigenschaften eines paramagnetischen Gases, üblicherweise wird dafür Alkalidampf verwendet. Die Eigenschaften des Alkalidampfs werden durch den Zeeman-Effekt im Magnetfeld geändert. Diese Änderung kann optisch ausgelesen werden. Entsprechend bilden Alkalidampffzellen das Herzstück eines OPM. Das verdeutlicht die Bedeutung der Realisierung dieser Alkalidampffzellen und all der zugehörigen Funktionalisierungen.

Diese Alkalidampffzellen können auf verschiedene Art und Weise hergestellt werden. Auf der einen Seite befinden sich händisch hergestellte Zellen, welche normalerweise über den Prozess des Glasblasens geformt werden. Diese Glaskugeln haben typischerweise einen Durchmesser von einigen cm. An diese wird ein Glasrohr angebracht, über welches sie mit einer Vakuumapparatur verbunden werden. unter Nutzung dieses Anschlusses werden sie oftmals zunächst von innen mit Paraffin beschichtet und anschließend mit Alkalimetall gefüllt [25]. Es ist auch möglich, sie über die gleiche Vakuumapparatur mit einem zusätzlichen Puffergas zu befüllen. Es existieren noch spezialisierte Fälle von anderweitig geformten Glaszellen, die über das Verschmelzen von Glasrohren hergestellt werden können [26].

Auf der anderen Seite finden Prozesse aus der Halbleitertechnik zur Herstellung von mikro-elektro-mechanischen Systemen (MEMS) Verwendung, um Zellen mit möglichst identischen Eigenschaften herzustellen. Diese miniaturisierten Zellen haben Kantenlängen von einigen mm. Dabei wird meist strukturiertes Silizium verwendet, welches über Verkapselungsprozesse wie das anodische Bonden oder das Thermokompressionsbonden verschlossen werden, nachdem eine Quelle für Alkalimetall eingeführt wurde. Eine erste Realisierung entsprechend dieses Prozesses gelang bereits im Jahr 2004 [27]. Beispiele für beide Zelltypen im direkten Größenvergleich sind in Abbildung 1 zu sehen.

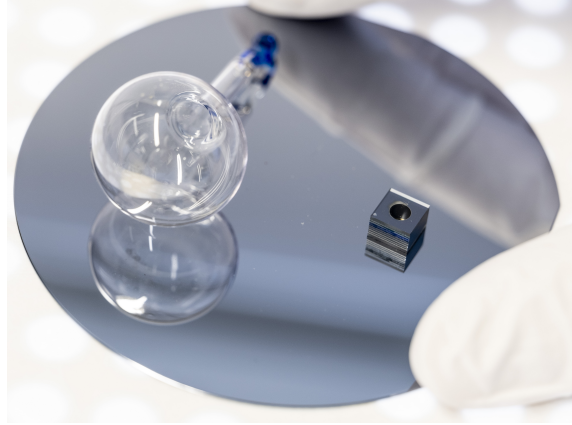


Abbildung 1: Links eine manuell mithilfe des Glasblasens hergestellte Zelle und rechts eine Zelle unter Nutzung von MEMS-Technologien (©Leibniz-IPHT/Sven Döring)

In Abbildung 1 sind zwei OPM-Zellen auf einem Siliziumwafer zu sehen. Links ist eine glasgeblasene Zelle, rechts eine MEMS-Zelle zu sehen. Je nach Messaufgabe verfügen beide Zellarten über ihre entsprechenden Anwendungsbereiche: Glasgeblasene Zellen verfügen üblicherweise über ein größeres Volumen als MEMS-Zellen und daraus resultierend, bei sonst gleichen Eigenschaften, über eine größere Menge an der Messung beteiligter Alkali-Atome. Daraus resultierend können mit OPM, die glasgeblasene Alkalidampfcellen nutzen, Rauschwerte von unter $30 \text{ fT}\sqrt{\text{Hz}}$ erzielt werden [28, 29].

Weist das zu messende Magnetfeld allerdings Gradienten über das an der Messung beteiligte Volumen auf, führt dies zu systematischen Fehlern bei der Bestimmung des Magnetfelds. Der Einfluss solcher Gradienten können mit kleineren Zellvolumen minimiert werden. Je nach Anwendung ist es notwendig, zu kleineren an der Messung beteiligten Volumen überzugehen.

MEMS-Zellen verfügen im Vergleich zu glasgeblasenen Zellen über ein kleineres Sensorvolumen, was meist zu höheren Rauschwerten im Bereich von bis zu hundert $\text{fT}\sqrt{\text{Hz}}$ führt [30, 31], aber eine Homogenität des zu messenden Magnetfelds über das Sensorvolumen garantiert. Außerdem werden oben genannte Anwendungsgebiete aufgrund der reproduzierbaren Herstellung und kleineren Größe erst durch die Anwendung von MEMS-Zellen möglich. Weitere Vorteile von MEMS-Zellen sind die bessere Integrierbarkeit und ein perspektivische Massenfertigung identischer Zellen.

Die ersten Arbeiten zur Herstellung von MEMS-Zellen sind am *National Institute of Standards and Technology* entstanden. Nachdem Kitching im Jahr 2002 die ersten Anforderungen an diese MEMS-Zellen formuliert hat, wurden sie in den Jahren danach,

nicht nur am NIST, implementiert, hergestellt und weiter verbessert [32–49]. Zielsetzung dieser Arbeiten war jedoch die Realisierung von Frequenzstandards. Aufbauend auf diesen Arbeiten, die den Grundstein für MEMS-Zellen legten wurde am Leibniz-IPHT die Herstellung adaptiert und für die Bedürfnisse der gestellten Forschungsfragen optimiert [30, 50–57]. Hierbei war das gestellte Ziel ohne magnetische Schirmung zu arbeiten, was zwangsläufig zu größeren Amplituden der Magnetfeldgradienten führt und so miniaturisierte Zellen notwendig macht. [58, 59].

Aufgrund der benötigten Miniaturisierung der Alkalidampfcellen und der angestrebten Messaufgaben finden am Leibniz-IPHT immer mehr MEMS-Zellen Verwendung. Um die Miniaturisierung, nicht nur der Zelle, sondern des gesamten Systems weiter voranzutreiben, werden Dünnschichttechnologien eingesetzt. Hierdurch können verschiedene Funktionalitäten, die normalerweise über externe Bauelemente oder Geräte erfüllt werden in die Messzelle implementiert werden.

Dazu gehören nicht nur elektrische Heizwiderstände, sondern auch integrierte optische Spiegel und Antireflexschichten. Diese dünnen Schichten machen vorher genutzte Öfen, Heizlaser oder optische Spiegel außerhalb der Alkalidampfzelle überflüssig und reduzieren so die Distanz zwischen Messobjekt und aktivem Messvolumen weiter.

Aufgrund der Reproduzierbarkeit der Eigenschaften dünner Schichten kann hierdurch eine Vergleichbarkeit der einzelnen Zellen gesichert werden. Gleichzeitig haben die verschiedenen dünnen Schichten sowie der Verkapselungsprozess Einfluss aufeinander.

Aus den oben genannten Argumenten heraus waren die Ziele dieser Arbeit die verschiedenen Funktionalisierungen zu untersuchen, um eine Technologieplattform zu entwickeln, damit modular Zellfunktionalisierungen für MEMS-Zellen abhängig von der Messaufgabe ausgewählt werden können. Hierfür werden zuerst die theoretischen Kenntnisse vermittelt, um ein Messprinzip von OPM-Zellen zu verstehen. Im nachfolgenden Kapitel werden die technologischen Grundlagen vermittelt, um die einzelnen Prozessschritte, die im Rahmen der Zellherstellung Anwendung finden nachvollziehen zu können. Danach werden verschiedene modulare Funktionalisierungen vorgestellt und auf ihre Funktionalität für MEMS-Zellen in OPM-Anwendungen untersucht, bevor im letzten Kapitel eine Zusammenfassung und Diskussion der Ergebnisse gegeben wird.

2 Physikalische Grundlagen

In diesem Kapitel werden die theoretischen Grundlagen vermittelt, um das Funktionsprinzip von optisch gepumpten Magnetometern (OPM) zu verstehen. Dafür werden die Energieschemata und deren Aufspaltung durch verschiedene Effekte sowie die Linienverbreiterung der resultierenden Spektrallinien erläutert. Im Anschluss wird dargelegt, inwiefern das optische Pumpen genutzt werden kann, um eine Spin-Polarisation zu erzeugen. Anschließend wird auf OPM und ihre Magnetfeldempfindlichkeit eingegangen.

2.1 Energiespektrum von Alkalimetallen

Alkalimetalle verfügen über ein einzelnes Valenzelektron. Dieses wird durch die vollständig gefüllten Elektronenschalen niedrigerer Hauptquantenzahlen vom Kern abgeschirmt. Aufgrund dieser Abschirmung eignen sich diese Metalle besonders gut für Anwendungen wie die optische Magnetometrie, in denen Atome manipuliert und ausgelesen werden sollen. Hinzu kommen die hohen Dampfdrücke und die heutzutage gute Zugänglichkeit der D-Linien, welche die Linien, die aus dem optischen Übergang des ersten angeregten Zustands sind, mithilfe von Diodenlasern. Elektronen können in verschiedenen, diskreten Energiezuständen existieren. Ein Übergang zwischen Energieniveaus ist mit der Aufnahme oder Abgabe von Energie verbunden. Diese verschiedenen Energiezustände verfügen über unterschiedliche Bahndrehimpulse \vec{L} mit der Bahndrehimpulsquantenzahl l . Elektronen haben einen Spin \vec{S} , der die Spin-Quantenzahl $s = \pm\frac{1}{2}$ annehmen kann. Der Bahndrehimpuls koppelt mit dem Spin des Elektrons nach der Gleichung

$$\vec{J} = \vec{S} + \vec{L} \quad (1)$$

zu einem Gesamtdrehimpuls des Elektrons \vec{J} mit der zugehörigen Quantenzahl j . Abhängig vom Gesamtdrehimpuls des Energieniveaus findet eine Aufspaltung in Unterniveaus auf. Diese Aufspaltung heißt Spin-Bahn-Kopplung und bildet mit Darwin-Term und der relativistischen Korrektur der Energie die Feinstruktur. Die Stärke der Spin-Bahn-Kopplung wird vom Bahndrehimpuls des Energieniveaus bestimmt und die entstehende Energieaufspaltung kann mittels

$$\Delta E = \frac{a}{2}[j \cdot (j + 1) - l \cdot (l + 1) - s \cdot (s + 1)] \quad (2)$$

berechnet werden[60]. Hierbei ist a die Spin-Bahn-Kopplungskonstante, welche sich aus

$$a = \frac{Z \cdot e^2 \cdot \mu_0 \cdot \hbar^2}{8 \cdot \pi \cdot m_e^2 \cdot r^3} \quad (3)$$

errechnet. Dabei ist Z die Ordnungszahl des Atoms, e die Elementarladung, μ_0 die magnetische Feldkonstante, \hbar das reduzierte plancksche Wirkungsquantum ($\frac{h}{2\pi}$), m_e die Masse des Elektrons und r der Abstand von Elektron zu Kern. Aus Gleichung 2 geht auch hervor, dass Zustände mit einem Bahndrehimpuls von 0 nicht aufspalten. Im Grundzustand befinden sich Alkaliatome im Zustand $n^M|\vec{L}|_j$, wobei n die jeweilige Hauptquantenzahl des Alkaliatoms darstellt und $M = 2s + 1$ die Multiplizität ist und S angibt. $|\vec{L}|$ werden je nach Wert aus der Historie heraus bedingte Buchstaben zugeordnet: S für 0, P für 1. Bei Caesium ist der Grundzustand entsprechend $6^2S_{1/2}$. Der erste angeregte Zustand 6^2P_J spaltet in zwei Zustände auf — $6^2P_{1/2}$ und $6^2P_{3/2}$. Der Übergang von $6^2S_{1/2}$ zu $6^2P_{1/2}$ wird D_1 -Linie genannt und liegt bei 894,6 nm, der Übergang von $6^2S_{1/2}$ zu $6^2P_{3/2}$ heißt D_2 -Linie und liegt bei 852,3 nm [61]. Der Gesamtdrehimpuls des Elektrons \vec{J} koppelt mit dem Drehimpuls des Kerns, \vec{I} zum atomaren Gesamtdrehimpuls

$$\vec{F} = \vec{I} + \vec{J} = \vec{I} + \vec{L} + \vec{s}. \quad (4)$$

Diese Kopplung führt zu einer Energieaufspaltung, die Hyperfeinstruktur genannt, welche mittels

$$\Delta V_{\text{HFS}} = \frac{A \cdot (F(F + 1) - [J(J + 1) + I(I + 1)])}{2} \quad (5)$$

berechnet wird [62]. Hierbei ist A die Hyperfeinstruktur-Konstante, welche sich aus

$$A = \frac{g_I \cdot e \cdot \hbar \cdot B_J}{2 \cdot m_P \cdot \sqrt{J(J + 1)}} \quad (6)$$

berechnet. In der Hyperfeinstrukturkonstante steht g_I für den Landé-Faktor des Kerns, B_J das am Ort des Kerns, durch das Elektron, erzeugte Magnetfeld und m_P die Masse eines Protons. Da die Protonenmasse um einen Faktor von ca. 2000 größer ist als die des Elektrons, ist die aus der Hyperfeinstruktur resultierende Aufspaltung auch um einen Faktor von ca. 2000 kleiner als die Feinstrukturaufspaltung aus Gleichung 2.

Der Drehimpuls des Kerns von ^{133}Cs hat einen Wert von $I = \frac{7}{2}$. In Abbildung 2 ist die energetische Aufspaltung der beiden Zustände $6^2S_{1/2}$ und 6^2P_J durch Fein- und Hyperfeinstruktur abgebildet. Durch die Hyperfeinstruktur spaltet der Zustand $6^2S_{1/2}$ in zwei

Zustände auf $F = 3$ und $F = 4$. Der erste angeregte Zustand $6P_{1/2}$ spaltet ebenfalls in zwei Zustände, $F' = 3$ und $F' = 4$, auf, siehe Abbildung 2. hierbei beschreibt F Zustände im Grundzustand und F' Zustände im angeregten Zustand. Entsprechend besteht die D_1 -Linie bei Caesium aus vier Übergängen.

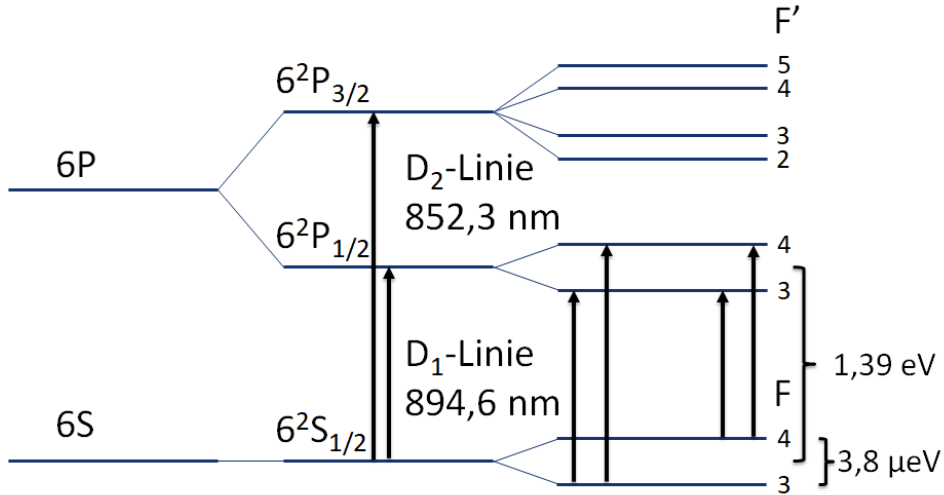


Abbildung 2: Feinstruktur und Hyperfeinstruktur der Energieniveaus $6^2S_{1/2}$ und 6^2P_J von ^{133}Cs .

Befindet sich das Alkalimetall in einem Magnetfeld, spaltet die Hyperfeinstruktur weiter auf. Diese Aufspaltung wird Zeeman-Effekt genannt [63, 64]. Er führt zu einer energetischen Aufspaltung von $(2F + 1) m_F$ -Unterniveaus, welche ohne anliegendes Magnetfeld entartet sind. Die Aufspaltung ist abhängig von der Stärke des umliegenden Magnetfelds. Die Energieaufspaltung des linearen Zeeman-Effekts kann mittels

$$E_{\text{mag}} = -\hbar \cdot \gamma \cdot m_L \cdot |\vec{B}| \quad (7)$$

berechnet werden, wobei γ das gyromagnetische Verhältnis und m_L ist die magnetische Quantenzahl ist. Das gyromagnetische Verhältnis für Caesium bei den Zuständen $F = 3$ und $F' = 4$ beträgt $3,5 \text{ nT/Hz}$. Die Larmorfrequenz ω_L beschreibt die Frequenz mit der Teilchen, die über ein magnetischen Dipolmoment verfügt, in einem äußeren Magnetfeld präzedieren.

Die Energiedifferenz zwischen den einzelnen Energieniveaus beträgt

$$\Delta E_{\text{mag}} = \hbar \cdot \gamma \cdot |\vec{B}| = \hbar \cdot \omega_L. \quad (8)$$

Daraus kann abgeleitet werden, dass

$$\omega_L = \gamma \cdot |\vec{B}| \quad (9)$$

gilt. Aus Gleichung 9 resultiert: Ist die Information über die Larmorfrequenz eines Ensembles von Atomen bekannt, dann kann der Betrag des Magnetfelds an diesem Punkt bestimmt werden.

2.2 Optisches Pumpen

Im folgenden Unterkapitel wird das optische Pumpen anhand des Beispiels von Cesium erklärt. Hierzu wird in Abbildung 3 links die Hyperfeinstruktur der Energieniveaus $6^2S_{1/2}$ und 6^2P_j abgebildet. Auf der rechten Seite sind die Zeeman-Niveaus der $6^2S_{1/2}$ und $6^2P_{1/2}$ Energieniveaus mit Angabe der Energiedifferenz dargestellt. Ein Vergleich der einzelnen Energieniveaus zeigt, dass der Zustand $|F, m_F\rangle = |3, 3\rangle$ energetisch am günstigsten ist. Allerdings sind die Unterschiede in der Energie der Hyperfeinstruktur und der Zeeman-Niveaus geringer als die thermische Energie bei 300 K von $E = \frac{k_B T}{h} = 26$ meV. Der Vergleich zum ersten optischen Übergang (die D_1 -Linie von $6^2S_{1/2}$ zu $6^2P_{1/2}$ mit 894,592 nm bzw. $E = 1,39$ eV) zeigt, dass die Elektronen sich im Grundzustand befinden und die Hyperfeinzustände gleichbesetzt sind.

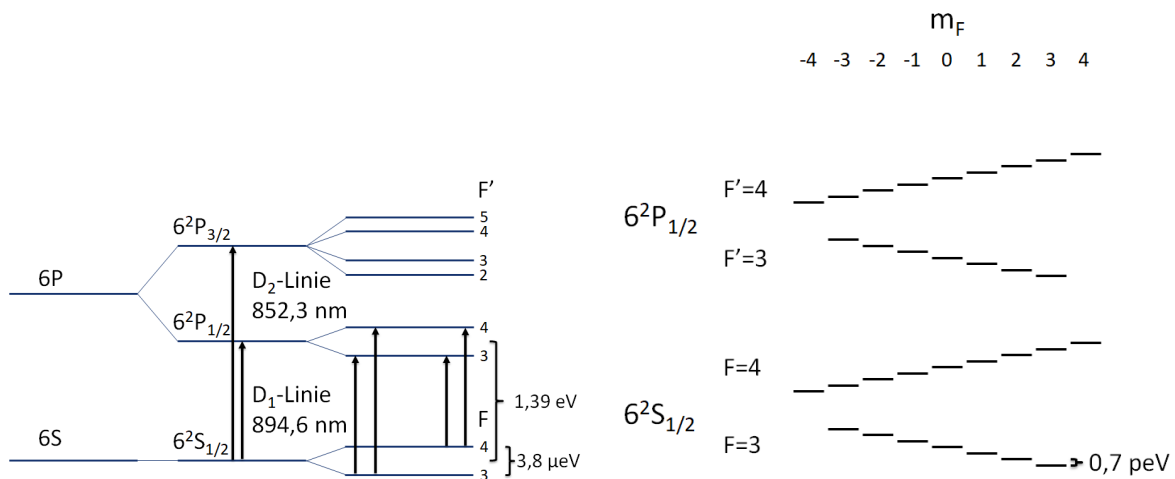


Abbildung 3: Hyperfeinstruktur der Energieniveaus $6S$ und $6P$ (links) und Zeeman-Niveaus der $6^2S_{1/2}$ und $6^2P_{1/2}$ Energieniveaus mit Angabe der Energiedifferenzen.

Eine Möglichkeit die Besetzungswahrscheinlichkeit zu ändern, ist das sogenannte opti-

sche Pumpen [65]. Bei diesem wird üblicherweise zirkular polarisiertes, resonantes Licht in Ausbreitungsrichtung \vec{k} genutzt, um eine Spin-Polarisation zu erzeugen. Da das Photon einen Drehimpuls von 1 mit sich bringt, wird aufgrund der Drehimpulserhaltung dieser Drehimpuls bei jeder Absorption auf das absorbierende Elektron übertragen. Dies führt zu einer Änderung des m_F -Werts ebenfalls um 1. Nach der Lebensdauer im angeregten Zustand relaxiert das Elektron unter Emission eines Photons wieder in den Grundzustand. Die spontane Emission folgt dabei den Auswahlregeln für optische Übergänge, sodass $\Delta F = 0, \pm 1$ und $\Delta m_F = 0, \pm 1$ gilt, wobei der Übergang $m'_F = 0$ zu $m_F = 0$ nicht möglich ist, wenn $\Delta F = 0$. Abgesehen davon ist die Änderung der m_F -Werte zufällig. Jeder Durchlauf von Absorption und Emission hat eine Wahrscheinlichkeit von über 0, dass der m_F -Wert höher ist als vor diesem Prozess. Dieser Prozess kann mehrfach wiederholt werden, bis keine Elektronen mehr vorhanden sind, um weiteres Licht zu absorbieren. In Abbildung 4 sind die Zeeman-Niveaus von $6^2S_{1/2}$ und $6^2P_{1/2}$ von ^{133}Cs , sowie die optischen Übergänge, welche von $F = 4$ zu $F' = 3$ mit σ^+ -polarisiertem Licht möglich sind dargestellt. Wenn sich Atome in den Zuständen $|F, m_F\rangle = |4, 3\rangle$ befinden oder $|F, m_F\rangle = |4, 4\rangle$ können sie keine weiteren Photonen mehr absorbieren. Diese Zustände werden als Dunkelzustände bezeichnet.

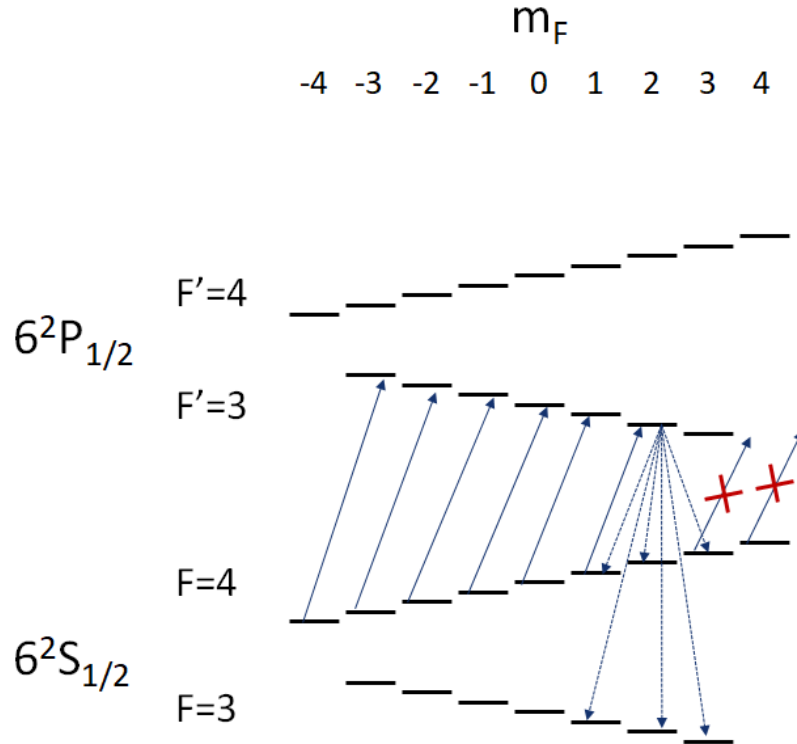


Abbildung 4: Darstellung Hyperfeinstruktur mit optischen Übergängen von $F = 4$ zu $F' = 3$ in ^{133}Cs und Dunkelzuständen, letztere gekennzeichnet durch mit roten Kreuzen markierten Pfeilen.

Zusammengefasst heißt das Herbeiführen einer Spin-Polarisation mit Licht "optisches Pumpen" und die Ungleichverteilung der verschiedenen m_F -Niveaus führt zu einer Polarisation entlang der Ausbreitungsrichtung des Pumpstrahls.

2.3 Linienverbreiterungsmechanismen optischer Spektrallinien

Angeregte Energiezustände haben nur eine begrenzte Lebensdauer bis das Elektron wieder in den Grundzustand übergeht und dabei, wenn es sich um einen optischen Übergang handelt, ein Photon emittiert. Aufgrund der begrenzten Lebensdauer und der Heisenbergschen Unschärferelation

$$\Delta E \cdot \Delta t = 2 \cdot \pi \cdot \hbar \cdot \Delta \nu \cdot \Delta t \leq \hbar, \quad (10)$$

bildet sich ein bestimmte Linienbreite aus [66]. Hierbei beschreibt ΔE die Ungenauigkeit der Energie, Δt die Ungenauigkeit der Zeit und $\Delta \nu$ die Ungenauigkeit der Frequenz. Diese Linie hat die Form einer Lorentzkurve mit der sogenannten natürlichen Linienbreite.

Der angeregte Zustand, der zur D1-Linie des Caesiums führt hat eine Lebensdauer von 34,9 ns, was zu einer natürlichen Linienbreite von 28,7 MHz führt [61]. Verschiedene Prozesse haben Einfluss auf die Lebensdauer der angeregten Zustände und durch die Energieunschärfe auch auf die Energieverteilung der Photonen. Daraus resultierend können erzwungene Relaxationsprozesse aufgrund der reduzierten Lebensdauer dieser Zustände zu einer verbreiterten Linienbreite führen. Zu diesen Prozessen gehört die Dopplerverbreiterung, welche auftritt, wenn der Bewegungsvektor des emittierenden Atoms einen von null verschiedenen Anteil in Ausbreitungsrichtung des emittierten Photons aufweist. Die Korrektur der Wellenlänge ergibt sich in diesem Fall aus

$$\nu' = \nu \cdot \left(1 - \frac{v}{c}\right), \quad (11)$$

wobei ν' die korrigierte Frequenz des Photons beschreibt, ν die ursprüngliche Frequenz, v die Geschwindigkeit des Atoms in Ausbreitungsrichtung des Photons und c die Lichtgeschwindigkeit. Durch diese Verbreiterung wird die Spektrallinie gaußförmig verbreitert und kann durch

$$\Delta\nu_G = \frac{\nu}{c} \cdot \sqrt{\frac{8 \cdot \ln 2 \cdot k_B \cdot T}{m}} \quad (12)$$

beschrieben werden [67]. Hier steht m für die Masse des jeweiligen Atoms, k_B für die Boltzmann-Konstante, und T für die Temperatur. Durch die Faltung der natürlichen Linienbreite mit der Gaußverbreiterung nimmt die Form der Spektrallinie ein Voigt-Profil an.

Ein anderer Verbreiterungsprozess ist die sogenannte Stoßverbreiterung. Sind zwei Atome, wovon mindestens eines im angeregten Zustand ist, hinreichend nah beieinander, führt dies zu einer Wechselwirkung und somit zu einer Energieverschiebung der einzelnen Energieniveaus. Betrachtet man eine Population von angeregten Atomen mit unterschiedlichen Abständen zueinander, zeigt sich eine statistische Verteilung der Energien der Photonen um einen Mittelwert. Dieser Mittelwert kann zusätzlich, im Vergleich zum isolierten System, verschoben sein. Emittierte Photonen sind dazu in der Lage, weitere Atome im Grundzustand anzuregen.

Sollte die Anregungsenergie des angeregten Atoms beim Stoß ganz oder teilweise in innere Energie (zum Beispiel molekulare Schwingungsenergie oder kinetische Energie der Wärmebewegung) umgewandelt werden, so ist es auch möglich, bei diesem inelastischen Stoß einen nicht-strahlenden Übergang zu beobachten. Dadurch wird ein erneutes Anregen von Caesiumatomen (engl. *radiation trapping*) verhindert. Handelt es sich beim Stoßpartner zum Beispiel um ein Molekül, kann die Energie in Schwingungen und Ro-

tationen überführt werden. Dieser Effekt wird als "quenching" bezeichnet [68, 69].

2.4 Relaxationsmechanismen

Es existieren verschiedene Prozesse, die ein polarisiertes Alkaliatom wieder depolarisieren. Stöße mit den Zellwänden, Stöße zwischen Alkaliatomen und Puffergas und Stöße zwischen Alkaliatomen. Stöße zwischen polarisierten Alkaliatomen und den Wänden der Zelle führen zu einer zeitlich begrenzten Adsorption. Durch die elektrostatische Wechselwirkung zwischen Wand und Alkaliatom wird die Polarisation des Alkaliatoms aufgehoben. Beim Spin-Austausch-Prozess bleibt der Gesamtdrehimpuls erhalten, bei der Spin-Zerstörung nicht. Den Alkalistößen und ihrem Einfluss auf den Gesamtspin liegt eine elektrostatische Wechselwirkung zugrunde [70–72]. Nach Ablösen von der Wand befindet sich das Atom in einem zufälligen m_F -Zustand. Die freie Bewegung zu den Zellwänden kann durch Einführen eines Puffergases eingeschränkt werden. Durch Kollisionen mit dem Puffergas diffundiert das Alkaliatom sehr viel langsamer zu den Zellwänden. Stöße zwischen polarisiertem Alkaliatom und Puffergas haben eine geringere Wahrscheinlichkeit, das Alkaliatom zu depolarisieren [73]. Dadurch stehen mehr polarisierte Alkaliatome zu einer Messung zur Verfügung, was die Performanz der OPM-Messung verbessert. Eine Alternative zum Puffergas stellen Beschichtungen der Zellwände mit bestimmten Materialien dar [74–80]. Stöße zwischen den Alkaliatomen führen entweder zu einem Spin-Austausch oder einer Spin-Zerstörung.

2.5 Optisch gepumpte Magnetometer

In diesem Unterkapitel wird beispielhaft ein mögliches Funktionsprinzip von OPM erklärt, um das für diese Arbeit notwendige Verständnis für die Optimierungsparameter der Zellentwicklung zu bekommen. Hier wird erneut ein Ensemble von Caesiumatomen innerhalb einer Zelle betrachtet, das mittels σ^+ -polarisiertem Licht aus einem Laser durch vollkommen transparente Zellwände hindurch optisch gepumpt wird. Weiterhin befindet sich das Ensemble innerhalb eines homogenen, konstanten Magnetfeldes $\vec{B} = B * \vec{e}_z$, dessen Stärke gemessen werden soll. Dieses Magnetfeld ruft eine Zeeman-Aufspaltung der Hyperfeinniveaus hervor. Der optische Aufbau ist schematisch in Abbildung 5 dargestellt.

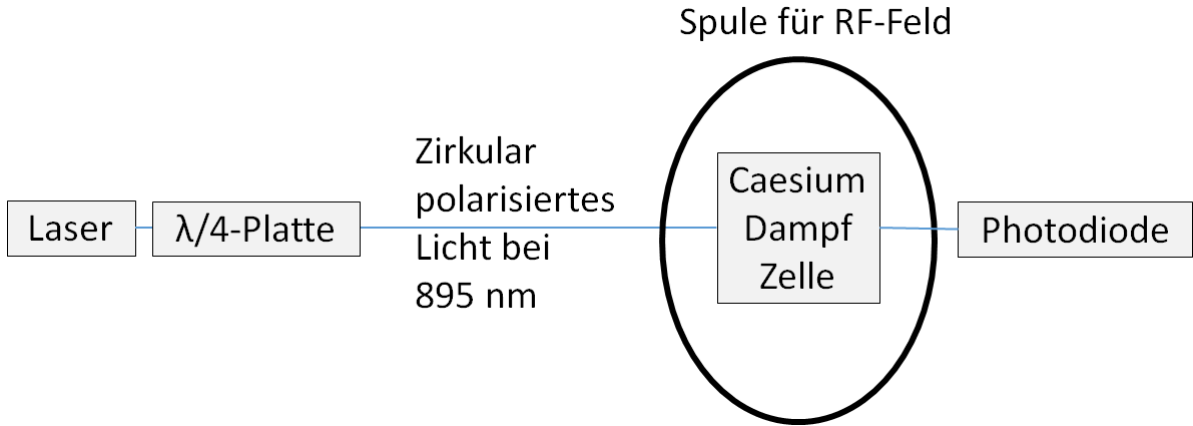


Abbildung 5: Schematischer Aufbau eines OPM.

Ein Laser emittiert einen Laserstrahl mit einer Wellenlänge von 895 nm. Dieses Laserlicht wird mittels Lambda-Viertel-Platte optisch aufbereitet, sodass es zirkular polarisiert ist. Das Licht des Lasers strahlt durch eine Caesiumdampfzelle und trifft auf eine Photodiode. Der Laserstrahl und das zu messende Magnetfeld schließen einen Winkel ungleich 0 ein. Um die Caesiumdampfzelle liegt eine Spule zum Anlegen eines oszillierenden magnetischen Wechselfelds(RF-Spule).

Aus der Bloch-Gleichung

$$\frac{d\vec{P}}{dt} = \vec{P} \times \omega_{\vec{L}} \quad (13)$$

geht hervor, dass der Polarisationsvektor \vec{P} um das statische Magnetfeld \vec{B} präzediert. Diese Präzession geschieht mit der Larmorfrequenz ω_L [81].

Mit dem Laserstrahl werden die m_F -Zustände durch optisches Pumpen ungleich verteilt. Ein signifikanter Teil der Atome befindet sich in den vorne eingeführten Dunkelzuständen, das Medium wird für das Laserlicht transparent.

Die Übergänge der einzelnen Zeeman-Niveaus liegt bei Magnetfeldstärken im Bereich des Erdmagnetfelds im Wellenlängenbereich von Radiowellen. Wird das Magnetfeld der Spule mit der Frequenz moduliert mit der die Polarisation um das zu messende Magnetfeld präzediert($\omega_L = \omega_B$), gehen Atome aus den Dunkelzuständen wieder in andere zustände über. Dadurch sinkt die Transmission des Laserlichts und damit der Strom an der Photodiode. So kann die Magnetfeldstärke (der Betrag von \vec{B}) mittels Gleichung 9 ermittelt werden.

2.6 Magnetfeldempfindlichkeit

Die kleinste messbare Änderung eines Magnetfeldes kann durch

$$\delta B \approx \frac{1}{\gamma} \sqrt{\frac{\Gamma_{\text{rel}}}{N\tau}} \quad (14)$$

berechnet werden und wird fundamentale spektrale Empfindlichkeit der Magnetfeldmessung genannt [82].

Hierbei ist N die Zahl der an der Messung beteiligten Atome, τ die Messdauer und Γ_{rel} die Spin-Relaxation-Rate, welche sich aus den Relaxationsraten ergibt. Aus der Gleichung geht hervor, dass die beste Empfindlichkeit erreicht werden kann, wenn die Spin-Relaxationsrate möglichst gering ist, die Messdauer möglichst lang ist und möglichst viele Atome an der Messung beteiligt sind.

Es handelt sich um einen rein berechneten Wert, an den man sich in der Realität meist nur mit großem technischem Aufwand annähern kann [30]. Die Teilchendichte bei einem festen Volumen ist durch

$$n = \frac{1}{T} \cdot 10^{26,031 + \frac{3830}{T}} \frac{1}{\text{cm}^3} \quad (15)$$

gegeben, wobei A und B experimentell bestimmte Konstanten sind [83]. Aus Gleichung 15 folgt, dass die Temperatur erhöht werden muss, um mehr Atome an der Messung teilhaben zu lassen. Eine erhöhte Temperatur führt ihrerseits zu mehr Kollisionen zwischen Caesiumatomen und der Zellwand, dem Puffergas oder anderen Caesiumatomen, was wiederum die Spin-Relaxationszeit reduziert. Entsprechend existiert für jedes Zelldesign bei jedem Puffergasdruck eine optimale Zelltemperatur, um die beste Magnetfeldauflösung zu erreichen.

3 Technologische Grundlagen

Nachdem im vorherigen Kapitel die notwendigen Grundlagen gelegt wurden, welche Effekte sich ein OPM zunutze macht, wird in diesem Kapitel die experimentelle Umsetzung von Alkalidampfzellen für OPM beschrieben. Im ersten Unterkapitel werden verschiedene Alkalimetalle beleuchtet und eines für die Herstellung von Alkalidampfzellen ausgewählt. Danach werden aus den Eigenschaften des Alkalimetalls und den Grundlagen des Funktionsprinzips die Anforderungen an den zu realisierenden Zellverbund abgeleitet. Im Anschluss werden die verschiedenen Möglichkeiten erklärt, mit denen das zu verwendende Alkalimetall in eine Dampfzelle eingebracht werden kann. Anschließend werden Strukturierungsprozesse für Silizium und Glas sowie verschiedene Verkapselungsprozesse erläutert, bevor abschließend intensiver auf das anodische Bonden eingegangen wird. Zur Durchführung dieser Arbeit wurden weitere Dünnschichtprozesse durchgeführt. Diese Prozesse umfassen Lithografie, Verdampfen, Kathodenzerstäubung und Atomlagenabscheidung. Die Grundlagen zu diesen Prozessen werden in [84, 85] erläutert.

3.1 Wahl des Alkalimetalls

Für die Anwendung in Alkalidampfzellen stehen verschiedene Alkalimetalle zur Auswahl.

Alkalimetall	Schmelzpunkt in °C	Siedepunkt in °C	Anzahl stabiler Isotope
Li	180,54	1330	2
Na	97,72	890	1
K	63,38	774	2
Rb	39,31	688	2
Cs	28,44	671	1
Fr	25	677	0

Tabelle 1: Übersicht über die Eigenschaften verschiedener Alkalimetalle [86].

Für die optische Magnetometrie müssen diese Alkaliatome in der Gasphase vorliegen. Die Schmelzpunkte der verschiedenen Alkalimetalle nehmen mit steigender Kernladungszahl ab, siehe Tabelle 1. Daraus resultierend können OPM-Messungen bei geringeren Temperaturen durchgeführt werden, wenn Elemente höherer Ordnungszahl verwendet werden. Dies ist besonders für biologische Anwendungen vorteilhaft. Gleichzeitig führt eine hohe Atommasse zu mehr abgeschlossenen Elektronenschalen, die das Valenzelektron vom Kern abschirmen und so den Einfluss des Kerns auf das Valenzelektron reduzieren. Aus diesen Gesichtspunkten heraus ist Francium zu bevorzugen. Es verfügt

aber über kein stabiles Isotop. Das nächst leichtere Alkalimetall ist Caesium. Caesium verfügt über genau ein stabiles Isotop. Deswegen muss keine aufwändige Isotopentrennung durchgeführt werden. Durch diese Eigenschaft hebt sich Caesium zu den anderen in der optischen Magnetometrie verwendeten Alkalimetallen ab. Hinzu kommt, dass Caesium, im Gegensatz zu Rubidium und Kalium, bei den Messtemperaturen nicht mit Glas reagiert. Der letzte Vorteil von Caesium ist ein technologischer: Elementares Caesium hat eine goldene Farbe und ist optisch einfach von den weißen, grauen und orangen Caesiumoxiden zu unterscheiden.

Aus diesen Gründen wird im Rahmen der vorliegenden Dissertation Caesium als Alkalimetall zur Herstellung von Alkalidampfzellen für OPM genutzt.

3.2 Anforderungen an Alkalidampfzellen

Alkalidampfzellen müssen verschiedene Anforderungen erfüllen, um für die Anwendung in OPM geeignet zu sein. Die Zelle muss elementares Caesium einschließen können, ohne dass Caesium mit der Umgebungsluft in Kontakt kommt. Entsprechend wird ein hermetisch dichter Verschluss für die Zelle benötigt. Aus der Anwendung in der magnetischen sowie elektromagnetischen Methoden heraus, sollen die Zellmaterialien nicht magnetisierbar sein. Es muss die Möglichkeit für einen optischen Pump- und Ausleseprozess gegeben sein. Deswegen muss die Zelle an zwei gegenüberliegenden Seiten für Licht mit der Wellenlänge der D1-Linie von Caesium transparent sein. Die Zellen müssen darüber hinaus die Messtemperaturen von 80 bis 120 ° C unbeschadet überstehen können.

In der Anwendung sollen biologische Felder mit mehreren Zellen gemessen werden, die verwendeten Zellen müssen also klein sein und über möglichst identische Eigenschaften, wie Puffergasdruck, Reflektivität des Glases, Form und Größe, verfügen. Der Herstellungsprozess muss entsprechend reproduzierbar sein. Da dünne Schichten angewendet werden sollen, um die Oberflächen der Zelle zu funktionalisieren, muss die Zellherstellung kompatibel mit verschiedenen Dünnschicht-Prozessen sein. Im Rahmen der Entwicklung von Alkalidampfzellen für die Anwendung in Atomuhren wurden MEMS-Zellen entwickelt, welche die oben genannten Anforderungen erfüllen [32]. Diese bestehen aus einem strukturierten Siliziumwafer mit Deckeln aus Borosilikatglas, welche gleichzeitig die optischen Fenster bilden. Das Silizium wird nasschemisch oder durch geeignete mechanische Verfahren strukturiert. Dadurch werden Kavitäten geschaffen, welche als Reservoir oder Messvolumen dienen.

Hinzu kommt, dass durch die Halbleiterindustrie diese beiden Materialien sehr weit er-

forscht sind und eine Vielzahl von etablierten Prozessen zur Verfügung stehen, um die Materialien zu verkapseln und die Oberflächen zu funktionalisieren.

3.3 Befüllung mit Alkalimetall

Für die Funktion des OPM werden Caesiumatome in der Dampfphase benötigt, welche optisch angeregt und ausgelesen werden sollen. In Kapitel 3.2 wurde bereits beschrieben, dass eine Kavität für die Caesiumatome benötigt wird. Es wurden im Feld der OPM verschiedene Möglichkeiten untersucht, diese Kavitäten mit Caesium zu befüllen. Es stehen zwei Herangehensweisen zur Verfügung: das Einfüllen von elementarem Caesium oder das Einfüllen von Caesiumverbindungen, welche in einer nachgelagerten chemischen Reaktion unter anderem zu elementarem Caesium reagieren. Zur ersten Kategorie zählt das Pipettieren von elementarem Caesium oder das Einbringen in Form von Wachstaschen. Zur zweiten Kategorie zählt das Nutzen von Caesiumchlorid und Bariumazid, die thermische oder optische Aktivierung von Caesiumazid und das Erhitzen von Gettern.

3.3.1 Elementares Caesium

Das Einfüllen von elementarem Caesium geschieht durch Glasampullen, welche mit Caesium gefüllt sind. Die Ampulle wird an einer Sollbruchstelle geöffnet und es steht elementares Caesium zur Verfügung. Da elementares Caesium hochreaktiv ist, fordert das direkte Einfüllen eine Schutzgasatmosphäre ab dem Zeitpunkt, zu dem die Caesiumampulle geöffnet wird, bis hin zum Gerät in dem der Verkapselungsprozess durchgeführt wird.

Durch diese Befüllmethode kann die Menge an Caesium unabhängig von der Menge an Puffergas gewählt werden. Puffergase können zusätzlich im Verschlussprozess eingeführt werden, indem die Verschlussanlage mit einem geeigneten Hintergrundgas des entsprechenden Druckes gefüllt wird. Diese Befüllmethode bringt den Vorteil mit sich, dass keine ungewollten Reaktions- edukte oder -produkte, wie bei den chemischen Reaktionen, in der Zelle verbleiben. Die Nachteile dieser Methode liegen darin, dass in einer Schutzgasatmosphäre gearbeitet werden muss, üblicherweise geschieht dies innerhalb eines geschlossenen Kastens mit Öffnungen für Handschuhe (Englisch *Glovebox*). Hinzu kommt, dass Caesium einen Schmelzpunkt von 28,44 °C hat. Hierdurch muss der Verschlussprozess gut kontrolliert sein, um einen Einfluss von Caesium auf die zu fügenden Oberflächen zu verhindern [87]. Daraus resultierend ist das Pipettieren von elementarem Caesium eine Technik, die vor allem bei der Herstellung von glaseblasenen Zellen

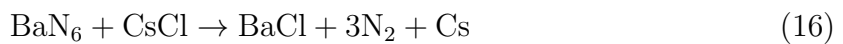
Verwendung findet.

3.3.2 Wachstaschen

Bei der Verwendung von Wachstaschen wird ausgenutzt, dass Wachs nicht mit Alkalimetallen reagiert und eine inerte Umgebung für den Transport des Alkalimetalls bietet. Dies führt dazu, dass das Alkalimetall in die Kavität eingebracht und nach dem Verschluss durch Hitzeeinwirkung geschmolzen werden kann. Der Nachteil ist, dass nach dem Schmelzen der Wachstaschen noch Wachsreste in der Zelle verbleiben. Zudem gelten alle Einschränkungen bezüglich Glovebox und Schutzgasatmosphäre des Pipettierens von elementarem Caesium auch bei der Herstellung der Wachstaschen[88].

3.3.3 Chemische Reaktion

Es gibt verschiedene chemische Reaktionen, die verwendet werden können, um elementares Caesium darzustellen. Die historisch erste Realisierung von MEMS-Zellen mit Alkalimetall nutzte Bariumazid und Caesiumchlorid. Hierfür werden die beiden Chemikalien in ein Reservoir eingefüllt und auf 200 °C erhitzt[27, 44]. Dabei wird nach der Reaktionsgleichung



Caesium, Stickstoff und Bariumchlorid freigesetzt. Das Bariumchlorid bleibt für den Einsatz als OPM-Zelle irrelevant im Reservoir zurück. Hierbei ist zu beachten, dass die Reaktionstemperatur für diese Reaktion geringer ist als die Temperatur für die meisten Verschlussprozesse. Daraus resultierend muss wiederum eine mögliche Kondensation von Caesium auf den zu fügenden Oberflächen verhindert werden.

3.3.4 Pillen

Alkali-Dispenser bestehen aus einer Pille aus Zirconium und Aluminium sowie einem einzubringenden Alkalimetall [89]. Ursprünglich als Getter verwendet, wurden sie 2008 das erste mal dazu genutzt Alkalidampfzellen mit Alkalimetall zu versorgen [90]. Hierfür werden die Alkali-Dispenser mit einem IR-Laser erhitzt, Stickstoff wird von den Metallen der Pille gebunden und Alkalimetall wird von der Pille freigesetzt [40]. Entsprechend stehen beim Einsatz von Alkali-Dispensern nur Puffergase zur Verfügung, die nicht mit den Metallen der Pille reagieren, Beispiele hierfür sind Argon und Neon. Beim Erhitzen erreicht der Alkali-Dispenser Temperaturen von über 700 °C [91]. Entsprechend muss die

Einwirkzeit der Temperatur des Alkali-Dispenser auf das umliegende Material beachtet werden.

3.3.5 Azide

Caesiumazid ist eine Verbindung aus Caesium und Stickstoff mit der Summenformel CsN_3 . Caesiumazid hat einen Schmelzpunkt von $310\text{ }^\circ\text{C}$ und einen Siedepunkt von $390\text{ }^\circ\text{C}$. Hierdurch sind höhere Verschlusstemperaturen möglich, siehe Kapitel 4.1. Caesiumazid ist in Wasser gut löslich [86]. Dies ermöglicht das Erstellen einer Caesiumazid-Lösung mittels Feinwaage und das Pipettieren von kleinen Volumen. So können auch kleine Mengen Caesiumazid präzise eingefüllt werden [55]. Nach der Verkapselung wird das Caesiumazid mittels Licht eines Excimerlasers mit der Wellenlänge 248 nm zersetzt und gibt entsprechend der Reaktionsgleichung



Stickstoff und elementares Caesium frei. Die Vorteile dieser Befüllungsmethode liegen in der hohen Temperaturstabilität und der automatischen Versorgung mit Puffergas in Form von Stickstoff [36, 92]. Die Nachteile liegen in der Toxizität von Caesiumazid und, dass Anwendungen ohne Puffergas nicht realisierbar sind. Eine Zersetzung mittels Pyrolyse ist ebenfalls möglich [93]. Hierfür werden jedoch Temperaturen von über $300\text{ }^\circ\text{C}$ benötigt. Diese Temperaturen führen dazu, dass das freiwerdende Caesium mit dem Glas der Alkalidampfzelle reagiert und somit nicht mehr für eine OPM-Messung zur Verfügung steht.

3.4 Strukturierungsprozesse für Silizium

In der vorliegenden Anwendung soll Silizium mit Glas verbunden werden, um Alkalidampfzellen herzustellen. Je nach Design muss das verwendete Silizium unterschiedlich strukturiert werden. Dazu stehen verschiedene Prozesse zur Verfügung. Auf die beiden in dieser Arbeit verwendeten Prozesse soll hier kurz eingegangen werden.

3.4.1 Nasschemisches Ätzen

Das nasschemische Ätzen von Silizium ist ein anisotroper Prozess, da die Aktivierungsenergie verschiedener Kristallebenen des Siliziums einen unterschiedlichen Wert aufweisen. Deswegen kann über die Temperatur der Ätzlösung die Anisotropie des Ätzprozesses beeinflusst werden [84, 94, 95]. Prinzipiell können alle wässrigen Ätzlösungen mit einem pH-Wert größer als 12 zum Strukturieren von Silizium verwendet werden. Aufgrund von Toxizität, Explosivität, Ätzqualität und weiteren technischen Auswahlkriterien sind Kaliumhydroxid (KOH) und Tetra-Methyl-Ammoniumhydroxid (TMAH) die am häufigsten verwendeten Laugen zum Ätzen von Silizium [96, 97].

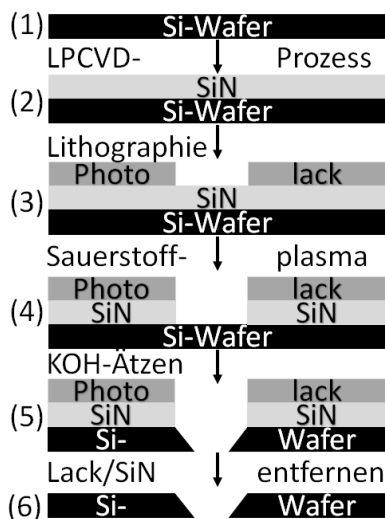


Abbildung 6: Schematische Darstellung des Ätzprozesses von Silizium.

TMAH wird vor allem in CMOS-kompatiblen Prozessen verwendet. Im vorliegenden Fall wird aufgrund der besseren Oberflächenqualität und höheren Ätzgeschwindigkeit von $1,1 \mu\text{m}$ pro Minute KOH verwendet [98]. Die Anisotropie des Ätzprozesses kann durch die Temperatur der Ätzlösung beeinflusst werden. Üblicherweise wird KOH in einer Konzentration von 20 % verwendet und das Ätzbad auf Temperaturen von 80 bis 90 °C erhitzt. Aus der quasi stabilen 111-Kristallebene und der 100-Richtung, die den Normalvektor zur Waferoberfläche bildet, ergibt sich ein Ätzwinkel von $54,7^\circ$. Entsprechend hängt die Realisierbarkeit von Designs von der Kompatibilität mit den Kristallachsen, sowie dem Aspektverhältnis von Dicke des Wafers zur Breite der Strukturen ab. Die Realisierung des Ätzprozesses mittels KOH ist schematisch in Abbildung 6 zu sehen. Der Strukturierungsprozess beginnt üblicherweise mit der Passivierung des Siliziumwafers (2). Hierfür eignen sich Siliziumnitrid [98–100] oder,

wenn TMAH verwendet werden soll, auch Siliziumoxid [101, 102]. Es wird ein Lithographieschritt durchgeführt, um das Siliziumnitrid zu schützen (3). Anschließend wird das freiliegende Siliziumnitrid durch ein Sauerstoffplasma entfernt (4). Dann wird der Siliziumwafer in die erhitzte KOH-Ätzlösung eingebracht und nach der benötigten Ätzzeit aus dem Ätzbad entfernt (5). Nachdem das Silizium strukturiert wurde, wird der Rest des Siliziumnitrids in einem Ätzbad aus Salpetersäure entfernt und der Wafer final gereinigt (6).

3.4.2 Ultraschallfräsen

Beim Ultraschallfräsen (US-Fräsen) gibt es verschiedene Systemkonfigurationen. Hier wird ausschließlich auf den Prozess eingegangen, der für die Herstellung der hier gezeigten MEMS-Zellen verwendet wurde. Informationen zu weiteren Ultraschallprozessen und nicht-klassischen Abtragsmethoden bieten [103–105].

Beim US-Fräsen werden Ultraschallfrequenzen im Bereich von wenigen 10 kHz genutzt, um ein Fräswerkzeug mechanisch anzuregen. Die Amplituden dieser Frequenzen betragen bis zu $15\ \mu\text{m}$ [106]. Das Werkzeug befindet sich in einer Werkzeughalterung, welche durch einen Aktor angeregt wird. Der Aktor regt die Werkzeughalterung parallel zur Werkzeugrichtung an. Dadurch ergibt sich ein effektiver Bohrvorgang, wenn sich das Werkzeug senkrecht zur Werkzeughalterung befindet und ein Schleifvorgang, wenn das Werkzeug parallel zur Oberfläche des Werkzeugs angeordnet ist [107].

3.5 Strukturierungsprozesse für Glas

Um das zu verwendende Borofloatglas zu ätzen, stehen verschiedene Prozesse zur Verfügung. Diese zeichnen sich durch verschiedene Grade an Anisotropie aus. Aufgrund der amorphen Struktur des Glases führen chemische Anteile bei den Ätzprozessen zu isotropen Strukturen. Physikalische Anteile bei Ätzprozessen führen zu Anisotropie.

3.5.1 HF-Ätzen

Beim Ätzen mittels Flußsäure (HF), wird eine entsprechende Ätzmaske (zum Beispiel NiCr 50:50, NiCr 80:20, Cr/Au oder Cr/Cu) aufgebracht und nach einer entsprechenden Lithografie nasschemisch strukturiert [108, 109]. Anschließend wird das Glas für eine begrenzte Zeit in eine gepufferte oder wässrige Flußsäure-Lösung eingebracht. Als Resultat dieses Verfahrens sind sehr gute Oberflächenbeschaffenheiten der Ätzgräben bekannt [110] und durch die hohen Ätzraten von bis zu $500\ \mu\text{m}$ in 85 Minuten [111] sind die zu

ätzenden Tiefen mit vertretbarem zeitlichen Aufwand durchführbar. Der HF-Ätzprozess hat ausschließlich chemische Anteile. Daraus resultierend gibt es bei diesem Ätzprozess keine Vorzugsrichtung. Er findet vollständig isotrop statt. Entsprechend findet immer eine Unterätzung der Hartmaske statt. In Abbildung 7 ist das Unterätzen einer Hartmaske aus NiCr dargestellt. Auf der linken Seite der Abbildung ist die Unterätzung (d_{U1}) identisch zur Ätztiefe (d_T), dies ist typisch für einen vollkommen isotropen Prozess. Auf der rechten Seite ist dargestellt, wie das Ätzprofil aussieht, wenn die Hartmaske im Prozess wegbricht (Orange-farbener Bereich). Letzteres führt zu einer größeren Unterätzung ($d_{U2} > d_{U1}$).

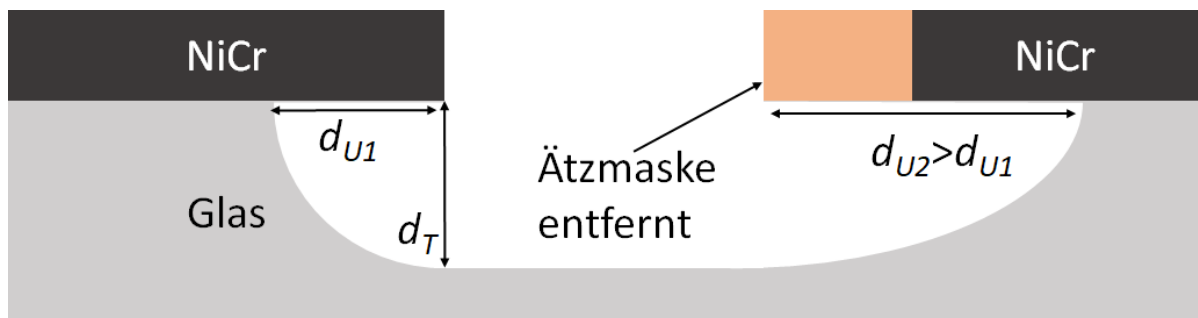


Abbildung 7: Schematische Darstellung der Unterätzung einer Ätzmaske durch HF.

3.5.2 ICP-Ätzen

Beim Ätzen mittels induktiv gekoppeltem Plasma (Englisch: *Inductive Coupled Plasma*, ICP) wird ein Ätzgas in einen Rezipienten eingebracht, welches zu einem Plasma ange regt und durch ein Magnetfeld auf das vorher lithografisch bearbeitete Substrat gelenkt wird. Das Ätzgas reagiert mit Teilen aus dem Glas und überführt diese in die Gasphase. Dieser Prozess verfügt über einen gemischten physikalischen und chemischen Anteil und hat, abhängig von den Prozessparametern, eine Anisotropie und Unterätzung von der Ätzmaske [112]. Die Ätzgeschwindigkeiten liegen, abhängig von den Prozessparametern, zwischen 500 und 750 nm/min [113].

3.5.3 IBE

Das Ionenstrahlätzen (Englisch: *Ion Beam etching*, IBE) ist ein rein physikalischer Prozess, bei dem ein Ionenstrahl mittels Beschleunigungsspannung auf das Substrat gerichtet wird. Hierzu wird meistens Argon verwendet. Der Ätzprozess findet statt, indem

die beschleunigten Ionen mit den Atomen der Glasstruktur in der Substratoberfläche kollidieren, ihre kinetische Energie abgeben und somit Atome und Atomcluster aus der Oberfläche lösen. Die Ätzgeschwindigkeiten liegen bei ca. 13 nm/s für Borofloatglas (BFG). [114].

3.6 Verkapselungsprozesse

Die einzelnen Komponenten - Silizium-Korpus und Glas-Deckel - müssen hermetisch miteinander verschlossen werden, um das hochreaktive Caesium vor Umgebungsgasen abzuschirmen. Borofloat-Glas ist in der maximalen Anwendungstemperatur beschränkt. Diese Beschränkung liegt für Prozesse, die über 10 h andauern bei 500 °C[115]. Nachfolgend sollen die verschiedenen Verkapselungsprozesse diskutiert werden, die ermöglichen Silizium und Glas miteinander zu fügen und bereits genutzt wurden, um Alkalidampfzellen zu realisieren[116–119].

3.6.1 Anodisches Bonden

Das anodische Bonden ist eine Verschlusstechnologie, die seit Jahren in der modernen Halbleitertechnologie implementiert ist ([120]). Dabei werden ein elektrischer Leiter und ein geeigneter Ionenleiter in Kontakt gebracht und durch eine angelegte Spannung bei meist erhöhter Temperatur chemisch verbunden. In der Regel werden hierbei Silizium und Gläser mit Alkaliverbindungen oder Erdalkaliverbindungen verwendet.

Durch die angelegte Spannung wird bei ausreichender Ionenleitfähigkeit eine Raumladungszone im Ionenleiter ausgebildet, die vom elektrischen Leiter gespiegelt wird. Dadurch kommt es zur elektrostatischen Anziehung beider Substrate und eine chemische Verbindung wird möglich.

Unter Voraussetzung ausreichend geringer Oberflächenrauheit und Welligkeit sowie eines geeigneten Prozessfensters ist somit ein hermetischer Verschluss möglich. Diese chemische Verbindung wird durch Ausbildung einer Oxidschicht zwischen den beiden Substraten realisiert, siehe Kapitel 3.7.

3.6.2 Thermokompressionsbonden

Das Thermokompressionsbonden ist eine Verschlusstechnologie, welche metallische dünne Schichten oder aus Metall bestehende Volumenmaterialien nutzt, um einen hermetisch

dichten Verschluss zu generieren. Es ist zwischen dem eutektischen Bonden, bei dem eine Legierung an der Grenzfläche beider Substrate entsteht und dem Metaldiffusionsbonden zu unterscheiden.

Beide Prozesse nutzen einen großen Anpressdruck bei erhöhter Temperatur, um einen hermetisch dichten Verschluss zu erzeugen. Beim Metaldiffusionsbonden bestehen die beiden zu bondenden Partner aus dem gleichen Material. Der Verschluss kommt so zustande, dass die beiden Metallgitter aufgrund von Druck und Temperatur ineinander übergehen. Übliche Kombinationen dafür sind Al-Al, Cu-Cu oder Au-Au ([121–125]). Je nach Materialkombination und verwendeter Anlage wird eine Aktivierung der Oberfläche benötigt, um die native Oxidschicht auf der Oberflächen zu entfernen. Dies geschieht meist in-situ [126].

Beim eutektischen Bonden werden verschiedene Materialien genutzt, die bei bestimmten Mischungsverhältnissen und Temperaturen ein Eutektikum ausbilden. Beispiele für mögliche Materialkombinationen sind Si-Au, Al-Au oder Al-Ge [127–129].

Indium-Bonden ist eine spezielle Anwendung des Thermokompressionbondens. Dieses macht sich den geringen Schmelzpunkt von Indium von 157 °C zunutze [130]. Dadurch können Verschluss temperaturen realisiert werden, die Wandbeschichtungen aus Kapitel 2.4 ermöglichen.

Da der Schmelzpunkt von Indium so gering ist, sind Anwendungen wie ein Spin-Austausch-freies Magnetometer nicht realisierbar. Auch am Leibniz-IPHT wurden Untersuchungen zum Thema In-Bonden durchgeführt. Diese zeigten jedoch eine geringere Ausbeute als das anodische Bonden ([131]).

3.7 Anodisches Bonden

Das anodische Bonden ist ein Fügeprozess bei dem Glas und elektrische Leiter hermetisch miteinander verbunden werden [132]. Die herausragende Eigenschaft dieses Fügeprozesses ist, dass er diese hermetische Verbindung bei Temperaturen unterhalb der Glasübergangstemperatur herbeiführen kann. Hierbei sind nicht nur Verbindungen zwischen Wafern sondern auch von Wafern gegen dünne Schichten möglich [133–136].

Beim anodische Bonden gegen dünne Schichten kann die Prozesstemperatur stark reduziert werden, wodurch auch Bondungen bei Raumtemperatur möglich sind [57, 137–139]. Dies bringt jedoch den Nachteil mit sich, dass sich der thermische Ausdehnungskoeffizient der dünnen Schicht stark von dem des Silizium unterscheidet. Daraus resultierend

können die Kavitäten nicht bei hohen Temperaturen evakuiert werden. Das Resultat ist, dass Restgase auf den Oberflächen zurückbleiben und mehr Caesium konsumieren.

3.7.1 Materialwahl

Als Korpusmaterial soll in dieser Arbeit p-dotiertes Silizium verwendet werden. Im anodischen Bondprozess weist dieses im Vergleich zu n-dotiertem Silizium bei gleichen Prozessparametern bessere Bondeigenschaften auf [140]. Das zu fügende Glas muss folgende Kriterien erfüllen:

1. Der thermische Ausdehnungskoeffizienten muss an den von Silizium angepasst sein.
2. Das Glas muss transparent für Licht der Caesium-D₁-Linie sein.
3. Das Glas muss über eine ausreichende Ionenleitfähigkeit verfügen, um das anodische Bonden zu ermöglichen.

Glas vom Typ Borofloat33 erfüllt all diese Anforderungen.

Zu 1.:

Da die Prozesstemperaturen üblicherweise zwischen 300 und 500 °C liegen, muss das verwendete Glas bezüglich des thermischen Ausdehnungskoeffizienten auf Silizium angepasst sein. Sonst kann es zu Biegeeffekten sowie Brüchen kommen[141]. Der thermische Ausdehnungskoeffizient von Silizium beträgt bei Temperaturen zwischen 300 K und 600 K Werte zwischen $2,63 \cdot 10^{-6}$ /K und $3,84 \cdot 10^{-6}$ /K [142]. Der thermische Ausdehnungskoeffizient von Borofloat33 beträgt zwischen 20 und 300 °C um $3,25$ /K.

Die thermischen Ausdehnungskoeffizienten liegen nah genug beieinander, um Anforderung 1 als erfüllt anzusehen.

Zu 2.

In Abbildung 8 sind Transmission und Reflexion einer 0,7 mm starken Borofloat33-Probe zu sehen. Die Transmission ist um 895 nm herum durchgehend über 93 %. Bei der Wellenlänge, die verwendet wird, um das Caesiumazid in Caesium und Stickstoff zu zersetzen, werden noch ca. 23 % Leistung transmittiert. Die transmittierte Leistung ist hierbei in beiden Fällen ausreichend, um Anforderung 2 als Erfüllt anzusehen.

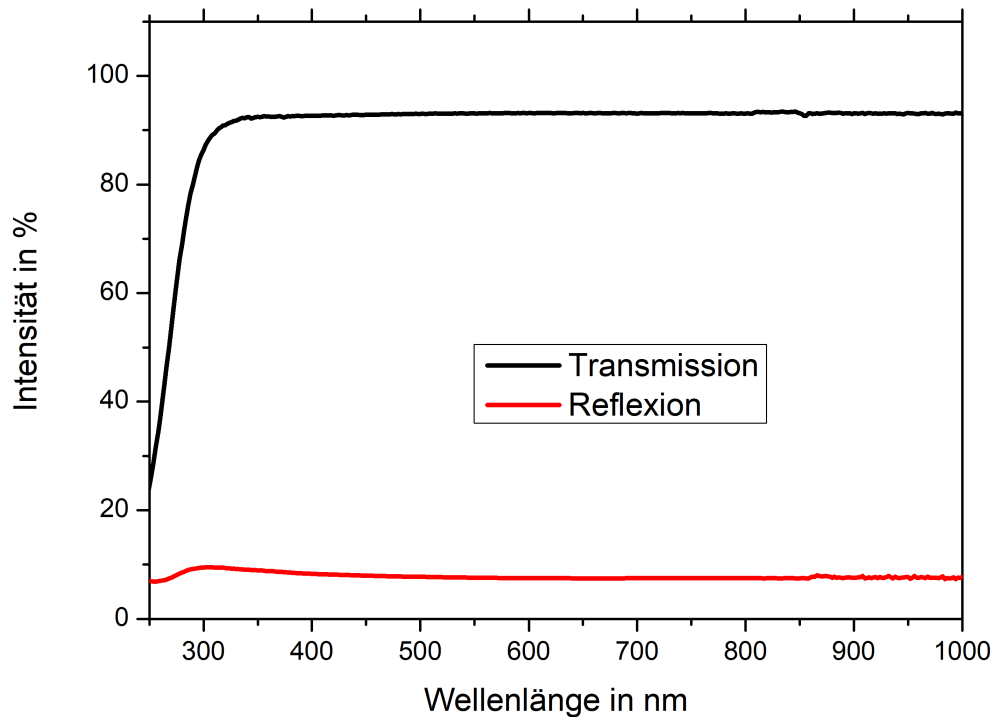


Abbildung 8: Transmission und Reflexion von 0,7 mm starkem Borofloat33, gemessen mit einem konfokal Spektrometer Olympus USPM.

Zu 3.

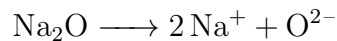
Eine ausreichende Ionenleitfähigkeit ist Voraussetzung für die Durchführung des anodischen Bondprozesses. Borofloatglas hat bei einer Temperatur von 300 °C eine elektrische Leitfähigkeit von $3 \cdot 10^{-8}$ S/cm. Entsprechend ist die Ionenleitfähigkeit bei Temperaturen unterhalb der Schmelztemperatur von Caesiumazid hoch genug, um einen anodischen Bond zu ermöglichen und damit Anforderung 3 zu erfüllen [143].

3.7.2 Prozess des anodischen Bondens

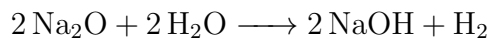
Auch wenn bestimmte Teile des Gesamtprozesses bereits untersucht wurden, ist der Bond-Prozess noch nicht vollständig erklärt. Die vorliegende Arbeit hat nicht das Ziel, bestimmte Teilreaktionen des anodischen Bondens zu untersuchen. Aufgabe dieser Arbeit ist es sich mit dem Prozess des anodischen Bondens in seiner Wechselwirkung auf dünne Schichten zu beschäftigen. Deswegen wird im Folgenden ein vereinfachter

Überblick über den Bond-Prozess und der relevanten chemischen Reaktionen gegeben. Der anodische Bond-Prozess lässt sich folgendermaßen aufteilen: je ein Glas- und ein Siliziumwafer von sehr glatter Oberflächenbeschaffenheit aufeinandergelegt. Beim Aufeinanderlegen sind bei ausreichender Glätte Interferenzringe zu erkennen. Abhängig von der Vorbehandlung kommt es bei hydrophilen Wafern und bei solchen, welche mit wässriger Flusssäure geätzt wurden, zum spontanen Bonden [144–146]. Dies ist auf Wasserstoffbrückenbindungen zwischen einzelnen Lagen von Wasser, die sich auf den beiden Wafern befinden, und den Hydroxylgruppen auf den Waferoberflächen zurückzuführen. Im nächsten Schritt wird das Waferpaar auf die Prozesstemperatur erhitzt. Sobald das Waferpaar auf der Prozesstemperatur ist, wird eine definierte elektrische Spannung angelegt [147]. Die Anode steht in Kontakt zum Glaswafer, die Kathode in Kontakt zum Siliziumwafer.

Durch die angelegte Spannung bewegt sich das aus der Dissoziation von Natriumoxid



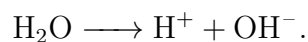
entstehende Na^+ zur Kathode, während das zweifach negativ geladene Sauerstoff unbeweglich bleibt. Das Natrium reagiert mit Wasser entsprechend



zu Natronlauge und Wasserstoff, wobei die Natronlauge an der Oberfläche des Glases reagieren kann und somit zu milchigen Verfärbungen führt [148].

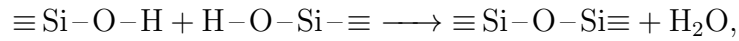
Diese Dissoziation und Bewegung des Natriumoxids führt zu einer an Natrium verarmten, quarzähnlichen Zone im Bereich der Silizium-Glas-Grenzfläche [[149–152]].

Der elektrische Widerstand dieser quarzähnlichen Schicht ist um ein Vielfaches größer, als der Widerstand des Glases [153]. Daraus resultiert, dass ein immer größerer Anteil der angelegten Spannung an dieser Verarmungszone abfällt. Das dadurch entstehende elektrische Feld wird größer, wodurch irgendwann nicht mehr nur noch die Kationen sondern auch die Anionen verschoben werden [154, 155]. Noch vorhandenes Wasser in der Glasmatrix oder an Oberflächen dissoziiert entsprechend folgender Reaktionsgleichung:



Das Wasserstoffion bewegt sich Richtung Kathode und reagiert mit dem Sauerstoff aus der Dissoziation des Natriumoxids zu Hydroxidionen.

Das erhöhte elektrische Feld in der Verarmungszone ist ausreichend, um Hydroxidionen zur Oberfläche zu ziehen, welche dort das Silizium oxidieren [156]. Diese oxidierte Oberfläche reagiert anschließend gemäß



wodurch unter Bildung einer Oxidschicht und unter Abgabe von Wasser die beiden Wafer miteinander verbunden werden. Wobei das „ \equiv “-Symbol bedeutet, dass das Siliziumatom mit drei weiteren Siliziumatomen aus dem Substrat kovalent gebunden ist.

Das freiwerdende Wasser dissoziiert wieder, reagiert weiter mit der Substratoberfläche und stellt so die funktionalen Gruppen für eine weitere kovalente Verbindung zur Verfügung. Der Abstand der beiden Wafer nahe der entstandenen Verbindung wird reduziert und stellt den nächsten favorisierten Punkt für eine Reaktion zur Erstellung einer Bondung dar. Dieser Zyklus wiederholt sich, bis die Bondung abgeschlossen ist oder kein Sauerstoff aus dem dissoziierten Natriumoxid mehr zur Verfügung steht [157].

So wird eine hermetische und im Fall von Borofloatglas irreversible chemische Verbindung zwischen Glas und Silizium generiert [158].

3.7.3 Fehlbondungen

Es gibt Prozesse, die zu ungebondeten Bereichen, sogenannten *Voids* oder *Bubbles*, zwischen den zu fügenden Flächen führen.

Dabei handelt es sich um ungebondete Bereiche, welche meist vollständig von gebondeten Bereichen umschlossen sind. Diese entstehen dadurch, dass lokal der Abstand der beiden Bondpartner nicht weit genug reduziert werden kann, um die chemische Reaktion des Bondens auszulösen. Die häufigsten Ursachen sind Gaseinschlüsse und Partikel oder lokale starke Unterschiede in der Oberflächenchemie [159–161]. Im vorangegangenen Kapitel wurde bereits erläutert, dass verschiedene Gase beim Bond-Prozess freigesetzt werden. Diese Gase können einem von drei Wegen folgen: Im ersten Weg entweichen die Gase in die zu verkapselnde Kavität. Dies erhöht innerhalb der Kavität den Druck. Im Falle von Alkalidampfzellen für die Anwendung von OPM können diese Gase mit dem eingeschlossenen Alkalimetall reagieren und so die Menge des für den Messprozess zur Verfügung stehenden Alkalimetalls reduzieren.

Im zweiten Fall können diese Gase in die Umgebung entweichen und werden im Idealfall durch ein entsprechendes Vakuumsystem abgesaugt. Im dritten Fall können die entstehenden Gase nicht entweichen und es bilden sich runde ungebondete Bereiche, sogenannte *Voids*.

Eine weitere Möglichkeit für *Voids* sind Partikel, die eine Annäherung der beiden Fügepartner bis auf atomare Abstände verhindern und somit zu ungebondeten Bereichen

führen. Während die oben erwähnten Blasen aus Gas meist nicht zum Verlust der Vakuumdichtheit führen, haben Partikel einen größeren Einfluss auf die Vakuumdichtheit. Partikel stellen ein noch größeres Problem dar, wenn dünne Schichten aus Isolatoren zwischen den zu fügenden Schichten vorhanden sind. Diese führen dazu, dass ein geringerer Anteil der Bondspannung zum Aufbau der Raumladungszone genutzt wird, wodurch die elektrostatische Anziehungskraft an der Bondfront reduziert wird. Dadurch können Partikel nicht mehr ausreichend umschlossen werden. Sollten Gase am Rand der zu fügenden Flächen sein, werden diese einem der drei oben genannten Wege folgen. Um zum Verlust der Dichtheit zu führen, müssten diese Gaseinschlüsse aber sowohl mit der Kavität, als auch der Umgebung verbunden sein. Sollte dies der Fall sein, führt die Kraft mit der die Wafer an der Bondfront aufeinandergedrückt werden dazu, dass das Gas entweichen und die ungebondeten Bereiche gebondet werden können.

Bei strukturierten Wafern besteht zusätzlich die Gefahr, dass die sich ausbreitende Bondfront an definierten Strukturen stehen bleibt und sich nicht weiter ausdehnt. Dies kann zu größeren ungebondeten Bereichen führen, die vor allem beim chipweisen Bonden einen Verlust der Vakuumdichtheit herbeiführen können.

4 Ergebnisse und Diskussion

Basierend auf den in Kapitel 3 vorgestellten technologischen Grundlagen werden im Hauptteil dieser Arbeit Alkalidampfzellen hergestellt, deren Oberflächen funktionalisiert sind. Zudem werden die Ergebnisse der Funktionalisierung messtechnisch untersucht und analysiert, um eine weitere Optimierung durchzuführen.

Die Bearbeitung der Wafer lässt sich dabei in drei Kategorien unterteilen: Optische Funktionalisierung, thermische Funktionalisierung und Strukturierung.

Zuerst wird die verwendete Zellherstellung beschrieben. Dazu wird der Weg der Zellherstellung von unbearbeiteten Wafern bis zur charakterisierten, vereinzelter Zelle aufgezeigt. Im Anschluss werden die optischen Funktionalisierungen präsentiert. Hierfür werden zuerst integrierte optische Spiegel vorgestellt und danach Antireflexschichten untersucht. Anschließend wird der Fokus auf die thermische Funktionalisierungen gelegt. Beginnend mit metallischen und danach transparenten elektrischen Heizwiderständen, wobei am Ende der jeweiligen Unterkapitel verschiedene realisierte Zelltypen mit thermischer Funktionalisierung gezeigt werden. Zuletzt werden verschiedene Untersuchungen bezüglich der Kompatibilität zwischen Glasstrukturierung und dem anodischen Bondprozess vorgestellt.

4.1 Zellherstellung

4.1.1 Designs

Zur Untersuchung der verschiedenen Wechselwirkungen zwischen dem Verkapselungsprozess und den verschiedenen Funktionalisierungen werden fünf verschiedene Designs verwendet. Diese Designs werden im Folgenden Typ 1 bis Typ 5 genannt und sind in Abbildung 9 zu sehen.

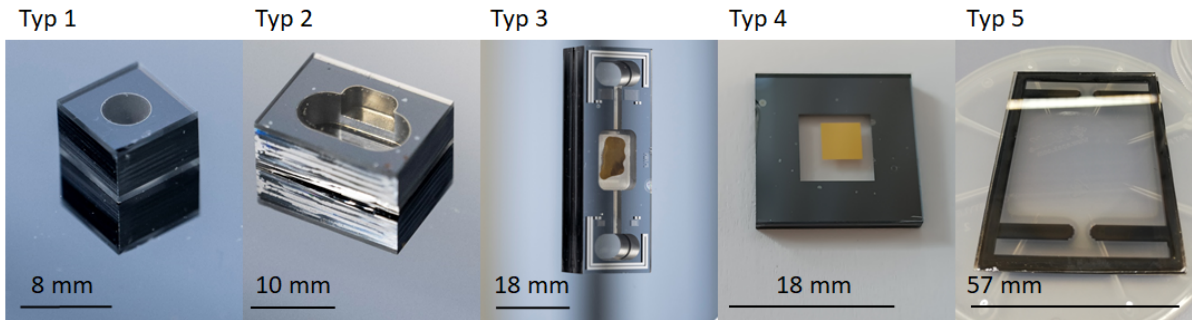


Abbildung 9: Verwendete Designs für Alkalidampfzellen.

Die Art der Strukturierung des jeweiligen Siliziumwafer richtet sich nach der Dicke und den benötigten Aspektverhältnissen. Deshalb sind in Tabelle 2 Typnummern, Außenmaße, Dicke der Siliziumwafer und Art der Strukturierung angegeben. Hierbei bezieht sich US-Fräsen auf den in Abschnitt 3.4.2 und KOH-Ätzen auf den in Abschnitt 3.4.1 beschriebenen Prozess. Für das US-Fräsen wird eine Ultrasonic l20 von DMG Mori verwendet. Es wurden mit Bor dotierte Silizium-Semistandardwafer mit einem Widerstand von 1-10 Ωcm verwendet, die Orientierung der (100)-Ebene ist parallel zur Oberfläche.

Typ	Außenmaße in mm^3	Siliziumwaferdicke in mm	Strukturierung durch
1	$8 \cdot 8 \cdot 5,400$	4,000	US-Fräsen
2	$16 \cdot 12 \cdot 5,400$	4,000	US-Fräsen
3	$52 \cdot 18 \cdot 5,400$	4,000	US-Fräsen
4	$16 \cdot 16 \cdot 1,925$	0,525	KOH-Ätzen
5	$75 \cdot 57 \cdot 3,800$	1,000	KOH-Ätzen

Tabelle 2: Übersicht über Zelldesigns und die Siliziumstrukturierung.

4.1.2 Probenherstellung

Der in dieser Arbeit optimierte und etablierte Prozess zur Herstellung von Alkalidampfzellen ohne Funktionalisierungen ist in Abbildung 10 schematisch dargestellt. Die waferweise Zellherstellung beginnt mit einem Siliziumwafer (1). Dieser wird strukturiert (2) und gereinigt. Anschließend werden der strukturierte Siliziumwafer und ein Glaswafer anodisch gebondet (3) und die Kavitäten mit Caesiumazid-Lösung befüllt (4). Zum Verkapseln der Kavitäten wird eine zweite anodische Bondung (5) durchgeführt. Nach einer Vereinzelung (6) können die einzelnen Zellen weiterverarbeitet werden. Solche Zellen sind, vor dem Zersetzen, schematisch in Abbildung 11 links zu sehen.

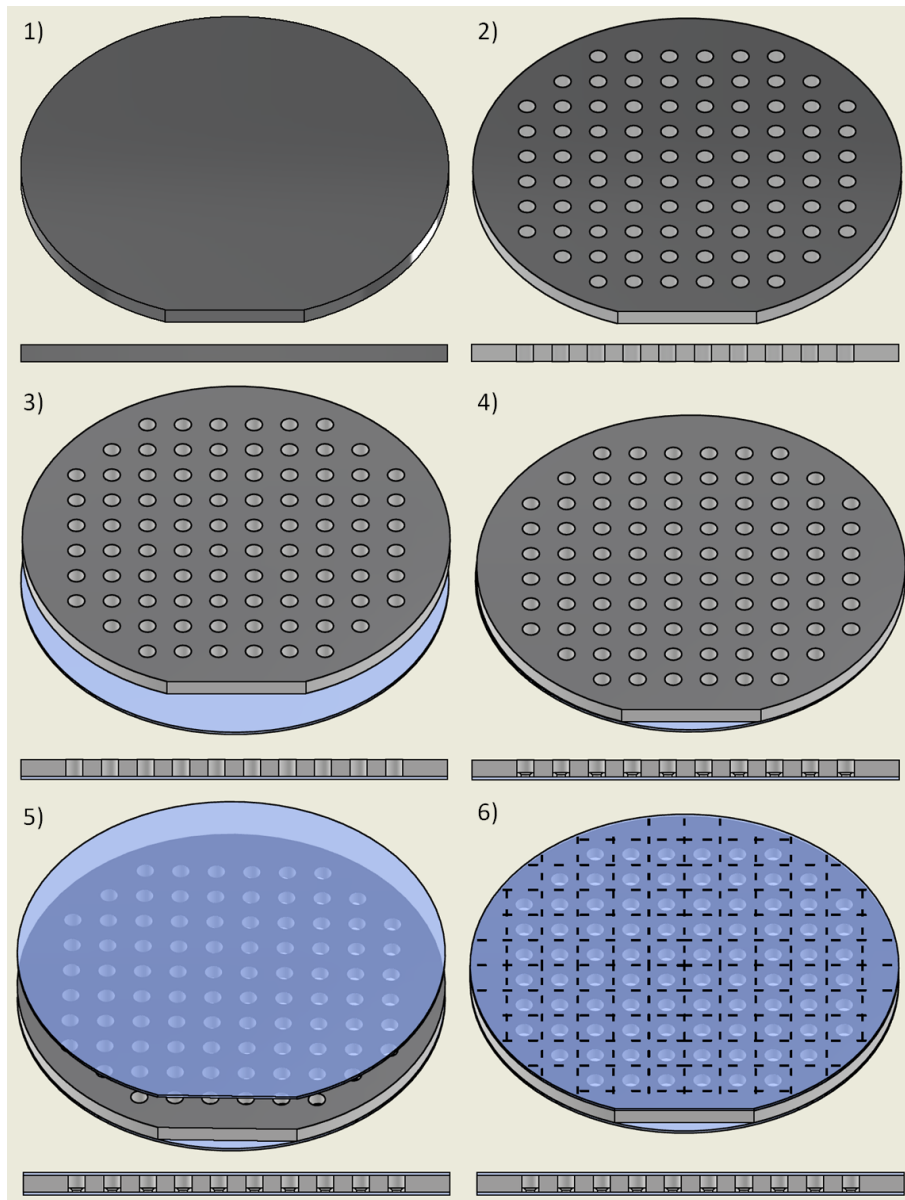


Abbildung 10: Übersicht über die Zellherstellung, Grafik nach [131].

Nun wird mittels Photolyse das Caesiumazid zu Caesium und Stickstoff zersetzt, siehe Abbildung 11 Mitte. Ist die Zelle hermetisch abgeschlossen, verfärbt sich das weiße Caesiumazid, durch die Photolyse, zu goldfarbenen Caesium, siehe Abbildung 11 rechts. Abschließend wird die Zelle charakterisiert. Dafür wird das Vorhandensein von elementarem Caesium durch Atomspektroskopie nachgewiesen und der Stickstoffdruck anhand der Verschiebung der Cs-Absorptionslinien bestimmt. Sollte der Puffergasdruck für die jeweilige Anwendung nicht ausreichend sein, werden iterative Zersetzungen und Puffergasdruckbestimmungen durchgeführt, bis der Puffergasdruck im gewünschten Bereich

ist.

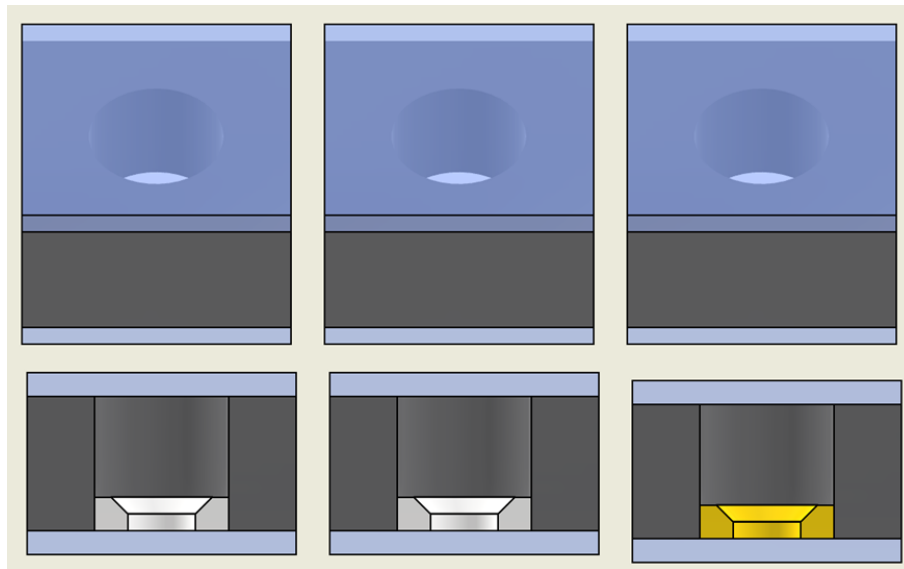


Abbildung 11: Übersicht über die Zellherstellung nach Vereinzelung, oben Draufsicht, unten Querschnitt. Links nach Vereinzelung, Mitte während der Photolyse, rechts nach der Photolyse mit zu Caesium reagiertem Caesiumazid.

4.1.2.1 Probenvorbereitung

Die über nasschemisches Ätzen oder Ultraschallfräsen strukturierten Siliziumwafer, siehe Tabelle 2, werden einer Sichtkontrolle unterzogen und je nach Partikeldichte anschließend in Aceton und Isopropanol in einem Ultraschallbad gereinigt. Falls notwendig, schließt sich ein Reinigungsschritt in Caroscher Säure (4:1 Schwefelsäure : Wasserstoffperoxid) an. Um die Oberfläche des Siliziumwafers hydrophob zu machen, folgt ein Eintauchen in 5 % gebufferte HF-Lösung für 30 Sekunden. Dies erfolgt, da in einem späteren Arbeitsschritt wässrige Caesiumazidlösung eingefüllt wird. Die HF-Lösung wird genutzt, um zu verhindern, dass diese Lösung auf die Bondflächen fließt, siehe hierzu Abschnitt 4.1.2.3.

4.1.2.2 Erste Bondung

Für diesen ersten Bondschritt werden die vorher gereinigten Substrate optisch justiert, in Kontakt gebracht und in den anodischen Bonder des Typs EVG501 eingebaut.

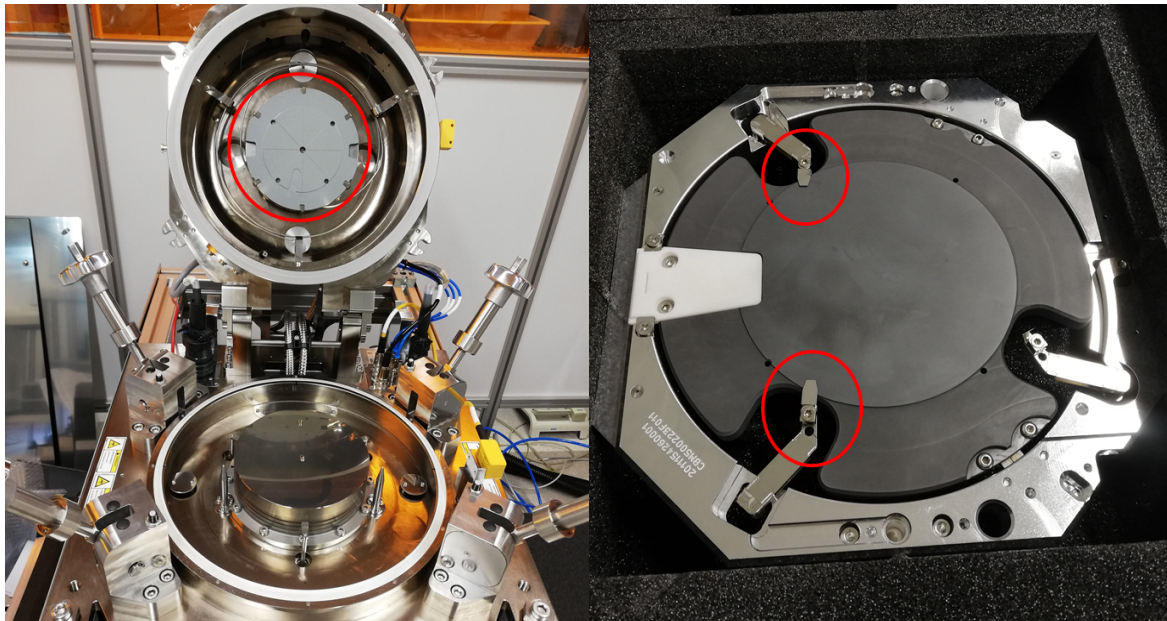


Abbildung 12: Links: Geöffneter Bonder mit Kolben (rot markiert), Rechts: Bondchuck mit Abstandshaltern (rot markiert).

Als Flächenelektrode dient eine Graphitscheibe mit einem Durchmesser von 100 mm und einer Dicke von 5 mm. Der geöffnete Bonder und der verwendete Graphithalter sind in Abbildung 12 zu sehen. In Abbildung 12 links ist ein grauer Zylinder, markiert mit einem roten Kreis, zu sehen, der Kolben. Durch Druckluft wird dieser im Bond-Prozess abgesenkt und übt die Anpresskraft auf die zu bondenden Substrate aus. Im ersten Schritt wird die Atmosphäre des Bonders von nicht inerten Gasen befreit. Dafür wird die Atmosphäre im Bonder mehrfach mit einem Scrollverdichter auf einen Druck von unter 10 Pa evakuiert und anschließend mit Stickstoff gefüllt. Danach werden bei einem Umgebungsdruck zwischen 500 und 800 hPa die beiden Heizer aktiviert und auf eine Temperatur von 350 °C geheizt. Sobald die Temperatur erreicht ist, wird mittels Scrollverdichter und Turbomolekularpumpe im Rezipienten ein Druck von unter 0,01 Pa realisiert, siehe Abbildung 13.

Anschließend wird mit dem Kolben Druck auf die Graphitelektrode aufgebaut, der einer Kraft von 1000 N entspricht. Dabei ist eine Reduktion der oberen Heizertemperatur zu sehen, da der obere Chuck in Kontakt mit der kälteren Probe gebracht wird und zunächst abgekühlt wird. Sobald die Temperatur wieder konstant bei 350 °C ist, werden Spannungen nacheinander angelegt und der Bondstrom überwacht. Im typischen Verlauf entsteht ein schneller Anstieg des Bondstroms mit einem exponentiellen Abfall, siehe Abbildung 15.

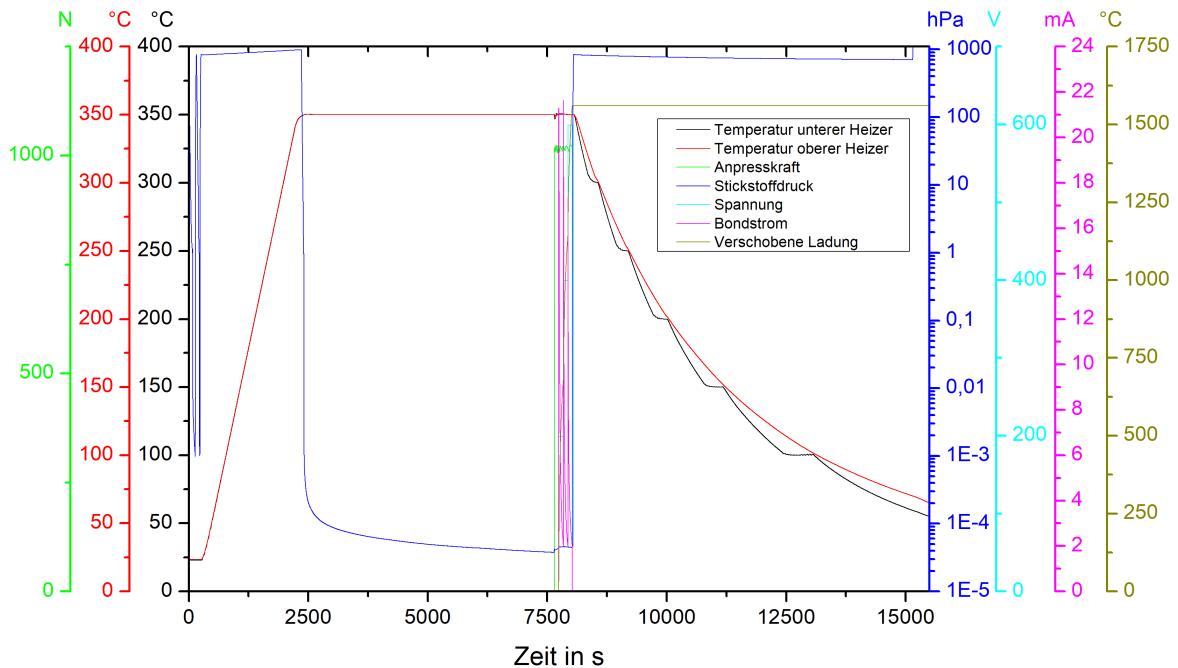


Abbildung 13: Prozessparameter erste Bondung, Übersicht.

Die Bondspannung wird zwischen Siliziumwafer (positiv) und Glaswafer (negativ) angelegt, siehe Abbildung 14. Die verwendeten Wafer verfügen über sogenannte *Flats*. Sie sind Einschnitte an den Wafern, um die Kristallachsen beim Siliziumwafer zu indizieren.

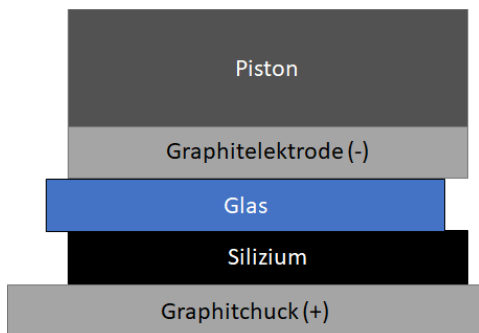


Abbildung 14: Schematische Darstellung elektrischer Aufbau erste Bondung.

In Abbildung 14 ist der Querschnitt der Wafer angezeigt. Die *Flats* werden hier genutzt, um den Siliziumwafer für die zweite Bondung von unten elektrisch anzukontaktieren. Deswegen ist im Querschnitt ein Versatz der Wafer sichtbar. Beim Anlegen einer Spannung werden adsorbierte Gasmoleküle polarisiert und von der Oberfläche abgestoßen. Außerdem entstehen im Bond-Prozess selbst ebenfalls Gase [162]. Beides führt zu den messbaren Änderungen des Umgebungsdrucks. Der Bondstrom wird größtenteils aus dem im Glas beweglichen Na-

trium generiert. Dabei entsteht eine an Natrium verarmte, quarzähnliche Zone nahe des Siliziums. Diese Zone hat einen höheren Widerstand als das restliche Glas. Entsprechend fällt ein immer größerer Teil der angelegten Spannung über dieser Zone ab. Die Natriumbewegung wird immer weiter reduziert, weswegen der Bondstrom exponentiell abfällt. Sobald bei der ersten Bondspannung von 200 V der Bondstrom auf 2 mA abgefallen ist, wird die nächsthöhere Bondspannung (400 V) angelegt. Nachdem die dritte Spannung in Höhe von 600 V angelegt wurde und der Bondstrom auf 2 mA abgefallen ist, wird die Spannung deaktiviert. Die verschobene Ladung steigt nicht weiter an. Der Kolben wird entfernt, die Heizer deaktiviert, der Rezipient mit Stickstoff geflutet und die Probe nach Abkühlen ausgebaut.

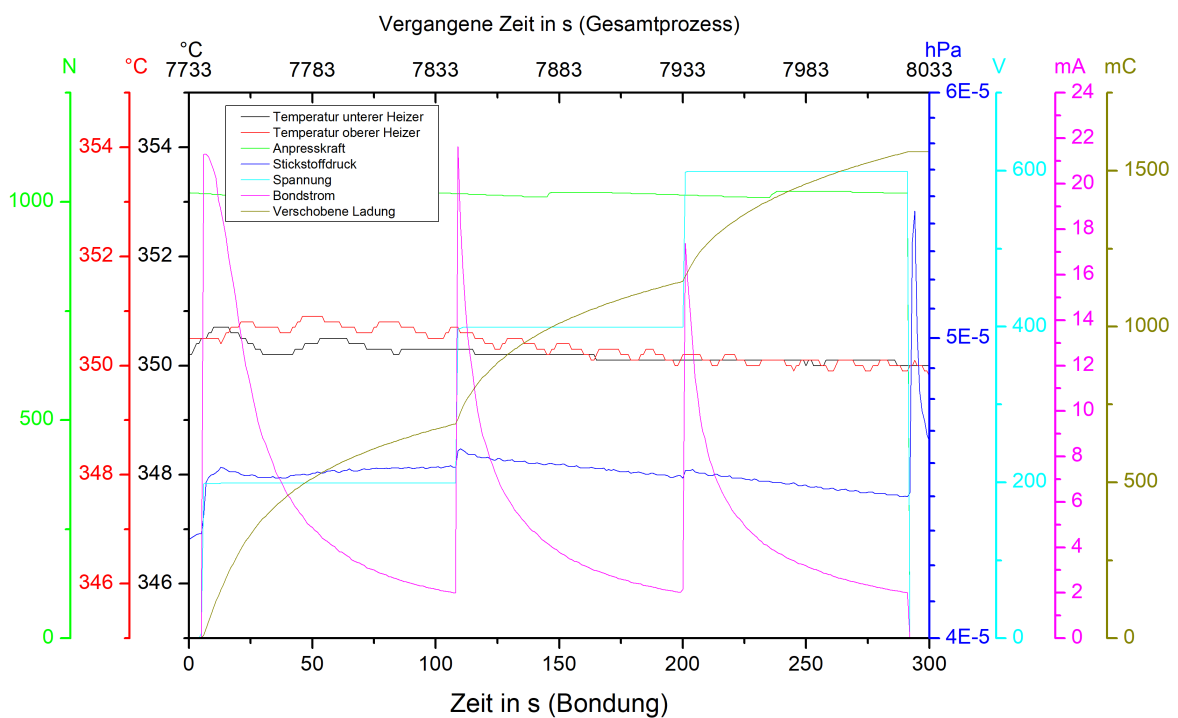


Abbildung 15: Prozessparameter erste Bondung, Ausschnitt, die obere Zeitachse übereinstimmend mit Abbildung 13.

4.1.2.3 Befüllung und zweite Bondung

Nach der ersten durchgeführten Bondung wird das gebondete Waferpaar gereinigt, mit Caesiumazid-Lösung gefüllt und nach dem Trocknen der Lösung mit dem zweiten

Glaswafer in den anodischen Bonder eingebaut. Der HF-Dip, der vor der ersten Bondung durchgeführt wurde, dient dazu, dass die Caesiumazid-Lösung nicht in die zu bondenden Bereiche gelangt. Bei der zweiten Bondung wird die Spannung von Siliziumwafer zu Graphitchuck und von Siliziumwafer zu Kolben angelegt. Dabei wird die Spannung negativ in Relation zu den Glaswafern angelegt, siehe hierzu Abbildung 16.

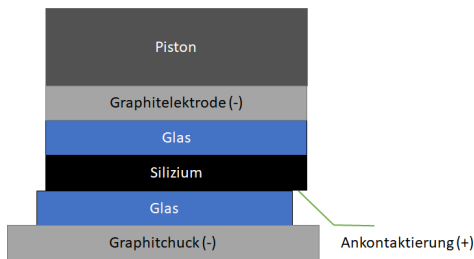


Abbildung 16: Schematische Darstellung der elektrischen Ankontaktierung einer zweiten Bondung.

Durch die angelegte Spannung entsteht die in Kapitel 3.7 beschriebene Natriumbewegung. Die Schmelztemperatur von Caesiumazid liegt bei 310 °C. Um zu vermeiden, dass Caesiumazid auf den zu bondenden Flächen kondensiert, wird die Temperatur zum Evakuieren nur auf 280 bis 300 °C erhöht. Außerdem muss die Evakuierungsdauer bei dieser Temperatur verlängert werden, um auf der Oberfläche befindliche Gase und Wasser zu entfernen. Zum Evakuieren des Kavitäteninneren werden die

Abstandshalter aus Abbildung 12 genutzt. Die Abstandshalter erlauben ein Evakuieren auch der Zellkavitäten mittels Scrollverdichter und Turbomolekularpumpe auf einen Arbeitsdruck von unter $p_{Ar} = 1 \cdot 10^{-3}$ Pa. Nachdem der Arbeitsdruck erreicht wurde und die Kavitäten über mehrere Stunden evakuiert wurden, werden die Abstandshalter entfernt. Dann wird der Kolben abgesenkt und die Temperatur auf die Bondtemperatur von $T_{Bond} = 350$ °C erhöht. Anschließend wird mit dem Bond-Prozess wie bereits bei der ersten Bondung fortgefahren.

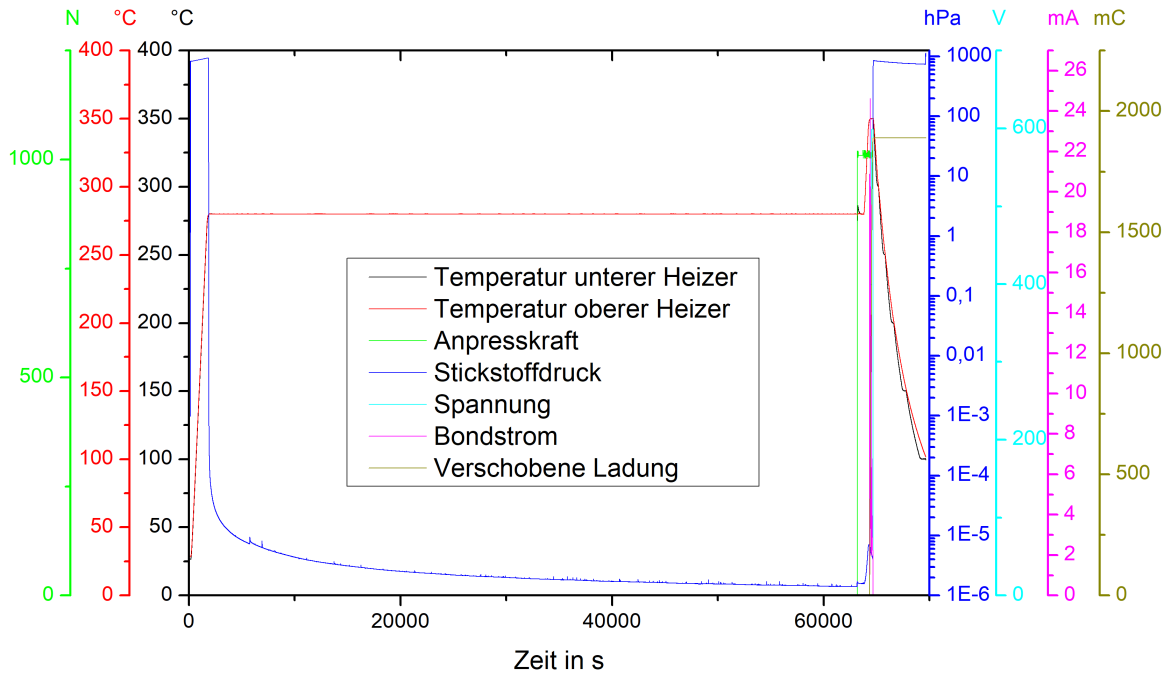


Abbildung 17: Prozessparameter zweite Bondung, Übersicht.

Eine Übersicht über die Parameter eines gesamten Bond-Prozesses einer zweiten Bondung ist in Abbildung 17 zu sehen. Ein typischer Verlauf der Prozessparameter während der Bondung selbst ist in Abbildung 18. Die Abpumpzeiten beim zweiten Bond-Prozess sind länger als bei der Ersten, um möglichst viele mit Caesium reagierende Gase von den Oberflächen zu entfernen. Die angestrebte Bondtemperatur liegt oberhalb der Schmelztemperatur des Caesiumazids. Deswegen wird die Kavität bei 300 °C evakuiert. Sobald die Abstandshalter entfernt sind und der Kolben abgesenkt ist, wird die Prozesstemperatur auf 350 °C erhöht und die erste Bondspannung angelegt, sobald eine Temperatur von 349 °C erreicht wird. Dieses Vorgehen minimiert die Zeit in der das Caesiumazid flüssig ist und verhindert so einen Niederschlag in den optischen Strahlengängen und dem Bondinterface.

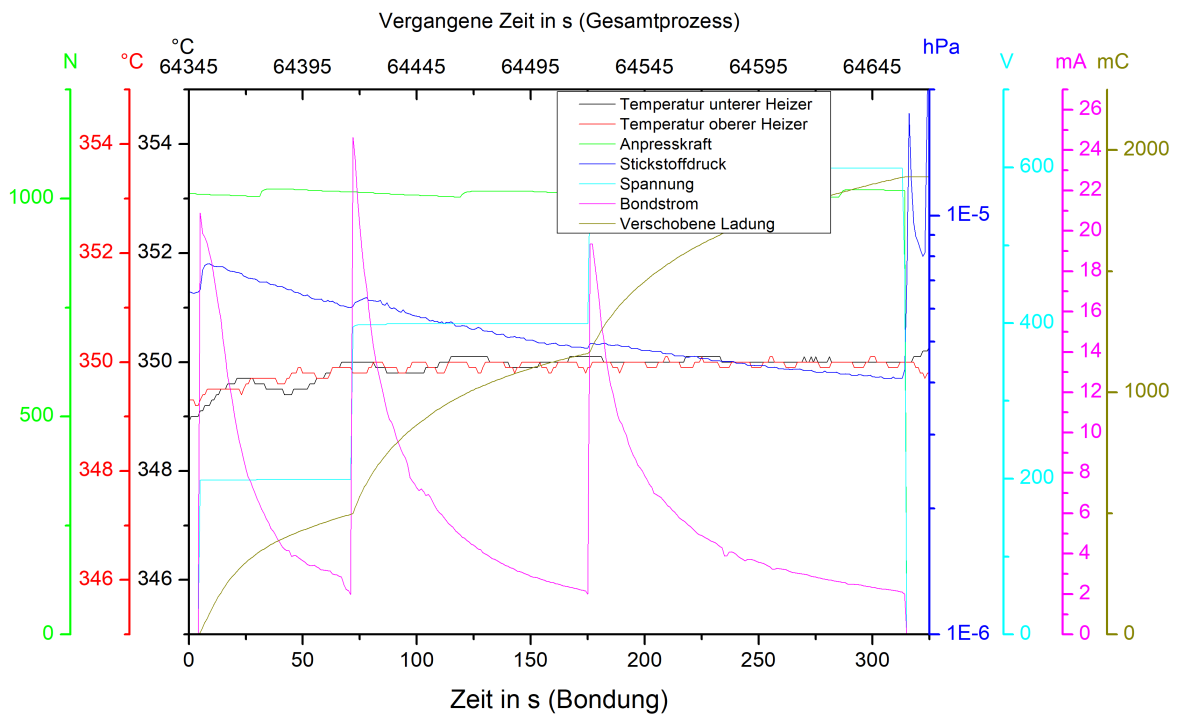


Abbildung 18: Prozessparameter zweite Bondung, Ausschnitt, die obere Zeitachse übereinstimmend mit der in Abbildung 17.

4.1.2.4 Photolyse und Charakterisierung

Nach der zweiten Bondung wird der Waferverbund mittels Wafersäge vereinzelt. Als letzter Schritt der Herstellung einer Alkalidampfzelle ohne Funktionalisierungen muss aus dem Caesiumazid nachfolgende metallisches Caesium und Stickstoff gewonnen werden. Dies ist wie in Abschnitt 3.3.5 beschrieben durch Pyrolyse oder Photolyse möglich. Am Leibniz-IPHT wird ein Krypton-Flour-Excimerlaser der Firma Coherent mit einer Wellenlänge von 248 nm zur Photolyse genutzt. Im Anschluss wird der Puffergasdruck in der Zelle bestimmt und falls notwendig weiteres Caesiumazid zersetzt.

Für die Analyse des Stickstoffdrucks wird der in Abbildung 19 dargestellte Aufbau genutzt. Ein Diodenlaser stimmt durch Variation des Laserstroms die D_1 Linie des Caesiums bei 894,6 nm durch. Dieser Laserstrahl passiert einen 1:1 Strahlteiler und ermöglicht so, die Absorptionslinien einer Referenzzelle und der hergestellten Zelle zu vergleichen. Anschließend wird eine Ausgleichskurve aus vier Lorentzkurven berechnet, um das Spektrum der hergestellten Zelle darzustellen. Dann wird die spektrale Verschiebung dieser

Lorentzkurven mit der Referenzzelle bestimmt. Hierzu wird die aus der Literatur bekannte Verschiebung der Cs D₁-Linie in Stickstoff von $-8,21 \text{ MHz/Torr}$ verwendet [163]. Ein Beispiel für eine Auswertung einer Alkalidampfzelle ist in Abbildung 19 rechts zu sehen.

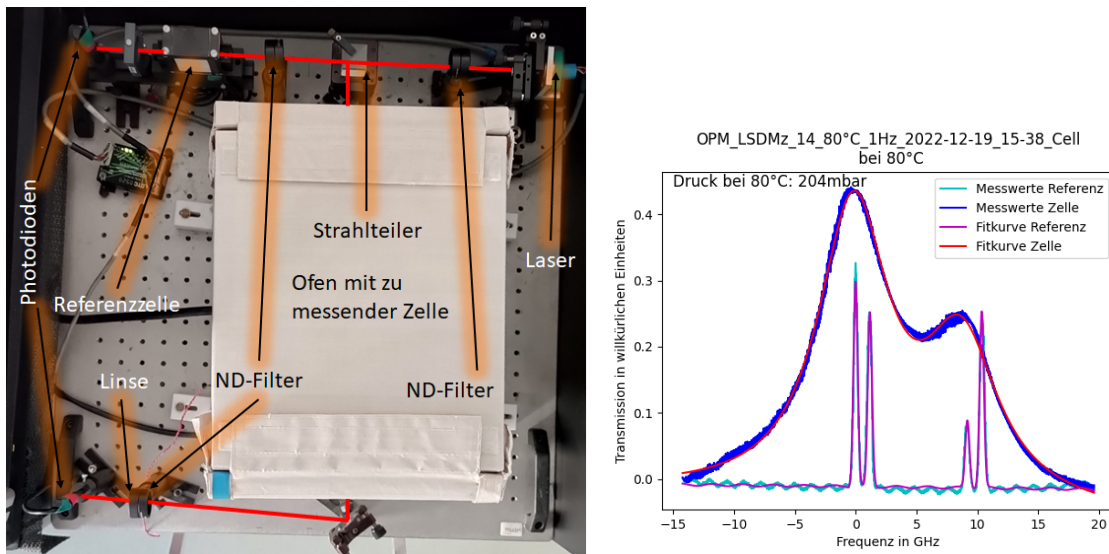


Abbildung 19: Links: Aufsicht Aufbau zur Zellcharakterisierung Rechts: Beispielmessung.

In Abbildung 19 links ist eine Abbildung des Aufbaus zur Charakterisierung des Stickstoffdrucks von MEMS-Zellen zu sehen. Oben rechts beginnt in rot der Laserstrahl, welcher optisch aufbereitet wird und über einen Strahlteiler aufgeteilt wird. Der eine Teilstrahl wird abgeschwächt und passiert eine glaseblasene Caesiumzelle, diese Caesiumzelle dient als Referenz. Anschließend fällt das Licht auf eine Photodiode. Der andere Teilstrahl passiert eine MEMS-Zelle in einem nicht-magnetischen Ofen, trifft auf einen Spiegel, wird abgeschwächt und fokussiert und trifft auf eine zweite Photodiode. Die beiden Signale der Photodioden sind in Abbildung 19 rechts dargestellt.

4.2 Dünne optische Schichten

4.2.1 Integrierte Spiegel

Wie bereits im Kapitel 2.6 erklärt, kann die Sensitivität eines OPM erhöht werden, indem mehr Alkaliatome für die Messung zur Verfügung stehen. Möglichkeiten dies zu realisieren, sind eine Erhöhung der Temperatur oder eine Verlängerung des optischen Wegs. Um den optischen Weg zu verlängern, ohne die MEMS-Zelle zu vergrößern, kann ein Spiegel auf der Rückseite der Zelle verwendet und der Laserstrahl in Reflexion gemessen werden. Hierdurch kann der optische Weg innerhalb der Zelle verdoppelt werden. Im Folgenden soll diese Methode für die in der vorliegenden Dissertation verwendeten OPM angewendet und optimiert werden. Es gibt verschiedene Möglichkeiten den Spiegel für die Messung in Reflexion zu positionieren. In Abbildung 20 sind die drei Konfigurationen, Spiegel außerhalb der Zelle (links), Spiegel auf der Außenseite der Zelle (Mitte) und Spiegel innerhalb der Zelle (rechts) dargestellt. In Abbildung 20 links ist der Spiegel als separates Bauelement zu erkennen. Dies ist der einfachste Aufbau, der aber auch die meisten optischen Übergänge mit sich bringt.

Um die Anzahl der optischen Übergänge zu reduzieren und so auch den Abstand zwischen Messobjekt und Zelle zu reduzieren, kann der Spiegel als dünne Schicht auf der Außenseite der MEMS-Zelle aufgebracht werden.

Eine weitere Reduktion der optischen Übergänge ist realisierbar, indem der Spiegel innerhalb der Zelle aufgebracht wird. Jeder optische Übergang führt zu einer Reflektion eines Teils der Laserleistung. Durch die Reduktion der Anzahl der optischen Übergänge verbessert sich die Performanz der OPM-Messung. Die Herausforderung ist allerdings, den Spiegel vor dem chemisch aggressiven Caesium zu schützen und die dazu verwendete Methode in den Prozess der Zellherstellung zu integrieren.

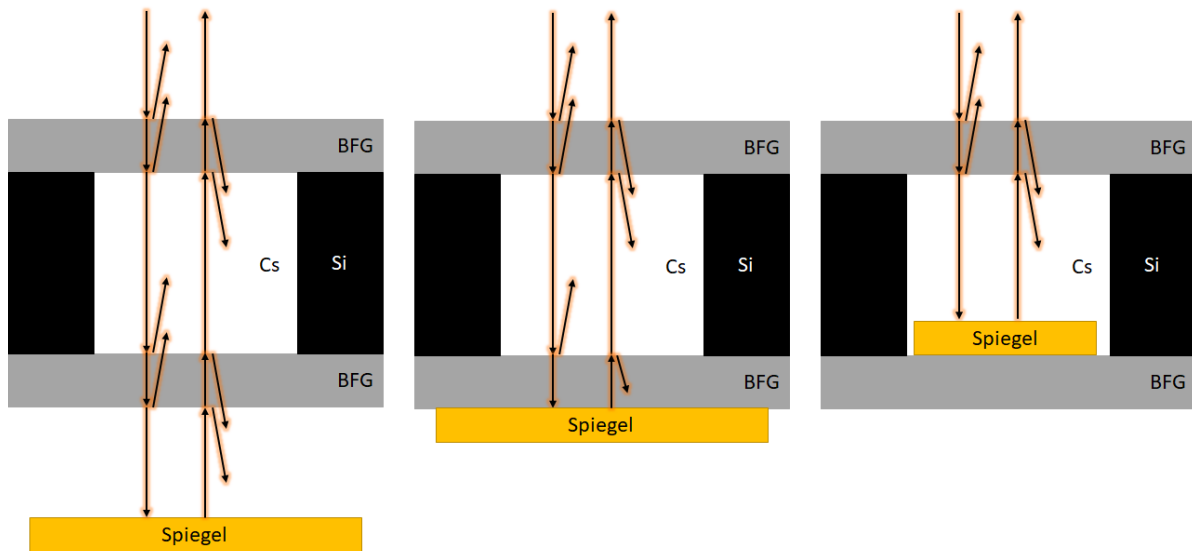


Abbildung 20: Konzeptbild der Reflexionen in verschiedenen Spiegelkonfigurationen. Die Zelle wird aus einem Si-Körper (schwarz) mit zwei BFG-Deckeln (grau) gebildet.

4.2.1.1 Materialwahl und Probenherstellung

Aufgrund der Reaktivität von Caesium ist die Zahl möglicher Spiegelmaterialien stark eingeschränkt. Möglichkeiten, Spiegel trotzdem zu realisieren, sind Bragg-Gitter [164, 165] und metallische sowie dielektrische Spiegel aus einem Material, welches Caesium chemisch standhalten kann [166–168] oder die Implementierung einer Passivierung [169]. Aufgrund der sehr guten Eigenschaften als Spiegel im Bereich der zu verwendenden Wellenlänge von 895 nm, siehe Tabelle 3, soll Gold verwendet werden. Gold reagiert aber mit Caesium und bildet Caesiumaurid [170, 171], weswegen ein zu realisierender Goldspiegel mit einer Passivierungsschicht versehen werden muss. Die Reaktion zu Caesiumaurid bietet einen sehr guten optischen Indikator für die Qualität einer Passivierung. Bei dieser Reaktion kommt es zu einem Farbumschlag von einem metallischen Gold zu einem dunklen Gelb.

Material	Reflektivität bei 895 nm	Reaktion mit Caesium
Gold	97,963 %	Caesiumaurid
Silber	99,612 %	Keine
Aluminium	88,729 %	Keine
Silizium	32,545 %	Keine
Kupfer	98,577 %	Keine

Tabelle 3: Übersicht über Reflektivitäten (Werte von [172], ursprüngliche Quellen [173–177]) bei 100 nm Schichtdicke und Reaktivität mit Caesium [178]

Um die Qualität der Passivierung zu prüfen, werden Goldspiegel innerhalb der MEMS-Zellen abgeschieden. Als Passivierung wird nach dem Ansatz aus [56] eine Schicht Al_2O_3 genutzt. Eine schematische Darstellung der Probenherstellung der passivierten Substrate ist in Abbildung 21 zu sehen. Die abgeschiedene Titanhaftschiicht wurde aus Übersichtsgründen nicht in die grafik aufgenommen.

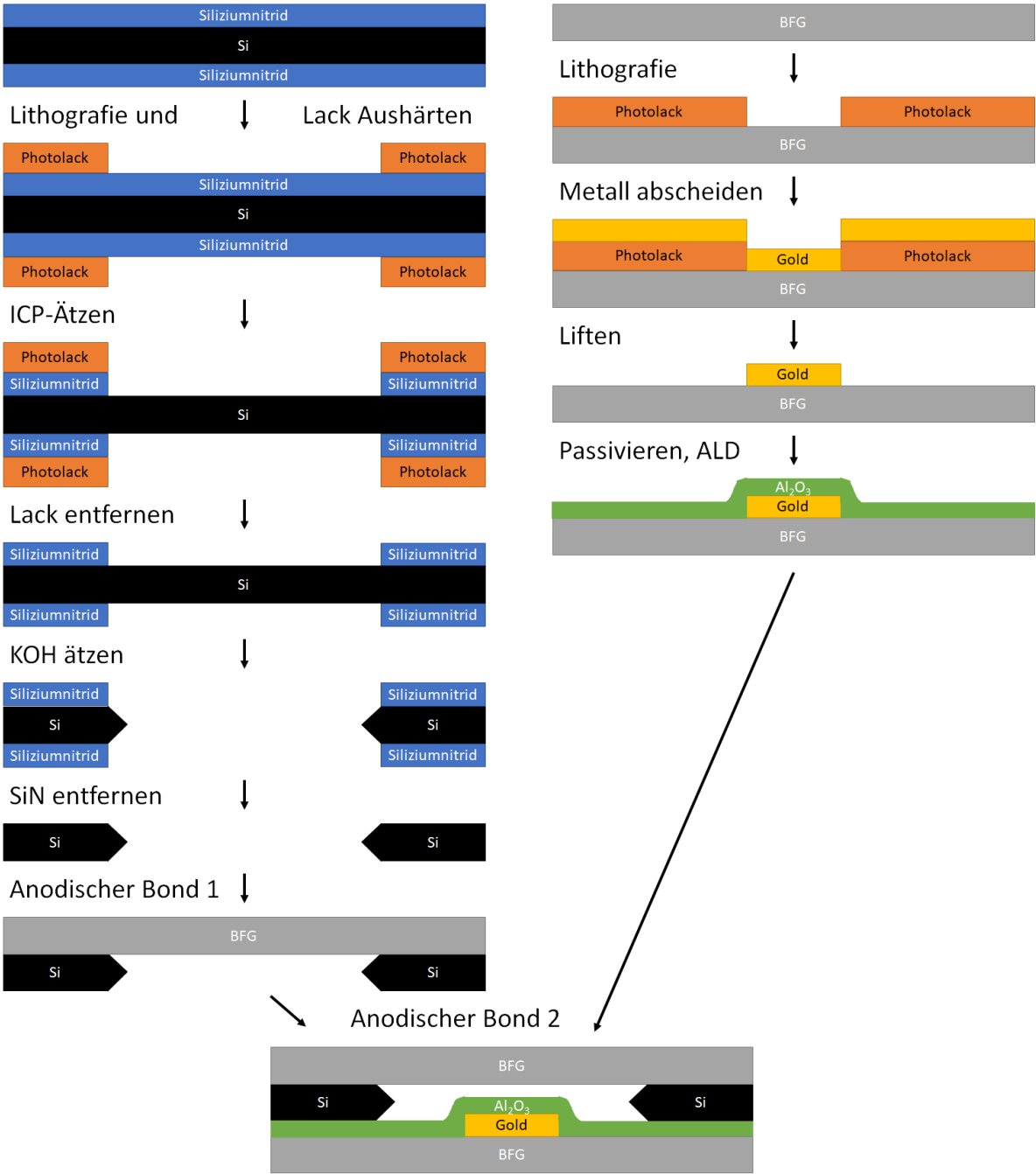


Abbildung 21: Schematische Darstellung Probenherstellung.

Für die Überprüfung der Qualität der Passivierung anhand von Reflexionsmessungen müssen Siliziumwafer mit optischen Fenstern verwendet werden. In Abbildung 21 ist auf der linken Seite die Herstellung des Siliziumwafers mit optischen Fenstern und auf der rechten Seite die des Glaswafers mit Goldspiegel zu sehen.

Mit Siliziumnitrid beschichtete Siliziumwafer der Dicke $525\ \mu\text{m}$ werden lithografisch bearbeitet, sodass $8.8\ \text{mm}^2$ große Fenster durch ein Sauerstoffplasma beidseitig im Siliziumnitrid geöffnet werden. Durch einen Sauerstoffplasma-Prozess wird das Siliziumnitrid und im Anschluss der verwendete Photolack durch Aceton entfernt. Danach wird der Siliziumwafer in $85\ ^\circ\text{C}$ heißer KOH strukturiert. Anschließend wird in $180\ ^\circ\text{C}$ heißer Phosphorsäure das Siliziumnitrid entfernt, mittels HF die Oberfläche hydrophobisiert und der Siliziumrahmen mit einem Glaswafer anodisch gebondet, siehe Abbildung 21. In diese Vorform wird Caesiumazidlösung eingefüllt (nicht in der Abbildung dargestellt). Parallel dazu wird der Bondpartner für den Siliziumwafer strukturiert. Dafür werden Glaswafer mit Photolack beschichtet, lithografisch bearbeitet und eine für Goldschichten übliche Titanhaftschiicht, sowie die $100\ \text{nm}$ dicken, $4.4\ \text{mm}^2$ großen Goldspiegel mittels thermischen Verdampfens abgeschieden. Der Lack wird entfernt und die Goldsubstrate für 36 Stunden bei $400\ ^\circ\text{C}$ getempert. Anschließend wird eine Passivierungsschiicht aus $10\ \text{nm}\ \text{Al}_2\text{O}_3$ mittels Atomlagenabscheidungs-Verfahren (Englisch: *Atomic Layer Deposition*, ALD) abgeschieden. Der ALD-Prozess wird gewählt, da er auch drei-dimensionale Strukturen konform beschichtet. Zuletzt werden die beiden Substrate, Silizium-Glas-Verbund und Glaswafer mit Goldspiegel, anodisch im Vakuum gebondet. Der fertige Waferverbund wird mit Schutzlack beschichtet und im Anschluss vereinzelt. Nach dem Vereinzeln, vor der Photolyse, wird der Schutzlack mittels Aceton entfernt. Die nicht passivierten Zellen werden identisch hergestellt, nur wird der Schritt zur Passivierung mittels Al_2O_3 weggelassen. Fotografien von fertigen Zellen nach dem Vereinzeln, vor der Photolyse sind in Abbildung 22 zu sehen. Die grünliche Verfärbung in Abbildung 22 ist auf den vor dem Vereinzeln aufgetragenen Schutzlack zurückzuführen. Im unteren linken Bereich ist eine Zelle zu sehen, bei der der Schutzlack beim Sägeprozess unterspült und abgetragen wurde.

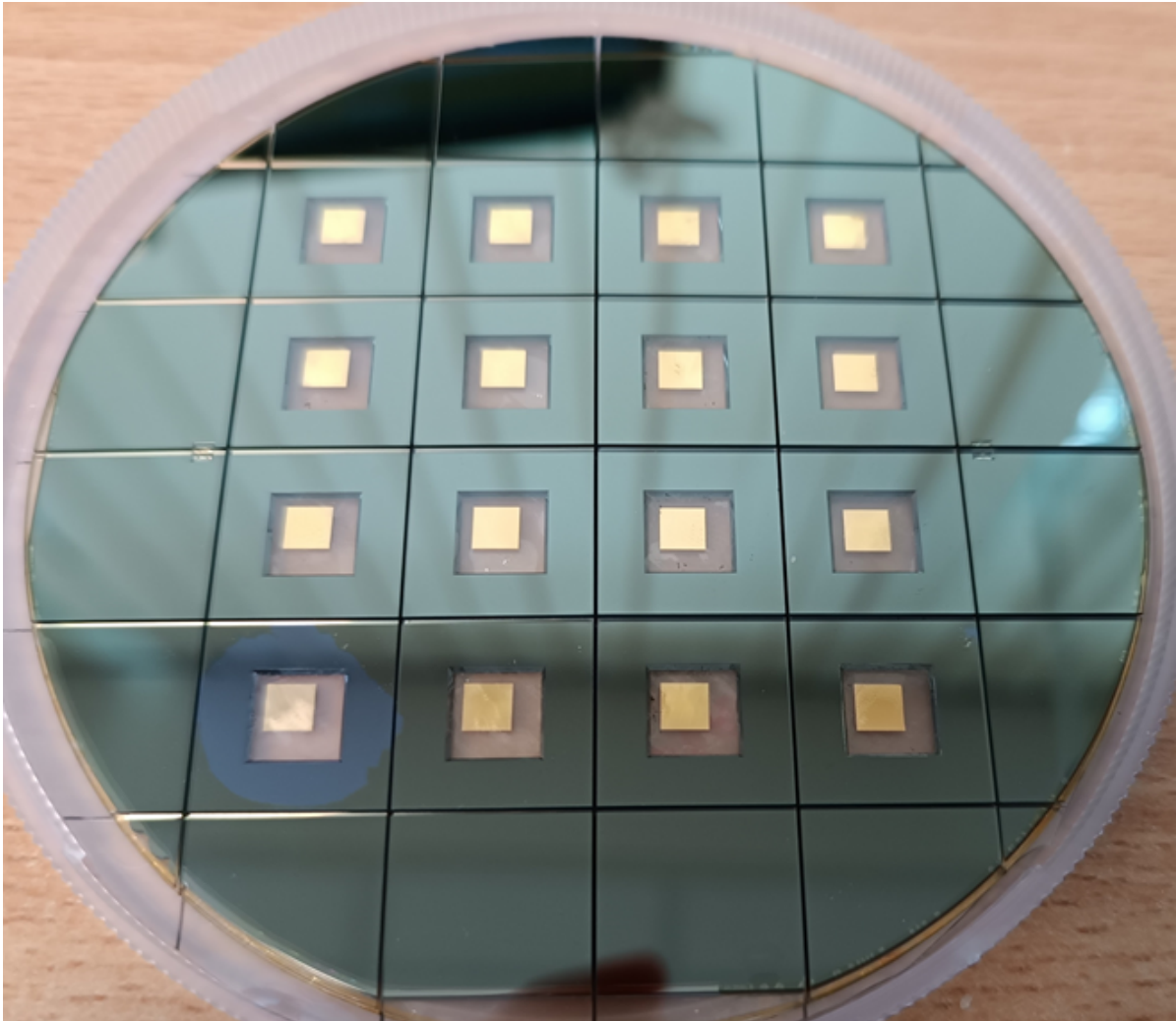


Abbildung 22: Vereinzelter 4-Zoll-Wafer mit Schutzlack.

4.2.1.2 Ergebnisse

Vor der Photolyse wurden Mikroskopieaufnahmen angefertigt, um einen Vergleich der Zellen nach der Zersetzung zu ermöglichen. Nach der Charakterisierung wurden je drei Zellen mit und ohne Passivierung für 24 Stunden bei 80 °C gelagert und anschließend erneut mikroskopiert. Diese Lagerung sollte einen intensiven Einsatz simulieren und beschleunigte so die Reaktion von Caesium und Gold zu Caesiumaurid. In Abbildung 23 werden Mikroskopieaufnahmen einer nicht passivierten Probe vor und nach der Lagerung bei 80 °C gezeigt. Abgebildet ist die Rückseite des Goldspiegels.

In Abbildung 23 sind zwei unpassivierte Goldspiegel zu sehen, links vor dem Zersetzen und der Lagerung bei 80 °C und auf der rechten Seite nach diesen Prozessen. Die Bilder wurden aus Mikroskopieaufnahmen zusammengesetzt.

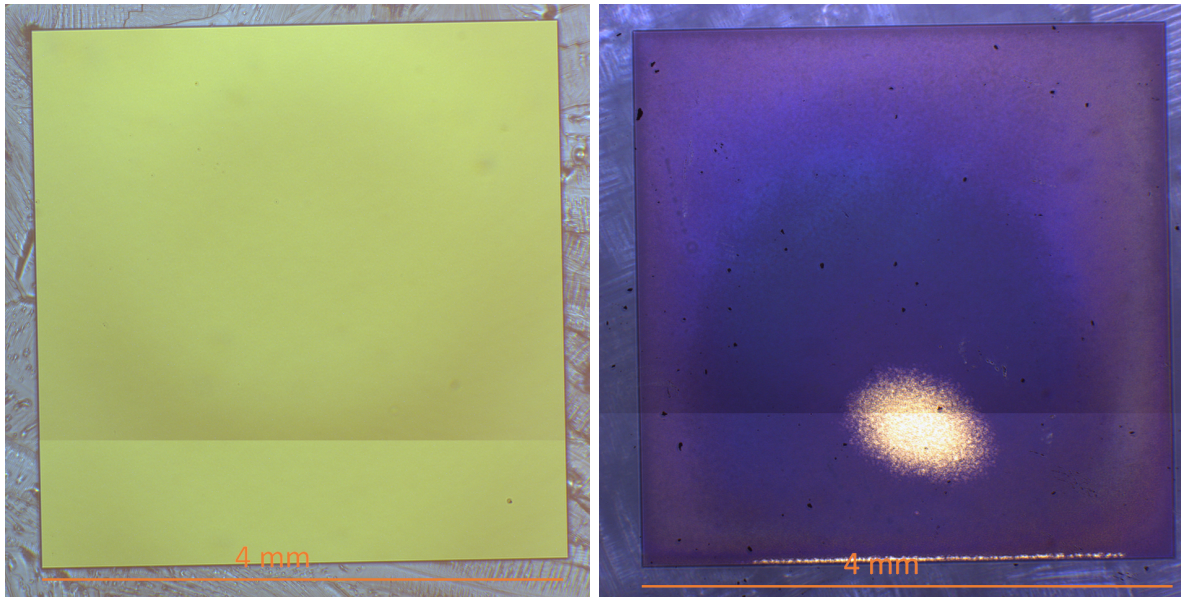


Abbildung 23: Mikroskopieaufnahmen der Rückseite einer Zelle ohne Passivierung vor (links) und nach (rechts) dem Zersetzen und Lagern bei 80 °C.

Es ist eine homogene goldene Fläche zu sehen. Im Hintergrund sind gestreifte Strukturen erkennbar, hierbei handelt es sich um Caesiumazid. Auf der rechten Seite sind zwei Bilder zu sehen, die zusammen den gleichen Goldspiegel nach Photolyse und Lagerung bei erhöhter Temperatur zeigen. Der Goldspiegel ist fast vollständig verfärbt. Das mit bloßem Auge dunkelgelb verfärbte CsAu ist unter dem Mikroskop blau bis lila. Das Gold ist in weiten Teilen zu Caesiumaurid CsAu umgesetzt. Die einzig nicht reagierte Fläche ist im unteren Bereich als hellgelber Fleck zu sehen. Die dunklen Flächen sind die Bereiche, in denen das Gold mit dem Caesium zu Caesiumaurid reagiert hat.

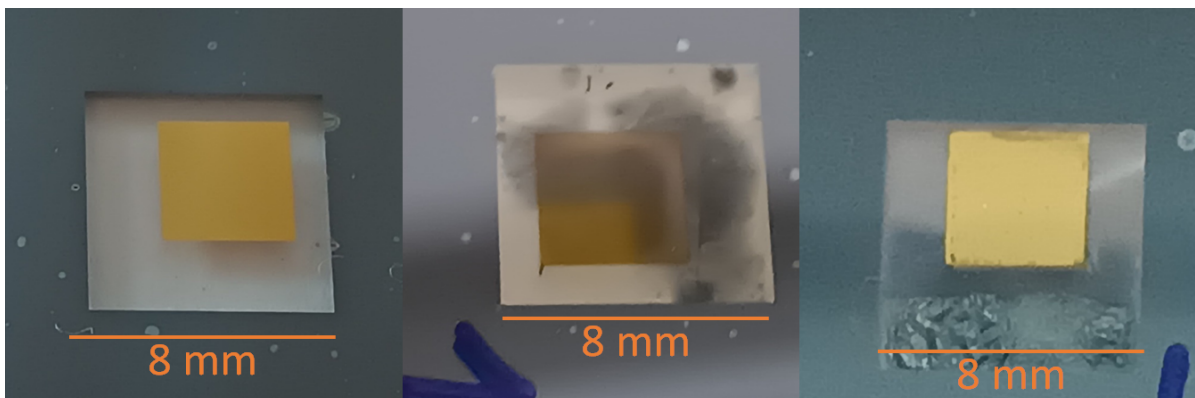


Abbildung 24: Fotografien der Rückseite von Zellen vor dem Zersetzen (links), nach dem Zersetzen und Lagern bei 80 °C ohne (Mitte) und mit Passivierung (rechts).

In Abbildung 24 sind zwei Bilder von Zellen von Typ 4 zu sehen. Links ist eine Zelle von Typ 4 zu sehen, bei der das Caesiumazid noch nicht zersetzt wurde, rechts ist eine Zelle von Typ 4 ohne Passivierung zu sehen, bei der das Caesiumazid mittels Photolyse zersetzt wurde und die für 24 Stunden bei 80 °C gelagert wurde.

In Abbildung 25 sind zwei passivierte Goldspiegel zu sehen: links vor dem Zersetzen und der Lagerung bei 80 °C und auf der rechten Seite nach diesen Prozessen. Die Bilder wurden aus Mikroskopieaufnahmen zusammengesetzt.

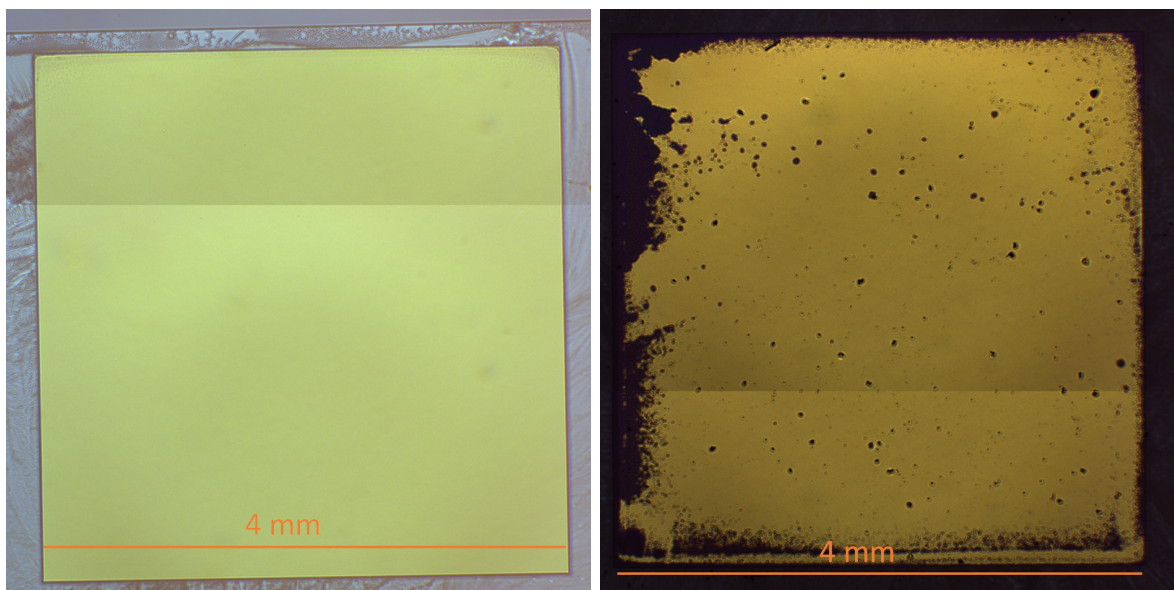


Abbildung 25: Mikroskopieaufnahmen der Rückseite einer Zelle mit Passivierung vor (links) und nach (rechts) dem Zersetzen und Lagern bei 80 °C.

In der rechten Seite von Abbildung 25 sind schwarze Kreise zu sehen, in denen die Passivierung nicht deckend war. Dies ist auf die unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Gold und Al_2O_3 zurückzuführen. Um den Einfluss dieser Reaktion auf die Funktion von Gold als Spiegel zu untersuchen, wurden die optischen Spektren von passivierten und unpassivierten Goldspiegeln mit einem konfokalen Spektrometer Olympus USPM gemessen. Um einen Einfluss von im Strahlengang kondensiertem Caesiumazid zu vermeiden, wurden die Zellen von der Rückseite aus gemessen. In Abbildung 26 ist das optische Spektrum der beiden Zellarten dargestellt. In schwarz dargestellt ist das optische Spektrum mit, in rot ohne Passivierung. Es sind starke Änderungen im gesamten Wellenlängenbereich zu sehen. Während die unpassivierten Zellen eine Reflektivität ähnlich der von Glas aufweisen, zeigen die passivierten Goldspiegel eine Reflektion um 90 % bei einer Wellenlänge von 900 nm. Daraus lässt sich ableiten, dass die Passi-

vierung das Gold ausreichend vor dem Caesium schützt, um die optischen Eigenschaften des Goldspiegels zu erhalten und der Herstellungsprozess nur geringe negative Auswirkungen auf die Passivierung hat.

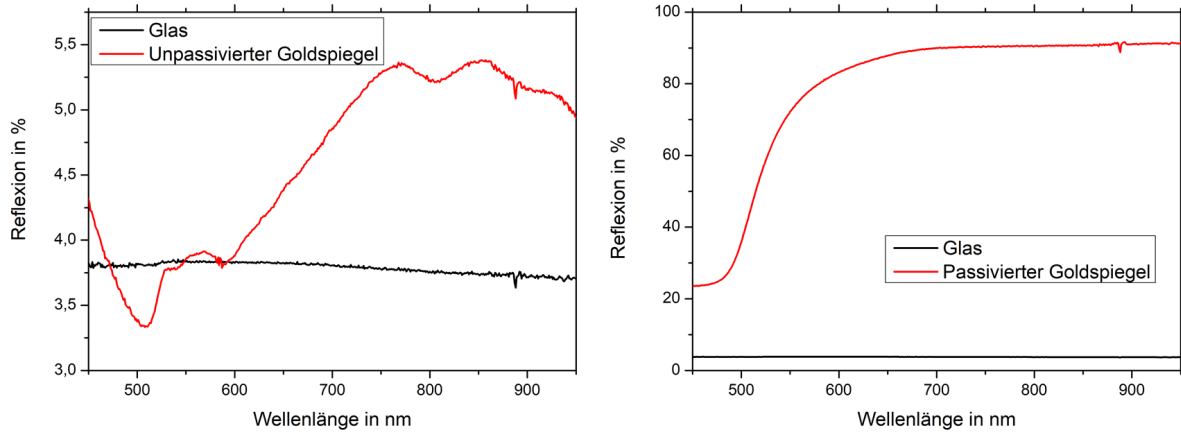


Abbildung 26: Optische Spektren von Goldspiegeln im Vergleich mit Glas ohne (links) und mit (rechts) Passivierung

Somit konnte gezeigt werden, dass der im Rahmen dieser Arbeit entwickelte Prozess zum Herstellen von passivierten Spiegeln mit den Herstellungsprozessen von MEMS-Zellen kompatibel ist. Die Herstellung der Passivierung muss aber weiter optimiert werden, um trotz der thermischen Belastung der Passivierung beim anodischen Bond-Prozess eine deckende Schutzschicht zu garantieren. Verglichen mit alternativen Methoden zur Herstellung von optischen Spiegeln für MEMS-Zellen zeigen sich diverse Vorteile bei dem vom Autor entwickelten Prozess: Durch die Passivierung stehen Materialien als Spiegel zur Verfügung, welche sonst aufgrund der Reaktivität mit Caesium nicht zur Wahl stehen würden. Im Vergleich zu Spiegelmaterialien aus Aluminium oder anderen Metallen, welche nicht mit Caesium reagieren, können auf diese Art Materialien mit einer höheren Reflektivität wie zum Beispiel Gold verwendet werden. Der hier gezeigte Prozess ist zudem weniger aufwendig als die Herstellung dielektrischer Spiegel. Außerdem hat der hier entwickelte Prozess einen geringeren Einfluss auf die Durchbiegung von MEMS-Zellen, da bei 100 nm dicken Goldschichten die Schichtspannung geringer ist als bei dielektrischen Spiegeln mit einer typischen Dicke von mehreren hundert nm bis wenigen μm .

4.2.2 Antireflex-Schichten

Antireflex-Schichten (AR-Schichten) haben bei OPM mehrere Vorteile: Die AR-Schicht sorgt dafür, dass die reflektierte Leistung reduziert und die transmittierte Leistung erhöht wird. Beides steht im Vergleich zum unbeschichteten Glaswafer gleicher Dicke, siehe hierzu Abbildung 28. Daraus resultierend ist bei gleicher Eingangsleistung P_0 die zum optischen Pumpen zur Verfügung stehende Leistung mit AR-Schicht (P'_1) größer als ohne AR-Schicht (P_1). Außerdem erhöht sich auch der Anteil der Leistung, die durch die Zelle transmittiert auf die Photodiode trifft ($P'_2 > P_2$). Hinzu kommt, dass durch die verringerte Reflektivität der Oberflächen auch unerwünschte Mehrfachreflexionen und Streueffekte reduziert werden. All dies führt zu einem besseren Signal-Rausch-Verhältnis und damit zu einer besseren Performanz der OPM-Messung.

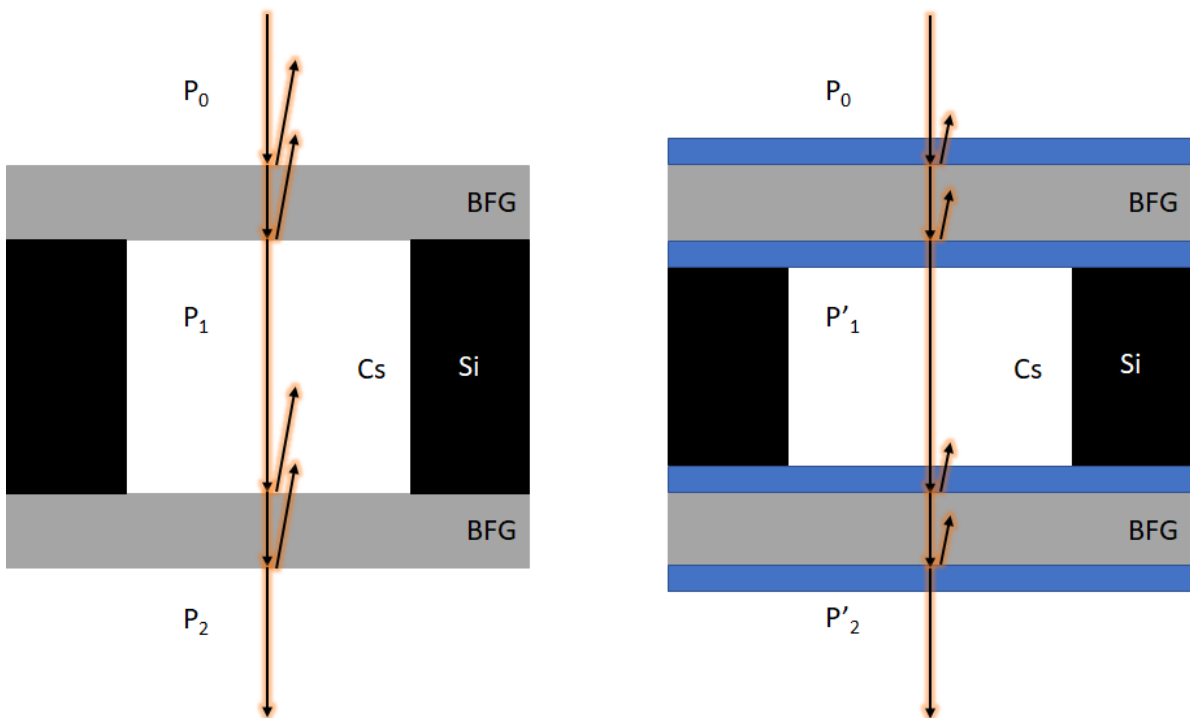


Abbildung 27: Schematische Darstellung AR-Schichten für einen durch eine Zelle tretenden Laserstrahl.

Bei bestimmten Messmethoden wie dem in [179] entwickeltem *light-shift-dispersed Mz-Modus* (LSD-Mz-Modus), werden mehrere Laserstrahlen verwendet. Diese werden gemessen, ihre Signale miteinander verrechnet, um das Messsignal zu ergeben. Bei diesem Messprinzip wird die Magnetfeldmessung bei erhöhten Temperaturen durchgeführt (80...120 °C). Der Abgleich der Laserintensitäten erfolgt hingegen bei Raumtemperatur.

Bei Zellen ohne AR-Schichten können Fabry-Perot-Effekte auftreten, wodurch Fehler in der Signalverarbeitung auftreten können. AR-Schichten werden idealerweise sowohl auf der Innen-, als auch der Außenseite aufgetragen. Dies geschieht, um die Reflexionen und Verluste an allen vier optischen Übergängen zu reduzieren, siehe Abbildung 27.

4.2.2.1 Materialwahl

Da die AR-Schichten auch innerhalb der MEMS-Zellen aufgetragen werden sollen, werden sie den Bedingungen des anodischen Bondens ausgesetzt. Deswegen sollen möglichst stabile Schichten verwendet werden. Ein Maß dafür ist eine möglichst große negative Bildungsenthalpie. Zudem sollen die AR-Schichten zusätzlich nicht mit Caesium reagieren. Aus diesem Grund soll das bereits in Kapitel 4.2.1 genutzte Al_2O_3 genutzt werden, welches mittels ALD aufgetragen wird. In [180] wurden dazu bereits Untersuchungen durchgeführt und ein entsprechender Prozess etabliert. Die hier verwendeten Schichten sind Multilagen aus Al_2O_3 und TiO_2 mit einer Deckschicht aus reinem Al_2O_3 . Die AR-Schicht hat eine Schichtdicke von 260,5 nm. Die Deckschicht aus reinem Al_2O_3 ist 138 nm dick, während die Multilagenschicht 122,5 nm dick ist. Die Multilagenschicht setzt sich aus 49 Superzyklen zu je 12 Zyklen Al_2O_3 und 22 Zyklen TiO_2 zusammen.

4.2.2.2 Bonduntersuchung mit ALD-Schicht

Um die Stabilität der Materialien bezüglich des Bond-Prozesses zu testen, wurde ein Glaswafer mit der oben berechneten ALD-Schicht beschichtet und anodisch gegen einen Siliziumwafer gebondet. Dieser verfügt über optische Fenster zur Bestimmung der Änderung der Reflektivität. Diese gebondete AR-Schicht wurde optisch vermessen und mit einer ungebondeten AR-Schicht verglichen. Die Ergebnisse dieser Messungen sind in Abbildung 28 zu sehen. Dargestellt sind mehrere Messungen über einen Wafer mit einem Durchmesser von 100 mm, dabei handelt es sich um den Wafer aus Abbildung 30. Auf der linken Seite ist der vollständige Graph zu sehen, auf der rechten Seite ist der Bereich um 900 nm vergrößert. Die Transmission um 895 nm herum ist in beiden Fällen größer als von nicht beschichteten Glas.

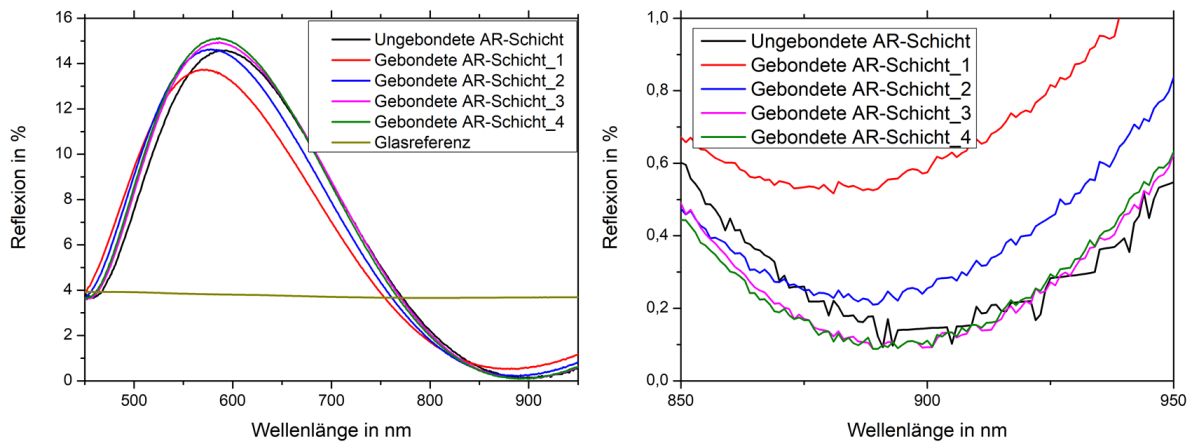


Abbildung 28: Vergleich optischer Spektren, links: volles Spektrum rechts: Bereich um 900 nm vergrößert.

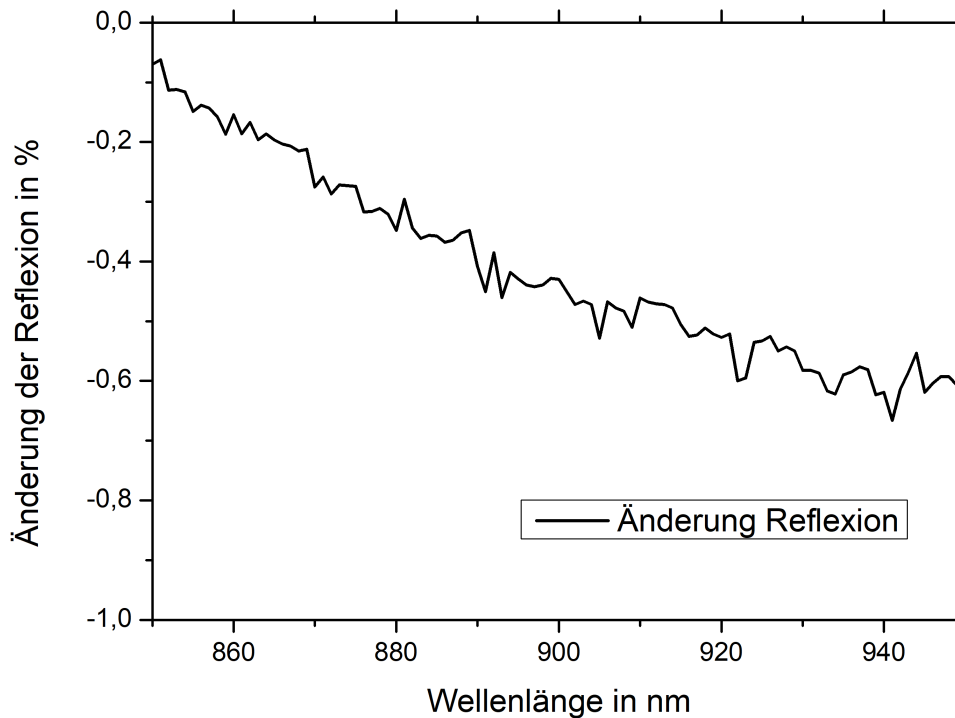


Abbildung 29: Änderung der Reflektivität im relevanten Wellenlängenbereich durch den Schritt des anodischen Bondens.

In Abbildung 29 ist die Differenz der Reflektivitäten vor und nach dem anodischen Bonden zu sehen. Hierfür wurde die Kurve aus Abbildung 28 verwendet, welche um

895 nm die höchsten Reflektivitätswerte aufweist. Der Fokus lag im Wellenlängenbereich um 895 nm, da die Caesium-D1-Linie bei 894,6 nm liegt. Die Änderungen betragen weniger als 0,5 %. Demnach kann geschlossen werden, dass die AR-Schichten stabil bezüglich des anodischen Bondens sind.

Nachdem die Einflüsse des anodischen Bondens auf die AR-Schicht untersucht wurden, soll im Folgenden der Einfluss der AR-Schichten auf den Bond-Prozess analysiert werden.

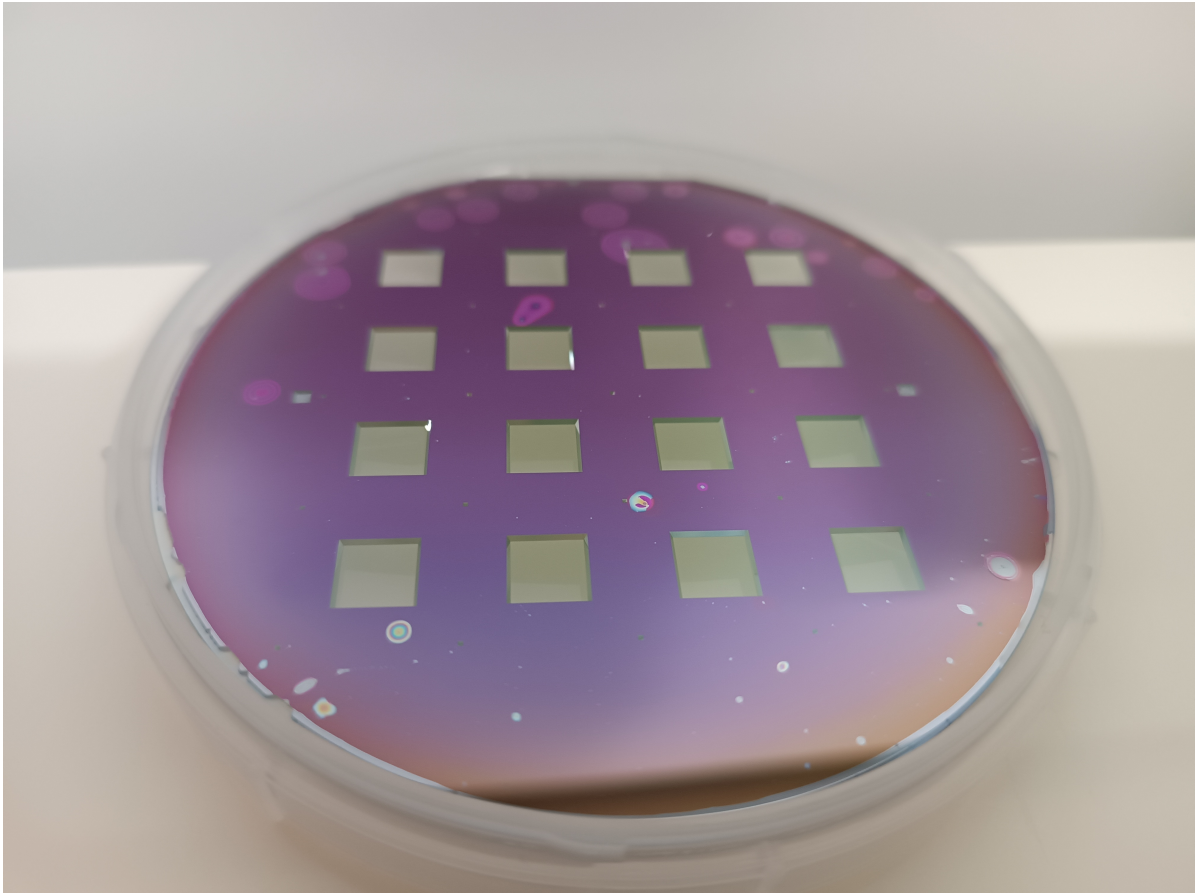


Abbildung 30: Anodisch gegen eine Siliziumstruktur mit optischen Fenstern gebondeter, mit AR-Schicht versehener 4-Zoll-Glaswafer.

In Abbildung 30 ist das Waferpaar Glaswafer mit AR-Schicht und strukturiertes Silizium nach der Bondung abgebildet. Mehrere ungebondete Bereiche vor allem im oberen Bereich der Abbildung sind zu erkennen. Es ist bekannt, dass das anodische Bonden von elektrisch isolierenden Schichten die Ausbeute bzw. die Qualität der Bondung reduziert, da die Anziehungskräfte reduziert werden. Bei der AR-Schicht handelt es sich um einen elektrischen Isolator hier mit einer Gesamtdicke von 260,5 nm. Da ein Teil der Bondspannung über der AR-Schicht abfällt, steht weniger Spannung zum Aufbau

der für das anodische Bonden wichtigen Raumladungszone zur Verfügung. Wegen dieser verringerten Anziehungskraft, vor allem um Partikel herum, können diese nicht mehr so effektiv von Glas umschlossen werden, wie sonst [157]. Um die Ausbeute zu erhöhen, muss sich entsprechend ein weiterer Reinigungsschritt nach der ALD-Beschichtung anschließen, um die Zahl der Partikel zu reduzieren. Die Alternative eines Lift-off-Prozesses zum Strukturieren der AR-Schichten steht aufgrund der Prozesstemperatur von 150°C nicht zur Verfügung. Untersuchungen zum Rückätzen über einen ICP-Prozess stehen aus.

Würden aus diesem Waferpaar Alkalidampfzellen hergestellt und diese vereinzelt, folgte daraus, dass vier der sechzehn dargestellten optischen Fenster undicht wären. Entsprechend hat der unangepasste Bond-Prozess für AR-Schichten eine Ausbeute von 75 %. Dies ist aus technologischer Sicht tolerabel. Somit kann geschlussfolgert werden, dass der hier entwickelte Prozess für die AR-Schichten für die Herstellung von MEMS-Zellen anwendbar ist.

4.3 Realisierung metallischer Dünnschichtheizwiderstände

In Kapitel 2.6 wurde dargelegt, warum Alkalidampfzellen mit Puffergas für OPM geheizt werden müssen. Das Erhitzen der Alkalidampfzellen kann durch verschiedene Methoden erreicht werden: Zellen können in einen Ofen eingebaut werden. Dadurch vergrößert sich allerdings der Abstand zum Messobjekt und so verschlechtert sich die Performanz der Magnetfeldmessung. Eine erste Alternative stellen Heizlaser dar [50]. Diese benötigen aber nicht nur eine sehr hohe Leistung, sondern erhöhen auch die Komplexität des Gesamtaufbaus. Eine weitere Alternative stellen integrierte elektrische Heizwiderstände dar. Diese können beispielsweise durch Mäander-Strukturen auf der Oberfläche der Gläser realisiert werden, die mit dem zentralen Siliziumelement gebondet werden. So können die Gläser direkt geheizt werden und vorher definierte thermische Profile realisiert werden, die ein Beschlagen der optischen Fenster weniger wahrscheinlich machen oder sogar vollständig verhindern. Ein Ansatz ist die elektrischen Heizwiderstände vor dem anodischen Bond-Prozess aufzubringen. So können fehlerhafte Schichten vor dem anodischen Bond-Prozess aussortiert werden. Entsprechend müssen die Wechselwirkungen zwischen anodischem Bond-Prozess und den metallischen Schichten untersucht werden.

4.3.1 Thermische Simulationen

Für Zellen von Typ 3, wurde ein Design der elektrischen Leiterbahnen erstellt, siehe Abbildung 31.

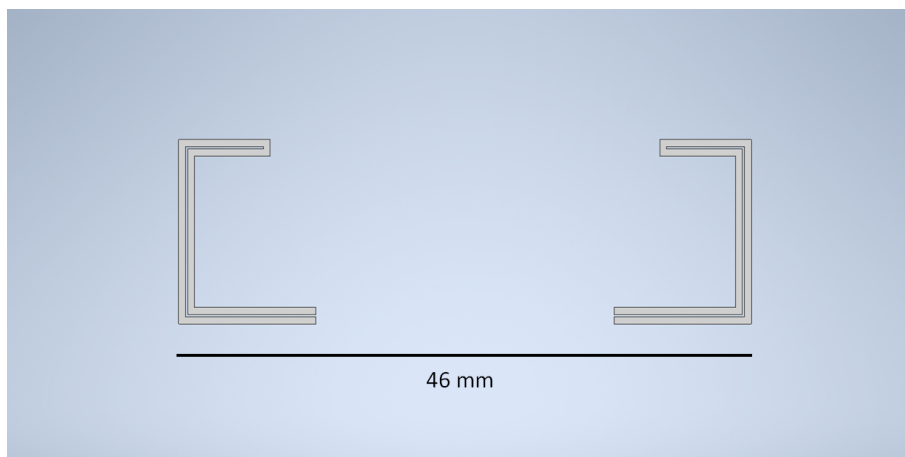


Abbildung 31: Design für Heizwiderstände für vorliegende Tests

Um dieses Design zu evaluieren, wurden thermische Simulationen mit *Solid works* durchgeführt. Eine Explosionsansicht dieser Simulation ist in Abbildung 32 zu sehen.

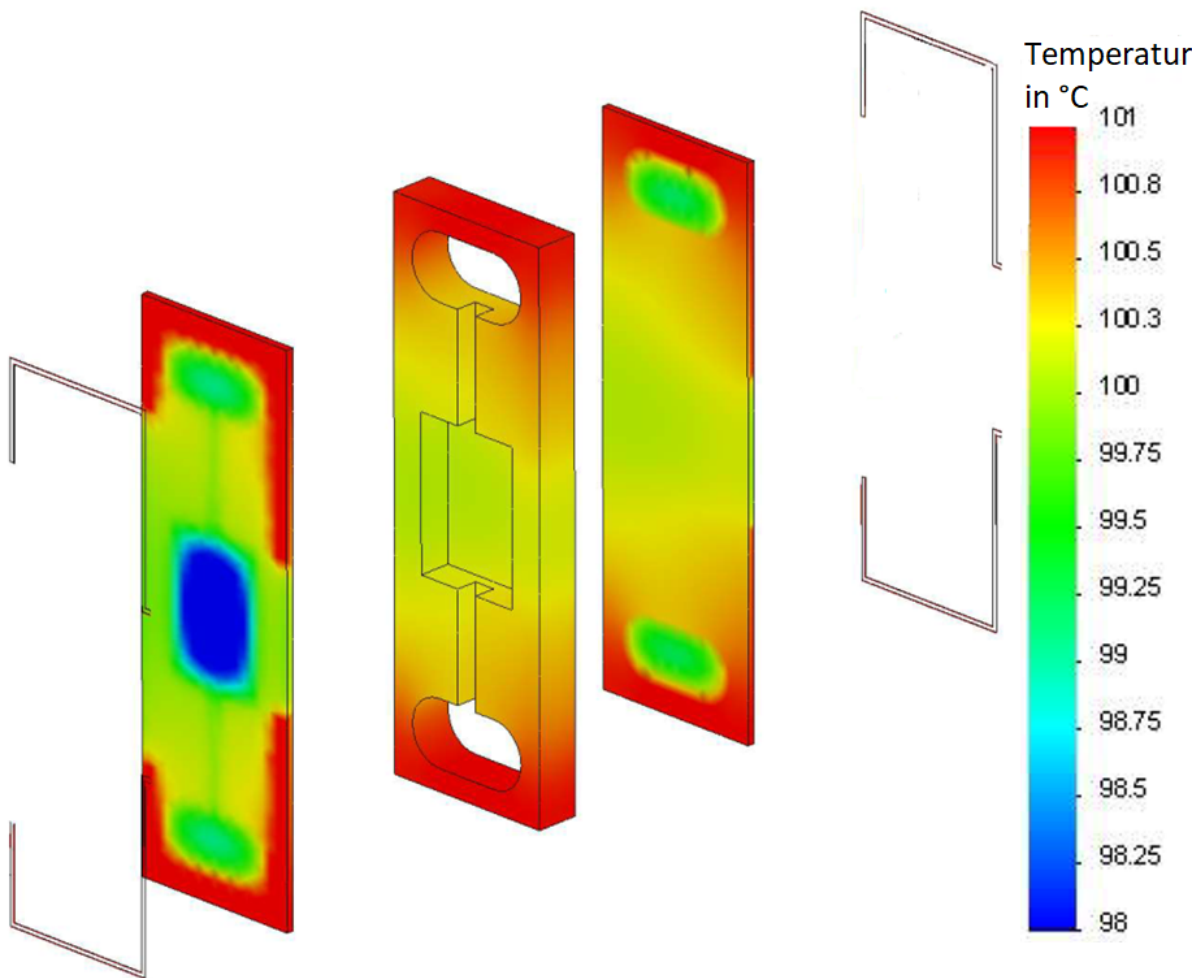


Abbildung 32: Thermische Simulation einer Zelle vom Typ 3, verwendet wurde Solid works, geheizt wird an den metallischen Leiterbahnen.

Aus der Simulation ist ersichtlich, dass das Reservoir den kältesten Ort der gesamten Alkalidampfzelle bildet. Die optischen Fenster sind um ein Grad kälter als ihre direkte Umgebung, aber wärmer als das Reservoir. Entsprechend kann davon ausgegangen werden, dass der primäre Kondensationspunkt für Caesium das thermische Reservoir sein wird.

4.3.2 Materialwahl

Um als Material für einen Heizwiderstand geeignet zu sein, müssen die zu untersuchen-

den Materialien verschiedene Kriterien erfüllen:

- Das Material darf, aufgrund des späteren Einsatzzwecks, nicht magnetisierbar sein.
- Der Widerstandswert darf sich über den Betriebszeitraum nicht relevant ändern.
- Das Material muss den Bedingungen beim anodischen Bond-Prozess standhalten.
- Der Heizwiderstandswert muss entsprechend des Einsatzes in einem Bereich liegen, dass eine ausreichende Heizleistung erbracht werden kann, um die Zelle auf Anwendungstemperatur zu heizen.
- Der Widerstandswert soll mit geometrisch kleinen Strukturen erreicht werden, um Wirbelstromeffekte zu vermeiden.

Als Richtwert für die Änderung des Widerstandswertes wird hier eine Obergrenze von 10 % angenommen. Die hier untersuchten Materialien sind Niob und Gold-Palladium. Beide Materialien wurden in einer Sputteranlage der Firma Bestec (Seriennummer SN 295) abgeschieden.

4.3.2.1 Niob

Niob ist ein Übergangsmetall mit supraleitenden Eigenschaften [181]. Aufgrund dieser Eigenschaft sind am Leibniz-IPHT langjährige Erfahrungen zu Material und Strukturierung vorhanden. An Luft bildet Niob ein natives Oxid [182], welches das darunter liegende Metall Material passiviert. Hier wurden Untersuchungen an gelifteten Strukturen mit einer Dicke von 350 nm durchgeführt. Um die vorher genannten Eigenschaften zu untersuchen und analysieren zu können wurden passive Heiztests, aktive Heiztests und Bonduntersuchungen durchgeführt. Passive Heiztests beschreiben die Änderung des Widerstandswerts, wenn die Heizwiderstandsstruktur einer erhöhten Temperatur ausgesetzt ist. Aktive Heiztests beschreiben das Verhalten der Heizwiderstandsstrukturen, wenn eine Spannung angelegt wird, um eine Heizleistung zu generieren. Bonduntersuchungen sind Analysen der Heizwiderstandsstrukturen nach einem anodischen Bond-Prozess.

Heiztest

In Abbildung 33 ist das Verhalten von Niob-Heizwiderstandsstrukturen bei aktiver und passiver Heizung dargestellt

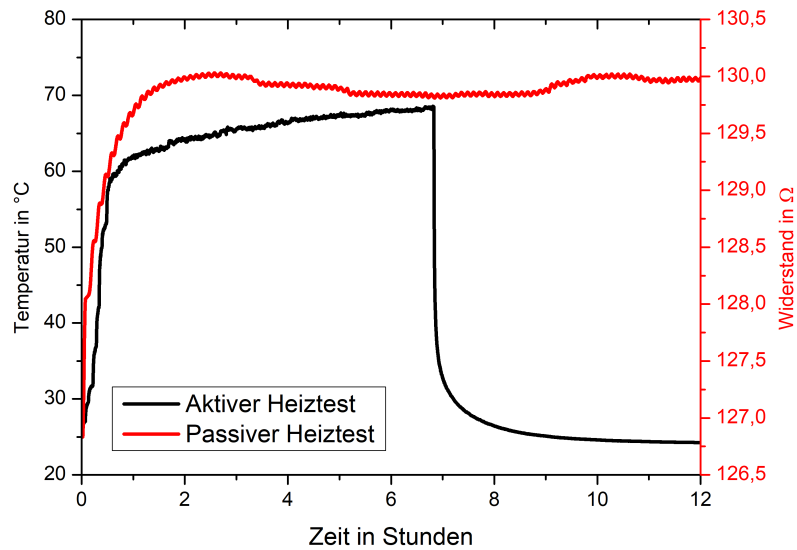


Abbildung 33: Heiztest Niob, aktiv (schwarz) und passiv (rot)

Für den aktiven Heiztest wurde ein genormter Widerstand aus Platin, ein sogenannter Pt100, an den Punkt des Glaschips gelegt, an der sonst das optische Fenster ist (schwarze Linie). Bei den aktiven Heiztests wird die aus dem gemessenen Widerstand des Pt100 errechnete Temperatur angezeigt, während die Probe mit der Heizstruktur aus Niob geheizt wird. Hierfür wurde ein variabler, aber konstant gehaltener Strom an den Heizmäander angelegt. Währenddessen wurde die Spannung, die über der Heizwiderstandsstruktur abfällt, gemessen. Für den passiven Heiztest ist die berechnete Temperatur, aus den vom Niob gemessenen Widerständen dargestellt (rote Linie). Aus der Analyse dieser Kurve wird ersichtlich, dass nach einer Einlaufphase von unter zwei Stunden der gemessene Widerstand stabil ist. Der Abstand des größten zum kleinsten Widerstandswert beträgt unter $0,4 \Omega$, was einer Schwankung von unter $0,5 \%$ entspricht. Aus den Ergebnissen des passiven Heiztests ist Niob ein vielversprechender Kandidat als Material für einen Heizwiderstand. Wird die schwarze Linie betrachtet, so ist zu sehen, dass die vom Pt100 gemessene Temperatur nach fast sieben Stunden stark abfällt. Eine Untersuchung der Metallschicht unter dem Lichtmikroskop, siehe Abbildung 34, zeigt Schäden an den Heizwiderstandsstrukturen. Im linken Bild von Abbildung 34 ist ein Defekt zu sehen, der durch das aktive Heizen von Niob entstanden ist. Um den Bereich in dem das Niob größtenteils entfernt wurde, sind schwarze Defektlinien im Niob zu erkennen. In der rechten Abbildung ist die Stelle des Niob-Heizwiderstand zu sehen, der durch Drahtbonden ankontaktiert wurde. Auch hier sind große Teile des Niobs entfernt

worden. Die Ergebnisse der optischen Untersuchung nach dem aktiven Heiztest legen den Schluss nahe, dass Niob nicht als Heizmaterial geeignet ist.

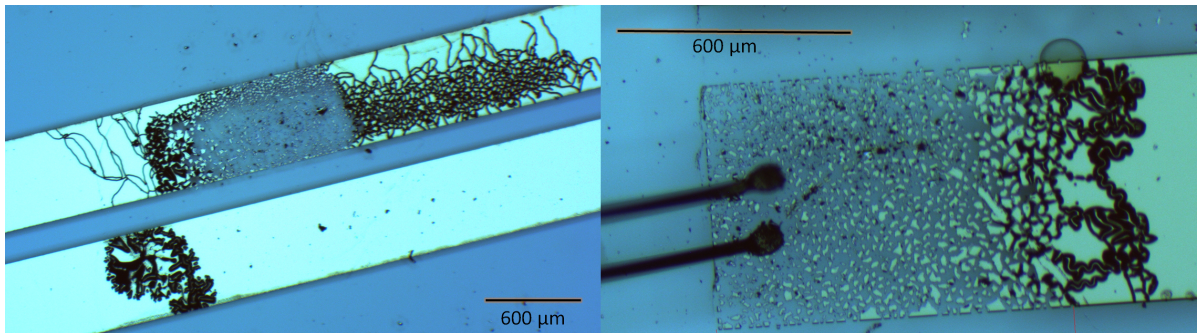


Abbildung 34: Lichtmikroskopaufnahme einer Niob-Heizstruktur nach aktivem Heizen.

Bondtest

In Abbildung 35 ist die zeitliche Entwicklung von auftretenden Defekten nach dem anodischen Bond-Prozess eines Glaswafers mit strukturierten Niob zu sehen. Die Lichtmikroskopieaufnahmen zeigen die gleiche Heizwiderstandsstruktur auf diesem Wafer in den verschiedenen Stadien der Ausbreitung von Defektstrukturen.

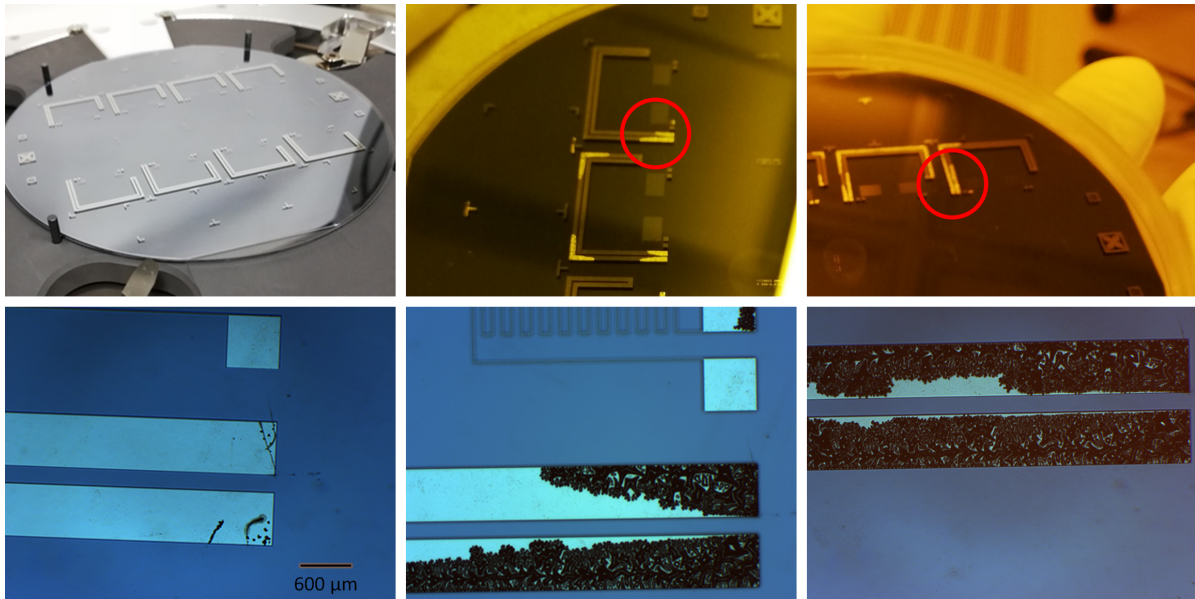


Abbildung 35: Fotografien (oben) und Lichtmikroskopaufnahmen (unten) von Niobstrukturen nach anodischem Bond-Prozess. Links: direkt nach Ausbau, Mitte: 48 Stunden nach Ausbau, rechts: 120 Stunden nach Ausbau. Die Bereiche innerhalb der roten Kreise sind in den Mikroskopieaufnahmen jeweils darunter dargestellt.

Die linken Bilder zeigen das gebondete Waferpaar direkt nach dem Abkühlen nach dem anodischen Bond-Prozess, die mittleren Bilder nach 48 Stunden und die rechten Bilder nach 120 Stunden. Die Bereiche innerhalb der roten Kreise sind in den Mikroskopieaufnahmen jeweils darunter dargestellt. Die hell reflektierenden Stellen auf den Waferfotografien in Abbildung 35 stimmen mit den schwarzen Strukturen unter dem Lichtmikroskop überein. In der Zeit zwischen den Aufnahmen wurde der Wafer in einer Waferschachtel unter Reinraumbedingungen gelagert. Die Spezifikationen der klimatischen Bedingungen im am Leibniz-IPHT genutzten Reinraums sind im Anhang zu finden. Die Ursache für die hier auftretenden Defekte können mechanische Spannungen innerhalb der Schicht oder chemische Reaktionen sein. Um die Ursache zu identifizieren, wurden Rasterelektronenmikroskopie-Aufnahmen (REM-Aufnahmen) angefertigt und Energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDX) durchgeführt.

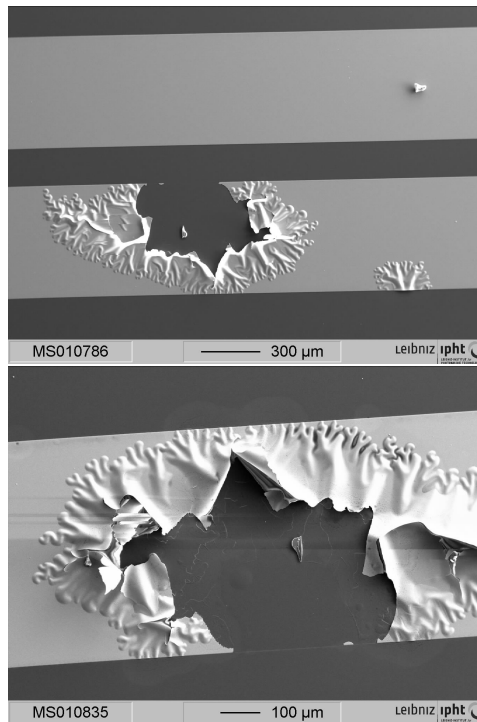


Abbildung 36: REM-Aufnahmen von Defekten der Niob-Struktur.

In den REM-Aufnahmen in Abbildung 36 sind Fehlstellenbereiche der Niob-Heizwiderstand zu sehen. Am Rand dieser Fehlstellenbereiche sind gewölbte Bereiche zu sehen. Um zu überprüfen, ob es sich bei den gewölbten Bereichen um das Ausgangsmaterial handelt oder eine chemische Reaktion stattgefunden hat, wurden mehrere EDX-Messungen durchgeführt. Dabei wurde das Glassubstrat, der Heizwiderstandsbereich, in dem Niob fehlt, das Niob und der gewölbte Bereich gemessen und miteinander verglichen. In Abbildung 37 sind die EDX-Spektren der Niob-Schicht, der Defekte sowie des Substrats zu erkennen. In den Spektren sind die zu erwartenden chemischen Elemente zu sehen, welche im verwendeten Glas vorkommen, sowie Niob. Aus dem Vergleich der Spektren geht hervor, dass die vorhandenen Elemente vom Niob-Heizwiderstand und der gewölbten Bereiche übereinstimmen. Außerdem stimmen der Bereich ohne Niob und das Substrat überein. Entsprechend haben dort mechanische Effekte das Niob entfernt. Es ist davon auszugehen, dass die auftretenden Effekte auf Spannungen innerhalb der Schichten zurückgeführt werden können [183].

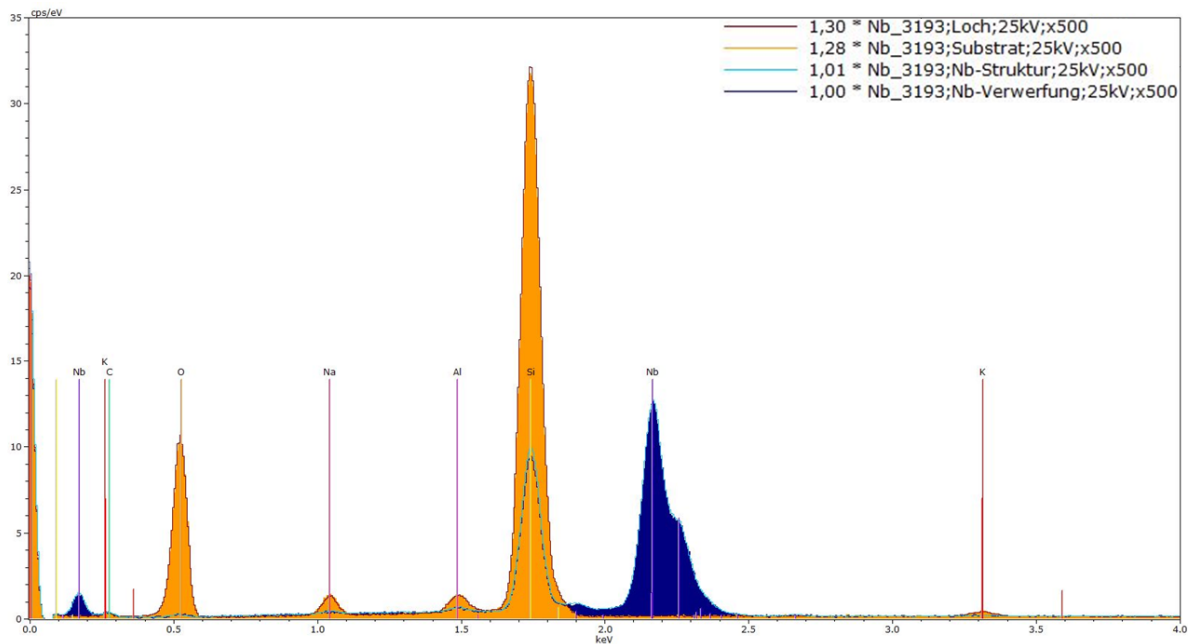


Abbildung 37: EDX-Messung Niobstruktur.

Aus den auftretenden Defekten, sowohl durch das Lagern, als auch durch das Ergebnis des aktiven Heizztests muss gefolgert werden, dass Niob für die hier entwickelten MEMS-Zellen kein geeignetes Material für einen Heizwiderstand ist.

4.3.2.2 Gold-Palladium

Gold-Palladium (AuPd) ist eine Legierung aus Gold und Palladium. Es findet am Leibniz-IPHT als Material für Heiz- und Dämpfungswiderstände für SQUID Verwendung. Aufgrund der geringen Änder/-ung des Widerstands bei geänderten Temperaturen, der chemischen und thermischen Stabilität, der Passfähigkeit zu Gold und Aluminiumdrähten für die Ankontaktierung, sowie des fehlenden supraleitenden Über/-gangs hat sich AuPd für diese Anwendung bewährt. Strukturierungen werden mittels Lift-off-Prozess durchgeführt. Die Dicke der Schichten soll 100 nm sein. Es wird eine 2 nm dicke Molybdänschicht als Haftvermittler genutzt. Um die Eigenschaften als Material für einen Heizwiderstand für OPM zu evaluieren, wurde ein passiver, ein aktiver Heizztest und ein Bondtest durchgeführt.

Heizztest

In Abbildung 38 ist das Verhalten von AuPd-Heizzwiderständen bei einem aktiven und einem passiven Heizztest zu sehen. Die Temperatur des Ofens wurde über einen separaten

Pt100 gemessen (schwarze Linie). Es wurden zwei Substrate in den Ofen getempert, eine AuPd-Struktur, deren Widerstand bei erhöhter Temperatur gemessen wurde (rote Linie) und eine weitere, an die zusätzlich eine Heizspannung (grüne Linie) bei konstantem Strom angelegt wurde.

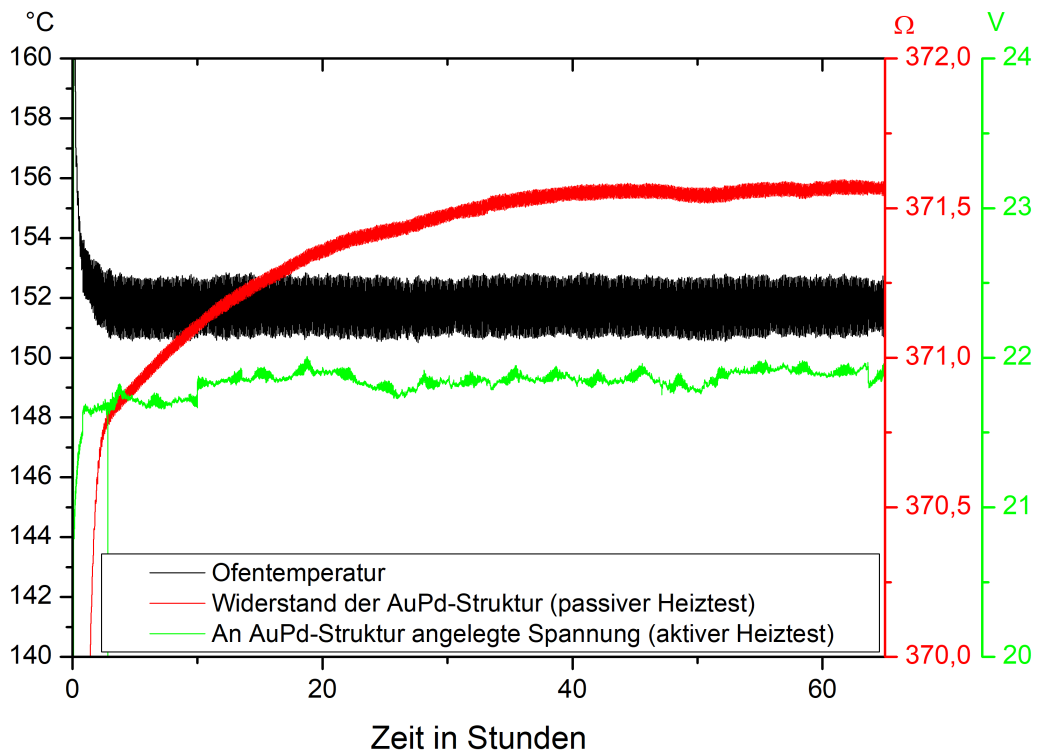


Abbildung 38: Heiztest AuPd, aktiv und passiv.

Bei beiden Substraten sind Änderungen im Widerstand zu sehen. Nach einer Einlaufphase ist der Widerstand beider Proben stabil. Wird der passive Heiztest betrachtet, so sind die Änderungen nach 40 Stunden Heizdauer bei unter 1Ω was einem prozentualen Unterschied von unter $0,3 \%$ entspricht. Beim aktiven Heiztest sind nach zehn Stunden die Schwankungen der Heizspannung bei unter $0,3 \text{ V}$, was einer Schwankung von unter $0,13 \%$ entspricht. AuPd-Heizwiderstände zeigen sowohl im aktiven als auch im passiven Heiztest ein besseres Verhalten als Nb-Heizwiderstände, da sie keine Defekte ausbilden und über eine geringere Schwankung der Widerstände verfügen. Vom Widerstandsverhalten her ist AuPd ein aussichtsreicher Kandidat für die hier entwickelten Heizwiderstandsstrukturen für MEMS-Zellen.

Bondtest

Anschließend an die Heiztests wurden Bondtests durchgeführt. Um Einflüsse des anodischen Bond-Prozess auf die Heizwiderstandsstruktur zu erfassen, wurden Lichtmikroskopieaufnahmen vor und nach den Bondungen aufgenommen.

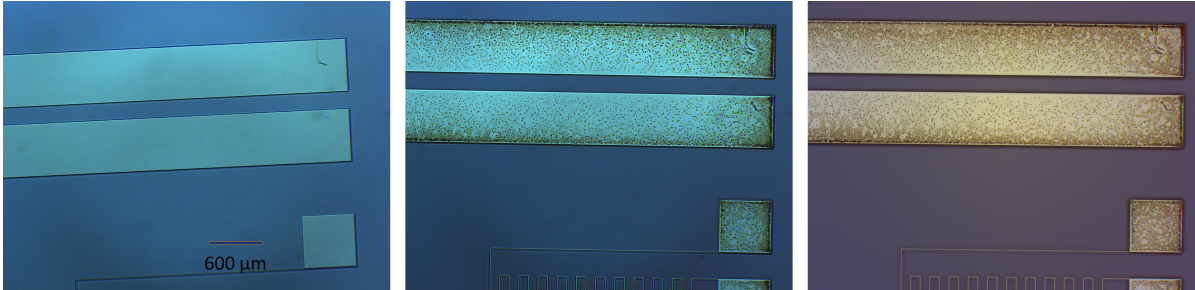


Abbildung 39: Lichtmikroskopieaufnahmen einer AuPd-Heizwiderstandsstruktur vor Bondungen (links), nach der ersten, vor der zweiten Bondung (Mitte) und nach der zweiten Bondung (rechts).

In Abbildung 39 sind Lichtmikroskopieaufnahmen von Hezelementen, vor und nach ersten sowie nach der zweiten anodischen Bondung dargestellt. Auf den Aufnahmen nach dem ersten und nach dem zweiten anodischen Bond-Prozess sind schwarze punktförmige Defekte zu erkennen. Die Bereiche der Heizwiderstände, die jeweils anderen Heizwiderständen zugewandt sind, sind weniger stark betroffen, als die außen liegenden Seiten der Heizwiderstände. Dies illustriert Abbildung 40. Darin sind Lichtmikroskopieaufnahmen einer Heizstruktur aus AuPd zu sehen. Diese Mikroskopieaufnahmen wurden nach der zweiten Bondung aufgenommen. Es ist nicht gesamte Heizwiderstandsstruktur dargestellt. Es wurden Lichtmikroskopieaufnahmen der vier Eckbereiche ausgewählt, die Bereiche zwischen diesen vier Ecken sind nicht mit aufgeführt.

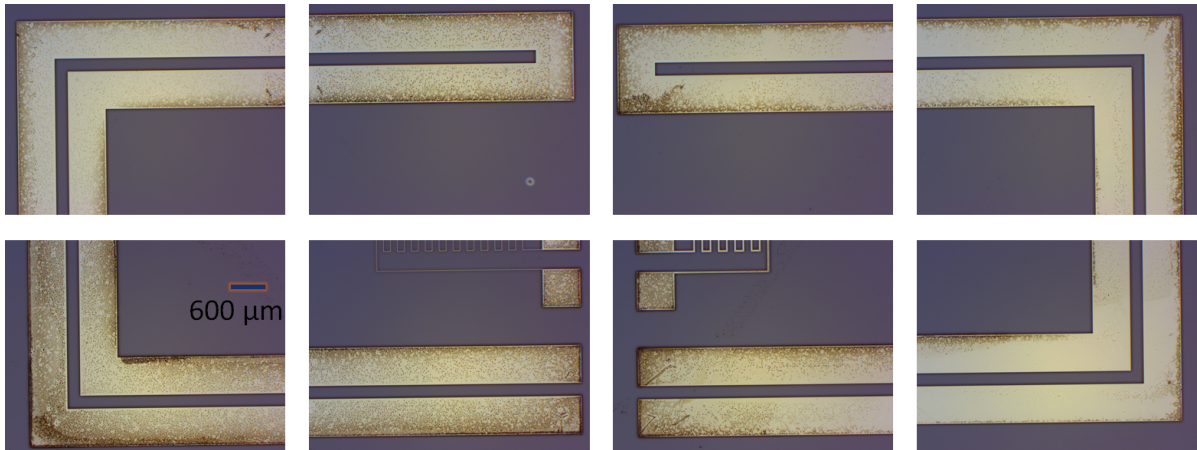


Abbildung 40: Lichtmikroskopieaufnahme einer Heizstruktur aus AuPd nach dem zweiten anodischen Bond.

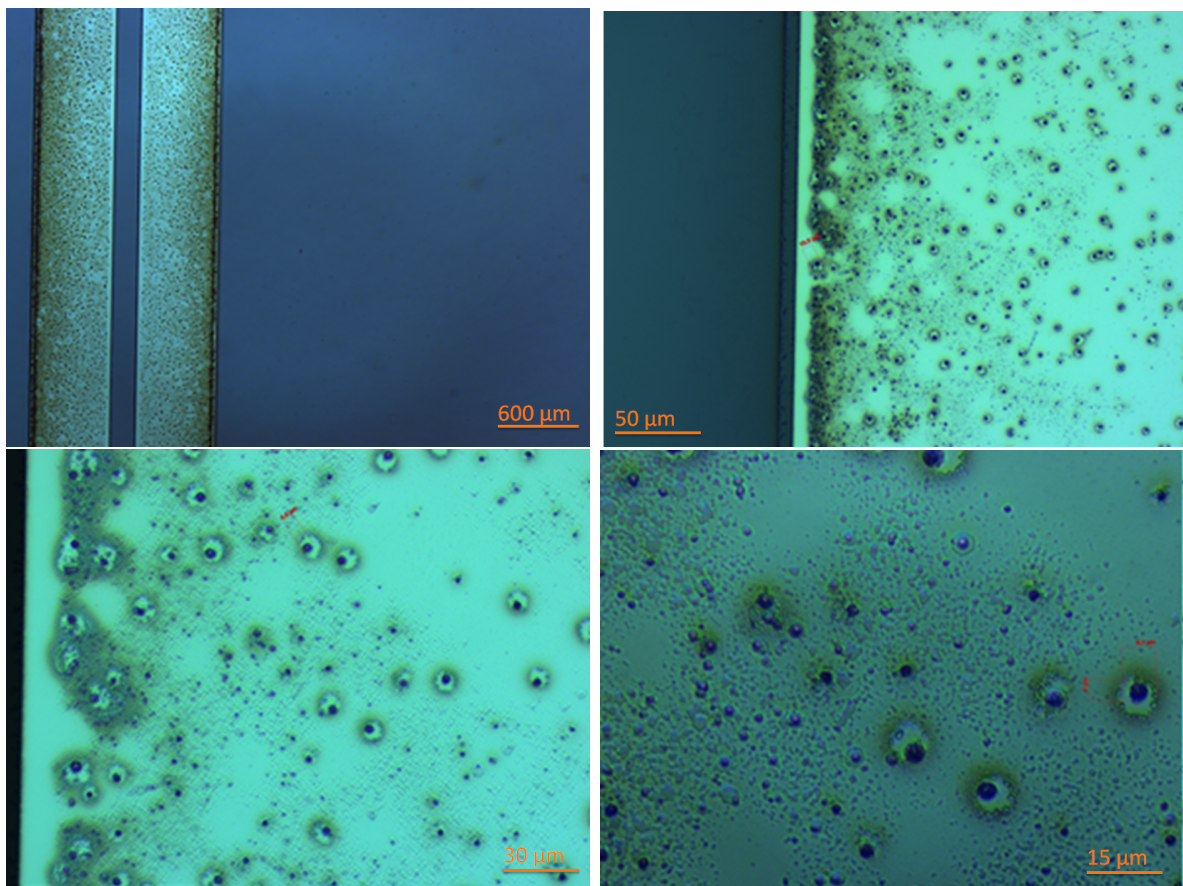


Abbildung 41: Lichtmikroskopieaufnahmen verschiedener Vergrößerungen eines AuPd-Heizelements mit Defekten.

In Abbildung 41 sind verschiedene Vergrößerungen des gleichen Heizelements zu sehen.

Der unmittelbare Rand des Heizelements ist defektfrei, dies ist vor allem bei höheren Vergrößerungen sichtbar. Die schwarzen Defekte haben unterschiedliche Größen von bis zu 5 μm Durchmesser. Um die größten Defekte herum sind defektfreie Zonen zu sehen. Um die Ursache dieser Defekte zu evaluieren wurden REM-Aufnahmen angefertigt, siehe Abbildung 42. In den REM-Aufnahmen ist die Ecke eines Heizelements in verschiedenen Vergrößerungen dargestellt.

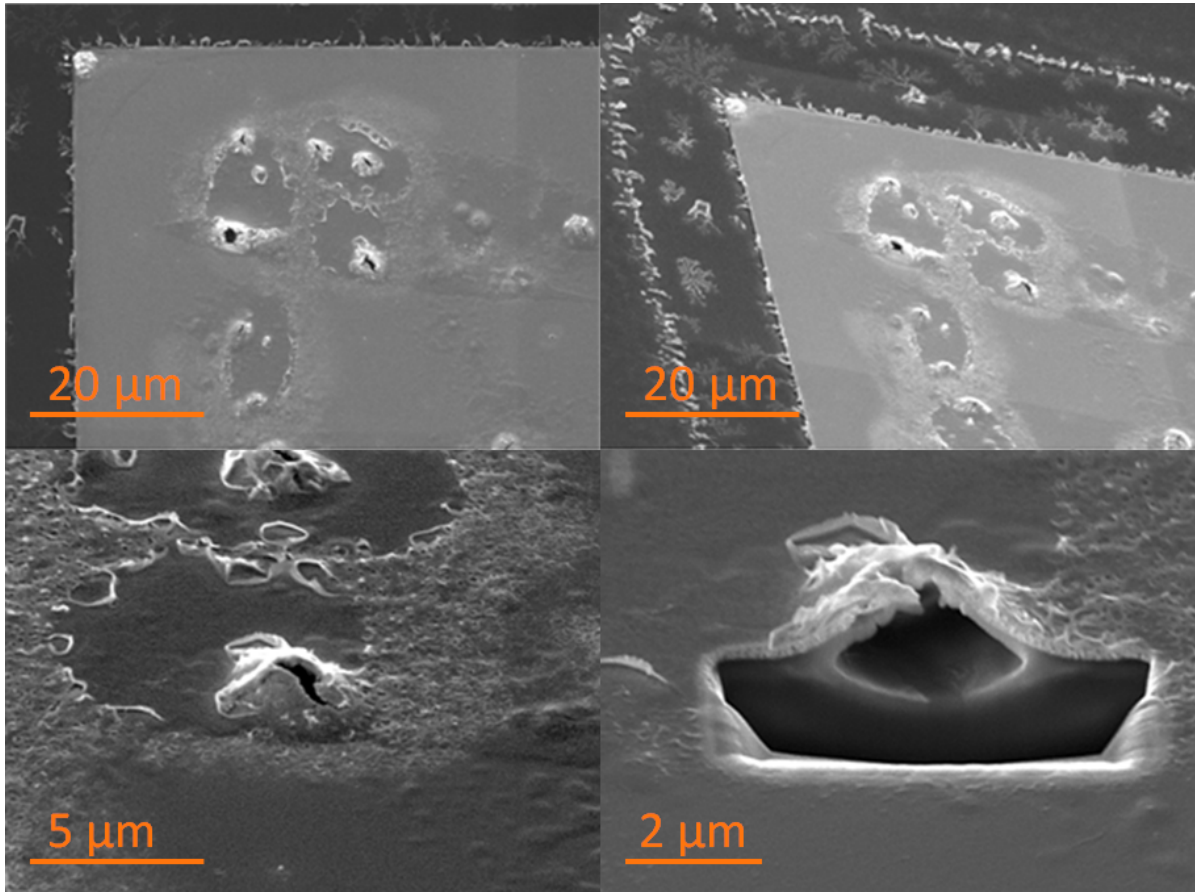


Abbildung 42: REM-Bilder der Defekte in AuPd.

In den REM-Aufnahmen ist zu sehen, dass sich blasenartige Strukturen ausgebildet haben, die nach oben aufgerissen sind. In der REM-Aufnahme unten rechts wird deutlich, dass diese Blasen ihren Ursprung im Glas haben und sich unter der aufgerissenen Heizwiderstandsstruktur noch Glasreste befinden. Diese sind auf elektrische Überschlüge in die Metallstruktur zurückzuführen. Diese Überschlüge kommen vermutlich von der Unebenheit der verwendeten Graphitelektrode. Im Rahmen dieser Arbeit wurde zur Lösung dieses bisher unbekanntes technologischen Effektes des Waferbondens ein weiterer Glaswafer als Zwischenelektrode genutzt. Dies führt neben der glatteren Oberfläche dazu,

dass Natrium, welches durch den Bond-Prozess an die Oberfläche verschoben wird, in den zweiten Glaswafer diffundieren kann. Durch diesen zweiten Wafer soll der Abstand zwischen den Heizwiderstandsstrukturen und der Elektrode homogenisiert werden. Ein Vergleich einer anodischen Bondung mit und ohne diesen zusätzlichen Glaswafer ist in Abbildung 43 zu sehen.

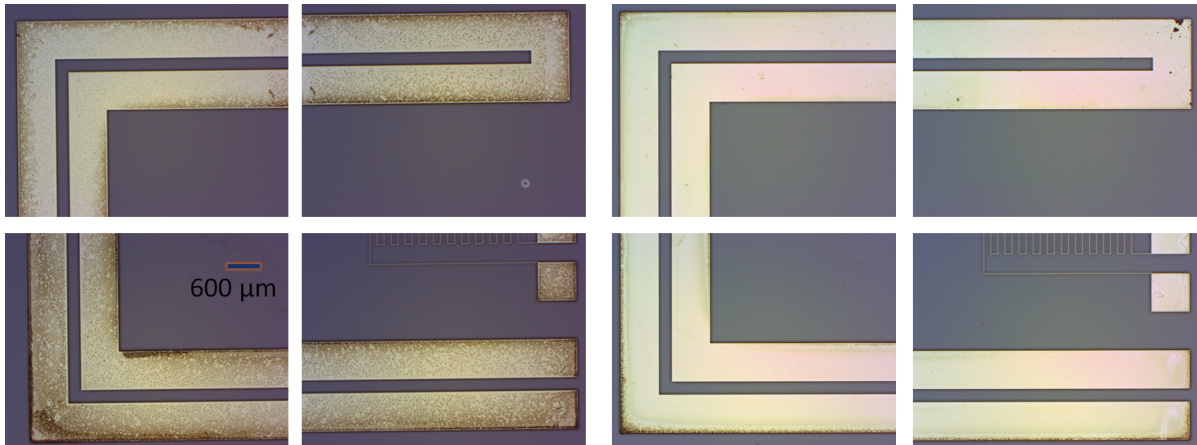


Abbildung 43: Vergleich Bondung ohne (links) und mit (rechts) Passivierungswafer.

Auf der linken Seite ist eine gebondete Heizstruktur aus AuPd zu sehen, welche ohne zusätzlichen Glaswafer gebondet wurde. Defektstrukturen, welche sich aus den vorher beschriebenen Überschlügen zusammensetzen, sind über die gesamte Struktur verteilt. Auf der rechten Seite ist eine gebondete Heizstruktur aus AuPd zu sehen, bei deren Bondung ein zusätzlicher Glaswafer Verwendung fand. Die Regionen mit Defekten sind stark reduziert. Durch das Einführen des Passivierungswafers zum anodischen Bond-Prozess konnte somit die Anzahl der elektrischen Überschlüge sehr stark reduziert werden. Durch die technologischen Änderungen sind sowohl im passiven als auch im aktiven Heizwiderstands-Test keine ausschließenden Defekte aufgetreten. Folglich kann AuPd als Material für einen Heizwiderstand für MEMS-Zellen für OPM-Anwendungen verwendet werden.

4.3.2.3 Realisierung

Nach Optimierung des Herstellungsprozesses der metallischen Heizwiderstände wurden Zellen von Typ 3 mit metallischen Heizwiderständen hergestellt. Nach Photolyse und Charakterisierung der Zellen wurden Leiterplatinen aufgeklebt und die AuPd-Heizwiderstände mittels Drahtbonden elektrisch ankontaktiert. Anschließend wurden die Heizwiderstände mit einem konstanten Strom beaufschlagt, bis die Zelltemperatur

130 °C betrug. In Abbildung 44 ist die Temperaturverteilung einer erhitzten Zelle vom Typ 3 zu sehen. Zu erkennen ist die Struktur des Siliziums, welches mit 130 °C (P6) generell heißer ist als die siliziumfreien Bereiche des Glases. Dies ist auf die unterschiedlichen Wärmeleitungskoeffizienten von Silizium (ca. 140 W/mK bei 300 K [184]) und Glas (ca 1,2 W/mK [185]) zurückzuführen. Die elektrischen Heizwiderstände werden mit 92,7 °C (P4) angezeigt, was auf einen anderen thermischen Abstrahlungskoeffizienten des Materials zurückzuführen ist. Die optischen Fenster haben eine Temperatur von 124,7 °C (P1) bzw. 125 °C (P2) und liegen damit nur 0,3°C auseinander. Gleichzeitig ist das Reservoir mit einer Temperatur von 115,7 °C (P3) um 9 °C kälter als die optischen Fenster, weswegen ein Großteil des in der Gasphase vorliegenden Caesiums dort kondensiert. Experimentell hat sich gezeigt, dass bei Langzeittests trotz der Temperaturdifferenz immer noch eine Kondensation von Caesium in den optischen Fenstern stattfindet. Dieser Prozess konnte durch Anbringen einer thermischen Masse, einem Kühlfinger, am Reservoir deutlich reduziert werden. Um ein Kondensieren des Caesiums im optischen Strahlengang von vornherein zu verhindern muss eine Anpassung des Designs stattfinden, zum Beispiel durch Verbreiterung der Verbindungen zwischen optischen Fenstern und Reservoir oder Anpassung des Designs der Heizwiderstände. Das Kondensieren des Caesiums im optischen Strahlengang ist technologisch beherrschbar.

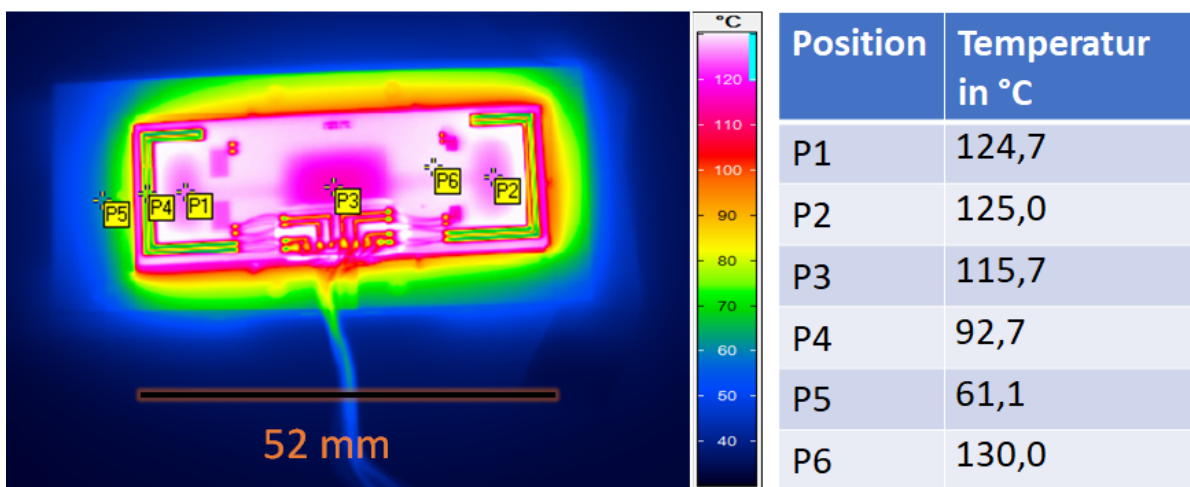


Abbildung 44: IR-Aufnahme einer heißen Zelle vom Typ 3 (links) und zugehörige Messdaten in der Tabelle rechts.

Schlussfolgernd ist mit den umgesetzten Maßnahmen dieser Arbeit die Implementierung von metallischen Heizwiderständen geeigneter Geometrie zur Realisierung von MEMS-Zellen und ihrer Erhitzung auf Arbeitstemperatur möglich.

4.4 Transparente elektrische Heizwiderstände

4.4.1 Motivation

Nicht alle Designs von MEMS-Zellen können mit zuvor vorgestellten metallischen Heizelementen geheizt werden. Je nach Design von Alkalidampfzellen und den implementierten Heizstrukturen bildet die Glasfläche im optischen Strahlengang den kältesten Punkt einer Alkalidampfzelle. Dies ist vor allem bei Zellen der Fall, bei denen die optischen Fenster relativ zur Gesamtgröße der Zellen sehr groß sind. Daraus resultierend kommt es zur Kondensation von Caesium im optischen Strahlengang. Diese Kondensation führt zu einer negativen Beeinflussung des Messsignals. Zur Gewährleistung von freien optischen Strahlengängen, wurde im Rahmen dieser Arbeit angefangen, transparente elektrische Heizelemente zu untersuchen. Diese transparenten elektrischen Heizstrukturen werden mittels transparenter leitfähiger Oxide realisiert (Englisch: *transparent conducting oxides*, TCOs). Dabei handelt es sich um Materialien, die im sichtbaren Wellenlängenbereich transparent sind und trotzdem einen elektrischen Widerstand haben, der gering genug ist, um eine ausreichende Heizleistung zu realisieren. Vor allem Zelldesigns wie Typ 5, die über ein sehr großes optisches Fenster verfügen, können so geheizt werden, ohne, dass Caesiumkondensation im optischen Strahlengang zu Komplikationen führt. Entsprechend werden hier transparente elektrische Heizwiderstände untersucht, um diesen Nachteilen zu entgehen.

4.4.2 Materialwahl

Um als Material für Heizwiderstände infrage zu kommen müssen TCOs mehrere Kriterien erfüllen:

- Optische Transparenz von über 80 %,
- Eignung bezüglich passiver und aktiver Heizung bei $T > 120^\circ\text{C}$,
- Quadratischer Flächenwiderstand von unter 150Ω ,
- Prozesskompatibilität mit anodischem Bonden und,
- Prozesskompatibilität mit Photolyse oder alternativ Abscheidung nach diesen Prozessen.

Die optische Transparenz muss gewährleistet sein, um die geplanten Messmethoden realisieren zu können. Die Materialien für Heizstrukturen müssen sowohl bei der verwendeten Messtemperatur als auch im aktiven Heizprozess stabil sein. Der Quadratwiderstand muss gering genug sein, dass batteriebetriebene Stromquellen eine ausreichende Heizleistung realisieren können. Die Schicht darf den anodischen Bond-Prozess und den Photolyseprozess nicht stören und auch nicht von diesen Prozessen beschädigt werden oder muss alternativ nach Bond-Prozess und Photolyse aufgetragen werden können. Am Leibniz-IPHT stehen als TCOs Aluminium dotiertes Zinkoxid (AZO) und Zinn dotiertes Indiumoxid (ITO) zur Verfügung, welche beide auf ihre Eignung geprüft werden.

4.4.2.1 AZO

Die AZO-Schichten werden am Leibniz-IPHT in einem ALD-Verfahren hergestellt. Es wird eine Monolage Al_2O_3 abgeschieden, auf die n Monolagen aus ZnO folgen. Eine Schicht von 1+n Lagen wird als Superzyklus bezeichnet. Durch Änderung der Anzahl an Superzyklen wird die Schichtdicke eingestellt. Durch Änderung der Zahl an ZnO-Lagen innerhalb eines Superzyklus können die optischen und elektrischen Eigenschaften modifiziert werden[186]. Im vorliegenden Fall wurde aufgrund des elektrischen Widerstands und der optischen Eigenschaften ein Verhältnis von 1:20 Al_2O_3 :ZnO gewählt. Die Substrate bestehen aus BFG, welches mit Schutzlack versehen, vereinzelt und in Aceton und Isopropanol mit Ultraschall gereinigt werden, bevor die Beschichtung stattfindet.

Optische Eigenschaften

Um die optischen Eigenschaften der AZO-Schichten zu untersuchen, wurde ein optisches Spektrum aufgenommen. Das optische Spektrum von AZO ist in Abbildung 45 dargestellt. Bei der Wellenlänge 895 nm beträgt der Transmissionsgrad von AZO 91 %. Bei einer Wellenlänge von 248 nm liegt eine Transmission von unter 12 % vor. Im Vergleich dazu hat reines BFG33 eine Transmission von über 20 % bei einer Wellenlänge von 248 nm [115]. Beim Photolyseprozess wird die Zelle hochenergetischer Laserstrahlung dieser Wellenlänge ausgesetzt. Dies kann dazu führen, dass die AZO-Schicht beschädigt wird oder der Photolyse-Prozess nicht durchgeführt werden kann, da keine ausreichende Leistung das Caesiumazid erreicht. Sollten die elektrischen Kriterien erfüllt werden, muss entsprechend untersucht werden, welchen Einfluss der Excimerlaser auf die AZO-Schicht hat. Von den optischen Parametern her ist AZO ein vielversprechender Kandidat

als Material für Heizwiderstände für MEMS-Zellen.

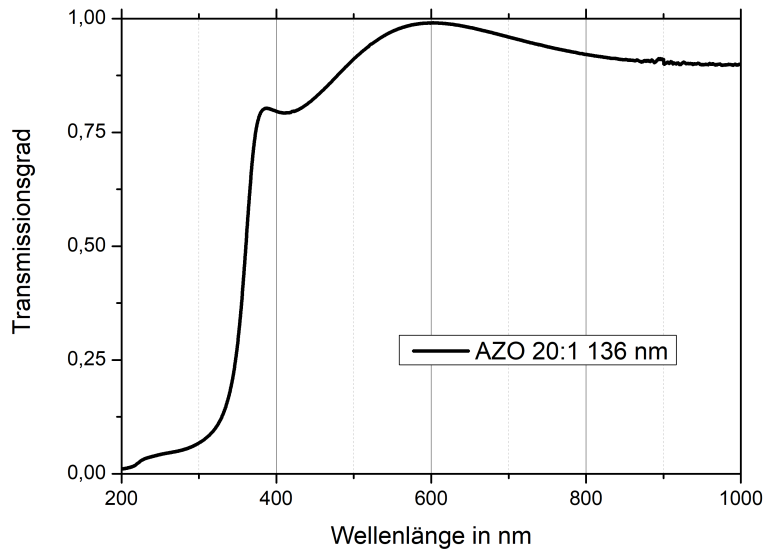


Abbildung 45: Optisches Spektrum von AZO, gemessen mit Jasco V-670.

Elektrische Eigenschaften

Um die elektrische Stabilität zu untersuchen, wurde ein mit 136 nm AZO beschichtetes Glassubstrat der Größe $15 \cdot 25 \text{ mm}^2$ für einen passiven Heiztest über einen Zeitraum von 6 Tagen in einem Ofen bei einer Temperatur von 130°C gelagert. Währenddessen wurde der Widerstand der AZO-Schicht (schwarze Linie) und über einen separaten Pt100 die Temperatur im Ofen (rote Linie) gemessen. Die Ergebnisse sind in Abbildung 46 dargestellt. Der Widerstand der AZO-Probe steigt kontinuierlich an. Auch nach 6 Tagen hat sich bei der Entwicklung des Widerstands der AZO-Schicht noch keine Sättigung eingestellt. Hinzu kommt, dass der quadratische Flächenwiderstand einen Wert von 1000Ω überschreitet und somit über der in Kapitel 4.4.2 formulierten Grenze liegt. Daraus resultierend ist AZO nicht für die Nutzung als Material für Heizwiderstände für MEMS-Zellen geeignet.

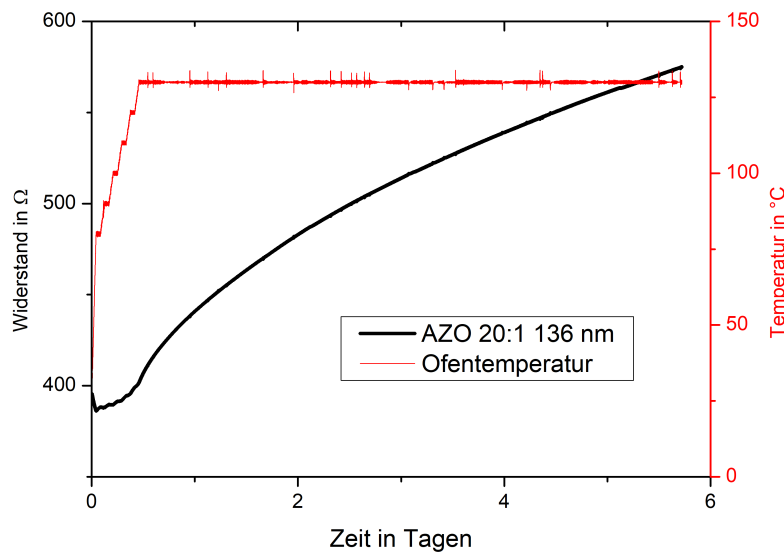


Abbildung 46: Passiver Heiztest AZO.

4.4.2.2 ITO

Die ITO-Schichten werden am Leibniz-IPHT in einem Magnetronsputter-Verfahren hergestellt. Dafür werden Glaswafer mit Schutzlack versehen, vereinzelt und die Proben in Aceton und Isopropanol gereinigt. Für die Beschichtung wurde ein ITO-Target in einer Zusammensetzung $\text{In}_2\text{O}_3:\text{SnO}_2$ 90:10 % verwendet. Als Sputtergas wird Argon genutzt, der Arbeitsdruck beträgt 0,5 Pa, die Beschichtung findet bei Raumtemperatur statt.

Optische Eigenschaften

Um die optischen Eigenschaften der am Leibniz-IPHT hergestellten ITO-Schichten zu untersuchen, wurde das optische Spektrum von ITO vermessen, siehe Abbildung 47. Bei der Wellenlänge 895 nm beträgt der Transmissionsgrad von ITO 87 %. Im Wellenlängenbereich von 248 nm liegt eine Transmission von unter 5 % vor.

Beim Photolyseprozess wird aber diese Wellenlänge genutzt. Das kann dazu führen, dass die AZO-Schicht beschädigt wird oder der Photolyse-Prozess nicht durchgeführt werden kann. Sollten die restlichen Kriterien erfüllt werden muss untersucht werden, welchen Einfluss der Excimerlaser auf die ITO-Schicht hat. Von den optischen Parametern her

ist ITO ein vielversprechender Kandidat als Material für Heizwiderstände für MEMS-Zellen.

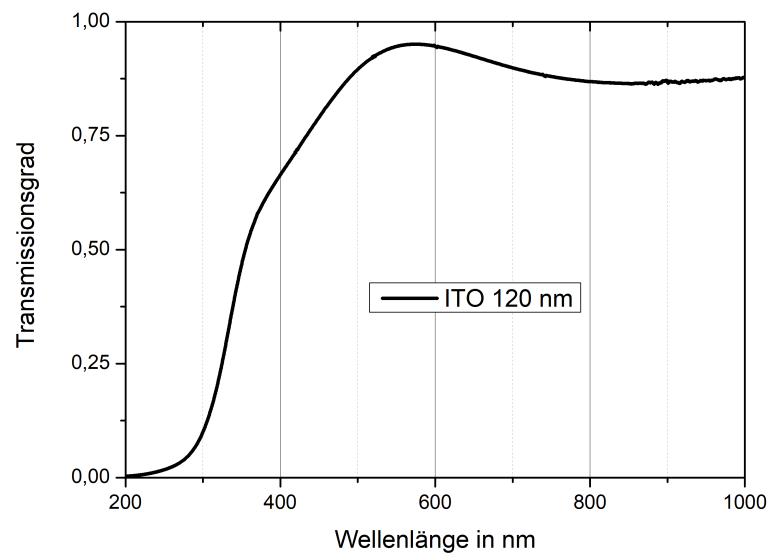


Abbildung 47: Optisches Spektrum ITO, gemessen mit einem Jasco V-670.

Elektrische Eigenschaften

Um die elektrischen Eigenschaften der ITO-Heizwiderstände zu untersuchen, wurden wieder passive und aktive Heiztests durchgeführt. Das Ergebnis eines passiven Heiztests ist in Abbildung 48 zu sehen. Für den passiven Heiztest wurde ein Substrat mit effektiver Heizfläche von $15 \cdot 25 \text{ mm}^2$ mit 140 nm ITO beschichtet. Das Substrat wurde elektrisch kontaktiert und in einen Ofen gelegt. Mittels Vier-Punkt-Messung wird der Widerstand gemessen (schwarze Linie). Der Ofen wurde auf eine Temperatur von 130°C eingestellt, diese Temperatur wurde über einen separaten Pt100 gemessen (rote Linie).

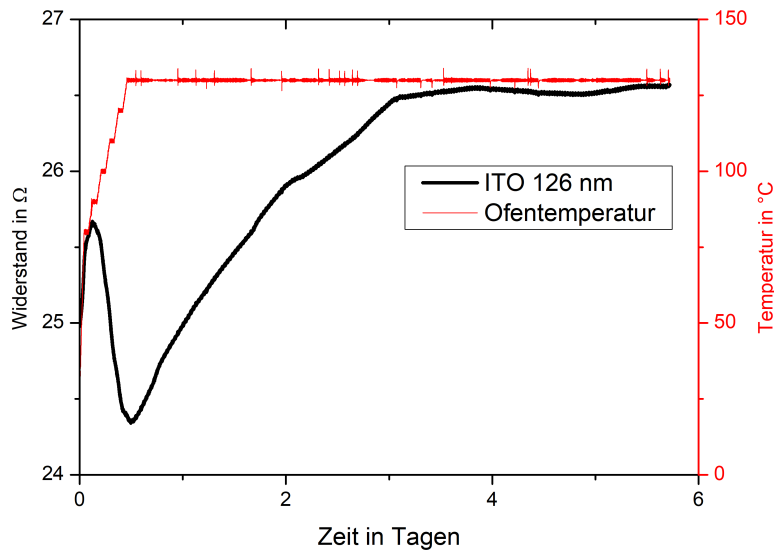


Abbildung 48: Passiver Heiztest ITO.

Nach drei Tagen hat sich ein Sättigungsverhalten eingestellt. Ab diesem Zeitpunkt beträgt die Schwankung des Widerstands weniger als $0,14 \Omega$. Dies entspricht einer relativen Schwankung des Widerstands von unter $0,6 \%$. Von den Eigenschaften des passiven Heiztests ist ITO als Material für Heizwiderstände geeignet.

Anschließend wurde ein aktiver Heiztest durchgeführt. Das Ergebnis des aktiven Heiztests ist in Abbildung 49 zu sehen. Hierfür wurde ein Substrat der Größe $8 \cdot 8 \text{mm}^2$ mit 120 nm ITO beschichtet. Es wurde über das Boltzmannsche Strahlungsgesetz berechnet, welche Heizleistung für eine Zelle von Typ 1 benötigt wird, um diese auf Betriebstemperatur zu heizen ($T=80^{\circ}\text{C}$). Es wurde eine konstante Spannung angelegt, der Strom gemessen und daraus der Widerstand berechnet (schwarze Linie).

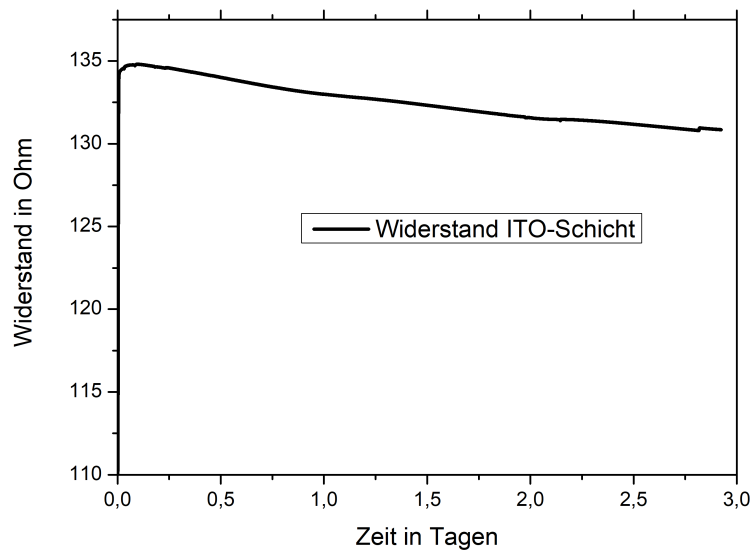


Abbildung 49: Aktiver Heiztest ITO.

Nach drei Tagen durchgehender aktiver Heizung hat sich der Widerstand der ITO-Schicht um weniger als 5Ω geändert. Der Widerstand verändert sich hin zu geringeren Werten. Der quadratische Flächenwiderstand der vermessenen Schicht liegt nach drei Tagen bei unter 132Ω . Damit bleibt der Widerstand unter dem in Kapitel 4.4.2 gesetzten Grenzwert für den quadratischen Flächenwiderstand von 150Ω . ITO ist entsprechend dieser Resultate als Material für elektrische Heizwiderstände für die geplanten Anwendungen geeignet.

Wechselwirkung ITO mit Excimerlaser

Im Rahmen der Zellherstellung wird ein Excimerlaser genutzt, um das Caesiumazid in Caesium und Stickstoff zu zersetzen, siehe Kapitel 4.1.2.4. Um zu evaluieren, ob ITO vor oder nach dem anodischen Bond-Prozess aufgetragen werden muss, müssen Untersuchungen bezüglich des Bond-Prozesses und des Excimerlasers durchgeführt werden. Dieser Excimerlaser hat eine Wellenlänge von 248 nm . Für Zellen ohne separates thermisches Reservoir muss der Excimerlaserstrahl die optischen Fenster passieren. Beispiele dafür sind Zellen vom Typ 1, 2 und 4 aus Abbildung 9. In Abbildung 47 ist das optische Spektrum von ITO, wie es am Leibniz-IPHT abgeschieden wird, dargestellt. Dieses ist zu unter 2% für Licht der Wellenlänge des Excimerlasers (248 nm) durchlässig. Reines BFG33 mit einer Dicke von $0,7 \text{ mm}$ hat eine Transmission von über 20% bei 248 nm

[115]. Entsprechend sollte überprüft werden, inwiefern eine Absorption der Schicht in den entsprechenden Wellenlängen einen Einfluss auf die weitere Herstellung und spätere Nutzung der Zelle hat. Hierfür wurde ein Substrat mit 120 nm ITO beschichtet und dem Excimerlaser 9000 Pulsen bei einer Energie von 300 mJ ausgesetzt. Dies sind die üblichen Parameter für Zellen vom Typ 1. Der Einfluss des Excimerlasers auf die ITO-Schicht ist makroskopisch erkennbar, siehe Abbildung 50. Der Übergang von intakter ITO-Schicht zu beschädigter ITO-Schicht ist durch einen roten Kreis hervorgehoben. Daraus resultierend kann die ITO-Schicht für Zellen des Typs 1, 2 und 4 nicht vor der Zersetzung des Caesiumazids aufgebracht werden. Entsprechend muss das ITO nach der Photolyse des Caesiumazids aufgebracht oder das Design entsprechend angepasst werden. Um zu prüfen, ob MEMS-Zellen den Druckbedingungen während der ITO-Beschichtung standhalten, werden die Zellen nach der Photolyse in einen Vakuumrezipient gelegt und dieser auf $3 \cdot 10^{-7} hPa$ abgepumpt und für einen Zeitraum in der Anlage aufbewahrt, der typisch für eine ITO-Beschichtung ist. Durch diesen Prozess wurden keine Veränderungen erkannt werden. Folglich kann die ITO-Beschichtung nach Zersetzung erfolgen.

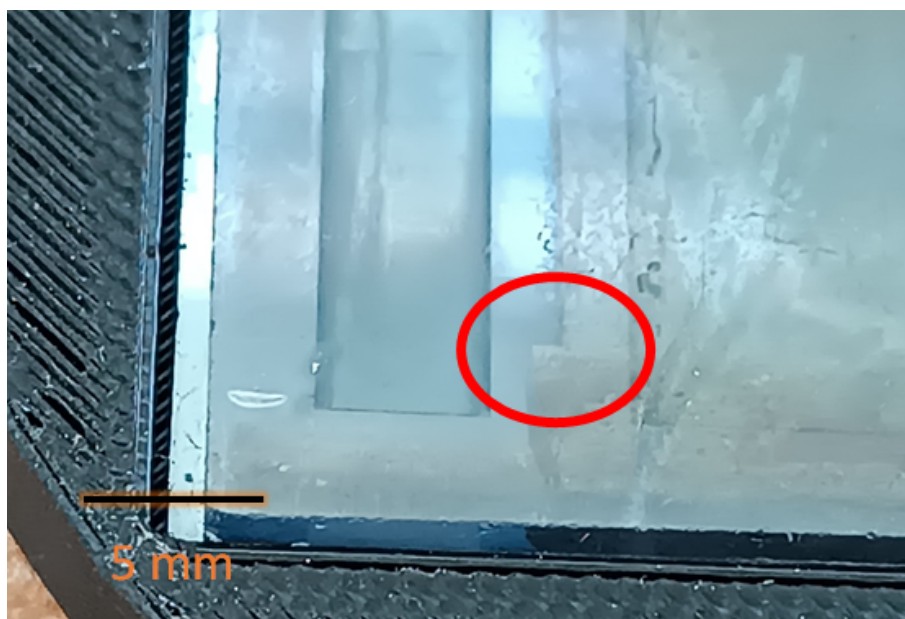


Abbildung 50: Einfluss Excimerlaser auf ITO-Schicht.

4.4.3 MEMS-Zellen mit transparenten Heizwiderständen

Wie in Kapitel 4.4.2.2 erläutert, muss die ITO-Schicht nach der Photolyse aufgetragen werden. Mehrere Zellen wurden nach der Photolyse in die ITO-Sputteranlage eingebaut und mit 120 nm ITO beschichtet, siehe Abbildung 51, links. Danach wurden Goldkontak-

te aufgedampft, um das ITO elektrisch ankontaktieren zu können. Diese wurden mittels Drahtbonden mit der aufgeklebten Leiterplatine verbunden. Im Anschluss wurde die Zelle zum Einbau in einen Messkopf auf eine Glasplatte geklebt, siehe Abbildung 51, rechts.

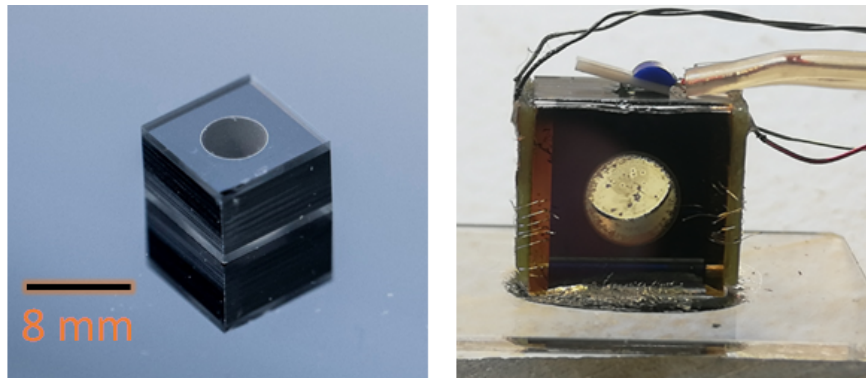


Abbildung 51: Links Zelle vom Typ 1, rechts Zelle vom Typ 1 mit ITO, Goldkontakten und elektrischer Ankontaktierung auf Glasplatte aufgeklebt.

Für die Messung wurde eine konstante Spannung an die Heizstrukturen angelegt, der die Zelle auf Temperaturen von ca. 130 °C erhitzte. In Abbildung 52 ist die verwendete Zelle im geheizten Zustand als Infrarot-Bild (oben) und als Foto (unten) abgebildet. Oben links ist die Temperaturverteilung der Zelle zu sehen, das optische Fenster sowie der Randbereich des Siliziums haben die höchsten Temperaturen. Um dieses Fenster ist der Bereich zu sehen, der durch die Wärmeleitung des Siliziums abgekühlt wird und über eine geringere Temperatur aufweist. Oben rechts ist die gleiche Zelle in Draufsicht zu erkennen. Hier sind die Aufheizung der Glasplatte sowie der Leiterplatinen zu erkennen. Unten links ist eine frontale Fotografie der Zelle abgebildet mit kondensiertem Caesium im optischen Strahlengang. Bei der Charakterisierung des Stickstoffdrucks werden MEMS-Zellen in einem Ofen erhitzt. Aufgrund der Temperaturverteilung und dem unterschiedlichen Abkühlverhalten von Glas und Silizium kann es dabei zur Kondensation von Caesium im optischen Strahlengang kommen. Unten rechts ist die gleiche Zelle nach 41 Minuten aktiver Heizung im Vergleich abgebildet. Da das optische Fenster die heißeste Stelle innerhalb der Zelle ist, migriert das Caesium von den optischen Fenstern zu den Siliziumwänden. Das im Strahlengang kondensierte Caesium ist zum Großteil entfernt. Somit konnte der wichtigste Aspekt der transparenten elektrischen Heizwiderstände experimentell bestätigt werden.

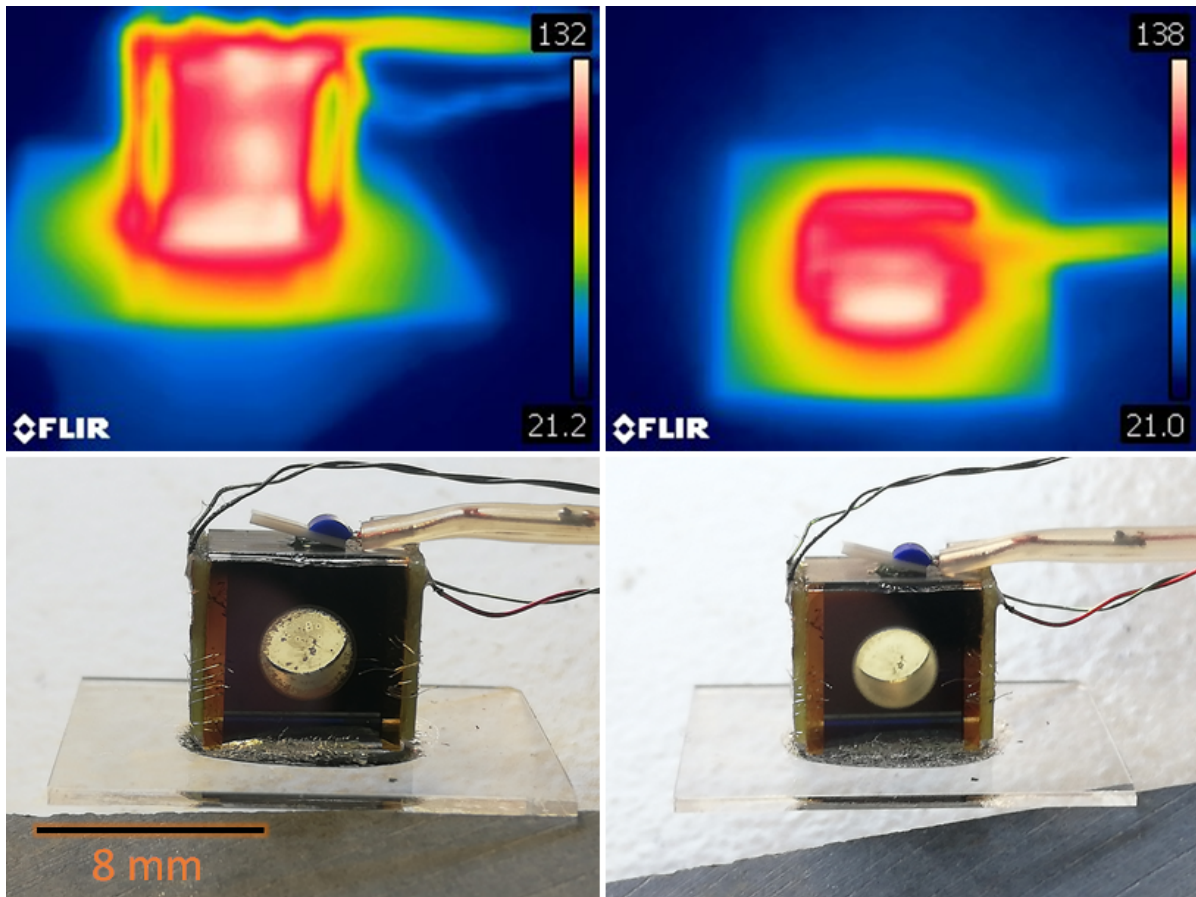


Abbildung 52: Oben: Infrarot-Aufnahmen einer aktiv geheizten Zelle von Typ 1 Frontalansicht (links) und Draufsicht (rechts). Unten: Fotografien einer Zelle von Typ 1 zu Beginn und nach 41 Minuten nach Start des aktiven Heizprozesses.

Je nach Messaufgabe sind große optische Fenster in MEMS-Zellen oft unvermeidbar. Ein Beispiel hierfür ist die Zelle von Typ 5. Es ist zu prüfen, ob ITO auch bei MEMS-Zellen mit anderen Geometrien, vor allem bei sehr großen optischen Fenstern, anwendbar ist. Deswegen wurde eine Zelle von Typ 5 auf Vakuumtauglichkeit nach der Photolyse getestet. Anschließend wurden beide Glassubstrate der Zelle mit ITO beschichtet. Zur elektrischen Ankontaktierung wurden Goldkontakte mittels thermischen Verdampfen aufgetragen. Leiterplatinen wurden aufgeklebt und die Goldkontakte mittels Drahtbonden elektrisch mit der Leiterplatine verbunden. In Abbildung 53 ist die verwendete Zelle dargestellt. Auf der linken Seite als fertige MEMS-Zelle sowie auf der rechten Seite als fertig beschichtete und ankontaktierte MEMS-Zelle mit elektrischen Leiterplatinen.

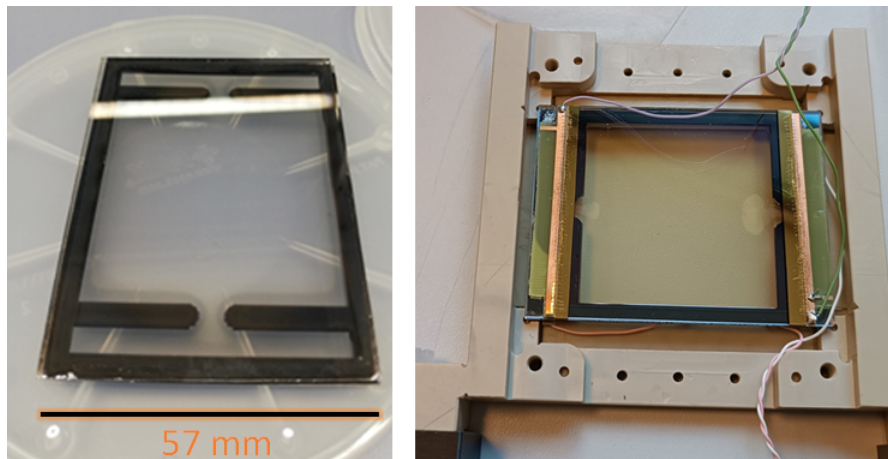


Abbildung 53: Links Zelle vom Typ 4, rechts Zelle vom Typ 4 mit beidseitiger ITO-Beschichtung, Goldkontakten und elektrischer Ankontaktierung.

An die beiden elektrischen Heizwiderstände wurden Heizleistungen in Höhe von 4,0 W und 3,9 W angelegt, um die gemessene Temperatur in Höhe von 85 °C zu erreichen. In Abbildung 54 ist eine MEMS-Zelle von Typ 4 dargestellt, welche auf ca. 87 °C erhitzt wurde. Oben sind Infrarotaufnahmen der Temperaturverteilung zu sehen. Zu beachten ist, dass die elektrischen Heizwiderstände zwischen den Siliziumstegen den heißesten Bereich der Zelle darstellen. Unten sind zwei Bilder der geheizten Zelle, zu Beginn und nach 30 Minuten aktiver Heizung auf 85 °C. Unten links, vor der aktiven Heizung, ist kondensiertes Caesium zu sehen. Dieses Caesium ist fächerförmig zwischen den Siliziumstegen, teilweise innerhalb des optischen Fensters kondensiert. Unten rechts, nach 30 Minuten aktiver Heizung, ist das kondensierte Caesium in die Gasphase übergegangen und außerhalb des optischen Fenster kondensiert.

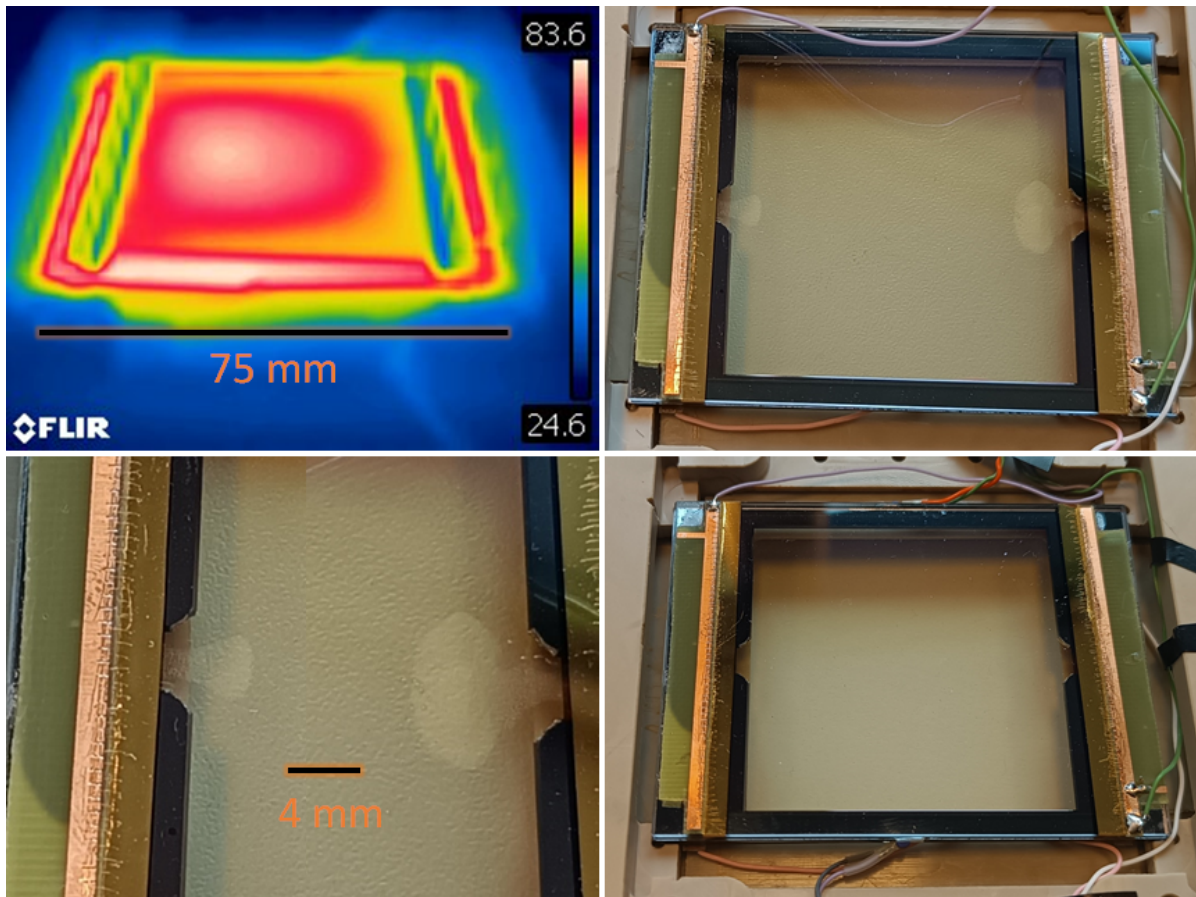


Abbildung 54: Oben links IR-Aufnahme von heißer Zelle vom Typ 4, oben rechts Foto einer zelle von Typ 4 vor dem aktiven Heizen, unten links eine Vergrößerung der Bereiche in denen Caesium kondensiert ist, unten rechts Zelle vom Typ 4 nach 30 Minuten aktivem Heizprozess bei 85°C.

Somit konnte in dieser Arbeit experimentell nachgewiesen werden, dass dieser neu etablierte Prozess auch zur Herstellung von MEMS-Zellen mit großen optischen Fenstern geeignet ist und eine Cs-Kondensation im optischen Strahlengang nicht nur verhindern, sondern auch rückgängig machen kann.

4.5 Glasstrukturierung

Die elektrischen Heizwiderstände aus Kapitel 4.3, sollen vor dem anodischen Bond-Prozess aufgebracht werden. Um die mechanische Belastung auf die Heizwiderstände zu reduzieren, sollen grabenartige Strukturen in die Glaswafer geätzt werden, in die die metallischen Heizwiderstände abgeschieden werden. Hierfür stehen verschiedene Prozesse am Leibniz-IPHT zur Verfügung. Die drei relevanten Prozesse sind Ionenstrahlätzen,

plasmaunterstützte Ätzen mit einem induktiv gekoppelten Plasma (englisch *inductive coupled plasma-etching*, ICP-Ätzen) und Ätzen mit Flußsäure (HF-Ätzen). Die Prozesse sind in Kapitel 3.5 näher beschrieben. Aufgrund der geringen Ätzrate scheidet IBE-Ätzen für die hier untersuchten Anwendungen aus. Im Folgenden werden die beiden verbleibenden Prozesse untersucht.

4.5.1 ICP-Ätzen

Um die Eignung des ICP-Prozesses für die Herstellung von MEMS-Zellen zu überprüfen, werden Substrate aus BFG geätzt und Metallschichten in die Gräben abgeschieden. Eine schematische Darstellung der Probenherstellung ist in Abbildung 55 dargestellt. Es werden Glaswafer lithografisch bearbeitet, mittels ICP-Ätzen strukturiert, Metall abgeschieden und anschließend der Photolack mittels Lösungsmittel entfernt.

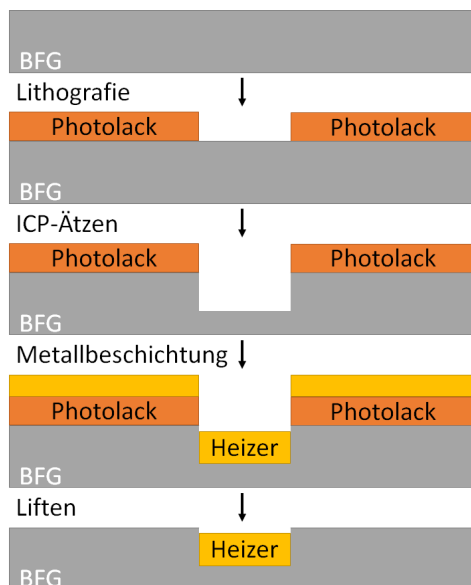


Abbildung 55: Schematische Darstellung Probenherstellung ICP-Ätzen.

Der Vorteil bei diesem Herstellungsprozess liegt darin, dass die Lackmaske, welche für den Ätzprozess genutzt wird, auch für die Metallabscheidung genutzt werden kann. Da kein neuer Lithografieschritt für die Beschichtung durchgeführt werden muss, treten auch keine Justagefehler der lithografischen Strukturen zueinander auf. Eine visuelle Inspektion der Proben nach Herstellung zeigt eine Verfärbung der Metallschicht, siehe Abbildung 56. Die ursprünglich helle und glänzende Schicht ist bräunlich verfärbt und matt. Bei der verfärbten Goldschicht ist auffällig, dass das Zentrum dunkler ist als die äußeren Bereiche und sich im Zentrum ein separater Kreis abzeichnet. Um die Ursache dieser Verfärbung in Erfahrung zu bringen, wurden REM-Aufnahmen der Strukturen angefertigt. In Abbildung 57 ist auf der linken Seite ein Sekundär-Elektronen-Bilder (SE-Bilder) und auf der rechten Seite ein Rückstreu-Elektronen-Bild (Englisch: *Backscattered electron*, BSE-Bild) zu sehen.

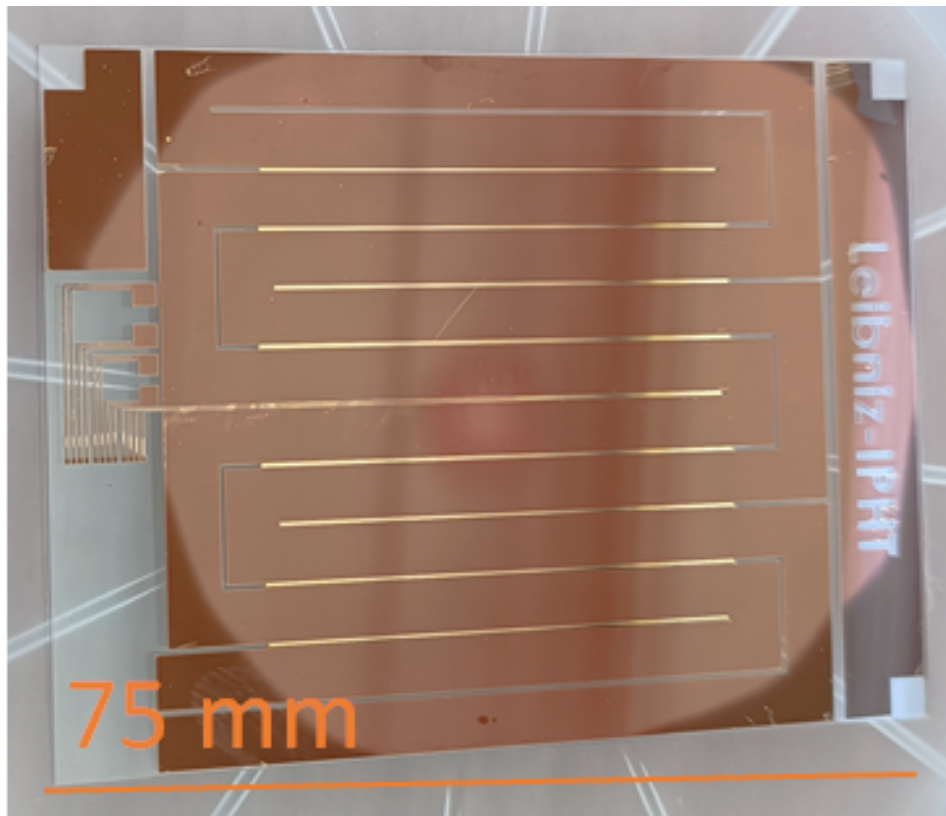


Abbildung 56: Gold abgeschieden in Gräben, die mit ICP-Prozess geätzt wurden.

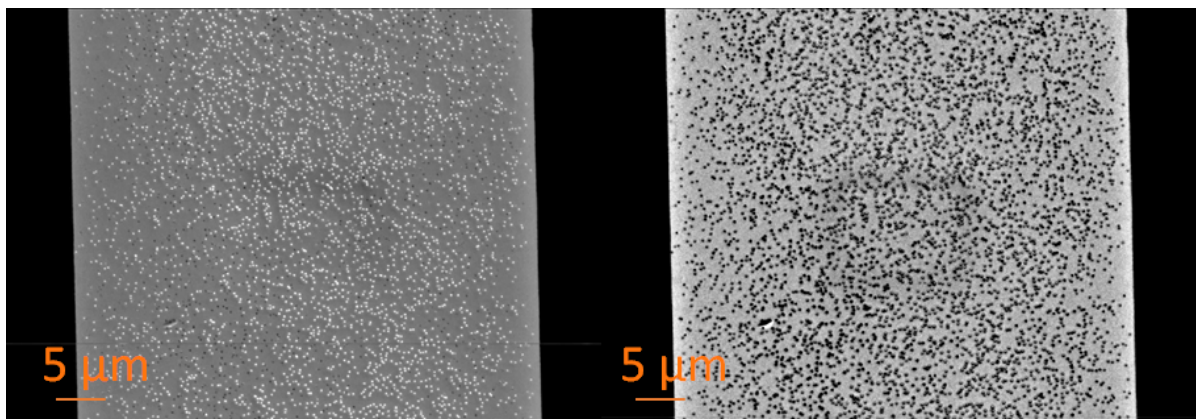


Abbildung 57: REM-Aufnahmen einer Heizstruktur aus Gold, links ein SE-Bild rechts ein BSE-Bild.

Auf dem SE-Bild ist der Glaswafer als schwarzer Hintergrund, die elektrische Leiterbahn aus Gold als graue Fläche und weiße bzw. schwarze Punkte zu sehen. Auf dem BSE-Bild sind die gleichen Strukturen zu sehen, allerdings ist bei einigen der schwar-

zen Kreise hellere Flächen zu sehen. Die Goldschicht wurde zur Untersuchung dieser Defekte mittels Iod-Kaliumiodid-Lösung entfernt. Nach Ablösen der Goldschicht, siehe Abbildung 58, sind auf dem SE-Bild (links) klare helle Kreise zu erkennen, welche auf dem BSE-Bild, rechts, die gleiche Kernladungszahl wie das Substratmaterial aufweisen. Entsprechend handelt es sich hier um Erhebungen, welche aus Glas bestehen.

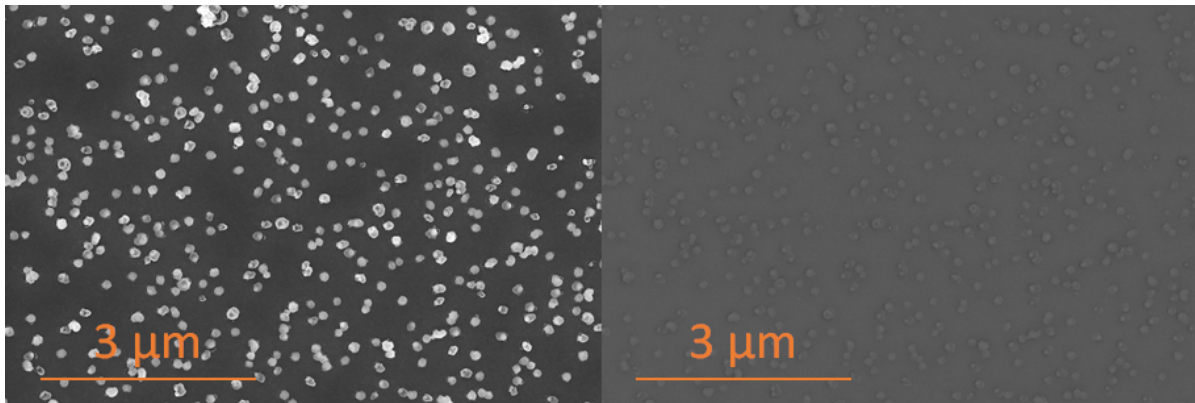


Abbildung 58: SE-Bild und BSE-Bild einer abgelösten Goldschicht.

Werden SE-Bilder unter einem Winkel von 45° aufgenommen, siehe Abbildung 59, sind Erhebungen aus dem Substratmaterial zu sehen. Diese Erhebungen sind ca. 200 nm hoch. Ist die Goldschicht noch vorhanden, so ragen diese Strukturen aus der 100 nm dicken Goldschicht heraus. Dies führt zu einer Reduktion der Leitfähigkeit des elektrischen Heizwiderstands, da die effektive Fläche der Heizstruktur reduziert wird. Dadurch geht einer der Vorteile von Gold für solche Anwendungen, nämlich ein geringer Widerstand, verloren.

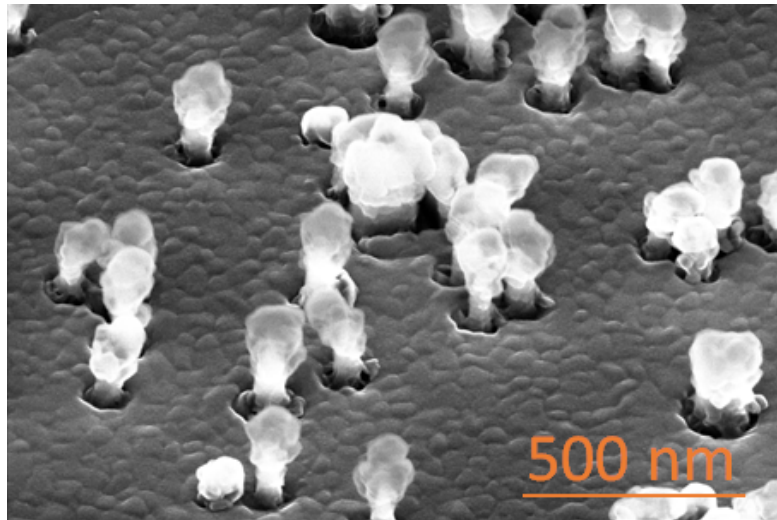


Abbildung 59: SE-Bild unter 45° einer abgelösten Goldstruktur.

Die Ursache dieser Strukturen liegt darin, dass beim am Leibniz-IPHT verwendeten Prozess zum Ätzen von Glas reaktive Gase verwendet werden, die mit SiO_2 reagieren und den Siliziumoxid-Anteil im Glas wegätzen. Dies führt dazu, dass Ansammlungen von anderen chemischen Verbindungen wie Al_2O_3 , welche Teil der Zusammensetzung von BFG sind, nicht geätzt werden. Diese Bereiche bleiben übrig während die unmittelbare Umgebung geätzt wird. Aufgrund der Anisotropie des ICP-Prozesses bleiben diese Ansammlungen nicht-ätzbarer Materials auf Stegen aus BFG zurück. Aufgrund dieser Effekte ist das ICP-Ätzen für die Gräben der Heizstrukturen für MEMS-Zellen nicht einsetzbar.

Aufgrund des Anlagenparks am Leibniz-IPHT ist das Ätzen von Glas mittels ICP kein Standardprozess. Das Einführen neuer Ätzgase sowie eine Optimierung des Prozesses hätte den Rahmen der vorliegenden Arbeit überschritten und soll zu einem späteren Zeitpunkt weiter erforscht werden.

4.5.2 Untersuchungen HF-Ätzen und Bondversuche

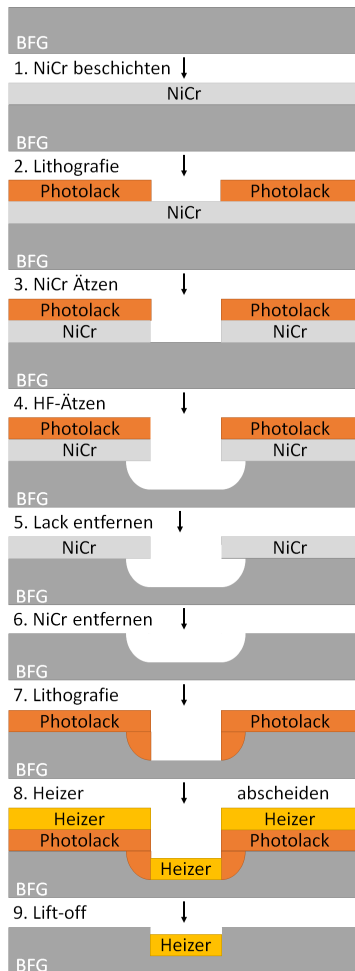


Abbildung 60: Schematische Darstellung Probenherstellung HF-Ätzen.

In der Abbildung ist das Glassubstrat (hellgrau), der Heizwiderstand (weiß) und der Graben zu sehen. Die Unterätzung bildet keine exakten Viertelkreise, was dafür spricht, dass die Ätzmaske während des Ätzprozesses mit HF unterspült und entfernt wurde.

Eine schematische Darstellung der Probenherstellung ist in Abbildung 60 zu sehen. Glaswafer werden mit NiCr beschichtet, anschließend belackt, belichtet, entwickelt und das NiCr mittels einer NiCr-Ätzlösung strukturiert. Der Lack wird nach diesem Schritt nicht entfernt, um als zusätzlicher Schutz beim HF-Ätzen zu unterstützen. Nachfolgend wird das Glas mit Flusssäure geätzt. Anschließend werden erst der restliche Photolack und dann das restliche NiCr entfernt, bevor eine weitere Lithografie stattfindet. Zuletzt wird der Heizwiderstand abgeschieden und mittels Lift-off strukturiert.

Da es sich beim nasschemischen HF-Ätzen um einen isotropen Prozess handelt, kommt es automatisch zu einem Unterätzen der NiCr-Maske. Diese Unterätzung ist mindestens genauso groß wie die Ätztiefe. Die Justagegenauigkeit der Lithografie liegt bei $1\ \mu\text{m}$. Aus diesem Grund wird das Material für die Heizstrukturen ausschließlich innerhalb der geätzten Gräben abgeschieden.

Ein Wafer wurde auf die obengenannte Art bearbeitet. Anschließend wurde eine REM-Aufnahme der Heizstruktur im Graben angefertigt, siehe Abbildung 61.

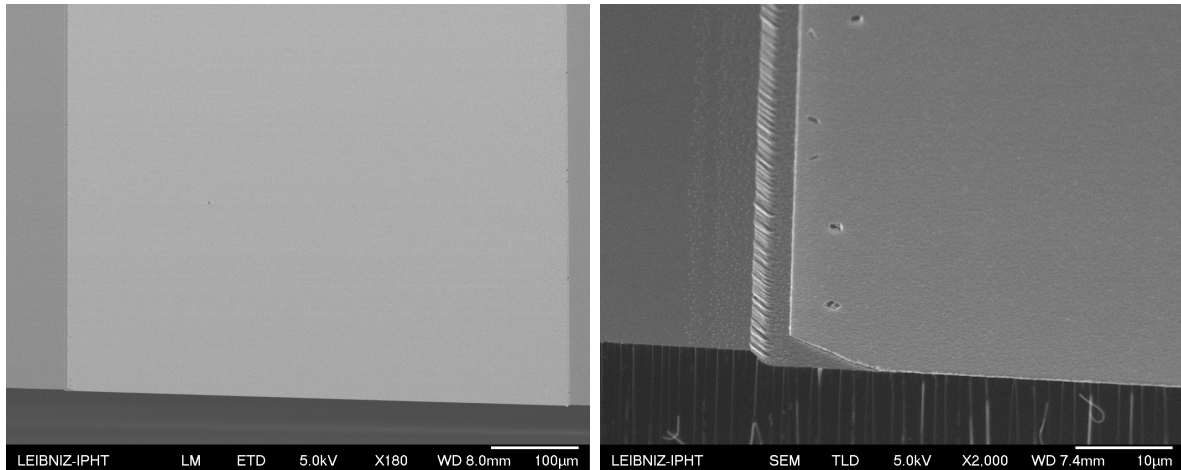


Abbildung 61: Links: In HF-Gräben abgeschiedener Heizwiderstand aus Metall. Rechts: Nahaufnahme des Randbereichs der Heizstrukturen.

Um den Einfluss des anodischen Bondens auf die Heizstrukturen in den Vertiefungen zu prüfen, wurde ein anodische Bond-Prozess mit einem Wafer durchgeführt, welcher nach dem oben genannten Prozess hergestellt wurde. Ein Foto des gebondeten Waferpaars ist in Abbildung 62 zu sehen. Bei diesem Waferpaar traten große nicht zusammenhängende ungebondete Bereiche auf. In den Zentren der Newtonschen Ringe konnten keine Partikel gefunden werden. Entsprechend konnte als Ursache eine erhöhte Partikellast ausgeschlossen werden. Aufgrund des auftretenden Fehlerbildes wurden die einzelnen Prozessschritte zur Herstellung von den geätzten Strukturen in dieser Arbeit untersucht. Hierfür wurden mehrere Glaswafer bearbeitet, bei denen verschiedene Stadien des Herstellungsprozesses weggelassen wurden. Zur Untersuchung werden 3 Probengruppen erstellt. Bei Gruppe 1 wurde die Abscheidung der Heizstrukturen mit entsprechender Lithografie weggelassen. Es wurden Glaswafer mittels NiCr geschützt, das NiCr durch Lithografie mit einem anschließenden Ätzprozess strukturiert und das NiCr wieder entfernt. Bei Gruppe 2 wurden Lithografie, HF-Ätzen und die Abscheidung der Heizstrukturen ausgelassen. Es wurden für Gruppe 2 Glassubstrate mit NiCr beschichtet und die Beschichtung wieder entfernt. Bei Gruppe 3 wurde die Beschichtung mit NiCr und das entsprechende Entfernen von NiCr weggelassen. Der Schutz vor der Flusssäure im Ätzprozess geschah bei Gruppe 3 ausschließlich durch die strukturierte Lackmaske, welche nach dem Ätzprozess entfernt wurde. Da erst beide Seiten des Glaswafers belackt wurden, traten die belichteten Strukturen und damit die geätzten Gräben beidseitig auf. Nach dem anodischen Bonden ist zu erkennen, dass bei den Probengruppen 1 und 2 jeweils ausgedehnte ungebondete Bereiche auftreten. In den Zentren dieser ungebondete-

ten Bereiche sind keine Partikel auszumachen. Außerdem können diese Bereiche durch Druck von Pinzetten verschoben werden und bleiben dauerhaft an ihrem neuen Ort. Es ist deswegen davon auszugehen, dass es sich bei den gebondeten Bereichen nicht um einen dauerhaften anodischen Bond handelt. Bilder der Bondungen und Darstellungen der Bondparameter während des Bond-Prozesses sind im Anhang zu finden. Daraus resultierend ist zu schlussfolgern, dass die Fehlbondungen auf Oberflächen/-modi/-fika/-tionen durch die Beschichtung mit und das Entfernen von NiCr zurückzuführen sind.

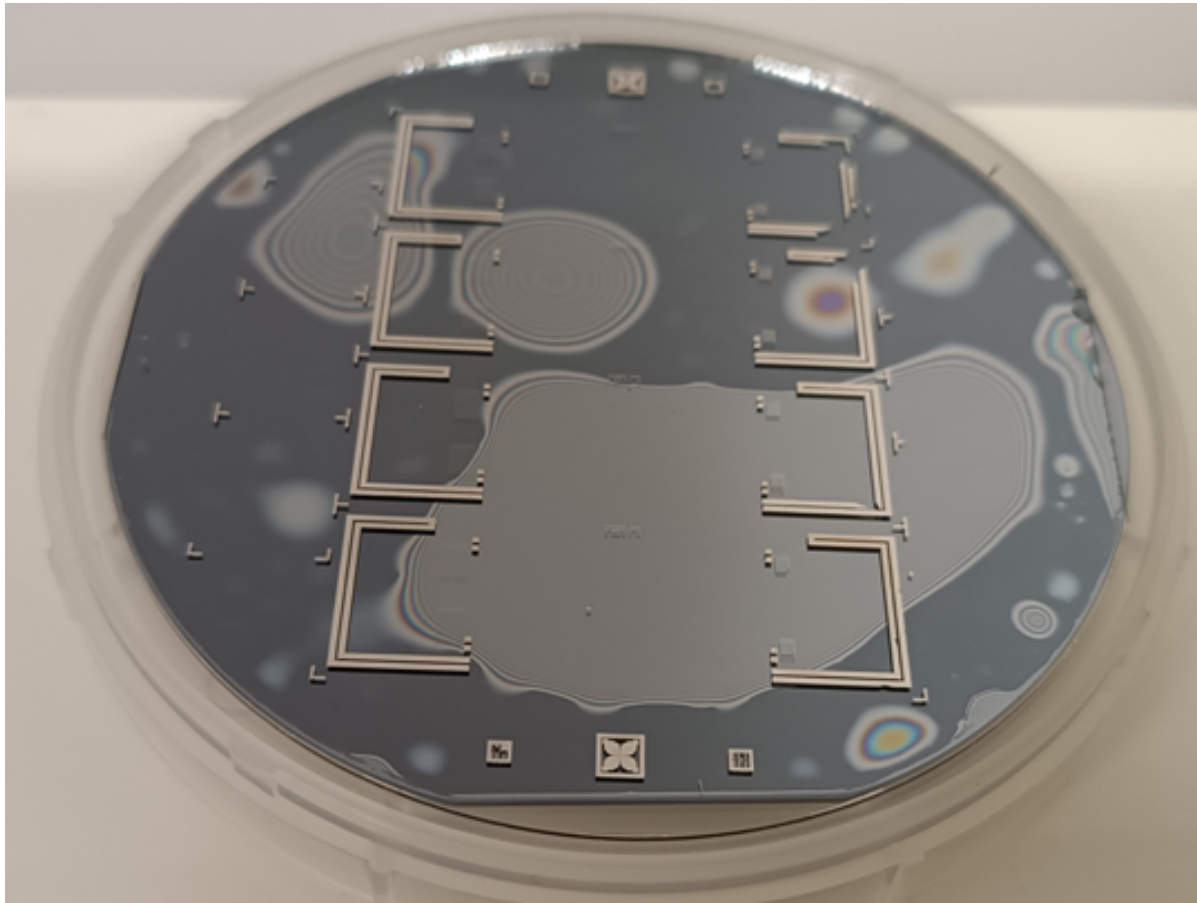


Abbildung 62: Anodisch gebondete, in Gräben abgeschiedene Heizstruktur.

Probengruppe 3 wurde erstellt, um den Einfluss des Ätzprozesses von HF auf den anodischen Bond-Prozess zu untersuchen. Ein Foto eines so strukturierten und gebondeten Wafers ist in Abbildung 63 abgebildet.

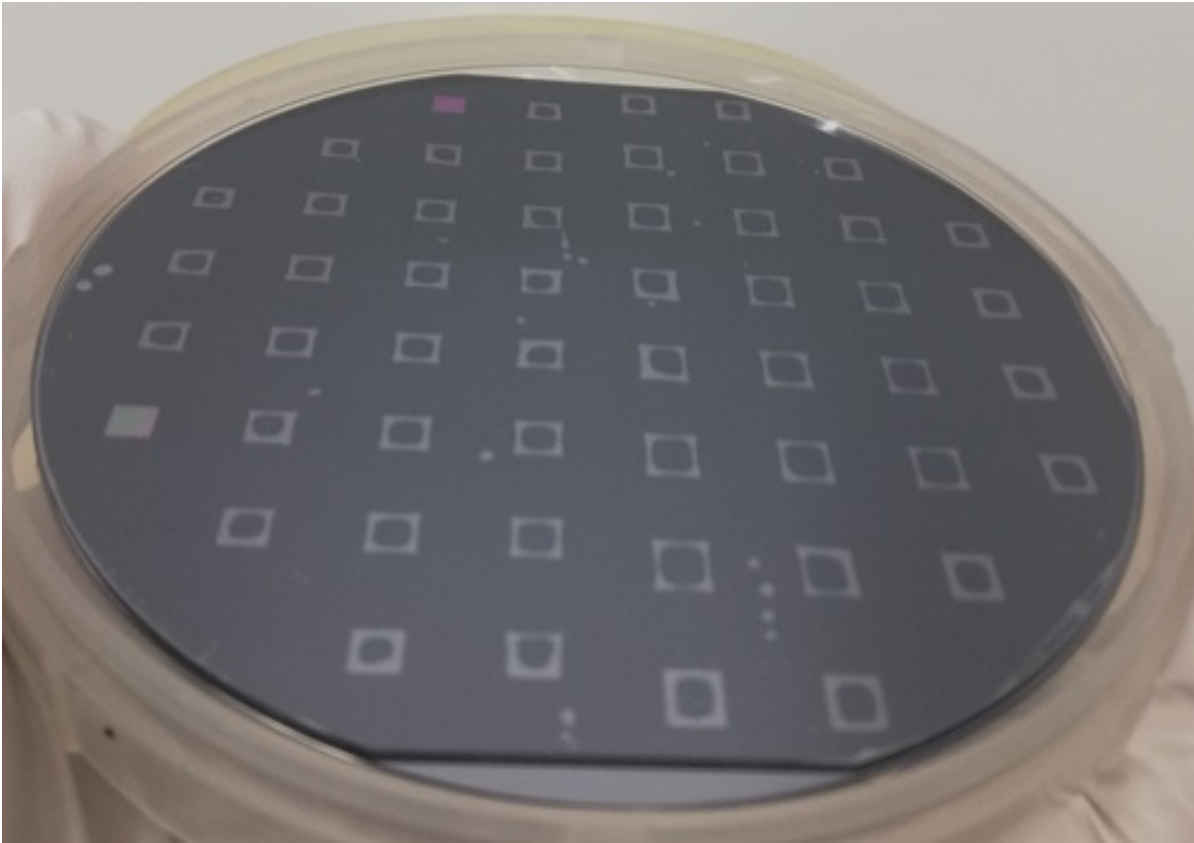


Abbildung 63: Gebondete Wafer Gruppe 3.

In Abbildung 63 sind in hellgrau die ungebondeten Bereiche der geätzten Strukturen zu sehen, in dunkelgrau die gebondeten Bereiche. In den Zentren der meisten geätzten Strukturen sind dunkelgraue Bereiche zu sehen, welche auf einen anodischen Bond zwischen den Zentren der geätzten Strukturen und dem Silizium hindeuten. Das bedeutet, dass bei Gruppe 3 keine negativen Oberflächenmodifikation wie bei den Gruppen 1 und 2 auftraten. Ansonsten sind zwischen den geätzten Quadraten vereinzelt Gaseinschlüsse zu sehen, welche die Ausbeute nach dem Vereinzeln nicht negativ beeinflussen. Die Bondkurve der gezeigten Probe ist unauffällig und ebenfalls im Anhang zu finden.

Das bedeutet, dass diese Substrate bondbar sind und die Oberflächen glatt genug sind, dass sogar die Böden der geätzten Strukturen mit dem Silizium eine Bondung eingehen. Somit konnte in dieser Arbeit basierend auf HF-Ätzen ein Prozess entwickelt werden, welcher für die Herstellung von MEMS-Zellen geeignet und mit dem Verkapselungsprozess kompatibel ist.

5 Zusammenfassung und Ausblick

Die vorliegende Dissertation hatte das Ziel, eine Technologieplattform mit den Möglichkeiten des Reinraums des Leibniz-IPHT zu schaffen, um Alkalidampfzellen für optisch gepumpte Magnetometer unterschiedlichster Anwendungsfelder herzustellen und zu funktionalisieren.

Im Rahmen dieser Technologieentwicklung und -erforschung wurden verschiedene Dünnschichtprozesse, welche dem Leibniz-IPHT zu Beginn der Arbeit zur Verfügung standen adaptiert, in die Zellherstellung integriert und bezüglich der Prozessstabilität optimiert. Zunächst wurden optische Spiegel mit und ohne Passivierung untersucht und Alkalidampfzellen damit hergestellt. Die Qualität der Spiegel wurde anhand von Reflektivitätsmessungen und Mikroskopieaufnahmen bewertet. Es zeigte sich, dass unpassivierte Goldspiegel fast vollständig mit dem Caesium in Alkalidampfzellen reagieren, eine Passivierung aber zu einer stark verbesserten Reflexion führt. So konnte die Reflektivität der Goldspiegel von unter 6 % auf über 90 % im Rahmen dieser Arbeit erhöht werden. Mikroskopieaufnahmen zeigten, dass die Passivierungsschicht über *Pinholes* verfügt und lokale Defekte auftraten. Da die Passivierung mittels ALD aufgetragen wurde, ist die wahrscheinlichste Ursache für die Löcher das Erhitzen beim anodischen Bondprozess. Für die weitere Optimierung der Passivierung der Goldspiegel wird ein iterativer Prozess aus Passivierung und Temperung auf die späteren Prozesstemperaturen vorgeschlagen. So würden durch die Temperung *Pinholes* entstehen, welche durch die nächste ALD-Schicht entfernt würden. Zur Optimierung des Bondprozesses kann ein Ionenstrahlätzprozess eingeführt werden, um das Bondinterface von Al_2O_3 zu befreien.

Als zweite optische Funktionalisierungsschicht wurden Antireflexschichten untersucht. Neben der Entwicklung der optischen Eigenschaften wurde auch der Einfluss auf den Bondprozess untersucht. Zur optimalen Kontrolle der Schichtdicke sowie der Zusammensetzung der Einzelschichten wurde hierfür ein bereits vorliegender Beschichtungsprozess mittels ALD eingesetzt. Ein Vergleich der Reflektivitäten vor und nach dem anodischen Bondprozess zeigt, dass die Reflektivität der Antireflexschicht nicht nur unter 1 % bleibt, sondern je nach Ort auf dem Wafer sogar eine Verbesserung im Vergleich zur ungebondeten Antireflexschicht aufweist. Zukünftige Untersuchungen sollten die Änderung der Antireflexschicht durch den anodischen Bondprozess untersuchen. So könnte eine Antireflexschicht, welche vor dem Bondprozess keine optimalen Ergebnisse liefert durch den Bondprozess verbessert werden. Hierfür muss der Grund für die Lokalisation der

Änderung der Reflektivitätswerte in Erfahrung gebracht werden.

Bei den Funktionalisierungen zur Steuerung der Zelltemperatur und der Temperaturverteilung der Alkalidampfzellen wurden metallische Heizwiderstände in dieser Arbeit vorgestellt. Bei diesen Heizwiderständen wurden Niob und Gold-Palladium als mögliche Materialien untersucht. Zur Eignung als Material für Heizwiderstände für Alkalidampfzellen wurden die Kriterien Bondbarkeit, aktive und passive Heiztests verwendet. Während der Widerstand von Niob bei den passiven Heiztests stabil war, zeichneten sich aktive Heiztests durch eine Beschädigung der Heizstruktur aus. Auch beim Kriterium der Bondbarkeit zeigte sich, dass Niob nicht als Heizmaterial für Alkalidampfzellen geeignet ist. Dies liegt an den Strukturschäden durch aktive Heizung sowie das Ablösen vom Substrat nach der anodischen Bondung. Die Strukturschäden bei den aktiven Heiztests sind vermutlich auf Sauerstoffabsorption und Bildung von Oxiden zurückzuführen. Dies wäre perspektivisch durch eine Passivierung behebbar. Das Ablösen von Niob durch das anodische Bonden hat den Ursprung im Unterschied der thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Niob zu, durch den Bondprozess mit Natrium angereichertem, Glas. Dieser Prozess wäre nur durch intensive Designanpassungen des gesamten Arbeitsablaufs und die Verwendung dünner, bei geringen Temperaturen bondbarer, Schichten realisierbar und wurde in dieser Arbeit verworfen.

Als Alternative wurden die Eigenschaften von Gold-Palladium als Material für Heizwiderstände untersucht. Es weist gute Eigenschaften bei passiven und aktiven Heiztests auf. Bei der Durchführung der Tests zur Bondbarkeit hat sich herausgestellt, dass Defekte durch das anodische Bonden auftreten. Diese Defekte sind auf elektrische Überschläge zurückzuführen. Eine Reduktion der Anzahl der Überschläge konnte durch das Einführen eines Vermittlungswafers aus Glas erreicht werden. Die durchgeführten Untersuchungen führten zu einem starken Rückgang der Defekte.

Eine Realisierung einer Alkalidampfzelle von Typ 3 hat gezeigt, dass die Temperaturverteilung innerhalb der Zelle zu einer Kondensation von Caesium im optischen Strahlengang führt. Diese Kondensation hat negative Einflüsse auf das Messsignal und kann durch eine Anpassung der Siliziumgeometrie erreicht werden. Zum Beispiel indem die Breite des Verbindungskanals zwischen Messvolumina und Caesium-Reservoir angepasst wird. Eine Verbreiterung dieses Kanals führt zu einer Reduktion der Glastemperatur im Kanal, wodurch der Wert der Temperatur im Zentrum der Messfenster kein lokales Minimum mehr ist.

Eine Alternative um Caesiumkondensation innerhalb von optischen Fenstern zu vermei-

den, wurde mit der Verwendung von optisch transparenten Heizwiderstände vorgestellt. Hierfür wurden zwei Materialien, AZO und ITO, untersucht. Als Kriterien für die Realisierung einer Alkalidampfzelle mit transparenten elektrischen Heizwiderstände wurden die Kriterien optische Transparenz, Eignung bei aktiver und passiver Heizung, ein maximaler quadratischer Flächenwiderstand von 150Ω sowie eine Prozesskompatibilität mit dem anodischen Bondprozess und dem Photolyseprozess zum Zersetzen des Caesiums verwendet.

Während AZO zwar eine ausreichend hohe Transparenz im relevanten Wellenlängenbereich aufweist, hat die Entwicklung des Widerstandswertes ergeben, dass die Grenze von 150Ω nicht eingehalten werden konnte. Damit musste AZO als potenzielles transparentes elektrisches Material für Heizwiderstände ausgeschlossen werden.

ITO weist eine ausreichend hohe Transparenz im relevanten Wellenlängenbereich auf. Bei den Tests zur Widerstandsentwicklung bei passiver und aktiver Heizung hat ITO die in dieser Arbeit gesetzte Grenze von 150Ω nicht überschritten. Zudem kann ITO nach dem Zersetzungsprozess aufgebracht werden, wodurch designunabhängig eine Kompatibilität mit dem restlichen Herstellungsprozess erreicht wurde. So können auch die negativen Effekte, welche der Excimerlaser beim Zersetzen des Caesiumazids auf ITO hat, vermieden werden.

Daraufhin wurden verschiedene Zelltypen mit Heizwiderstände aus ITO realisiert. Bei der Implementierung einer Zelle von Typ 1 mit ITO-Heizwiderstände hat sich gezeigt, dass das ITO nicht nur eine Kondensation im optischen Strahlengang verhindert sondern auch große Mengen bereits kondensierten Caesiums durch eine optimale Temperaturverteilung innerhalb der Zelle aus dem optischen Strahlengang entfernen kann.

Zur Untersuchung der Eignung von ITO bei Alkalidampfzellen mit großen optischen Fenstern wurde eine Zelle von Typ 5 mit beidseitigen ITO-Heizwiderständen realisiert. Auch bei diesem Zelldesign mit einer Größe von 57.75 mm^2 konnte eine Entfernung von kondensiertem Caesium aus dem optischen Fenster beobachtet werden. Daraus lässt sich schlussfolgern, dass ITO als funktionale Schicht auf einer MEMS-Zelle sämtliche Anforderungen sehr gut erfüllt.

Final wurden in dieser Arbeit Strukturierungsmöglichkeiten von Glas im Rahmen eines mechanischen Schutzes von metallischen Strukturen erforscht. Hierfür wurden der ICP- und der HF-Ätzprozess untersucht. Eine optische Analyse von Goldschichten, die in ICP-geätzte Strukturen abgeschieden wurden, zeigte eine bräunliche Verfärbung der Goldstrukturen. REM-Analysen zeigten viele, aber unregelmäßig auftretende Defekte

in der Goldstruktur. Erst mit dem Entfernen der Goldstruktur durch nasschemische Prozesse konnten REM-Bilder von Stalakmit-ähnlichen Strukturen angefertigt werden. Diese sind auf nicht geätzte Glasbestandteile zurückzuführen.

Als Alternative zum ICP-Ätzprozess wurde das nasschemische Ätzen mittels HF untersucht. Hierfür wurden Platinstrukturen in mit HF geätzte Gräben abgeschieden und die Bondbarkeit der strukturierten und beschichteten Glaswafer geprüft. Hierbei waren die Bondparameter durch die Verwendung von Caesiumazid vorgegeben. Die verwendeten Glaswafer, die mittels NiCr-Maske vor der verwendeten Flusssäure geschützt wurden, waren nicht bei den genutzten Parametern bondbar. Eine Analyse der verschiedenen Teilschritte hat gezeigt, dass die Beschichtung mittels NiCr der ausschlaggebende Faktor bezüglich der Bondbarkeit darstellte. Strukturen, welche ausschließlich mittels Photoack strukturiert wurden, konnten mit den üblichen Parametern gebondet werden. Beim verwendeten Prozessdurchlauf wurde auch die Rückseite des Glaswafers geätzt. Dies ist zukünftig vermeidbar, indem Schutzack für die Rückseite nach der Belichtung und Entwicklung der Strukturen auf der Vorderseite aufgebracht wird.

Mit der Einführung von reinen Lackmasken zum Strukturieren von Glas konnte ein einfacher Standprozess etabliert werden, um grabenartige Strukturen zum Schutz von Funktionsschichten zu bilden.

Somit konnte das definierte Ziel der vorliegenden Dissertation erreicht werden, eine umfangreiche Technologieplattform zur Herstellung von Alkalidampfzellen für die Anwendung in optisch gepumpten Magnetometern zu entwickeln und zu evaluieren. Die ursprünglichen Prozesse zur Herstellung von Alkalidampfzellen und ihrer Funktionalisierung konnten somit von einer Herstellung unfunktionalisierter Zellen oder Zellen mit einer innenliegenden Passivierung zur Verlängerung der Zellebensdauer stark erweitert werden. Die neuen Funktionalisierungen umfassen integrierte optische Spiegel inklusive Passivierung zur Reduktion der Baugröße der Sensorköpfe und des Abstandes, Antireflexschichten zur Verbesserung der Performanz der Magnetometermessung, Schichten zur Steuerung von Temperatur und Temperaturverteilungen, gezielter Kondensation von Caesium außerhalb des optischen Strahlengangs sowie Glasstrukturierung zum Schutz empfindlicher dünner Schichten.

Ausblickend von dieser Arbeit aus ergaben sich folgende Fragestellungen für weitere Forschung zu den Funktionalisierungen:

1. Die Entwicklung eines optimierten Passivierungsverfahrens für innenliegende optische Spiegel.
2. Die Herstellung einer Zelle mit optischen Fenstern, die teilweise mit einer Antireflexschicht beschichtet sind, zur genauen Quantifizierung des Effekts auf die Performanz der Magnetometermessung.
3. Eine tiefenabhängige Analyse des Schutzeffekts der Ätzgräben auf die Anzahl der elektrischen Überschlüge im Herstellungsprozess der metallischen Heizstrukturen.
4. Das Strukturieren von ITO-Heizstrukturen zur Minimierung von magnetischen Störfeldern.
5. Die Entwicklung eines Herstellungsverfahrens von Alkalidampfzellen, welche vor dem anodischen Bondprozess mit ITO beschichtet werden, um optimale Widerstände, sowie Transmission für spezielle Zelldesigns zu realisieren.
6. Das paarweise Implementieren verschiedener Funktionalisierungen zum Ausschluss negativer Effekte der Herstellungsverfahren jeder Funktionalisierung auf jede andere Funktionalisierung zur maximalen Modularität der Technologieplattform.

Verschiedene Alkalidampfzellen mit den hier vorgestellten Funktionalisierungen werden bereits in mehreren Forschungsprojekten des Leibniz-IPHTs verwendet.

Zusammenfassend sind verschiedene Alkalidampfzellen mit in dieser Arbeit erforschten und mit realisierten Funktionalisierungen fabriziert worden und werden aktuell in unterschiedlichen Anwendungsfeldern eingesetzt, wie z.B. für fötale Magnetokardiographie, die Detektion von magnetotaktischen Bakterien, eine zweidimensionale Darstellung von magnetfeldverteilungen im Rahmen einer Magnetfeldkamera oder die Erstellung eines omnidirektional empfindlichen OPM-Aufbaus. Die entwickelten Technologien können darüber hinaus auch noch andere Anwendungen finden, wie z.B. IR/andere Quantenanwendungen wie Speichermedien oder Medienkonverter (Implementierung supraleitende Schaltungen mit optischen Interfaces).

6 Anhang

Reinraumparameter:

Luftfeuchtigkeit: $55 \pm 10\%$

Temperatur: $22 \pm 2^\circ\text{C}$

Partikelklasse: ISO 5 nach Standard Din EN ISO:14644

Spezifikationen der verwendeten Siliziumwafer:

Dicke: $4000 \pm 25 \mu\text{m}$

Durchmesser: 100 mm

Orientierung: (100)

Politur: Beidseitig poliert

Dotierung: p-dotiert (Bor)

Widerstand: 1-10 Ωcm

Flats: 2 (Semi Standard)

TTV $< 10 \mu\text{m}$

Dicke: $525 \pm 15 \mu\text{m}$

Durchmesser: 100 mm

Orientierung: (100)

Politur: Beidseitig poliert

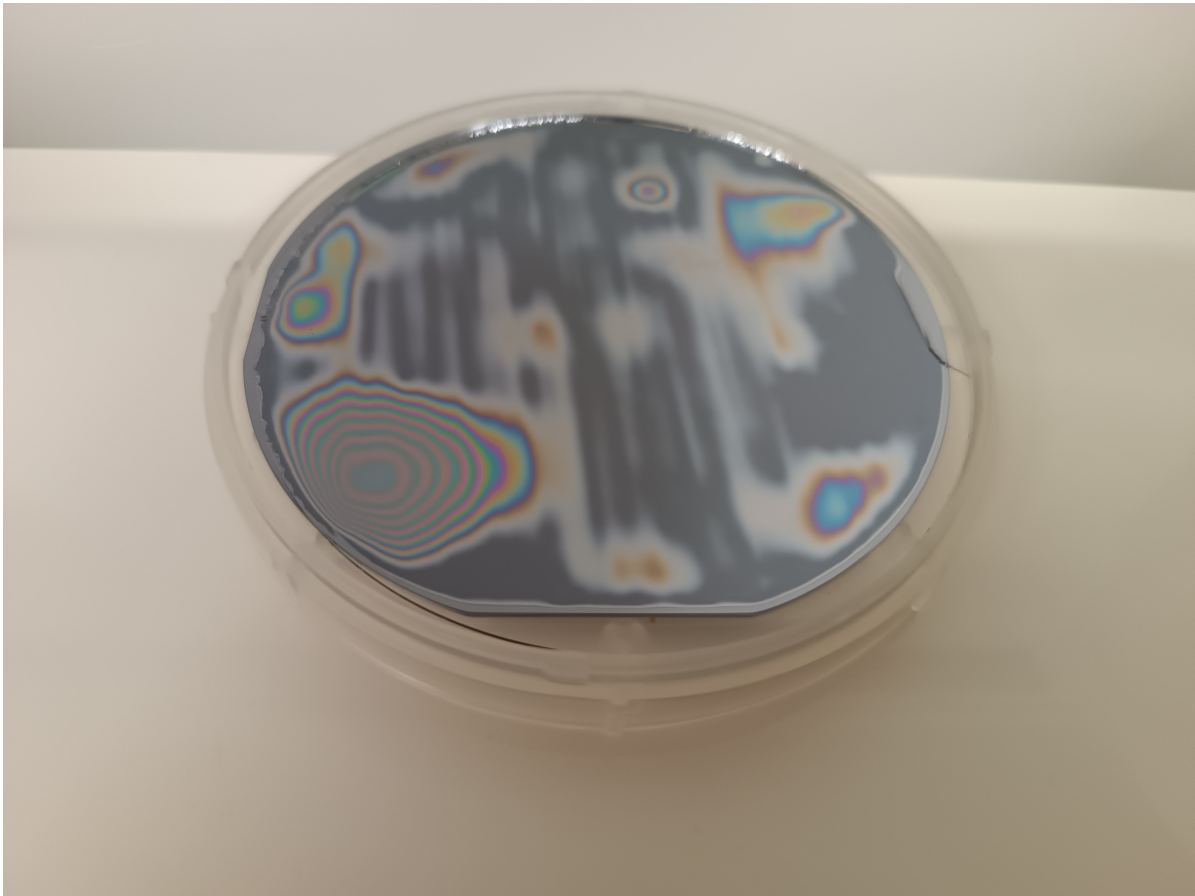
Dotierung: p-dotiert (Bor)

Widerstand: 1-10 Ωcm

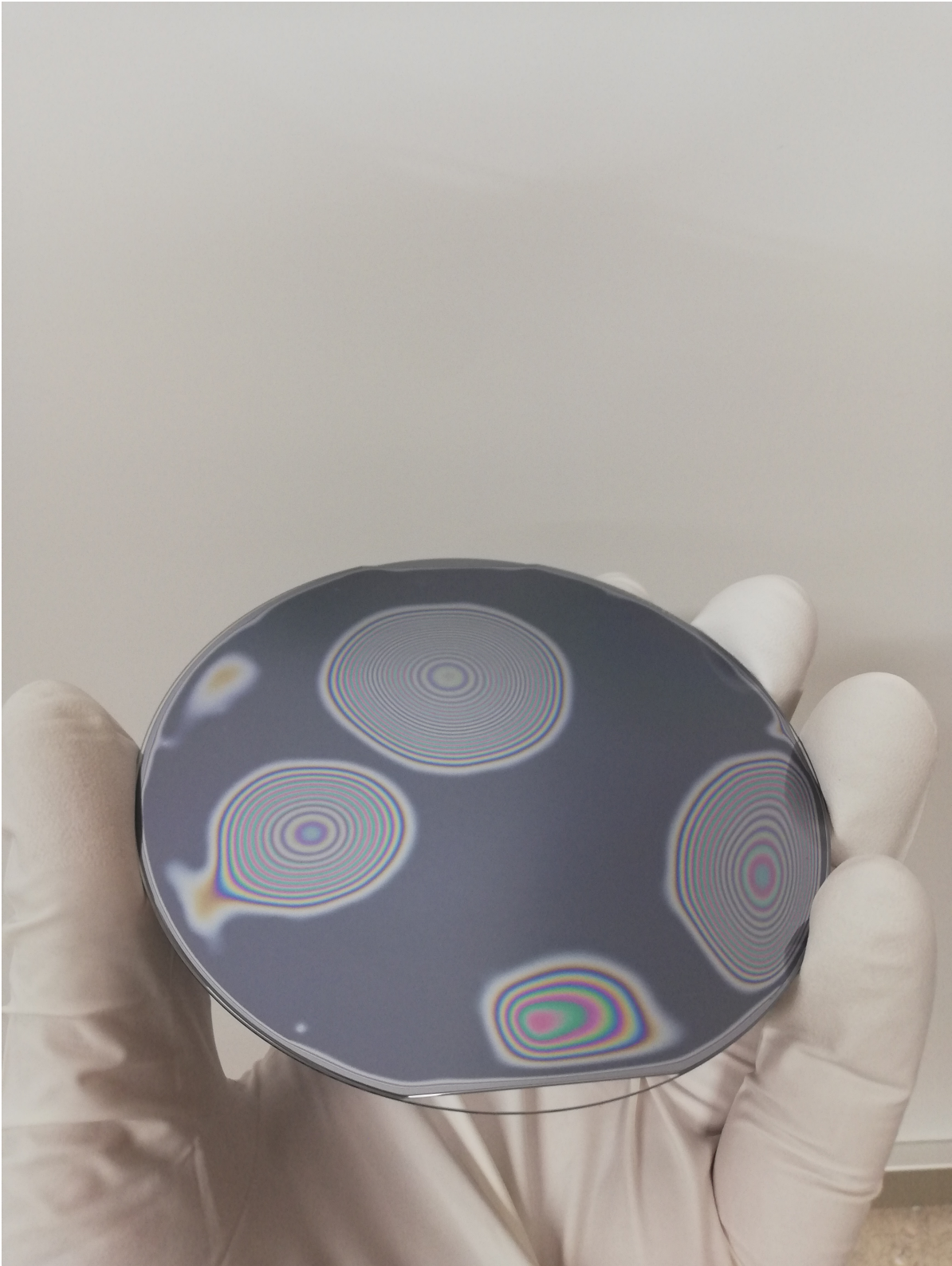
Flats: 2 (Semi Standard)

TTV $< 5 \mu\text{m}$

Gebondete Waferpaare aus Kapitel 4.5:
Gruppe 1:



Gruppe 2:



Literatur

- [1] J. A. Smith. „Precursors to Peregrinus. The early history of magnetism and the mariner’s compass in Europe“. In: *Journal of Medieval History* 18 (1 2012), S. 21–74. ISSN: 0304-4181. DOI: 10.1016/0304-4181(92)90016-R (siehe S. 4).
- [2] E. Moreva. „The biosensing with NV centers in diamond. Related challenges“. In: *International Journal of Quantum Information* 18 (01 2020), S. 1941023. ISSN: 0219-7499. DOI: 10.1142/S0219749919410235 (siehe S. 4).
- [3] J. Vrba und S. E. Robinson. „SQUID sensor array configurations for magnetoencephalography applications“. In: *Superconductor Science and Technology* 15 (9 2002), R51–R89. ISSN: 0953-2048. DOI: 10.1088/0953-2048/15/9/201 (siehe S. 4).
- [4] J. P. Wikswo. „SQUID magnetometers for biomagnetism and nondestructive testing. Important questions and initial answers“. In: *IEEE Transactions on Applied Superconductivity* 5 (2 1995), S. 74–120. ISSN: 1051-8223. DOI: 10.1109/77.402511 (siehe S. 4).
- [5] R. Nagendran, I. Mohanty, A. V. Thanikai Arasu und R. Baskaran. „Transient Eddy Current NDE System Based on Fluxgate Sensor for the Detection of Defects in Multilayered Conducting Material“. In: *Journal of Nondestructive Evaluation* 37 (3 2018), S. 1–6. ISSN: 1573-4862. DOI: 10.1007/s10921-018-0511-3 (siehe S. 4).
- [6] H.-G. Meyer, R. Stolz, A. Chwala und M. Schulz. „SQUID technology for geophysical exploration“. In: *physica status solidi (c)* 2 (5 2005), S. 1504–1509. ISSN: 1610-1634. DOI: 10.1002/pssc.200460832 (siehe S. 4).
- [7] S. Reichert, N.-O. Erdene-Ochir, S. Linzen, L. Munkhbayar und J. Bemann. „Overlooked—Enigmatic—Underrated. The City Khar Khul Khaany Balgas in the Heartland of the Mongol World Empire“. In: *Journal of Field Archaeology* 47 (6 2022), S. 397–420. ISSN: 0093-4690. DOI: 10.1080/00934690.2022.2085916 (siehe S. 4).

- [8] J. Wrachtrup und A. Finkler. „Single spin magnetic resonance“. In: *Journal of Magnetic Resonance* 269 (2016), S. 225–236. ISSN: 10907807. DOI: 10.1016/j.jmr.2016.06.017 (siehe S. 4).
- [9] S. Hong, M. S. Grinolds, L. M. Pham, D. Le Sage, L. Luan, R. L. Walsworth und A. Yacoby. „Nanoscale magnetometry with NV centers in diamond“. In: *MRS Bulletin* 38 (2 2013), S. 155–161. ISSN: 0883-7694. DOI: 10.1557/mrs.2013.23 (siehe S. 4).
- [10] A. Grosz, M. J. Haji-Sheikh und S. C. Mukhopadhyay, Hrsg. *High Sensitivity Magnetometers*. Cham: Springer International Publishing, 2017. ISBN: 9783319340685. DOI: 10.1007/978-3-319-34070-8 (siehe S. 4).
- [11] G. Oelsner, V. Schultze, R. IJsselsteijn und R. Stolz. „Performance analysis of an optically pumped magnetometer in Earth’s magnetic field“. In: *EPJ Quantum Technology* 6 (1 2019), S. 1–14. ISSN: 2196-0763. DOI: 10.1140/epjqt/s40507-019-0076-9 (siehe S. 4).
- [12] V. Schultze, T. Scholtes, G. Oelsner, F. Wittkaemper, T. Wieduwilt und R. Stolz. „An Optically Pumped Magnetometer with Omnidirectional Magnetic Field Sensitivity“. In: *Sensors* 23 (15 2023), S. 6866. ISSN: 1424-8220. DOI: 10.3390/s23156866 (siehe S. 4).
- [13] M. J. Brookes, J. Leggett, M. Rea, R. M. Hill, N. Holmes, E. Boto und R. Bowtell. „Magnetoencephalography with optically pumped magnetometers (OPM-MEG). The next generation of functional neuroimaging“. en. In: *Trends in Neurosciences* 45 (8 2022), S. 621–634. ISSN: 0166-2236. DOI: 10.1016/j.tins.2022.05.008 (siehe S. 4).
- [14] A. Borna, T. R. Carter, A. P. Colombo, Y.-Y. Jau, J. McKay, M. Weisend, S. Taulu, J. M. Stephen, P. D. D. Schwindt und C. Papadelis. „Non-Invasive Functional-Brain-Imaging with an OPM-based Magnetoencephalography System“. In: *PLOS ONE* 15 (1 2020), e0227684. ISSN: 1932-6203. DOI: 10.1371/journal.pone.0227684 (siehe S. 4).
- [15] M. Jas, S. R. Jones und M. S. Hämäläinen. „Whole-head OPM-MEG enables noninvasive assessment of functional connectivity“. en. In: *Trends in Neurosciences*

- 44 (7 2021), S. 510–512. ISSN: 0166-2236. DOI: 10.1016/j.tins.2021.04.006 (siehe S. 4).
- [16] S. Knappe, T. Sander und L. Trahms. *Optically Pumped Magnetometers for MEG*. Magnetoencephalography. Springer International Publishing, 2019. 1301–1312. DOI: 10.1007/978-3-030-00087-5_49 (siehe S. 4).
- [17] S. Strand, W. Lutter, J. Strasburger, V. Shah, O. Baffa und R. Wakai. „Low-Cost Fetal Magnetocardiography. A Comparison of Superconducting Quantum Interference Device and Optically Pumped Magnetometers“. EN. In: *Journal of the American Heart Association* (2019). DOI: 10.1161/JAHA.119.013436 (siehe S. 4).
- [18] H. Eswaran, D. Escalona-Vargas, E. H. Bolin, J. D. Wilson und C. L. Lowery. „Fetal magnetocardiography using optically pumped magnetometers. A more adaptable and less expensive alternative?“. In: *Prenatal Diagnosis* 37 (2 2017), S. 193–196. ISSN: 1097-0223. DOI: 10.1002/pd.4976 (siehe S. 4).
- [19] M. Batie, S. Bitant, J. F. Strasburger, V. Shah, O. Alem und R. T. Wakai. „Detection of Fetal Arrhythmia by Using Optically Pumped Magnetometers“. In: *JACC: Clinical Electrophysiology* 4 (2 2018), S. 284–287. DOI: 10.1016/j.jacep.2017.08.009 (siehe S. 4).
- [20] J. K. Young, I. Savukov und S. Newman. „Magnetocardiography with a 16-channel fiber-coupled single-cell Rb optically pumped magnetometer“. In: *Applied Physics Letters* 114 (14 2019), S. 143702. ISSN: 0003-6951. DOI: 10.1063/1.5094339 (siehe S. 4).
- [21] S. Morales, M. C. Corsi, W. Fourcault, F. Bertrand, G. Cauffet, C. Gobbo, F. Alcouffe, F. Lenouvel, M. Le Prado, F. Berger, G. Vanzetto und E. Labyt. „Magnetocardiography measurements with 4 He vector optically pumped magnetometers at room temperature“. In: *Physics in Medicine & Biology* 62 (18 2017), S. 7267–7279. ISSN: 1361-6560. DOI: 10.1088/1361-6560/aa6459 (siehe S. 4).
- [22] O. Alem, T. H. Sander, R. Mhaskar, J. Leblanc, H. Eswaran, U. Steinhoff, Y. Okada, J. Kitching, L. Trahms und S. Knappe. „Fetal magnetocardiography measurements with an array of microfabricated optically pumped magnetometers“.

- In: *Physics in Medicine & Biology* 60 (12 2015), S. 4797–4811. ISSN: 1361-6560. DOI: 10.1088/0031-9155/60/12/4797 (siehe S. 4).
- [23] S. Hori, T. Oida, T. Moriya, A. Saito, M. Suyama und T. Kobayashi. „Magnetic shieldless ultra-low-field MRI with an optically pumped magnetometer“. In: *Journal of Magnetic Resonance* 343 (2022), S. 107280. ISSN: 10907807. DOI: 10.1016/j.jmr.2022.107280 (siehe S. 4).
- [24] S. Krzyzewski, O. Alem und S. Knappe. „Mems-Enabled Quantum Atomic Magnetometers“. In: *2021 IEEE 34th International Conference on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS)*. 2021 IEEE 34th International Conference on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS) (Gainesville, FL, USA). IEEE, 2021, S. 256–259. ISBN: 978-1-6654-1912-3. DOI: 10.1109/MEMS51782.2021.9375429 (siehe S. 4).
- [25] F. Lewis. „Frequency and Time Standards“. In: *Proceedings of the IRE* 43 (9 1955), S. 1046–1068. ISSN: 0096-8390. DOI: 10.1109/JRPROC.1955.277879 (siehe S. 5).
- [26] S. Knappe, V. Velichansky, H. G. Robinson, L. Liew, J. Moreland, J. Kitching und L. Hollberg. „Atomic vapor cells for miniature frequency references“. In: *IEEE International Frequency Control Symposium and PDA Exhibition Jointly with the 17th European Frequency and Time Forum, 2003*. Proceedings of the 2003. IEEE, S. 31–32. DOI: 10.1109/freq.2003.1274981 (siehe S. 5).
- [27] L.-A. Liew, S. Knappe, J. Moreland, H. Robinson, L. Hollberg und J. Kitching. „Microfabricated alkali atom vapor cells“. In: *Applied Physics Letters* 84 (14 2004), S. 2694–2696. ISSN: 0003-6951. DOI: 10.1063/1.1691490 (siehe S. 5, 21).
- [28] E. B. Aleksandrov, M. V. Balabas, A. K. Vershovskii, A. E. Ivanov, N. N. Yakobson, V. L. Velichanskii und N. V. Senkov. „Laser pumping in the scheme of an Mx-magnetometer“. In: *Optics and Spectroscopy* (78 1995), S. 292–298 (siehe S. 6).
- [29] N. Castagna, G. Bison, G. Di Domenico, A. Hofer, P. Knowles, C. Macchione, H. Saudan und A. Weis. „A large sample study of spin relaxation and magnetometric sensitivity of paraffin-coated Cs vapor cells“. In: *Applied Physics B* 96 (4 2009), S. 763–772. ISSN: 0946-2171. DOI: 10.1007/s00340-009-3464-5 (siehe S. 6).

- [30] V. Schultze, R. IJsselsteijn und H.-G. Meyer. „Noise reduction in optically pumped magnetometer assemblies“. In: *Applied Physics B* 100 (4 2010), S. 717–724. ISSN: 0946-2171. DOI: 10.1007/s00340-010-4084-9 (siehe S. 6 f., 17).
- [31] V. Shah. *QZFM Gen-3 [online]*. 2023. URL: <https://quspin.com/products-qzfm/> (besucht am 10.02.2023) (siehe S. 6).
- [32] J. Kitching, S. Knappe und L. Hollberg. „Miniature vapor-cell atomic-frequency references“. en. In: *Applied Physics Letters* 81 (3 2002), S. 553. ISSN: 0003-6951. DOI: 10.1063/1.1494115 (siehe S. 7, 19).
- [33] P. D. D. Schwindt, B. J. Lindseth, S. Knappe, V. Shah, L. Liew, J. Moreland, L. Hollberg und J. Kitching. „Chip Scale Atomic Magnetometers“. In: *INTERMAG 2006 - IEEE International Magnetism Conference*. IEEE, 2006. DOI: 10.1109/intmag.2006.376110 (siehe S. 7).
- [34] P. D. D. Schwindt, Brad Lindseth, Svenja Knappe, Vishal Shah, John Kitching und Li-Anne Liew. „Chip-scale atomic magnetometer with improved sensitivity by use of the Mx technique“. In: *Applied Physics Letters* 90 (8 2007), S. 081102. ISSN: 0003-6951. DOI: 10.1063/1.2709532 (siehe S. 7).
- [35] V. Shah, S. Knappe, P. D. D. Schwindt und J. Kitching. „Subpicotesla atomic magnetometry with a microfabricated vapour cell“. In: *Nature Photonics* 1 (11 2007), S. 649–652. ISSN: 1749-4893. DOI: 10.1038/nphoton.2007.201 (siehe S. 7).
- [36] L.-A. Liew, J. Moreland und V. Gerginov. „Wafer-level filling of microfabricated atomic vapor cells based on thin-film deposition and photolysis of cesium azide“. In: *Applied Physics Letters* 90 (11 2007), S. 114106. ISSN: 0003-6951. DOI: 10.1063/1.2712501 (siehe S. 7, 22).
- [37] R. Straessle, M. Pellaton, C. Affolderbach, Y. Pétremand, D. Briand, G. Mileti und N. F. de Rooij. „Low-temperature indium-bonded alkali vapor cell for chip-scale atomic clocks“. In: *Journal of Applied Physics* 113 (6 2013), S. 064501. ISSN: 0021-8979. DOI: 10.1063/1.4789942 (siehe S. 7).
- [38] A. Douahi, L. Nieradko, J. C. Beugnot, J. Dziuban, H. Maillote, S. Guérandel, M. Moraja, C. Gorecki und V. Giordano. „Vapour microcell for chip scale atomic

- frequency standard“. In: *Electronics Letters* 43 (5 2007), S. 279. ISSN: 0013-5194. DOI: 10.1049/e1:20070147 (siehe S. 7).
- [39] F. Gong, Y.-Y. Jau, K. Jensen und W. Happer. „Electrolytic fabrication of atomic clock cells“. In: *Review of Scientific Instruments* 77 (7 2006), S. 076101. ISSN: 0034-6748. DOI: 10.1063/1.2219730 (siehe S. 7).
- [40] M. Hasegawa, R. K. Chutani, C. Gorecki, R. Boudot, P. Dziuban, V. Giordano, S. Clatot und L. Mauri. „Microfabrication of cesium vapor cells with buffer gas for MEMS atomic clocks“. In: *Sensors and Actuators A: Physical* 167 (2 2011), S. 594–601. ISSN: 0924-4247. DOI: 10.1016/j.sna.2011.02.039 (siehe S. 7, 21).
- [41] S. Knappe, V. Shah, P. D. D. Schwindt, L. Hollberg, J. Kitching, L.-A. Liew und J. Moreland. „A microfabricated atomic clock“. In: *Applied Physics Letters* 85 (9 2004), S. 1460. ISSN: 0003-6951. DOI: 10.1063/1.1787942 (siehe S. 7).
- [42] P. D. D. Schwindt, S. Knappe, V. Shah, L. Hollberg, J. Kitching, L.-A. Liew und J. Moreland. „Chip-scale atomic magnetometer“. en. In: *Applied Physics Letters* 85 (26 2004), S. 6409. ISSN: 0003-6951. DOI: 10.1063/1.1839274 (siehe S. 7).
- [43] J. Kitching, S. Knappe, L. Liew, J. Moreland, P. D. D. Schwindt, V. Shah, V. Gerginov und L. Hollberg. „Microfabricated atomic frequency references“. In: *Metrologia* 42 (3 2005), S100–S104. ISSN: 0026-1394. DOI: 10.1088/0026-1394/42/3/S11 (siehe S. 7).
- [44] S. Knappe, V. Gerginov, P. D. D. Schwindt, V. Shah, H. G. Robinson, L. Hollberg und J. Kitching. „Atomic vapor cells for chip-scale atomic clocks with improved long-term frequency stability“. EN. In: *Optics Letters* 30 (18 2005), S. 2351–2353. ISSN: 1539-4794. DOI: 10.1364/OL.30.002351 (siehe S. 7, 21).
- [45] S. Karlen, J. Gobet, T. Overstolz und J. Haesler. „Non-destructive MEMS atomic vapor cells characterization by Raman spectroscopy and image analysis“. In: *2016 European Frequency and Time Forum (EFTF)*. 2016 European Frequency and Time Forum (EFTF) (York). European Frequency and Time Forum u. a. Piscataway, NJ: IEEE, 2016, S. 1–3. ISBN: 978-1-5090-0720-2. DOI: 10.1109/EFTF.2016.7477804 (siehe S. 7).

- [46] J. Haesler, K. Kautio, L. Balet, S. Karlen, T. Overstolz, B. Gallinet, T. Herr, S. Lecomte, F. Droz, P. Karioja und M. Lahti. „Ceramic based flat form factor miniature atomic clock physics package (C-MAC)“. In: *ESA Workshop on Microwave Technology and Techniques (MTT)* (2017) (siehe S. 7).
- [47] S. Karlen, J. Gobet, T. Overstolz, J. Haesler und S. Lecomte. „Quantitative Micro-Raman Spectroscopy for Partial Pressure Measurement in Small Volumes“. In: *Applied Spectroscopy* 71 (12 2017), S. 2707–2713. ISSN: 0003-7028. DOI: 10.1177/0003702817724410 (siehe S. 7).
- [48] S. Karlen, T. Overstolz, J. Gobet, J. Haesler, F. Droz und S. Lecomte. „Gold microdiscs as alkali preferential condensation spots for cell clock long-term frequency improvement“. In: *2018 European Frequency and Time Forum (EFTF)*. IEEE, 2018. DOI: 10.1109/eftf.2018.8409005 (siehe S. 7).
- [49] G. Buchs, S. Karlen, T. Overstolz, N. Torcheboeuf, E. Onillon, J. Haesler und D. L. Boiko. „Nuclear spin decoherence time in MEMS atomic vapor cells for applications in quantum technologies“. In: *Characterization of a dual phase steel using tensile and free bending tests*. AIP Conference Proceedings. Hrsg. von J. Mendiguren, S. Hanselman, E. Atzema, P. Hodgson, B. Rolfe und M. Weiss. Author(s), 2013. ISBN: 0094-243X. DOI: 10.1063/1.5025449 (siehe S. 7).
- [50] R. IJsselsteijn, M. Kielpinski, S. Woetzel, T. Scholtes, E. Kessler, R. Stolz, V. Schultze und H.-G. Meyer. „A full optically operated magnetometer array. An experimental study“. In: *Review of Scientific Instruments* 83 (11 2012), S. 113106. ISSN: 0034-6748. DOI: 10.1063/1.4766961 (siehe S. 7, 57).
- [51] T. Scholtes, V. Schultze, R. IJsselsteijn, S. Woetzel und H.-G. Meyer. „Light-shift suppression in a miniaturized Mx optically pumped Cs magnetometer array with enhanced resonance signal using off-resonant laser pumping“. In: *Optics Express* 20 (28 2012), S. 29217–29222. ISSN: 1094-4087. DOI: 10.1364/OE.20.029217 (siehe S. 7).
- [52] T. Scholtes, S. Woetzel, R. IJsselsteijn, V. Schultze und H.-G. Meyer. „Intrinsic relaxation rates of polarized Cs vapor in miniaturized cells“. In: *Applied Physics B* 117 (1 2014), S. 211–218. ISSN: 0946-2171. DOI: 10.1007/s00340-014-5824-z (siehe S. 7).

- [53] V. Schultze, R. IJsselsteijn, T. Scholtes, S. Woetzel und H.-G. Meyer. „Characteristics and performance of an intensity-modulated optically pumped magnetometer in comparison to the classical Mx magnetometer“. In: *Optics Express* 20 (13 2012), S. 14201–14212. ISSN: 1094-4087. DOI: 10.1364/OE.20.014201 (siehe S. 7).
- [54] V. Schultze, T. Scholtes, R. IJsselsteijn und H.-G. Meyer. „Improving the sensitivity of optically pumped magnetometers by hyperfine repumping“. In: *Journal of the Optical Society of America B* 32 (5 2015), S. 730. ISSN: 0740-3224. DOI: 10.1364/JOSAB.32.000730 (siehe S. 7).
- [55] S. Woetzel, V. Schultze, R. IJsselsteijn, T. Schulz, S. Anders, R. Stolz und H.-G. Meyer. „Microfabricated atomic vapor cell arrays for magnetic field measurements“. In: *Review of Scientific Instruments* 82 (3 2011), S. 033111. ISSN: 0034-6748. DOI: 10.1063/1.3559304 (siehe S. 7, 22).
- [56] S. Woetzel, F. Talkenberg, T. Scholtes, R. IJsselsteijn, V. Schultze und H.-G. Meyer. „Lifetime improvement of micro-fabricated alkali vapor cells by atomic layer deposited wall coatings“. In: *Surface and Coatings Technology* 221 (2013), S. 158–162. ISSN: 02578972. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2013.01.044 (siehe S. 7, 46).
- [57] S. Woetzel, E. Kessler, M. Diegel, V. Schultze und H-G Meyer. „Low-temperature anodic bonding using thin films of lithium-niobate-phosphate glass“. In: *Journal of Micromechanics and Microengineering* 24 (9 2014), S. 095001. ISSN: 0960-1317. DOI: 10.1088/0960-1317/24/9/095001 (siehe S. 7, 27).
- [58] G. Oelsner, R. IJsselsteijn, T. Scholtes, A. Krüger, V. Schultze, G. Seyffert, G. Werner, M. Jäger, A. Chwala und R. Stolz. „Integrated Optically Pumped Magnetometer for Measurements within Earth’s Magnetic Field“. In: *Physical Review Applied* 17 (2 2022). ISSN: 2331-7019. DOI: 10.1103/PhysRevApplied.17.024034 (siehe S. 7).
- [59] G. Oelsner, V. Schultze, R. IJsselsteijn, F. Wittkämper und R. Stolz. „Sources of heading errors in optically pumped magnetometers operated in the Earth’s magnetic field“. In: *Physical Review A* 99 (1 2019). ISSN: 1050-2947. DOI: 10.1103/PhysRevA.99.013420 (siehe S. 7).

- [60] H. Haken und H. C. Wolf. *Atom- und Quantenphysik. Einführung in die experimentellen und theoretischen Grundlagen*. 7. aktualisierte und erweiterte Auflage. Berlin: Springer-Verlag, 2013. ISBN: 9783642981104 (siehe S. 9).
- [61] D. A. Steck. *Cesium D line data*. 2003. URL: <https://steck.us/alkalidata/cesiumnumbers.1.6.pdf> (besucht am 12.06.2023) (siehe S. 9, 14).
- [62] L. Armstrong. *Theory of the hyperfine structure of free atoms*. eng. 1. Auflage. New York: Wiley-Interscience, 1971. 209 S. ISBN: 0471033359 (siehe S. 9).
- [63] P. Zeeman. „XXXII. On the influence of magnetism on the nature of the light emitted by a substance“. In: *The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science* 43 (262 2009), S. 226–239. ISSN: 1941-5982. DOI: 10.1080/14786449708620985 (siehe S. 10).
- [64] R. Feynman. *Feynman lectures on physics. Vol. 3. Quantum mechanics. Le cours de physique de Feynman. Vol. 3. Mecanique quantique*. 1979 (siehe S. 10).
- [65] A. Kastler. „Applications of Polarimetry to Infra-Red and Micro-Wave Spectroscopy“. En;en. In: *Nature* 166 (4211 1950), S. 113. ISSN: 1476-4687. DOI: 10.1038/166113a0 (siehe S. 12).
- [66] W. Demtröder. *Experimentalphysik 3. Atome, Moleküle und Festkörper*. ger. 5., neu bearbeitete und aktualisierte Auflage. Springer-Lehrbuch. Demtröder, Wolfgang (VerfasserIn). Berlin und Heidelberg: Springer Spektrum, 2016. 740 S. ISBN: 9783662490938. DOI: 10.1007/978-3-662-49094-5 (siehe S. 13).
- [67] W. Demtröder. *Laserspektroskopie: Grundlagen und Techniken. Grundlagen*. 6. aktualisierte Auflage. Springer-Verlag, 2007. ISBN: 9783642213052 (siehe S. 14).
- [68] J. R. Lakowicz. „Quenching of Fluorescence“. en. In: *Principles of Fluorescence Spectroscopy*. Springer, Boston, MA, 1983, S. 257–301. DOI: 10.1007/978-1-4615-7658-7_9 (siehe S. 15).
- [69] D. A. McGillis und L. Krause. „Inelastic Collisions between Excited Alkali Atoms and Molecules. I. Sensitized Fluorescence and Quenching in Cs- and Cs- Systems“. In: *Physical review* 153 (1 1967), S. 44 (siehe S. 15).

- [70] N. D. Bhaskar, J. Pietras, J. Camparo, W. Happer und J. Liran. „Spin Destruction in Collisions between Cesium Atoms“. In: *Physical Review Letters* 44 (14 1980), S. 930–933. ISSN: 0031-9007. DOI: 10.1103/physrevlett.44.930 (siehe S. 15).
- [71] W. Happer. „Spin exchange, past, present and future“. In: *Annales de Physique* 10 (6 1985), S. 645–657. ISSN: 0003-4169. DOI: 10.1051/anphys:01985001006064500 (siehe S. 15).
- [72] H. G. Dehmelt. „Spin Resonance of Free Electrons Polarized by Exchange Collisions“. In: *Physical Review* 109 (2 1958), S. 381–385. DOI: 10.1103/physrev.109.381 (siehe S. 15).
- [73] W. Happer. „Optical Pumping“. In: *Reviews of Modern Physics* 44 (2 1972), S. 169–249. ISSN: 0034-6861. DOI: 10.1103/RevModPhys.44.169 (siehe S. 15).
- [74] M. V. Balabas, K. Jensen, W. Wasilewski, H. Krauter, L. S. Madsen, J. H. Müller, T. Fernholz und E. S. Polzik. „High quality anti-relaxation coating material for alkali atom vapor cells“. In: *Optics Express* 18 (6 2010), S. 5825–5830. ISSN: 1094-4087 (siehe S. 15).
- [75] M. V. Balabas, D. Budker, J. Kitching, P. D. D. Schwindt und J. E. Stalnaker. „Magnetometry with millimeter-scale antirelaxation-coated alkali-metal vapor cells“. In: *Josa B* 23 (6 2006), S. 1001–1006 (siehe S. 15).
- [76] S. J. Seltzer und M. V. Romalis. „High-temperature alkali vapor cells with antirelaxation surface coatings“. In: *Journal of Applied Physics* 106 (11 2009), S. 114905. ISSN: 0021-8979. DOI: 10.1063/1.3236649 (siehe S. 15).
- [77] S. J. Seltzer. „Developments in alkali-metal atomic magnetometry“. Dissertation. Princeton: PRINCETON UNIVERSITY, 2008 (siehe S. 15).
- [78] J. C. Camparo, R. P. Frueholz und B. Jaduszliwer. „Alkali reactions with wall coating materials used in atomic resonance cells“. In: *J. Appl. Phys.* 62 (2 1987), S. 676–681 (siehe S. 15).

- [79] M. V. Balabas, T. Karaulanov, M. P. Ledbetter und D. Budker. „Balabas, M. V., et al. ”Polarized alkali-metal vapor with minute-long transverse spin-relaxation time“. In: *Physical review letters* 105 (7 2010), S. 070801 (siehe S. 15).
- [80] S. J. Seltzer, D. J. Michalak, M. H. Donaldson, M. V. Balabas, S. K. Barber, S. L. Bernasek, M. A. Bouchiat, A. Hexemer, A. M. Hibberd, D. F. Jackson-Kimball, C. Jaye, T. Karaulanov, F. A. Narducci, S. A. Rangwala, H. G. Robinson, A. K. Shmakov, D. L. Voronov, V. V. Yashchuk, A. Pines und D. Budker. „Investigation of antirelaxation coatings for alkali-metal vapor cells using surface science techniques“. In: *J. Chem. Phys.* 133 (2010), S. 144703 (siehe S. 15).
- [81] F. Bloch. „The Nuclear Induction Experiment“. In: *Physical review* 1946 (7-8 1946), S. 460–474. DOI: 10.1103/PhysRev.70.460 (siehe S. 16).
- [82] M. Auzinsh, D. Budker, D. F. Kimball, S. M. Rochester, J. E. Stalnaker, A. O.. Sushkov und V. V. Yashchuk. „Can a quantum nondemolition measurement improve the sensitivity of an atomic magnetometer?“ In: *Physical review letters* 93 (17 2004), S. 173002. DOI: 10.1103/PhysRevLett.93.173002 (siehe S. 17).
- [83] C. B. Alcock, V. P. Itkin und M. K. Horrigan. „Vapour Pressure Equations for the Metallic Elements. 298–2500K“. EN. In: *Canadian Metallurgical Quarterly* (2013), S. 309–313. DOI: 10.1179/cmq.1984.23.3.309 (siehe S. 17).
- [84] C. Koch und T. J. Rinke. *Fotolithografie. Grundlagen der Mikrostrukturierung*. 1. Auflage 2017. Ulm: MicroChemicals, 2017. ISBN: 9783981878202 (siehe S. 18, 23).
- [85] T. I. Awan, A. Bashir und A. Tehseen. *Chemistry of nanomaterials: fundamentals and applications*. 1. Auflage. Amsterdam: Elsevier, 2020. ISBN: 978-0-12-818908-5 (siehe S. 18).
- [86] D. R. Lide. *CRC handbook of chemistry and physics. A ready-reference book of chemical and physical data*. eng. 81. ed., 2000-2001. Boca Raton: CRC Press, 2000. ISBN: 0849304814 (siehe S. 18, 22).
- [87] R. Lutwak, J. Deng, W. Riley, M. Varghese, J. Leblanc, G. Tepolt, M. Mescher, D. K. Serkland, K. M. Geib und G. M. Peake. „The Chip-Scale Atomic Clock - Low-Power Physics Package“. In: *Proceedings of the 36th Annual Precise Time*

and Time Interval Systems and Applications Meeting[Kurztitel fehlt!], S. 339–354 (siehe S. 20).

- [88] S. Radhakrishnan und A. Lai. „Alkali metal-wax micropackets for chip-scale atomic clocks“. In: *In The 13th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems, 2005. Digest of Technical Papers*. Bd. 1, S. 23–26. DOI: 10.1109/sensor.2005.1496349 (siehe S. 21).
- [89] SAES Getters. *Alkali Metal Dispensers*. Hrsg. von SAES Getters. URL: https://www.jlab.org/accel/inj_group/vacuum/alkali%20metal%20dispensers_1122.pdf (besucht am 06.07.2023) (siehe S. 21).
- [90] L. Nieradko, C. Gorecki, A. Douahi, V. Giordano, J.-C. Beugnot, J. A. Dziuban und M. Moraja. „New approach of fabrication and dispensing of micromachined cesium vapor cell“. In: *Journal of Micro/Nanolithography, MEMS, and MOEMS* 7 (3 2008), S. 033013. ISSN: 1932-5134. DOI: 10.1117/1.2964288 (siehe S. 21).
- [91] P. Knapkiewicz. „Technological Assessment of MEMS Alkali Vapor Cells for Atomic References“. In: *Micromachines* 10 (1 2019), S. 25. DOI: 10.3390/mi10010025 (siehe S. 21).
- [92] K. Ban, A. Terao, N. Mizutani, K. Tsujimoto, Y. Hirai, T. Kobayashi und O. Tabata. „Alkali metal source tablet for vapor cells of atomic magnetometers“. In: *2015 Joint Conference of the IEEE International Frequency Control Symposium & the European Frequency and Time Forum*. IEEE, 2015. DOI: 10.1109/fcs.2015.7138817 (siehe S. 22).
- [93] R. Suhrmann und K. Clusius. „Über die Reindarstellung der Alkalimetalle“. In: *Zeitschrift für anorganische und allgemeine Chemie* 152 (1 1926), S. 52–58. ISSN: 1521-3749. DOI: 10.1002/zaac.19261520107 (siehe S. 22).
- [94] M. A. Gosálvez, I. Zubel und E. Viinikka. *Wet etching of silicon*. Version 3. Auflage. Amsterdam, 2010. DOI: 10.1016/b978-0-12-817786-0.00017-7 (siehe S. 23).
- [95] I. Zubel, I. Barycka, K. Kotowska und M. Kramkowska. „Silicon anisotropic etching in alkaline solutions IV. The effect of organic and inorganic agents on

- silicon anisotropic etching process“. In: *Sensors and Actuators A: Physical* 87 (3 2001), S. 163–171. ISSN: 0924-4247 (siehe S. 23).
- [96] M. Shikida, K. Sato, K. Tokoro und D. Uchikawa. „Differences in anisotropic etching properties of KOH and TMAH solutions“. In: *Sensors and Actuators A: Physical* 80 (2 2000), S. 179–188. ISSN: 0924-4247. DOI: 10.1016/S0924-4247(99)00264-2 (siehe S. 23).
- [97] E. Steinsland, T. Finstad und A. Hanneborg. „Etch rates of (100), (111) and (110) single-crystal silicon in TMAH measured in situ by laser reflectance interferometry“. In: *Sensors and Actuators A: Physical* 86 (1-2 2000), S. 73–80. ISSN: 0924-4247. DOI: 10.1016/S0924-4247(00)00309-5 (siehe S. 23).
- [98] K. R. Williams, K. Gupta und M. Wasilik. „Etch rates for micromachining processing-part II“. In: *Journal of Microelectromechanical Systems* 12 (6 2003), S. 761–778. ISSN: 1057-7157. DOI: 10.1109/jmems.2003.820936 (siehe S. 23).
- [99] A. Wagner. *Koh si wet etch review*. 2004 (siehe S. 23).
- [100] K. R. Williams und R. S. Muller. „Etch rates for micromachining processing“. In: *Journal of Microelectromechanical Systems* 5 (4 1996), S. 256–269. ISSN: 1057-7157. DOI: 10.1109/84.546406 (siehe S. 23).
- [101] J.T.L. Thong, W. K. Choi und C. W. Chong. „TMAH etching of silicon and the interaction of etching parameters“. In: *Sensors and Actuators A: Physical* 63 (3 1997), S. 243–249. ISSN: 0924-4247. DOI: 10.1016/S0924-4247(97)80511-0 (siehe S. 24).
- [102] P.-H. Chen, H.-Y. Peng, C.-M. Hsieh und M. K. Chyu. „The characteristic behavior of TMAH water solution for anisotropic etching on both Silicon substrate and SiO₂ layer“. In: *Sensors and Actuators A: Physical* 93 (2 2001), S. 132–137. ISSN: 0924-4247. DOI: 10.1016/S0924-4247(01)00639-2 (siehe S. 24).
- [103] A. Dvivedi und P. Kumar. „Surface quality evaluation in ultrasonic drilling through the Taguchi technique“. In: *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 34 (1-2 2007), S. 131–140. ISSN: 0268-3768. DOI: 10.1007/s00170-006-0586-3 (siehe S. 24).

- [104] P. Singh, A. Pramanik, A. K. Basak, C. Prakash und V. Mishra. „Developments of non-conventional drilling methods—a review“. In: *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 106 (5-6 2020), S. 2133–2166. ISSN: 0268-3768. DOI: 10.1007/s00170-019-04749-0 (siehe S. 24).
- [105] R. Neugebauer und A. Stoll. „Ultrasonic application in drilling“. en. In: *Journal of Materials Processing Technology* 149 (1-3 2004), S. 633–639. ISSN: 0924-0136. DOI: 10.1016/j.jmatprotec.2003.10.062 (siehe S. 24).
- [106] DMG MORI Global Marketing GmbH. online. Hrsg. von DMG MORI Global Marketing GmbH. 2023. URL: <https://de.dmgmori.com/produkte/maschinen/ultrasonic/ultrasonic-linear/ultrasonic-20-linear> (besucht am 31.01.2023) (siehe S. 24).
- [107] J. Wang, P. Feng, J. Zhang, C. Zhang und Z. Pei. „Modeling the dependency of edge chipping size on the material properties and cutting force for rotary ultrasonic drilling of brittle materials“. In: *International Journal of Machine Tools and Manufacture* 101 (2016), S. 18–27. ISSN: 0890-6955. DOI: 10.1016/j.ijmachtools.2015.10.005 (siehe S. 24).
- [108] C. Iliescu, B. Chen und J. Miao. „On the wet etching of Pyrex glass“. In: *Sensors and Actuators A: Physical* 143 (1 2008), S. 154–161. ISSN: 0924-4247. DOI: 10.1016/j.sna.2007.11.022 (siehe S. 24).
- [109] C. Iliescu und F.E.H. Tay. „Wet etching of glass“. In: *CAS 2005 Proceedings. 2005 International Semiconductor Conference, 2005*. Bd. 1, S. 35–44. DOI: 10.1109/smicnd.2005.1558704 (siehe S. 24).
- [110] Shubhava, A. Jayarama, G. K. Kannarpady, S. Kale, S. Prabhu und R. Pinto. „Chemical etching of glasses in hydrofluoric Acid. A brief review“. In: *Materials Today: Proceedings* 55 (5 2022), S. 46–51. ISSN: 22147853. DOI: 10.1016/j.matpr.2021.12.110 (siehe S. 24).
- [111] C. Iliescu, F. E.H. Tay und J. Miao. „Strategies in deep wet etching of Pyrex glass“. In: *Sensors and Actuators A: Physical* 133 (2 2007), S. 395–400. ISSN: 0924-4247. DOI: 10.1016/j.sna.2006.06.044 (siehe S. 24).

- [112] J. H. Park, N.-E. Lee, Jaechan Lee, J. S. Park und H. D. Park. „Deep dry etching of borosilicate glass using SF₆ and SF₆/Ar inductively coupled plasmas“. In: *Microelectronic Engineering* 82 (2 2005), S. 119–128. ISSN: 0167-9317. DOI: 10.1016/j.mee.2005.07.006 (siehe S. 25).
- [113] J. H. Park, N.-E. Lee, J. Lee, J. S. Park und H. D. Park. „Continuous and Cyclic Deep Reactive Ion etching of Borosilicate Glass by Using SF₆ and SF₆/Ar Inductively Coupled Plasmas“. In: *Journal of the Korean Physical Society* 47 (9 2005), S. 422 (siehe S. 25).
- [114] J. Schmitt, A. Meier und Wallrabe, U. Völklein, F. „Reactive ion etching (CF₄/Ar) and ion beam etching of various glasses for diffractive optical element fabrication“. In: *International Journal of Applied Glass Science* 9 (4 2018), S. 499–509. ISSN: 2041-1294. DOI: 10.1111/ijag.12412 (siehe S. 26).
- [115] Schott AG, Hrsg. *Borofloat. Optische Eigenschaften*. URL: <https://www.schott.com/de-de/products/borofloat-p1000314/technical-details?tab=24f18f4c9fd845f4bf8f6968328233b4> (besucht am 17.03.2023) (siehe S. 26, 72, 78).
- [116] Y. Kurashima, T. Matsumae, E. Higurashi, S. Yanagimachi, T. Kusui, M. Watanabe und H. Takagi. „Application of thin Au/Ti double-layered films as both low-temperature bonding layer and residual gas gettering material for MEMS encapsulation“. In: *Microelectronic Engineering* 238 (2021), S. 111513. ISSN: 0167-9317. DOI: 10.1016/j.mee.2021.111513 (siehe S. 26).
- [117] S.-L. Li, J. Xu, Z.-Q. Zhang, L.-B. Zhao, L. Long und Y.-M. Wu. „Integrated physics package of a chip-scale atomic clock“. In: *Chinese Physics B* 23 (7 2014), S. 074302. ISSN: 1674-1056. DOI: 10.1088/1674-1056/23/7/074302 (siehe S. 26).
- [118] Fabrizio Vecchio, Vinu Venkatraman, Herbert R. Shea, Thomas Maeder und Peter Ryser. „Dispensing and hermetic sealing Rb in a miniature reference cell for integrated atomic clocks“. In: *Sensors and Actuators A: Physical* 172 (1 2011), S. 330–335. ISSN: 0924-4247. DOI: 10.1016/j.sna.2011.03.045 (siehe S. 26).
- [119] Y. Petremand, C. Schori, R. Straessle, G. Mileti, N. de Rooij und P. Thomann. „Low temperature indium-based sealing of microfabricated alkali cells for chip

- scale atomic clocks“. In: *EFTF-2010 24th European Frequency and Time Forum* (2010), S. 1–3. DOI: 10.1109/eftf.2010.6533683 (siehe S. 26).
- [120] U. M. Gösele, H. Stenzel, Manfred Reiche, T. Martini, H. Steinkirchner und Q.-Y. Tong. „History and Future of Semiconductor Wafer Bonding“. In: *Solid State Phenomena* 47-48 (1995), S. 33–44. ISSN: 1662-9779. DOI: 10.4028/www.scientific.net/SSP.47-48.33 (siehe S. 26).
- [121] M. S. Goorsky, K. Schjøberg-Henriksen, B. Beekley, T. Bai, K. Mani, P. Ambhore, A. Bajwa, N. Malik und S. S. Iyer. „Characterization of interfacial morphology of low temperature, low pressure Au–Au thermocompression bonding“. In: *Japanese Journal of Applied Physics* 57 (2S1 2017), 02BC03. ISSN: 1347-4065. DOI: 10.7567/jjap.57.02bc03 (siehe S. 27).
- [122] B. Rebhan, G. Hesser, J. Duchoslav, V. Dragoi, M. Wimplinger und K. Hingerl. „Low-Temperature Cu-Cu Wafer Bonding“. In: *ECS Transactions* 50 (7 2013), S. 139–149. ISSN: 1938-6737. DOI: 10.1149/05007.0139ecst (siehe S. 27).
- [123] J. Froemel, M. Baum, M. Wiemer, F. Roscher, M. Haubold, C. Jia und T. Gessner. „Investigations of thermocompression bonding with thin metal layers“. In: 2011 16th International Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems Conference (2011–6). IEEE, 2011. DOI: 10.1109/transducers.2011.5969495 (siehe S. 27).
- [124] N. Malik, H. Tofteberg, E. Poppe, T. G. Finstad und K. Schjolberg-Henriksen. „Hermeticity and Reliability of Au-Au Thermocompression Bonds, Realized at Low Temperature“. In: *ECS Transactions* 64 (5 2014), S. 167–176. ISSN: 1938-6737. DOI: 10.1149/06405.0167ecst (siehe S. 27).
- [125] J. Froemel, M. Baum, M. Wiemer, F. Roscher, M. Haubold, C. Jia und T. Gessner. „Investigations of thermocompression bonding with thin metal layers“. In: *2011 16th International Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems Conference*. IEEE, 2011. DOI: 10.1109/transducers.2011.5969495 (siehe S. 27).
- [126] S. Karlen, J. Gobet, T. Overstolz, J. Haesler und S. Lecomte. „Lifetime assessment of RbN₃-filled MEMS atomic vapor cells with Al₂O₃ coating“. In: *Optics Express* 25 (3 2017), S. 2187. ISSN: 1094-4087. DOI: 10.1364/OE.25.002187 (siehe S. 27).

- [127] R. F. Wolffenbuttel. „Low-temperature intermediate Au-Si wafer bonding; eutectic or silicide bond“. en. In: *Sensors and Actuators A: Physical* 62 (1-3 1997), S. 680–686. ISSN: 0924-4247. DOI: 10.1016/S0924-4247(97)01550-1 (siehe S. 27).
- [128] U. M. Mescheder, M. Alavi, K. Hiltmann, Ch. Lietzau, Ch. Nachtigall und H. Sandmaier. „Local laser bonding for low temperature budget“. In: *Sensors and Actuators A: Physical* 97-98 (2002), S. 422–427. ISSN: 0924-4247. DOI: 10.1016/S0924-4247(01)00871-8 (siehe S. 27).
- [129] P. M. Zavracky und B. Vu. „Patterned eutectic bonding with Al/Ge thin films for MEMS“. In: *Micromachining and Microfabrication Process Technology*, S. 46–52. DOI: 10.1117/12.221299 (siehe S. 27).
- [130] H. Preston-Thomas. „The International Temperature Scale of 1990 (ITS-90)“. In: *Metrologia* 27 (2 1990), S. 107. ISSN: 0026-1394. DOI: 10.1088/0026-1394/27/2/010 (siehe S. 27).
- [131] S. Woetzel. „Mikrosystemtechnisch integriertes, optisch gepumptes Magnetometer“. Dissertation. Ilmenau: TU Ilmenau, 2016 (siehe S. 27, 35).
- [132] G. Wallis und D. I. Pomerantz. „Field Assisted Glass–Metal Sealing“. en. In: *Journal of Applied Physics* 40 (10 2003), S. 3946. ISSN: 0021-8979. DOI: 10.1063/1.1657121 (siehe S. 27).
- [133] A. Gerlach, D. Maas, D. Seidel, H. Bartuch, S. Schundau und K. Kaschlik. „Low-temperature anodic bonding of silicon to silicon wafers by means of intermediate glass layers“. In: *Microsystem Technologies* 5 (3 1999), S. 144–149. ISSN: 1432-1858. DOI: 10.1007/s005420050154 (siehe S. 27).
- [134] A. Hanneborg, M. Nese, H. Jakobsen und R. Holm. „Silicon-to-thin film anodic bonding“. In: *Journal of Micromechanics and Microengineering* 2 (3 1992), S. 117–121. ISSN: 0960-1317. DOI: 10.1088/0960-1317/2/3/002 (siehe S. 27).
- [135] M. Nese und A. Hanneborg. „Anodic bonding of silicon to silicon wafers coated with aluminium, silicon oxide, polysilicon or silicon nitride“. In: *Sensors and Actuators A: Physical* 37-38 (1993), S. 61–67. ISSN: 0924-4247. DOI: 10.1016/0924-4247(93)80013-7 (siehe S. 27).

- [136] H. J. Quenzer, C. Dell und B. Wagner. „Silicon-silicon anodic-bonding with intermediate glass layers using spin-on glasses“. In: *Proceedings of Ninth International Workshop on Micro Electromechanical Systems*. IEEE, 1996. DOI: 10.1109/memsys.1996.493993 (siehe S. 27).
- [137] S. Woetzel, A. Ihring, E. Kessler, D. Franke, J. Dellith, A. Brown, F. Hänschke, H-G Meyer, H. Schmidt und Th Frank. „Hermetic sealing of MEMS including lateral feedthroughs and room-temperature anodic bonding“. In: *Journal of Micromechanics and Microengineering* 28 (7 2018), S. 075013. ISSN: 0960-1317. DOI: 10.1088/1361-6439/aab86f (siehe S. 27).
- [138] M. Esashi, A. Nakano, S. Shoji und H. Hebiguchi. „Low-temperature silicon-to-silicon anodic bonding with intermediate low melting point glass“. In: *Micromechanics and MEMS: Classic and Seminal Papers to 1990* (1997), S. 588–591. DOI: 10.1109/9780470545263.sect11 (siehe S. 27).
- [139] M. Esashi, A. Nakano, S. Shoji und H. Hebiguchi. „Low-temperature silicon-to-silicon anodic bonding with intermediate low melting point glan“. In: *Sensors and Actuators A: Physical* 23 (1-3 1990), S. 931–934. ISSN: 0924-4247. DOI: 10.1016/0924-4247(90)87062-N (siehe S. 27).
- [140] T. M. H. Lee, D. H. Y. Lee, C. Y.N. Liaw, A. I.K. Lao und I.-M. Hsing. „Detailed characterization of anodic bonding process between glass and thin-film coated silicon substrates“. In: *Sensors and Actuators A: Physical* 86 (1-2 2000), S. 103–107. ISSN: 0924-4247. DOI: 10.1016/s0924-4247(00)00418-0 (siehe S. 28).
- [141] T. Rogers und J. Kowal. „Selection of glass, anodic bonding conditions and material compatibility for silicon-glass capacitive sensors“. In: *Sensors and Actuators A: Physical* 46 (1-3 1995), S. 113–120. ISSN: 0924-4247. DOI: 10.1016/0924-4247(94)00872-f (siehe S. 28).
- [142] H. Watanabe, N. Yamada und M. Okaji. „Linear Thermal Expansion Coefficient of Silicon from 293 to 1000 K“. In: *International Journal of Thermophysics* 25 (1 2004), S. 221–236. ISSN: 1572-9567. DOI: 10.1023/B:IJOT.0000022336.83719.43 (siehe S. 28).

- [143] A. Cozma und H. Jakobsen. „Anodic Bonding“. In: *Handbook of Silicon Based MEMS Materials and Technologies*. Elsevier, 2015, S. 599–610. DOI: 10.1016/b978-0-323-29965-7.00030-0 (siehe S. 29).
- [144] K. Ljungberg, A. Söderbärg und Y. Bäcklund. „Spontaneous bonding of hydrophobic silicon surfaces“. In: *Applied Physics Letters* 62 (12 1998), S. 1362. ISSN: 0003-6951. DOI: 10.1063/1.108679 (siehe S. 30).
- [145] H. Takagi, R. Maeda und T. Suga. „Wafer-scale spontaneous bonding of silicon wafers by argon-beam surface activation at room temperature“. In: *Sensors and Actuators A: Physical* 105 (1 2003), S. 98–102. ISSN: 0924-4247. DOI: 10.1016/s0924-4247(03)00087-6 (siehe S. 30).
- [146] R. Stengl, K.-Y. Ahn und U. Gösele. „Bubble-Free Silicon Wafer Bonding in a Non-Cleanroom Environment“. In: *Japanese Journal of Applied Physics* 27 (12A 1988), S. L2364. ISSN: 1347-4065. DOI: 10.1143/JJAP.27.L2364 (siehe S. 30).
- [147] A. Cozma und Puers B. „Characterization of the electrostatic bonding of silicon and Pyrex glass“. In: *Journal of Micromechanics and Microengineering* 5 (2 1995), S. 98. ISSN: 0960-1317. DOI: 10.1088/0960-1317/5/2/010 (siehe S. 30).
- [148] K. B. Albaugh. „Electrode Phenomena during Anodic Bonding of Silicon to Sodium Borosilicate Glass“. In: *Journal of The Electrochemical Society* 138 (10 1991), S. 3089. ISSN: 1945-7111. DOI: 10.1149/1.2085374 (siehe S. 30).
- [149] G. Wallis. „Direct-Current Polarization During Field-Assisted Glass-Metal Sealing“. In: *Journal of the American Ceramic Society* 53 (10 1970), S. 563–567. ISSN: 1551-2916. DOI: 10.1111/j.1151-2916.1970.tb15967.x (siehe S. 30).
- [150] M. P. Borom. „Electron-Microprobe Study of Field-Assisted Bonding of Glasses to Metals“. In: *Journal of the American Ceramic Society* 56 (5 1973), S. 254–257. ISSN: 1551-2916. DOI: 10.1111/j.1151-2916.1973.tb12482.x (siehe S. 30).
- [151] D. E. Carlson, K. W. Hang und G. F. Stockdale. „Ion Depletion of Glass at a Blocking Anode. II, Properties of Ion-Depleted Glasses“. In: *Journal of the American Ceramic Society* 57 (7 1974), S. 295–300. ISSN: 1551-2916. DOI: 10.1111/j.1151-2916.1974.tb10904.x (siehe S. 30).

- [152] P. J. Jorgensen. „Effect of an Electric Field on Silicon Oxidation“. In: *The Journal of Chemical Physics* 37 (4 1962), S. 874–877. ISSN: 0021-9606. DOI: 10.1063/1.1733177 (siehe S. 30).
- [153] N. S. Pshchelko und M. P. Sevryugina. „Modeling of Physical and Chemical Processes of Anodic Bonding Technology“. In: *High Technology: Research and Applications* 1040 (2014), S. 513–518. ISSN: 1662-8985. DOI: 10.4028/www.scientific.net/AMR.1040.513 (siehe S. 30).
- [154] B. Schmidt, P. Nitzsche, K. Lange, S. Grigull, U. Kreissig, B. Thomas und K. Herzog. „In situ investigation of ion drift processes in glass during anodic bonding“. In: *Sensors and Actuators A: Physical* 67 (1-3 1998), S. 191–198. ISSN: 0924-4247. DOI: 10.1016/S0924-4247(97)01768-8 (siehe S. 30).
- [155] P. Nitzsche, K. Lange, B. Schmidt, S. Grigull, U. Kreissig, B. Thomas und K. Herzog. „Ion Drift Processes in Pyrex-Type Alkali-Borosilicate Glass during Anodic Bonding“. In: *Journal of The Electrochemical Society* 145 (5 1998), S. 1755–1762. ISSN: 1945-7111. DOI: 10.1149/1.1838553 (siehe S. 30).
- [156] Y. Kanda, K. Matsuda, C. Murayama und J. Sugaya. „The mechanism of field-assisted silicon-glass Bonding“. In: *Sensors and Actuators A: Physical* 23 (1-3 1990), S. 939–943. ISSN: 0924-4247. DOI: 10.1016/0924-4247(90)87064-P (siehe S. 30).
- [157] J. A. Dziuban. *Bonding in Microsystem Technology*. en. Springer Science & Business Media, 2007. ISBN: 9781402045899 (siehe S. 31, 56).
- [158] K. B. Albaugh. „Irreversibility of anodic bonding“. In: *Materials Letters* 4 (11-12 1986), S. 465–469. DOI: 10.1016/0167-577x(86)90039-x (siehe S. 31).
- [159] S. Bengtsson und O. Engström. „Low-Temperature Preparation of Silicon/Silicon Interfaces by the Silicon-to-Silicon Direct Bonding Method“. In: *Journal of The Electrochemical Society* 137 (7 1990), S. 2297–2303. ISSN: 1945-7111. DOI: 10.1149/1.2086930 (siehe S. 31).
- [160] W. P. Maszara. „Silicon-On-Insulator by Wafer Bonding. A Review“. In: *Journal of The Electrochemical Society* 138 (1 1991), S. 341. ISSN: 1945-7111. DOI: 10.1149/1.2085575 (siehe S. 31).

- [161] M. A. Schmidt. „Wafer-to-wafer bonding for microstructure formation“. In: *Proceedings of the IEEE* 86 (8 1998), S. 1575–1585. ISSN: 00189219. DOI: 10.1109/5.704262 (siehe S. 31).
- [162] S. Mack, H. Baumann, U. Gösele, H. Werner und R. Schlögl. „Analysis of Bonding-Related Gas Enclosure in Micromachined Cavities Sealed by Silicon Wafer Bonding“. In: *Journal of The Electrochemical Society* 144 (3 1997), S. 1106–1111. ISSN: 1945-7111. DOI: 10.1149/1.1837540 (siehe S. 38).
- [163] O. Kozlova, S. Guérandel und E. de Clercq. „Temperature and pressure shift of the Cs clock transition in the presence of buffer gases Ne, N₂, Ar“. In: *Phys. Rev. A* 83 (6 2011), S. 062714. DOI: 10.1103/PhysRevA.83.062714 (siehe S. 43).
- [164] H. Nishino, M. Toda, Y. Yano, M. Kajita, T. Ido, M. Hara und T. Ono. „A Reflection Type Vapor Cell Based on Local Anodic Bonding of 45 Mirrors for Micro Atomic Clocks“. In: *2019 20th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems & Eurosensors XXXIII (TRANSDUCERS & EUROSENSORS XXXIII)*. IEEE, 2019. DOI: 10.1109/transducers.2019.8808772 (siehe S. 45).
- [165] M. A. Perez, U. Nguyen, S. Knappe, E. A. Donley, J. Kitching und A. M. Shkel. „Rubidium vapor cell with integrated Bragg reflectors for compact atomic MEMS“. In: *Sensors and Actuators A: Physical* 154 (2 2009), S. 295–303. ISSN: 0924-4247. DOI: 10.1016/j.sna.2009.06.001 (siehe S. 45).
- [166] R. Han, Z. You, F. Zhang, H. Xue und Y. Ruan. „Microfabricated Vapor Cells with Reflective Sidewalls for Chip Scale Atomic Sensors“. In: *Micromachines* 9 (4 2018), S. 175. DOI: 10.3390/mi9040175 (siehe S. 45).
- [167] J. Kitching. „Compact atomic magnetometer and gyroscope based on a diverging laser beam“. Pat. John Kitching (siehe S. 45).
- [168] R. Chutani, V. Maurice, N. Passilly, C. Gorecki, R. Boudot, M. Abdel H., P. Abbé, S. Galliou, J.-Y. Rauch und E. de Clercq. „Laser light routing in an elongated micromachined vapor cell with diffraction gratings for atomic clock applications“. In: *Scientific Reports* 5 (1 2015), S. 1–12. ISSN: 2045-2322. DOI: 10.1038/srep14001 (siehe S. 45).

- [169] S. Li, P. Vachaspati, D. Sheng, N. Dural und M. V. Romalis. „Optical rotation in excess of 100 rad generated by Rb vapor in a multipass cell“. In: *Physical Review A* 84 (6 2011). ISSN: 1050-2947. DOI: 10.1103/physreva.84.061403 (siehe S. 45).
- [170] M. Hirashima und M. Asano. *Effects of Caesium Vapour upon Target Glass of Image Orthicon*. Photo-Electronic Image Devices, Proceedings of the Third Symposium. Elsevier, 1966. 651–660. ISBN: 9780120145225. DOI: 10.1016/S0065-2539(08)61694-7 (siehe S. 45).
- [171] B. Busse und K. G. Weil. „Existenz und Bindungsenergie des Caesiumaurid-Moleküls“. In: *Angewandte Chemie* 91 (8 1979), S. 664–665. ISSN: 1521-3757. DOI: 10.1002/ange.19790910825 (siehe S. 45).
- [172] M. Polyanskiy. *Refractive index database*. URL: <https://refractiveindex.info> (siehe S. 45).
- [173] D. E. Aspnes und A. A. Studna. „Dielectric functions and optical parameters of Si, Ge, GaP, GaAs, GaSb, InP, InAs, and InSb from 1.5 to 6.0 eV“. In: *Physical Review B* 27 (2 1983), S. 985–1009. ISSN: 0163-1829. DOI: 10.1103/PhysRevB.27.985 (siehe S. 45).
- [174] P. B. Johnson und R. W. Christy. „Optical Constants of the Noble Metals“. In: *Physical Review B* 6 (12 1972), S. 4370–4379. ISSN: 0163-1829. DOI: 10.1103/physrevb.6.4370 (siehe S. 45).
- [175] A. D. Rakić. „Algorithm for the determination of intrinsic optical constants of metal films. Application to aluminum“. In: *Applied Optics* 34 (22 1995), S. 4755. ISSN: 0003-6935. DOI: 10.1364/AO.34.004755 (siehe S. 45).
- [176] M. A. Green. „Self-consistent optical parameters of intrinsic silicon at 300K including temperature coefficients“. In: *Solar Energy Materials and Solar Cells* 92 (11 2008), S. 1305–1310. ISSN: 0927-0248. DOI: 10.1016/j.solmat.2008.06.009 (siehe S. 45).
- [177] K. McPeak, J. Sriharsha, S. Kress und S. Meyer. „Plasmonic Films Can Easily Be Better. Rules and Recipes“. In: *ACS photonics* 2015 (2 2015), S. 326–333. DOI: 10.1021/ph5004237 (siehe S. 45).

- [178] G. Kienast, J. Verma und W. Klemm. „Das Verhalten der Alkalimetalle zu Kupfer, Silber und Gold“. In: *Zeitschrift für anorganische und allgemeine Chemie* 310 (3 1961), S. 143–169. ISSN: 1521-3749. DOI: 10.1002/zaac.19613100304 (siehe S. 45).
- [179] V. Schultze, B. Schillig, R. IJsselsteijn, T. Scholtes, S. Woetzel und R. Stolz. „An Optically Pumped Magnetometer Working in the Light-Shift Dispersed Mz Mode“. In: *Sensors* 17 (3 2017), S. 561. ISSN: 1424-8220. DOI: 10.3390/s17030561 (siehe S. 52).
- [180] P. Voigt. „Plasmagestützte Atomlagenabscheidung von Nanolaminaten für Anti-reflexbeschichtungen (Bachelorarbeit). -Prozessdesign und Schichtcharakterisierung“. Zwickau: Westsächsische Hochschule Zwickau, 2017 (siehe S. 53).
- [181] L. Warzemann, J. Schambach, V. Zakosarenko, K. Bluthner, K. H. Berthel, R. Stolz und P. Weber. „Integrated LTS gradiometer-SQUIDs“. In: *Applied Superconductivity* 1995 (148 1995), S. 1613–1616 (siehe S. 59).
- [182] C. Nico, T. Monteiro und M.P.F. Graça. „Niobium oxides and niobates physical properties. Review and prospects“. In: *Progress in Materials Science* 80 (2016), S. 1–37. ISSN: 0079-6425. DOI: 10.1016/j.pmatsci.2016.02.001 (siehe S. 59).
- [183] M. W. Moon, H. M. Jensen, J. W. Hutchinson, K. H. Oh und A. G. Evans. „The characterization of telephone cord buckling of compressed thin films on substrates“. In: *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 50 (11 2002), S. 2355–2377. ISSN: 0022-5096. DOI: 10.1016/s0022-5096(02)00034-0 (siehe S. 63).
- [184] H. R. Shanks, P. D. Maycock, P. H. Sidles und G. C. Danielson. „Thermal Conductivity of Silicon from 300 to 1400K“. In: *Physical Review* 130 (5 1963), S. 1743–1748. DOI: 10.1103/PhysRev.130.1743 (siehe S. 70).
- [185] S. Köthe. *BOROFLOAT 33. Thermische Spezifikationen*. Hrsg. von Präzisions Glas & Optik GmbH. 2023. URL: <https://www.pgo-online.com/de/borofloat.html> (besucht am 07.06.2023) (siehe S. 70).

- [186] M. Keller. „Optische und elektrische Eigenschaften von ALD-deponierten ZNO:Al-Schichten für nanowires-Solarzellen“. Bachelorarbeit. Jena: Ernst-Abbe-Fachhochschule Jena, 2013 (siehe S. 72).

Abbildungsverzeichnis

1	Links eine manuell mithilfe des Glasblasens hergestellte Zelle und rechts eine Zelle unter Nutzung von MEMS-Technologien (©Leibniz-IPHT/Sven Döring)	6
2	Feinstruktur und Hyperfeinstruktur der Energieniveaus $6^2S_{1/2}$ und 6^2P_J von ^{133}Cs	10
3	Hyperfeinstruktur der Energieniveaus 6S und 6P (links) und Zeeman-Niveaus der $^6S_{1/2}$ und $^6P_{1/2}$ Energieniveaus mit Angabe der Energiedifferenzen.	11
4	Darstellung Hyperfeinstruktur mit optischen Übergängen von $F = 4$ zu $F' = 3$ in ^{133}Cs und Dunkelzuständen, letztere gekennzeichnet durch mit roten Kreuzen markierten Pfeilen.	13
5	Schematischer Aufbau eines OPM.	16
6	Schematische Darstellung des Ätzprozesses von Silizium.	23
7	Schematische Darstellung der Unterätzung einer Ätzmaske durch HF.	25
8	Transmission und Reflexion von 0,7 mm starkem Borofloat33, gemessen mit einem konfokal Spektrometer Olympus USPM.	29
9	Verwendete Designs für Alkalidampfcellen.	34
10	Übersicht über die Zellherstellung, Grafik nach [131].	35
11	Übersicht über die Zellherstellung nach Vereinzelung, oben Draufsicht, unten Querschnitt. Links nach Vereinzeln, Mitte während der Photolyse, rechts nach der Photolyse mit zu Caesium reagiertem Caesiumazid.	36
12	Links: Geöffneter Bonder mit Kolben (rot markiert), Rechts: Bondchuck mit Abstandshaltern (rot markiert).	37
13	Prozessparameter erste Bondung, Übersicht.	38
14	Schematische Darstellung elektrischer Aufbau erste Bondung.	38
15	Prozessparameter erste Bondung, Ausschnitt, die obere Zeitachse übereinstimmend mit Abbildung 13.	39
16	Schematische Darstellung der elektrischen Ankontaktierung einer zweiten Bondung.	40
17	Prozessparameter zweite Bondung, Übersicht.	41
18	Prozessparameter zweite Bondung, Ausschnitt, die obere Zeitachse übereinstimmend mit der in Abbildung 17.	42
19	Links: Aufsicht Aufbau zur Zellcharakterisierung Rechts: Beispielmessung.	43

20	Konzeptbild der Reflexionen in verschiedenen Spiegelkonfigurationen. Die Zelle wird aus einem Si-Körper (schwarz) mit zwei BFG-Deckeln (grau) gebildet.	45
21	Schematische Darstellung Probenherstellung.	46
22	Vereinzelter 4-Zoll-Wafer mit Schutzlack.	48
23	Mikroskopieaufnahmen der Rückseite einer Zelle ohne Passivierung vor (links) und nach (rechts) dem Zersetzen und Lagern bei 80 °C.	49
24	Fotografien der Rückseite von Zellen vor dem Zersetzen (links), nach dem Zersetzen und Lagern bei 80 °C ohne (Mitte) und mit Passivierung (rechts). 49	49
25	Mikroskopieaufnahmen der Rückseite einer Zelle mit Passivierung vor (links) und nach (rechts) dem Zersetzen und Lagern bei 80 °C.	50
26	Optische Spektren von Goldspiegeln im Vergleich mit Glas ohne (links) und mit (rechts) Passivierung	51
27	Schematische Darstellung AR-Schichten für einen durch eine Zelle tretenden Laserstrahl.	52
28	Vergleich optischer Spektren, links: volles Spektrum rechts: Bereich um 900 nm vergrößert.	54
29	Änderung der Reflektivität im relevanten Wellenlängenbereich durch den Schritt des anodischen Bondens.	54
30	Anodisch gegen eine Siliziumstruktur mit optischen Fenstern gebondeter, mit AR-Schicht versehener 4-Zoll-Glaswafer.	55
31	Design für Heizwiderstände für vorliegende Tests	57
32	Thermische Simulation einer Zelle vom Typ 3, verwendet wurde Solid works, geheizt wird an den metallischen Leiterbahnen.	58
33	Heiztest Niob, aktiv (schwarz) und passiv (rot)	60
34	Lichtmikroskopaufnahme einer Niob-Heizstruktur nach aktivem Heizen. .	61
35	Fotografien (oben) und Lichtmikroskopaufnahmen (unten) von Niobstrukturen nach anodischem Bond-Prozess. Links: direkt nach Ausbau, Mitte: 48 Stunden nach Ausbau, rechts: 120 Stunden nach Ausbau. Die Bereiche innerhalb der roten Kreise sind in den Mikroskopieaufnahmen jeweils darunter dargestellt.	62
36	REM-Aufnahmen von Defekten der Niob-Struktur.	63
37	EDX-Messung Niobstruktur.	64
38	Heiztest AuPd, aktiv und passiv.	65

39	Lichtmikroskopieaufnahmen einer AuPd-Heizwiderstandsstruktur vor Bondungen (links), nach der ersten, vor der zweiten Bondung (Mitte) und nach der zweiten Bondung (rechts).	66
40	Lichtmikroskopieaufnahme einer Heizstruktur aus AuPd nach dem zweiten anodischen Bond.	67
41	Lichtmikroskopieaufnahmen verschiedener Vergrößerungen eines AuPd-Heizelements mit Defekten.	67
42	REM-Bilder der Defekte in AuPd.	68
43	Vergleich Bondung ohne (links) und mit (rechts) Passivierungswafer. . . .	69
44	IR-Aufnahme einer heißen Zelle vom Typ 3 (links) und zugehörige Messdaten in der Tabelle rechts.	70
45	Optisches Spektrum von AZO, gemessen mit Jasco V-670.	73
46	Passiver Heiztest AZO.	74
47	Optisches Spektrum ITO, gemessen mit einem Jasco V-670.	75
48	Passiver Heiztest ITO.	76
49	Aktiver Heiztest ITO.	77
50	Einfluss Excimerlaser auf ITO-Schicht.	78
51	Links Zelle vom Typ 1, rechts Zelle vom Typ 1 mit ITO, Goldkontakten und elektrischer Ankontaktierung auf Glasplatte aufgeklebt.	79
52	Oben: Infrarot-Aufnahmen einer aktiv geheizten Zelle von Typ 1 Frontalansicht (links) und Draufsicht (rechts). Unten: Fotografien einer Zelle von Typ 1 zu Beginn und nach 41 Minuten nach Start des aktiven Heizprozesses.	80
53	Links Zelle vom Typ 4, rechts Zelle vom Typ 4 mit beidseitiger ITO-Beschichtung, Goldkontakten und elektrischer Ankontaktierung.	81
54	Oben links IR-Aufnahme von heißer Zelle vom Typ 4, oben rechts Foto einer zelle von Typ 4 vor dem aktiven Heizen, unten links eine Vergrößerung der Bereiche in denen Caesium kondensiert ist, unten rechts Zelle vom Typ 4 nach 30 Minuten aktivem Heizprozess bei 85°C.	82
55	Schematische Darstellung Probenherstellung ICP-Ätzen.	83
56	Gold abgeschieden in Gräben, die mit ICP-Prozess geätzt wurden.	84
57	REM-Aufnahmen einer Heizstruktur aus Gold, links ein SE-Bild rechts ein BSE-Bild.	84
58	SE-Bild und BSE-Bild einer abgelösten Goldschicht.	85
59	SE-Bild unter 45° einer abgelösten Goldstruktur.	86
60	Schematische Darstellung Probenherstellung HF-Ätzen.	87

61	Links: In HF-Gräben abgeschiedener Heizwiderstand aus Metall. Rechts: Nahaufnahme des Randbereichs der Heizstrukturen.	88
62	Anodisch gebondete, in Gräben abgeschiedene Heizstruktur.	89
63	Gebondete Wafer Gruppe 3.	90

Tabellenverzeichnis

1	Übersicht über die Eigenschaften verschiedener Alkalimetalle [86].	18
2	Übersicht über Zelldesigns und die Siliziumstrukturierung.	34
3	Übersicht über Reflektivitäten (Werte von [172], ursprüngliche Quellen [173–177]) bei 100 nm Schichtdicke und Reaktivität mit Caesium [178] . .	45

Ehrenwörtliche Erklärung

Hiermit erkläre ich ehrenwörtlich,

1. dass mir die geltende Promotionsordnung bekannt ist;
2. dass ich die Dissertation selbst angefertigt habe, keine Textabschnitte eines Dritten oder eigener Prüfungsarbeiten ohne Kennzeichnung übernommen und alle von mir benutzten Hilfsmittel, persönlichen Mitteilungen und Quellen in meiner Arbeit angegeben habe;
3. dass bei der Auswahl und Auswertung folgenden Materials mich die nachstehend aufgeführten Personen in der jeweils beschriebenen Weise unterstützt haben:
 - a) Die thermische Simulation der Zelle von Typ 3 wurde von Dr Gregor Oelsner durchgeführt.
 - b) Bei der Herstellung der Substrate haben mit die Kolleg:innen des Kompetenzzentrums für Mikro- und Nanotechnologie des Leibniz-IPHT unterstützt. ICP-Ätzprozesse, HF-Ätzen, Lithografie, Kathodenzerstäubung, thermisches Verdampfen, sowie Atomlagenabscheidung wurden durch Kolleg:innen dieser Technologiegruppe durchgeführt. Auch analytische Untersuchungen wie REM- und EDX-Aufnahmen, sowie Präparation mittels FIB-Schnitt wurden von den Kolleg:innen dieser Technologiegruppe durchgeführt.
 - c) Die Abscheidung von ITO mittels Kathodenzerstäubung wurde von Dr. Henrik Schneidewind durchgeführt.
 - d) Das Vereinzeln von MEMS-Zellen, das Aufbringen von Leiterplatten, sowie das Drahtbonds wurde von Heike Schneider durchgeführt.
4. dass die Hilfe einer kommerziellen Promotionsvermittlerin/eines kommerziellen Promotionsvermittlers nicht in Anspruch genommen wurde und dass Dritte weder unmittelbar noch mittelbar geldwerte Leistungen für Arbeiten erhalten haben, die im Zusammenhang mit dem Inhalt der vorgelegten Dissertation stehen;

5. dass die Dissertation noch nicht als Prüfungsarbeit für eine staatliche oder andere wissenschaftliche Prüfung eingereicht wurde;

6. dass eine gleiche, eine in wesentlichen Teilen ähnliche oder eine andere Abhandlung bei einer anderen Hochschule als Dissertation nicht eingereicht wurde.

Ort, Datum, Unterschrift

Danksagung

Ohne die verschiedensten Menschen in meinem Umfeld wäre ich nicht dazu imstande gewesen, diese Doktorarbeit zu schreiben.

Allen voran möchte ich meinem Universitätsbetreuer apl. Prof Frank Schmidl für die Betreuung meiner Dissertation danken.

Ich danke meinen Kolleg:innen aus meiner Abteilung, dass ich mich immer willkommen gefühlt habe. Aus meiner Abteilung gebührt mein Dank vor allem Prof Dr. Ronny Stolz, ohne den ich die Möglichkeit nie gehabt hätte, mich den fragestellungen innerhalb dieser Arbeit widmen zu können, sowie für die allzeit offene Tür für mich und meine Ideen. Außerdem möchte ich Dr. Theo Scholtes dafür danken, mich nicht nur betreut und angeleitet zu haben, sondern auch für die vielen Stunden, in denen ich mit ihm über die verschiedensten Aspekte und Details meiner Untersuchungen und Pläne diskutieren konnte.

Ich danke Heike Schneide, Anne Weber und Marion Sondermann für die AVT-Arbeiten, vor allem "wenn es mal schnell gehen" musste.

Ich möchte meinem Betreuer Dr. Gabriel Zieger danken, der mich nicht nur in Arbeiten betreut hat, die es fachlich leider nicht in diese Arbeit geschafft haben, sondern mir auch andere Aspekte der Arbeit als Wissenschaftler:in gezeigt hat und mir oft Gelegenheiten für neue Blickwinkel gab.

Ich danke den Kolleg:innen aus dem Reinraum und der Instrumentellen Analytik, ohne deren Arbeit in der Lithografie, der Beschichtung und der Analyse meiner Schichten und Zellen diese Arbeit nicht hätte realisiert werden können. Ich möchte meinen Doktorandengeschwistern Dr. Leonie Kaczmarek, Dr. Philipp Lorenz und Tino Fremberg danken, danke, dass ihr mich unterstützt habt und mir ein Lächeln abgerungen habt, auch wenn das Xte Experiment daneben ging.

Zu guter Letzt möchte ich mich ganz herzlich bei meiner Familie und meinen Freund:innen bedanken, bei meiner Freundin, sowie Gizmo und Sammy, vielen Dank für die Unterstützung und Kraft, die ihr mir all die Jahre gegeben habt.