

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

Synthetic quartz crystal – Specifications and guidelines for use

Cristal de quartz synthétique – Spécifications et lignes directrices d'utilisation

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60758:2016



THIS PUBLICATION IS COPYRIGHT PROTECTED

Copyright © 2016 IEC, Geneva, Switzerland

All rights reserved. Unless otherwise specified, no part of this publication may be reproduced or utilized in any form or by any means, electronic or mechanical, including photocopying and microfilm, without permission in writing from either IEC or IEC's member National Committee in the country of the requester. If you have any questions about IEC copyright or have an enquiry about obtaining additional rights to this publication, please contact the address below or your local IEC member National Committee for further information.

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'IEC ou du Comité national de l'IEC du pays du demandeur. Si vous avez des questions sur le copyright de l'IEC ou si vous désirez obtenir des droits supplémentaires sur cette publication, utilisez les coordonnées ci-après ou contactez le Comité national de l'IEC de votre pays de résidence.

IEC Central Office
3, rue de Varembe
CH-1211 Geneva 20
Switzerland

Tel.: +41 22 919 02 11
Fax: +41 22 919 03 00
info@iec.ch
www.iec.ch

About the IEC

The International Electrotechnical Commission (IEC) is the leading global organization that prepares and publishes International Standards for all electrical, electronic and related technologies.

About IEC publications

The technical content of IEC publications is kept under constant review by the IEC. Please make sure that you have the latest edition, a corrigenda or an amendment might have been published.

IEC Catalogue - webstore.iec.ch/catalogue

The stand-alone application for consulting the entire bibliographical information on IEC International Standards, Technical Specifications, Technical Reports and other documents. Available for PC, Mac OS, Android Tablets and iPad.

IEC publications search - www.iec.ch/searchpub

The advanced search enables to find IEC publications by a variety of criteria (reference number, text, technical committee,...). It also gives information on projects, replaced and withdrawn publications.

IEC Just Published - webstore.iec.ch/justpublished

Stay up to date on all new IEC publications. Just Published details all new publications released. Available online and also once a month by email.

Electropedia - www.electropedia.org

The world's leading online dictionary of electronic and electrical terms containing 20 000 terms and definitions in English and French, with equivalent terms in 16 additional languages. Also known as the International Electrotechnical Vocabulary (IEV) online.

IEC Glossary - std.iec.ch/glossary

65 000 electrotechnical terminology entries in English and French extracted from the Terms and Definitions clause of IEC publications issued since 2002. Some entries have been collected from earlier publications of IEC TC 37, 77, 86 and CISPR.

IEC Customer Service Centre - webstore.iec.ch/csc

If you wish to give us your feedback on this publication or need further assistance, please contact the Customer Service Centre: csc@iec.ch.

A propos de l'IEC

La Commission Electrotechnique Internationale (IEC) est la première organisation mondiale qui élabore et publie des Normes internationales pour tout ce qui a trait à l'électricité, à l'électronique et aux technologies apparentées.

A propos des publications IEC

Le contenu technique des publications IEC est constamment revu. Veuillez vous assurer que vous possédez l'édition la plus récente, un corrigendum ou amendement peut avoir été publié.

Catalogue IEC - webstore.iec.ch/catalogue

Application autonome pour consulter tous les renseignements bibliographiques sur les Normes internationales, Spécifications techniques, Rapports techniques et autres documents de l'IEC. Disponible pour PC, Mac OS, tablettes Android et iPad.

Recherche de publications IEC - www.iec.ch/searchpub

La recherche avancée permet de trouver des publications IEC en utilisant différents critères (numéro de référence, texte, comité d'études,...). Elle donne aussi des informations sur les projets et les publications remplacées ou retirées.

IEC Just Published - webstore.iec.ch/justpublished

Restez informé sur les nouvelles publications IEC. Just Published détaille les nouvelles publications parues. Disponible en ligne et aussi une fois par mois par email.

Electropedia - www.electropedia.org

Le premier dictionnaire en ligne de termes électroniques et électriques. Il contient 20 000 termes et définitions en anglais et en français, ainsi que les termes équivalents dans 16 langues additionnelles. Egalement appelé Vocabulaire Electrotechnique International (IEV) en ligne.

Glossaire IEC - std.iec.ch/glossary

65 000 entrées terminologiques électrotechniques, en anglais et en français, extraites des articles Termes et Définitions des publications IEC parues depuis 2002. Plus certaines entrées antérieures extraites des publications des CE 37, 77, 86 et CISPR de l'IEC.

Service Clients - webstore.iec.ch/csc

Si vous désirez nous donner des commentaires sur cette publication ou si vous avez des questions contactez-nous: csc@iec.ch.

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

Synthetic quartz crystal – Specifications and guidelines for use

Cristal de quartz synthétique – Spécifications et lignes directrices d'utilisation

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

ICS 31.140

ISBN 978-2-8322-5053-2

Warning! Make sure that you obtained this publication from an authorized distributor. Attention! Veuillez vous assurer que vous avez obtenu cette publication via un distributeur agréé.
--

CONTENTS

FOREWORD.....	6
INTRODUCTION.....	8
1 Scope.....	9
2 Normative references	9
3 Terms and definitions	9
4 Specification for synthetic quartz crystal.....	13
4.1 Standard values.....	13
4.1.1 Shape of synthetic quartz for optical applications	13
4.1.2 Orientation of the seed	13
4.1.3 Inclusion density.....	13
4.1.4 Striae in synthetic quartz for optical applications	14
4.1.5 Infrared quality indications of α_3 500 and α_3 585 for piezoelectric applications	14
4.1.6 Grade classification by α value and Schlieren method for optical applications	15
4.1.7 Frequency-temperature characteristics of synthetic quartz for piezoelectric applications.....	15
4.1.8 Etch channel density ρ	15
4.1.9 Internal transmittance for optical applications	16
4.2 Requirements and measuring methods	17
4.2.1 Orientation.....	17
4.2.2 Handedness	18
4.2.3 Synthetic quartz crystal dimensions	18
4.2.4 Seed dimensions	19
4.2.5 Imperfections.....	19
4.2.6 Evaluation of infrared quality by α measurement	22
4.2.7 Frequency versus temperature characteristics for piezoelectric applications.....	24
4.2.8 Striae in synthetic quartz for optical applications	25
4.2.9 Growth band in synthetic quartz for optical applications.....	25
4.2.10 Etch channel density	26
4.2.11 Internal transmittance for optical applications	27
4.3 Marking.....	27
4.3.1 General	27
4.3.2 Shipping requirements.....	28
5 Specification for lumbered synthetic quartz crystal	28
5.1 Standard values.....	28
5.1.1 Tolerance of dimensions.....	28
5.1.2 Reference surface flatness	29
5.1.3 Angular tolerance of reference surface	29
5.1.4 Centrality of the seed.....	30
5.2 Requirements and measuring methods	31
5.2.1 As-grown quartz bars used for lumbered quartz bars	31
5.2.2 Dimensions of lumbered synthetic quartz crystal.....	31
5.2.3 Identification on reference surface	31
5.2.4 Measurement of reference surface flatness	31
5.2.5 Measurement of reference surface angle tolerance.....	31

5.2.6	Centrality of the seed.....	31
5.3	Delivery conditions.....	32
5.3.1	General	32
5.3.2	Marking	32
5.3.3	Packing	32
5.3.4	Making batch	32
6	Inspection rule for synthetic quartz crystal and lumbered synthetic quartz crystal	32
6.1	Inspection rule for as-grown synthetic quartz crystal	32
6.1.1	Inspection.....	32
6.1.2	Lot-by-lot test	32
6.2	Inspection rule for lumbered synthetic quartz crystal	33
6.2.1	General	33
6.2.2	Lot-by-lot test	34
7	Guidelines for the use of synthetic quartz crystal for piezoelectric applications.....	34
7.1	General.....	34
7.1.1	Overview	34
7.1.2	Synthetic quartz crystal	34
7.2	Shape and size of synthetic quartz crystal	35
7.2.1	Crystal axis and face designation	35
7.2.2	Seed.....	36
7.2.3	Shapes and dimensions.....	36
7.2.4	Growth zones	37
7.3	Standard method for evaluating the quality of synthetic quartz crystal.....	37
7.4	Other methods for checking the quality of synthetic quartz crystal.....	38
7.4.1	General	38
7.4.2	Visual inspection	38
7.4.3	Infrared radiation absorption method	38
7.4.4	Miscellaneous.....	39
7.5	α grade for piezoelectric quartz.....	40
7.6	Optional grading (only as ordered), in inclusions, etch channels, Al content.....	40
7.6.1	Inclusions	40
7.6.2	Etch channels.....	40
7.6.3	Al content	40
7.6.4	Swept quartz	41
7.7	Ordering	42
Annex A (informative)	Frequently used sampling procedures	43
A.1	Complete volume counting	43
A.2	Commodity Y-bar sampling – Method 1	43
A.3	Commodity Y-bar sampling – Method 2	43
A.4	Use of comparative standards for 100 % crystal inspection	44
Annex B (informative)	Numerical example	45
Annex C (informative)	Example of reference sample selection	46
Annex D (informative)	Explanations of point callipers	47
Annex E (informative)	Infrared absorbance α value compensation	48
E.1	General.....	48
E.2	Sample preparation, equipment set-up and measuring procedure	48
E.2.1	General	48
E.2.2	Sample preparation	48

E.2.3	Equipment set-up	48
E.2.4	Measurement procedure	49
E.3	Procedure to establish correction terms	49
E.4	Calculation of compensated (corrected) absorbance values	51
Annex F (informative)	Differences of the orthogonal axial system for quartz between IEC standard and IEEE standard	52
Annex G (informative)	α value measurement consistency between dispersive infrared spectrometer and fourier transform infrared spectrometer	54
G.1	General.....	54
G.2	Experiment	54
G.3	Experimental result.....	55
Bibliography.....		58
Figure 1	Quartz crystal axis and cut direction.....	17
Figure 2	Idealized sections of a synthetic quartz crystal grown on a Z-cut seed	19
Figure 3	Typical example of cutting wafers of AT-cut plate, minor rhombohedral-cut plate, X-cut plate, Y-cut plate and Z-cut plate	21
Figure 4	Frequency-temperature characteristics deviation rate of the test specimen	25
Figure 5	Typical schlieren system setup.....	25
Figure 6	Lumbered synthetic quartz crystal outline and dimensions along X-, Y- and Z-axes	29
Figure 7	Angular deviation for reference surface.....	30
Figure 8	Centrality of the seed with respect to the dimension along the Z- or Z'-axis.....	31
Figure 9	Quartz crystal axis and face designation	36
Figure 10	Synthetic quartz crystal grown on a Z-cut seed of small X-dimensions	37
Figure 11	Example of a relation between the α value and the Q value at wave number $3\,500\text{ cm}^{-1}$	39
Figure D.1	Point callipers.....	47
Figure D.2	Digital point callipers	47
Figure E.1	Schematic of measurement set-up	49
Figure E.2	Graph relationship between averaged α and measured α at two wave numbers of $\alpha_{3\,500}$ and $\alpha_{3\,585}$	50
Figure F.1	Left- and right-handed quartz crystals	53
Figure G.1	Relationship of α between measuring value and reference value	57
Table 1	Inclusion density grades for piezoelectric applications.....	14
Table 2	Inclusion density grades for optical applications	14
Table 3	Infrared absorbance coefficient grades for piezoelectric applications.....	14
Table 4	Infrared absorbance coefficient grades and Schlieren method for optical applications	15
Table 5	Etch channel density grades for piezoelectric applications	16
Table 6	Test conditions and requirements for the lot-by-lot test for group A	33
Table 7	Test conditions and requirements for the lot-by-lot test for group B	33
Table 8	Test conditions and requirements for the lot-by-lot test.....	34
Table B.1	Commodity bar sampling, method 1	45
Table B.2	Commodity bar sampling.....	45

Table E.1 – Example of calibration data at α_3 585	50
Table E.2 – Example of calibration data at α_3 500	50

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60758:2016

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

SYNTHETIC QUARTZ CRYSTAL – SPECIFICATIONS AND GUIDELINES FOR USE

FOREWORD

- 1) The International Electrotechnical Commission (IEC) is a worldwide organization for standardization comprising all national electrotechnical committees (IEC National Committees). The object of IEC is to promote international co-operation on all questions concerning standardization in the electrical and electronic fields. To this end and in addition to other activities, IEC publishes International Standards, Technical Specifications, Technical Reports, Publicly Available Specifications (PAS) and Guides (hereafter referred to as "IEC Publication(s)"). Their preparation is entrusted to technical committees; any IEC National Committee interested in the subject dealt with may participate in this preparatory work. International, governmental and non-governmental organizations liaising with the IEC also participate in this preparation. IEC collaborates closely with the International Organization for Standardization (ISO) in accordance with conditions determined by agreement between the two organizations.
- 2) The formal decisions or agreements of IEC on technical matters express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the relevant subjects since each technical committee has representation from all interested IEC National Committees.
- 3) IEC Publications have the form of recommendations for international use and are accepted by IEC National Committees in that sense. While all reasonable efforts are made to ensure that the technical content of IEC Publications is accurate, IEC cannot be held responsible for the way in which they are used or for any misinterpretation by any end user.
- 4) In order to promote international uniformity, IEC National Committees undertake to apply IEC Publications transparently to the maximum extent possible in their national and regional publications. Any divergence between any IEC Publication and the corresponding national or regional publication shall be clearly indicated in the latter.
- 5) IEC itself does not provide any attestation of conformity. Independent certification bodies provide conformity assessment services and, in some areas, access to IEC marks of conformity. IEC is not responsible for any services carried out by independent certification bodies.
- 6) All users should ensure that they have the latest edition of this publication.
- 7) No liability shall attach to IEC or its directors, employees, servants or agents including individual experts and members of its technical committees and IEC National Committees for any personal injury, property damage or other damage of any nature whatsoever, whether direct or indirect, or for costs (including legal fees) and expenses arising out of the publication, use of, or reliance upon, this IEC Publication or any other IEC Publications.
- 8) Attention is drawn to the Normative references cited in this publication. Use of the referenced publications is indispensable for the correct application of this publication.
- 9) Attention is drawn to the possibility that some of the elements of this IEC Publication may be the subject of patent rights. IEC shall not be held responsible for identifying any or all such patent rights.

International Standard IEC 60758 has been prepared by IEC technical committee 49: Piezoelectric, dielectric and electrostatic devices and associated materials for frequency control, selection and detection.

This bilingual version (2017-11) corresponds to the monolingual English version, published in 2016-05.

This fifth edition cancels and replaces the fourth edition, published in 2008. This edition constitutes a technical revision.

This edition includes the following significant technical changes with respect to the previous edition:

- order rearrangement and review of terms and definitions;
- abolition as a standard of the infrared absorbance coefficient $\alpha_{3\ 410}$;
- addition of the α value measurement explanation by FT-IR equipment in annex;
- addition of the synthetic quartz crystal standards for optical applications.

The text of this standard is based on the following documents:

FDIS	Report on voting
49/1185/FDIS	49/1190/RVD

Full information on the voting for the approval of this standard can be found in the report on voting indicated in the above table.

The French version of this standard has not been voted upon.

This publication has been drafted in accordance with the ISO/IEC Directives, Part 2.

The committee has decided that the contents of this publication will remain unchanged until the stability date indicated on the IEC website under "<http://webstore.iec.ch>" in the data related to the specific publication. At this date, the publication will be

- reconfirmed,
- withdrawn,
- replaced by a revised edition, or
- amended.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60758:2016

INTRODUCTION

The reason for adding synthetic quartz crystal for optical application to this International Standard is as follows.

Quartz crystal produced for optical applications is produced by many of the same suppliers manufacturing quartz for electronic applications. The equipment and methods to produce optical quartz are similar to those used in the production of electronic quartz. Also, with a few exceptions the characterization methods of electronic and optical material are similar. Therefore, IEC 60758 serves as the proper basis for including addenda related to quartz crystal for optical applications.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60758:2016

SYNTHETIC QUARTZ CRYSTAL – SPECIFICATIONS AND GUIDELINES FOR USE

1 Scope

This International Standard applies to synthetic quartz single crystals intended for manufacturing piezoelectric elements for frequency control, selection and optical applications.

2 Normative references

The following documents, in whole or in part, are normatively referenced in this document and are indispensable for its application. For dated references, only the edition cited applies. For undated references, the latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

IEC 60068-1:2013, *Environmental testing – Part 1: General and guidance*

IEC 60122-1:2002, *Quartz crystal units of assessed quality – Part 1: Generic specification*

IEC 60410, *Sampling plans and procedures for inspection by attributes*

IEC 61994 (all parts), *Piezoelectric and dielectric devices for frequency control and selection – Glossary*

3 Terms and definitions

For the purposes of this document, the terms and definitions given in IEC 61994 and the following apply.

3.1

hydrothermal crystal growth

crystal growth in the presence of water, elevated temperatures and pressures by a crystal growth process believed to proceed geologically within the earth's crust

Note 1 to entry: The industrial synthetic quartz growth processes utilize alkaline water solutions confined within autoclaves at supercritical temperatures (330 °C to 400 °C) and pressures (700 to 2 000 atmospheres).

Note 2 to entry: The autoclave is divided into two chambers: the dissolving chamber, containing raw quartz chips at the higher temperature; the growing chamber, containing cut seeds at the lower temperature (see 7.1.2).

3.2

synthetic quartz crystal

single crystal of α quartz grown by the hydrothermal method

Note 1 to entry: Cultured quartz has the same meaning as synthetic quartz crystal.

3.3

as-grown synthetic quartz crystal

state of synthetic quartz crystal prior to grinding or cutting

3.4

as-grown Y-bar

crystals which are grown by using long stick seed in the Y-direction

3.5

as-grown Z-bar

crystals which are grown by using Z-cut seed

3.6

synthetic quartz crystal batch

synthetic quartz crystals grown at the same time in one autoclave

3.7

seed

rectangular parallelepiped quartz plate or bar to be used as a nucleus for crystal growth

3.8

growth zones

regions of a synthetic quartz crystal resulting from growth along different crystallographic directions

SEE: Figure 2.

3.9

orientation of a synthetic quartz crystal

orientation of the seed of a synthetic quartz crystal with respect to the orthogonal axes specified in 3.7

3.10

orthogonal axial system of α quartz crystal

orthogonal axis system consisting of three axes with a mutually vertical X axis, Y axis and Z axis as illustrated in Figure 1

Note 1 to entry: The z-cut seed may be oriented at an angle of less than 20° to the Y-axis, in this case the axial system becomes X, Y', Z'.

3.11

AT-cut plate

rotated Y-cut crystal plate oriented at an angle of about $+35^\circ$ around the X-axis or about -3° from the z (minor rhombohedral)-face

SEE: Figure 3.

3.12

X-cut plate

crystal plate perpendicular to the X-axis

SEE: Figure 3b.

3.13

Y-cut plate

crystal plate perpendicular to the Y-axis

SEE: Figure 3b.

3.14

Z-cut plate

crystal plate perpendicular to the Z-axis

SEE: Figure 3b.

3.15

z (minor rhombohedral)-cut plate

crystal plate parallel to the z (minor rhombohedral)-face

SEE: Figure 3a.

3.16 dimensions

dimensions pertaining to growth on Z-cut seed rotated less than 20° from the Y-axis

3.17 effective Z-dimension

as-grown effective Z dimension defined as the minimum measure in the Z ($\theta = 0^\circ$) or Z' direction in usable Y or Y' area of an as-grown crystal and described by Z_{eff}

SEE: Figure 2.

3.18 minimum Z-dimension

minimum distance from seed surface to Z-surface described by Z_{min}

SEE: Figure 2d.

3.19 inclusions

any foreign material within a synthetic quartz crystal, visible by examination of scattered light from a bright source with the crystal immersed in a refractive index-matching liquid

Note 1 to entry: A particularly common inclusion is mainly the minerals called acmite and emeleusite.

3.20 seed veil

array of inclusions or voids at the surface of the seed upon which a crystal has been grown

3.21 etch channel

roughly cylindrical void that is present along the dislocation line after etching a quartz crystal

3.22 dopant

additive used in the growth process which may change the crystal habit, chemical composition, physical or electrical properties of the synthetic quartz batch

3.23 pre-dimensioned bar

bar whose as-grown dimensions have been altered by sawing, grinding, lapping, etc., to meet a particular dimensional requirement

3.24 impurity concentration

concentration of impurities relative to silicon atoms

3.25 dislocations

linear defects in the crystal due to misplaced planes of atoms

3.26 autoclave

vessel for the high-pressure and high-temperature condition required for growth of a synthetic quartz crystal

3.27

right-handed quartz or left-handed quartz

handedness of quartz crystal as determined by observing the sense of handedness of the optical rotation in the polarized light

Note 1 to entry: Right-handed quartz is the crystal of dextrorotatory and left-handed quartz is the crystal of levorotary

3.28

twins

two or more same single crystals which are combined together by the low of symmetrical plane or axis

Note 1 to entry: The following twin types have been identified in synthetic quartz crystals:

a) Electrical twins

Quartz crystal in which regions with the common Z-axis exist showing a polarity reversal of the electrical X-axis.

b) Optical twins

Quartz crystal in which regions with the common Z-axis exhibit handedness reversal of the optical Z-axis.

3.29

infrared absorption coefficient α value

coefficient (referred to as the α value) established by determining the relationship between absorption of two wave numbers

Note 1 to entry: One wave number is minimal absorption due to OH impurity, the other is high absorption due to presence of OH impurities in the crystal lattice. The OH impurity creates mechanical loss in resonators and its presence is correlated to the presence of other loss-inducing impurities. The α value is a measure of OH concentration and is correlated with expected mechanical losses due to material impurities.

Note 2 to entry: For the coefficient defined here, the logarithm base 10 is used. The infrared absorption coefficient value α is determined using the following equation:

$$\alpha = \frac{1}{t} \log_{10} \left(\frac{T_1}{T_2} \right)$$

where

α is the infrared absorption coefficient;

t is the thickness of Y-cut sample, in cm;

T_1 is the per cent transmission at a wave number of 3 800 cm^{-1} or 3 979 cm^{-1} ;

T_2 is the per cent transmission at a wave number of 3 500 cm^{-1} , or 3 585 cm^{-1} .

3.30

lumbered synthetic quartz crystal

synthetic quartz crystal whose X- and Z- or Z'- surfaces in the as-grown condition have been processed flat and parallel by sawing, grinding, lapping, etc., to meet specified dimensions and orientation

3.31

reference surface

surface of the lumbered bar prepared to specific flatness and orientation with respect to a crystallographic direction (typically the X-direction)

3.32

synthetic quartz for optical applications

synthetic quartz which satisfies the requirements for the use of optical pickups, optical lowpass filters (OLPF) and wave plates for digital single-lens reflex camera, monitoring camera, digital video camera and optical communication module operating in the 300 nm to 1 700 nm wave length (5 882 cm^{-1} to 33 333 cm^{-1})

3.33**internal transmittance**

internal transmittance which does not include loss of surface refraction

Note 1 to entry: This definition applies to synthetic quartz for optical applications only. Internal transmission values require statement of sample thickness for which the value is calculated, e.g. 2 mm.

3.34**striae**

short range deviations of refractive index in quartz, growing defects in which the refractive index fluctuates with a typical period of fractions of one millimetre to several millimetres

Note 1 to entry: This definition applies to synthetic quartz for optical applications only.

3.35**growth band**

contrasting density band that can be observed in the Y-cut crystal by Schlieren and similar optical method

Note 1 to entry: The cause of this contrast is that elements such as aluminium, sodium, lithium and iron are trapped in the crystal when a crystal is growing.

Note 2 to entry: Larger amounts of trapped impurities typically cause an increase in α .

Note 3 to entry: Growth bands cannot be observed when $\alpha_{3\ 585}$ is less than 0,160 or $\alpha_{3\ 500}$ is less than 0,120.

Note 4 to entry: This definition applies to synthetic quartz for optical applications only.

4 Specification for synthetic quartz crystal**4.1 Standard values****4.1.1 Shape of synthetic quartz for optical applications**

A seed crystal is removed and the growth faces are machined to a specified uniform surface roughness and to a specified flatness with the specified crystallographic orientation.

4.1.2 Orientation of the seed

Standard orientation for the seeds are Z-cuts and rotated X-cuts, minor rhombohedral (z-minor) cut, 1°30' rotated Z-cut, 2° rotated Z-cut, 5° rotated Z-cut, and 8°30' rotated Z-cut, the Z'-axis of the latter three seeds being rotated as shown in Figure 1.

4.1.3 Inclusion density**4.1.3.1 Inclusion density of synthetic quartz for piezoelectric applications**

The inclusion density (measured as in 4.2.5.3) for each grade shall not exceed the figures in any required size range for that grade listed in Table 1.

Table 1 – Inclusion density grades for piezoelectric applications

Grade/size Range µm	Densities per cm ³			
	10-30	>30 to 70	>70 to 100	>100
I a	2	1	0	0
I b	3	2	1	1
I	6	4	2	2
II	9	5	4	3
III	12	8	6	4

Users requiring a grade in only one or more of the size ranges may designate their requirement as the grade followed by the appropriate size range.

4.1.3.2 Inclusion density of synthetic quartz for optical applications

The inclusion density grade of synthetic quartz for optical applications shall be shown at Table 2.

Table 2 – Inclusion density grades for optical applications

Grade/size Range µm	Densities per 100 cm ³
	10 to 100
OPT I	0 to 9
OPT II	10 to 20
OPT III	21 to 39

4.1.4 Striae in synthetic quartz for optical applications

A size, contrasting density and quantity should not exceed a limit sample. A limit sample should be defined between the manufacturer and the user.

4.1.5 Infrared quality indications of $\alpha_{3\ 500}$ and $\alpha_{3\ 585}$ for piezoelectric applications

An infrared extinction coefficient value (α value) of synthetic quartz (measured as in 4.2.6) shall be as listed under the appropriate heading for $\alpha_{3\ 500}$ or $\alpha_{3\ 585}$ in Table 3 for the various grades:

Table 3 – Infrared absorbance coefficient grades for piezoelectric applications

Grade	Maxima		Pre-1987 ^a Q · 10 ⁶ units
	$\alpha_{3\ 500}$	$\alpha_{3\ 585}$	
Aa	0,026	0,015	3,8
A	0,033	0,024	3,0
B	0,045	0,050	2,4
C	0,060	0,069	1,8
D	0,080	0,100	1,4
E	0,120	0,160	1,0

^a These Q values were obtained from α measurements and empirical correlation, and were in common usage prior to 1987. These are included here as the previous labels to maintain continuity through the change in emphasizing α labels. α is the physical measurement now used to control and specify quality in synthetic quartz.

The test limits above either correspond to or are unchanged (except in the cases of grades B and D) from the $\alpha_{3\ 500}$ limits that correspond to the Q value grades listed IEC 60758:1983. This fifth edition of IEC 60758 designated some of the same grades in terms of minimum indicated Q's in 10^6 units, as follows:

Aa = 3,8;

A = 3,0;

B = 2,2 (basis used herein), changed from 2,4 in the 1983 edition;

C = 1,8;

D = 1,4 (revised);

E = 1,0 (the same as the earlier D-grade).

4.1.6 Grade classification by α value and Schlieren method for optical applications

Grade classification is shown at Table 4.

Table 4 – Infrared absorbance coefficient grades and Schlieren method for optical applications

Grade	$\alpha_{3\ 500}$	$\alpha_{3\ 585}$	Schlieren method
OPT A	<0,033	<0,024	–
OPT B	<0,060	<0,069	–
OPT C	<0,120	<0,160	–
OPT D	$\geq 0,120$	$\geq 0,160$	growthband not observed by Schlieren method

4.1.7 Frequency-temperature characteristics of synthetic quartz for piezoelectric applications

The frequency-temperature characteristics of synthetic quartz crystal units shall be assessed by determination of the fractional frequency deviation measured at 15 °C and 35 °C with respect to the series resonance frequency at 25 °C. The fractional deviation shall satisfy the following:

- fractional frequency deviation at 15 °C: $+0,5$ to $+1,5 \times 10^{-6}$;
- fractional frequency deviation at 35 °C: $-0,5$ to $-1,5 \times 10^{-6}$.

Measurement shall be made in accordance with 4.7.3 of IEC 60122-1:2002.

4.1.8 Etch channel density ρ

4.1.8.1 Etch channel density ρ for piezoelectric applications

When required, the etch channel density, ρ , per cm^2 (measured as in 4.2.8) for each grade, shall comply with the listings in Table 3.

Table 5 – Etch channel density grades for piezoelectric applications

Grade	Maximum number ρ per cm^2
1aa	2
1a	5
1	10
2	30
3	100
4	300

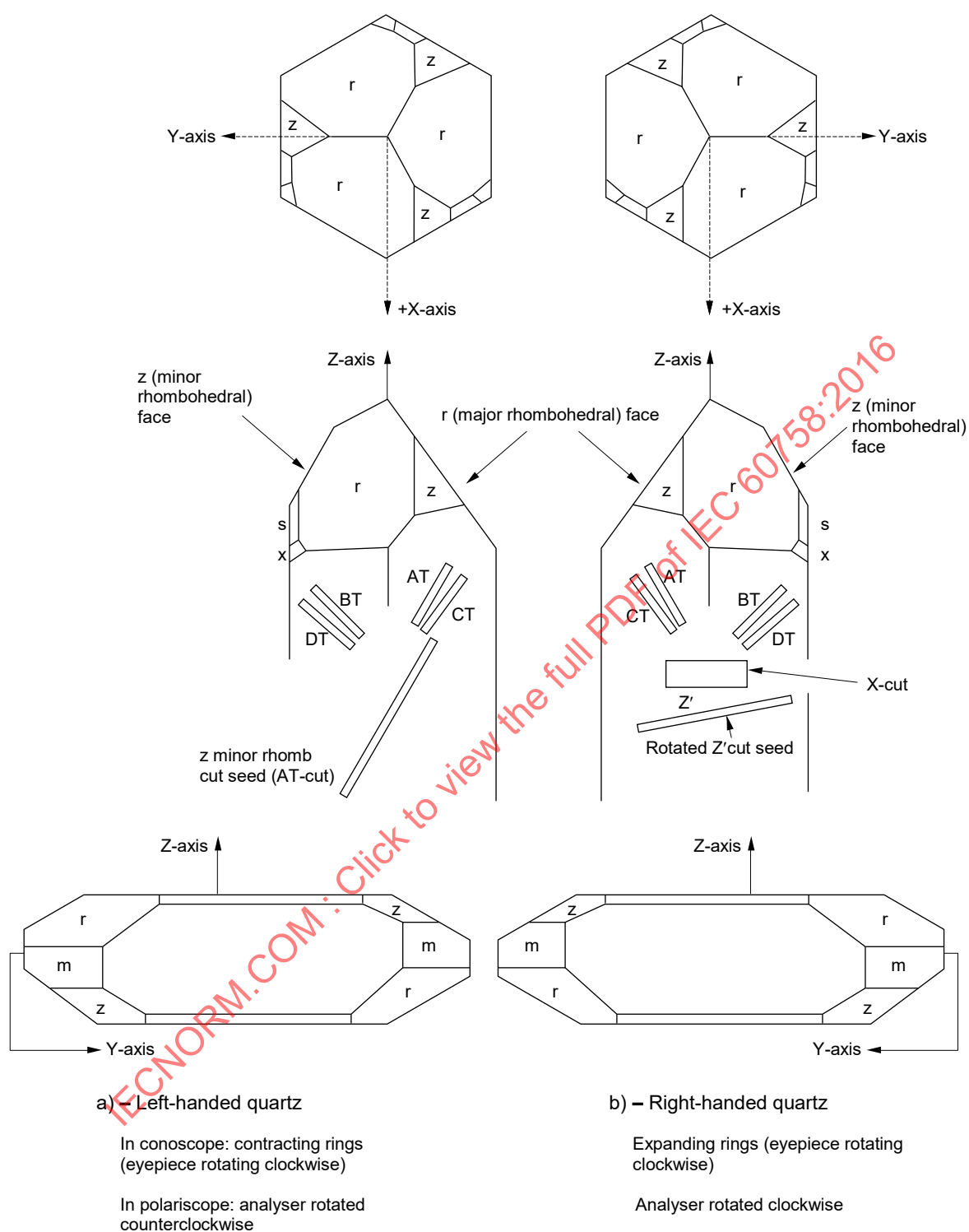
4.1.8.2 Etch channel density ρ for optical applications

Etch channel density (measured as in 4.2.8) should be $\rho \leq 100$ per cm^2 .

4.1.9 Internal transmittance for optical applications

At the wavelengths 400 nm, 550 nm, 650 nm and 1 550 nm, internal transmittance should be 0,998 or more for a 2 mm thick sample.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60758:2016



IEC

Figure 1 – Quartz crystal axis and cut direction

4.2 Requirements and measuring methods

4.2.1 Orientation

The orientation of the seed shall be along specified directions, with a deviation of less than 30 min from nominal.

4.2.2 Handedness

The handedness of the seed shall be specified, either right-hand or left-hand (see Figure 1).

4.2.3 Synthetic quartz crystal dimensions

4.2.3.1 General

The dimension shall be measured by callipers or point callipers which enable the hollow point of a synthetic quartz crystal to be measured (see Annex D).

4.2.3.2 Dimension along Y or Y'-axis

The dimension shall be as specified (see Figure 2d).

4.2.3.3 Dimension along Z or Z'-axis

The dimension along the Z or Z'-axis shall be measured by a point calliper and it shall be specified as the maximum dimension along the Z or Z'-axis in the greater X zone (see Figure 2c).

4.2.3.4 Dimension Z_{eff} or Z'_{eff}

The Z_{eff} or Z'_{eff} dimension shall be specified as the minimum dimension along the Z or Z'-axis (see Figure 2c).

4.2.3.5 Dimension Z_{min} or Z'_{min}

The dimension shall be as specified (see Figures 2c and 2d).

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60758:2016

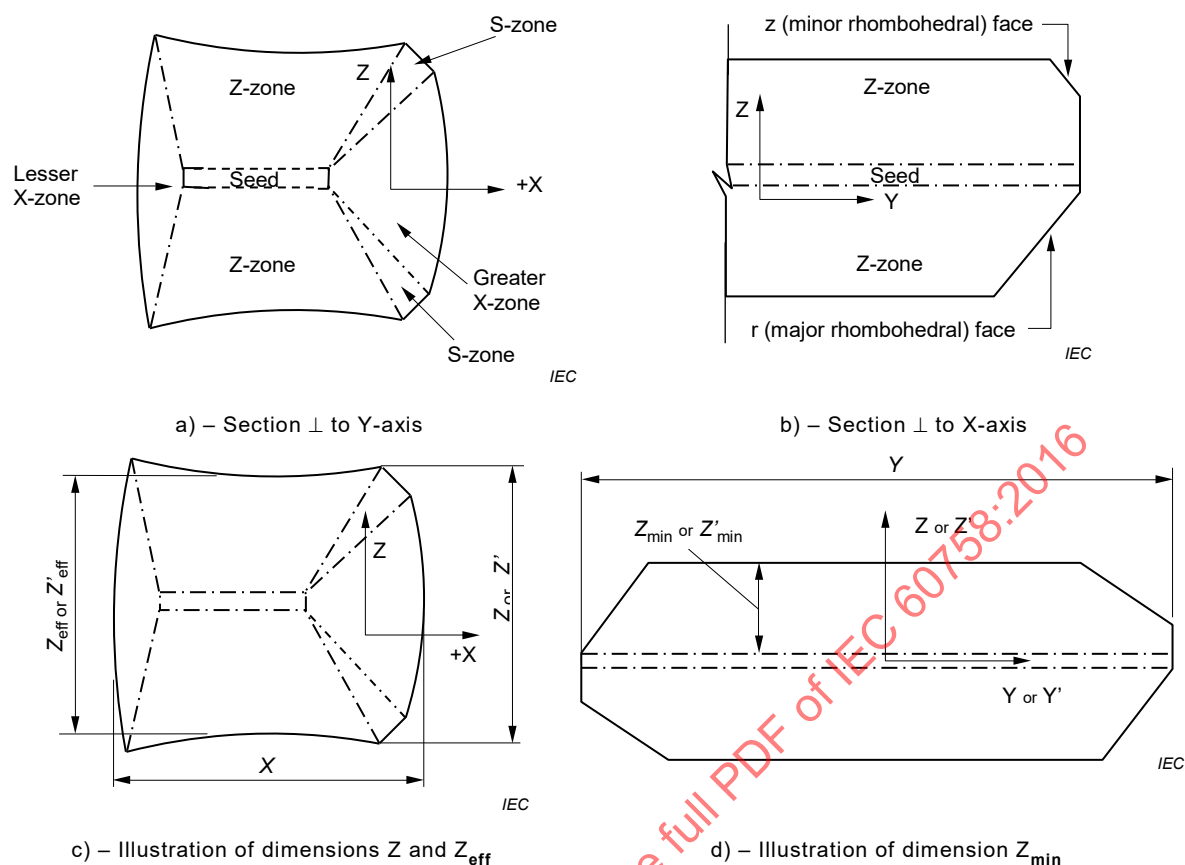


Figure 2 – Idealized sections of a synthetic quartz crystal grown on a Z-cut seed

4.2.3.6 Dimension along X-axis

The gross dimension along the X-axis shall be as specified (see Figure 2c).

4.2.4 Seed dimensions

4.2.4.1 Z or Z' dimension

The Z or Z'-dimension (i.e. thickness) of the Z-cut or rotated Z-cut seed shall be less than 3 mm, unless otherwise specified.

4.2.4.2 X-dimension

The dimension X of the seed shall be as specified.

4.2.5 Imperfections

4.2.5.1 Twinning

There shall be no electrical or optical twinning in the usable region. The existence of twinning shall be checked by visual inspection.

4.2.5.2 Cracks and fractures

There shall be no cracks or fractures in the usable region. The existence of cracks and fractures shall be checked by visual inspection.

4.2.5.3 Inclusion density

4.2.5.3.1 General

The following two measuring methods are used and either one may be chosen:

a) Method 1

Inclusions within stated ranges are counted visually per cm^3 in sample volumes within a crystal using a stereo binocular microscope operating at 30× to 40× magnification equipped for counting within either a circular or a square field and with a calibrated reticule scale for determining particle sizes, intense side illumination (such as halogen lamps) over a recessed black matt background, an index matching liquid ($n = 1,55$, approximately) for transparency, and means of measuring the dimensions of the sample volumes counted. An example for the reference sample selection procedure is given in Annex B.

b) Method 2

In case it is difficult to apply method 1, crystals are compared with reference samples appropriately representing each grade range, immersing within an index matching liquid ($n = 1,55$ approximately) for transparency, or applying such liquid to the surface. The reference samples shall be agreed upon between the supplier and the user. An example for the reference sample selection procedure is given in Annex C.

4.2.5.3.2 Sampling

Because of the considerable costs in time, labour and money, some plan for sampling both bars and regions within the bars is normally used by agreement between the supplier and the buyer when quality control of either inclusion density or etch channel density is required.

Clearly, the preferable low-cost inspection situation is the one in which the densities of inclusions or etch channels are well below the test limits, and infrequent samples can be justified. Since such situations are not always attainable, more rigorous inspection strategies will sometimes be required for appropriate density control, and shall be found, worked out, and agreed upon between the supplier and the user.

Sound statistical methods are required in order to meet appropriate agreed-upon assured quality level tests and ensure that the crystals and the volumes counted within them are sufficiently representative. Since sampling procedures and statistical confidence tests are described in the literature, their principles will not be repeated here.

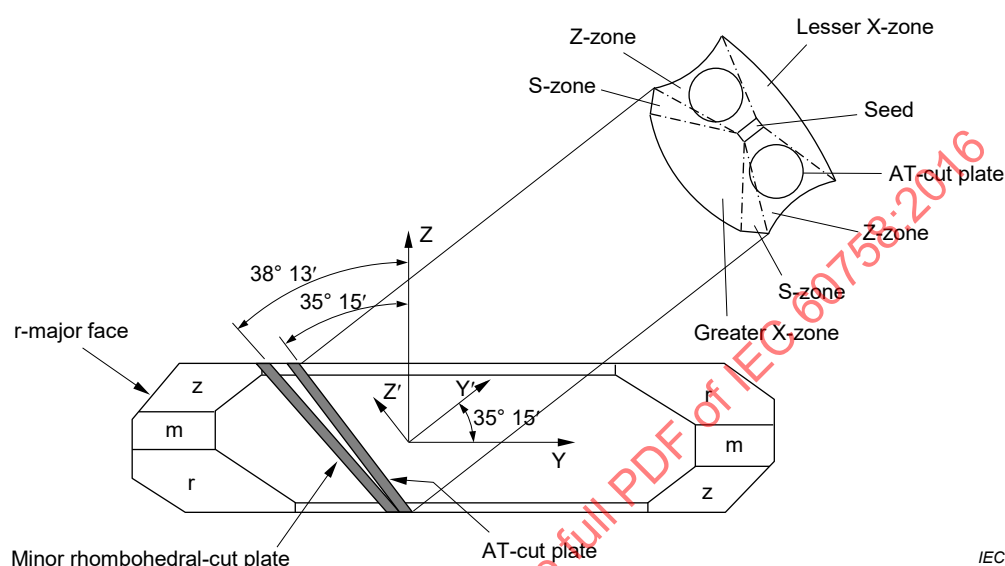
4.2.5.3.3 Batch sampling

In most batch sampling, a suitable sample bar or group of bars is chosen to represent the batch population. The number of bars shall depend on the number in the batch, the type of crystal, the intended application, the separation between the mean and the target inclusion densities and the AQL (acceptable quality level) confidence level requirement needed to provide sufficient assurance that the batch inclusion density in each size range shall be below their applicable grade test limits. The sample bar group shall reasonably represent the batch with respect to inclusion densities. Deviations, if any, are allowed and shall be towards higher, not lower, inclusion densities for safe assurance.

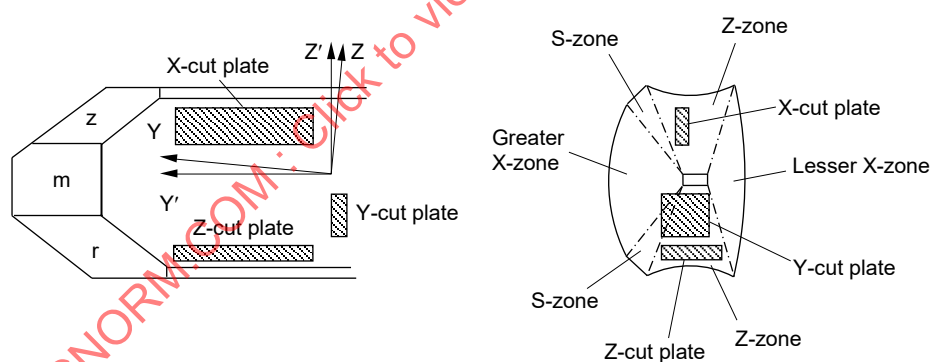
4.2.5.3.4 Volumes within a bar

A group of volumes within each sample bar is next chosen for inclusion counting. The boundaries of the volumes are defined by the area of the focal field of the microscope (or the outline of a square reticule) and either the height of the bar or the length range of the depth adjustment of the microscope chosen for use. It is necessary to determine and total the volumes throughout which counts are accumulated. The volumes selected for counting should include mainly regions (usually Z-growth zones as in Figure 3) whose material will be present and active in the finished devices and should not avoid dense inclusion volumes within these regions. The number of volumes per bar shall be at least six or more for reasonable statistical confidence.

The sample volume locations within a bar shall be appropriately distributed in its X-, Y-, Z-axes to include the variations of the inclusion density with these independent variables. Typical synthetic quartz bars (Figure 3a) are long in the Y- and small in the X- and Z-axes dimensions. Normally, the greatest variation of inclusion density appears over a zone's grown direction, for example the Z-dimension in the Z-zone (Figures 1a and 3). Thus, for large Z-crystals, the sampled regions shall be located at varied Z-distances from the seed to ensure that the bar's range of Z is well-represented by the group of sample volumes. Similarly, any noted variations over Y or X shall be sampled, if such variations are present.



a) – Location of AT-cut plate in right-handed synthetic



b) – Location of X-cut plate, Y-cut plate and Z-cut plate

Figure 3 – Typical example of cutting wafers of AT-cut plate, minor rhombohedral-cut plate, X-cut plate, Y-cut plate and Z-cut plate

To aid in distributing sample volumes within a typical bar, its lesser X-surface is marked with transverse Z'-lines, perpendicular to the seed at regular 10 mm intervals over the Y-length of the surface. Sample volumes for inclusion counting are chosen as needed from within each rectangle formed by the marks and the crystal surfaces. To locate the sample volumes at varied distances from the seed, in small crystals (where a Z-zone measures less than double the field diameter of the microscope), they should be alternated near and far from the seed. For larger crystals, the volumes should be sequenced in Z over its range to ensure that each inclusion band is represented in the sample volumes. Several frequently used sampling plans are illustrated in Annex A.

4.2.5.3.5 Inclusion counting

The circular or square field of view chosen for counting within its marked rectangle is scanned vertically over its chosen X-height within the microscope's range of depth adjustment, as follows.

If the sample is a Y-bar with a relatively small X-height, the scans will be at a series of sites varied in Z along its length (under side illumination, with its lesser X-surface up). Beginning in a rectangle positioned at one end of the usable zone, an inclusion count is taken in an X-cylinder (or parallelepiped) volume. Starting slightly below the lesser X-surface (and not counting surface material), all visible inclusions in focus are categorized and counted in each of the size categories required by the customer's order: 10 μm to 30 μm , 30 μm to 70 μm , 70 μm to 100 μm , and greater than 100 μm . The microscope is then lowered and the newly focused inclusions counted and added into their size categories. This process is continued through the chosen X-height; the procedure is repeated at the next sample position, and so on.

The counts from the bar's sample sites in each of the four size categories are summed by category and divided by the calculated total of the sampled volumes, to obtain an average count per cm^3 for each category in one bar. The count averages in each category from all the sample bars from a run are averaged and recorded as required to represent the size distribution for the run. Maximum and minimum bar averages may also be recorded, if desired or required. A numerical example is given in Annex B.

4.2.6 Evaluation of infrared quality by α measurement

4.2.6.1 General

The infrared absorption per centimetre at one or more of 3 500 or 3 585 wave numbers is measured in a Y-cut slice scan as the difference between the absorption at the chosen wave number and absorption in the background outside the band, at 3 800 cm^{-1} or at 3 979 cm^{-1} when using a single beam instrument. Since those α are known to vary directly with the total Z-growth size distribution of the crystals in one batch, a maximum Z-crystal (for worst-case maximum α measurement) is used to characterize the batch. Other crystals, the average Z-crystal for example, may be measured to further characterize the batch.

Two methods have been used for IR measurements in quartz. The first was dispersive, a set-up in which a monochromator results in the exposure of the test sample to a single beam spectrum of specified wavelength (wave number). Later, Fourier transform infrared spectrophotometers (FTIR) were developed allowing all relevant wavelengths to be sampled simultaneously. This method uses an interferometer to collect transmission across a wide spectrum. The detector signal is sent to a computer integrated into the test setup, and an algorithm called a Fourier transform is performed on the interferogram to convert it into a single beam spectrum, with the transmission data so obtained used to estimate the alpha extinction coefficient. Today, the FTIR is used more widely than dispersive IR equipment.

Both the dispersive Infrared Spectrometer and FTIR methods may be used to measure the whole sample at a single, fixed wave number. In this option, the sample is scanned about the Z direction using a narrow beam to measure infrared absorption point-by-point, then constructing a map of absorption versus Z-position.

4.2.6.2 Preparation of the Y cut slice

The synthetic quartz crystal to be sampled is mounted on a substrate then sliced with a quartz saw to yield at least one Y-cut slice whose thickness after lapping and polishing will fall in the range of 5 mm to 10 mm. The 5 mm thickness is appropriate for high α -material, to resolve its α -variations; the mid-range for medium α ; and the 10 mm thickness is appropriate for the lowest α -material to measure its small absorption.

After sawing, the slice is lapped on both major surfaces: first, with a homogenized mixture of 25 µm abrasive; second, with a homogenized mixture of 3 µm abrasive. Further lapping to polish is optional and is preferred for low α .

4.2.6.3 Calibration of a standard Y-cut slice in an infrared spectrophotometer

The infra-red spectrophotometer is turned on, allowed to warm and fully stabilize, then calibrated. The normal daily calibration includes its transmission (0 % to 100 %) or absorbance ($\log T = 1,0$ to 0) limit settings, chart speed and synchronized sample scanning arrangement. For evaluation and normal use, a 1,5 mm width aperture is located in the sample beam. For the lowest α value measurements, a 5 mm width aperture may be required. The aperture's height shall not exceed the X-dimension of the seed or 5,0 mm. A polished Y-cut standard reference slice is placed first in the sample holder, which is then mounted in the scanning device.

The wave number control is set at a background setting (outside, but near the OH absorption band), usually $(3\,800 \pm 3) \text{ cm}^{-1}$, and the sample is translated through the beam with synchronized chart advance at the fixed wave number. Such scanning is done only in the Z-growth zones of the Y-cut slice (illustrated in Figures 1 and 3). In certain cases where background noise may be a problem, such as single beam operation, a higher background wave number $(3\,979 \pm 3) \text{ cm}^{-1}$ may be used for lowered background noise. If the background scan trace is not reasonably flat outside the original seed's boundaries, a thin film of fluorolube grease shall be applied to both major surfaces of the semi-polished Y-cut slice. Baseline changes shall not exceed 1,0 percent absorption units during a background scan. After the sample has completed a successful scan at background, the wave number is adjusted to the chosen $(3\,500 \pm 3) \text{ cm}^{-1}$ or $(3\,585 \pm 3) \text{ cm}^{-1}$. The sample is returned to its original position and the chart paper rerolled to the position where its wave number scan began. The sample is then scanned to plot its infra-red absorption at this wave number in the absorption band.

The calibration α values (maximum and minimum) are calculated from this reference scan, using the equation below:

$$\alpha = \frac{\log_{10} I_1 - \log_{10} I_2}{t}$$

where

I_1 is the absorbance measured at the chosen reference wave number of $3\,800 \text{ cm}^{-1}$ or $3\,979 \text{ cm}^{-1}$,

I_2 is the absorbance measured at the chosen wave number of $3\,500 \text{ cm}^{-1}$ or $3\,585 \text{ cm}^{-1}$,

t is the thickness of the measurement sample (cm).

NOTE The absorbance is calculated from the sample transmission T using the logarithm base 10 according to $A = \log_{10}(1/T)$. To convert this value to linear absorption coefficient, as defined in IEC 60050-845:1987, 845-04-78, corresponding to the increase in absorption coefficient at the specified wavelength, α is multiplied with a factor $100 \cdot \ln(10) = 230,3$. The factor 100 converts from cm^{-1} to m^{-1} and $\ln(10) = 1/\log_{10}(e)$ from base 10 to e .

The spectrophotometer is considered in proper calibration if its $\alpha_{\max}$ and $\alpha_{\min}$ readings are repeatable within $\pm 0,004$ units of the standard's values for them. A standardization correction may be calculated as needed to bring the instrument's reading on a standard slice to an accepted value and used while current.

4.2.6.4 Test measurement of a Y-cut slice

After successful calibration, each prepared (preferably polished) unknown slice is scanned at the background and chosen OH absorption band wave numbers, using a thin film of oil as needed in cases where there is only a semi-polish. Their pertinent α values are calculated using the equation above. Regions excluded from this determination are $\pm 2,0$ mm from the seed centre and the excess growth beyond the appropriate pre-dimensioned bar dimensions.

4.2.6.5 Compensation of α value by standard sample

Correlation between the test equipment of each manufacturer cannot be assured by strict adherence to uniform measuring conditions and procedures. Therefore, it is necessary to establish a compensation value for α . The recommended compensation value is determined by each manufacturer referencing the procedure described in Annex E.

4.2.7 Frequency versus temperature characteristics for piezoelectric applications

The specifications for the quartz crystal unit for evaluating the frequency-versus- temperature characteristics shall be as follows, and measurements shall be made as specified in IEC 60122-1:

- frequency 10 MHz $\pm$ 10 kHz (fundamental);
- location of specimen Z-zone;
- orientation of plate AT cut 35° 15' $\pm$ 30";
- shape of plate square flat and parallel plate with one edge along the X-axis;
- lateral dimensions of plate 8 mm $\times$ 8 mm;
- diameter of electrodes 4 $\pm$ 0,1 mm;
- plate back of frequency deviation 70 +20/-0 kHz;
- electrode material silver or gold;
- supporting points at two points on opposite corners;
- finish of surface lapped (average particle size of abrasive shall be less than 3 μ m), then etched by 200 kHz;
- flatness of surface when illuminated with monochromatic light through an optical flat glass and examined within a circular zone of 6 mm diameter, the product of the fringe curvature and the frequency expressed in MHz shall not exceed 5 if measured with yellow light or 6 if measured with green light;
- parallelism both surfaces of the plate shall be parallel within 10";
- seal hermetically enclosed in a dry nitrogen atmosphere at standard atmospheric conditions for temperature and pressure (see 4.1 of IEC 60068-1:2013).

The specification shall state the minimum and maximum slope of frequency-temperature characteristics (Figure 4).

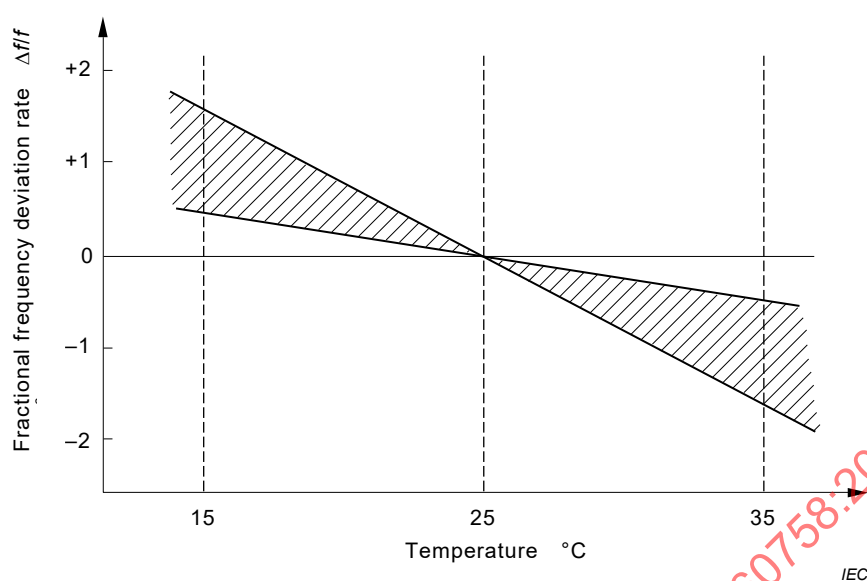


Figure 4 – Frequency-temperature characteristics deviation rate of the test specimen

4.2.8 Striae in synthetic quartz for optical applications

Striae in lumbered quartz crystal are observed in the white light with the liquid of which refractive index is almost the same as that of quartz, such as silicon oil. Lumbered quartz crystal is positioned between the cross nicol polarizers and striae can be observed from Z direction. The quantity, size and colour strength of the striae should be compared with those limit samples. They can be also observed in the polished Y-cut sample of several millimetres thickness by using schlieren or similar equipment. Typical optical set-up for testing of schlieren is shown at Figure 5.

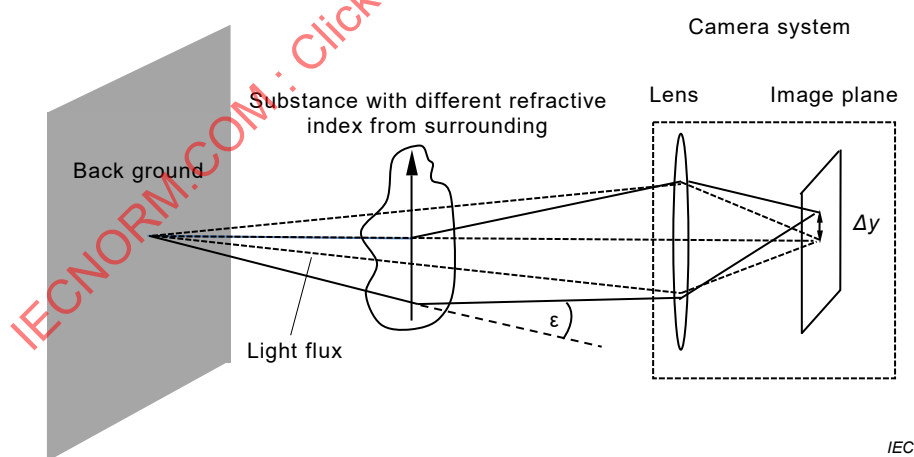


Figure 5 – Typical schlieren system setup

4.2.9 Growth band in synthetic quartz for optical applications

Sample's cutting direction is perpendicular to Y axis and its both Y face should be polished. By using schlieren or similar equipment growth band should be observed.

4.2.10 Etch channel density

4.2.10.1 General

The etch channel density is measured by counting channels in an etched AT-cut sample slice of the sampled quartz crystal as seen under a binocular microscope at up to 35× magnification.

4.2.10.2 Sampling the crystals from a batch

Sampling a batch to achieve a specified statistical confidence level requires the use of AQL confidence statistics appropriate in this, the etch channel case, because the etch channel population depends on both the channels in the seeds and the process that grows the material on the seeds. It is preferable to pre-sort and group seeds for their etch channel densities and record their group locations in autoclaves or ensure that there is an adequate sample of the seeds as well as the growth on them, because of the possibility that some of the seeds may differ greatly from the others, unless intentionally controlled during planting.

4.2.10.3 Preparation of AT cut slice for etching

A sample synthetic quartz crystal is cut to yield an AT-cut slice (at $35.25^\circ \pm 3^\circ$ to the Y-plane) of a thickness to finish at 10 mm. The slice should preferably contain full seed height, although thinner slices and lesser seed heights may be used in special cases, provided the specified amount of material is removed in each lapping. The slice's identity should be marked with a diamond scribe, preferably on its lesser X-surface, to an adequate depth to ensure that the identity will not be lost in lapping and etching.

After sawing and marking, the slice is lapped on both major surfaces; first, with a homogenized mixture of 25 µm abrasive, then on a cleaned lap with a homogenized mixture of 11,5 µm abrasive. A minimum of 0,25 mm total thickness of quartz shall be removed in the first abrasive lapping, and of 0,10 mm total thickness in the second abrasive lapping. The slice is then cleaned to ensure a uniform etching rate over its surfaces, as evidenced by its uniform matt appearance after etching.

4.2.10.4 Etching procedure for lapped AT-cut slice

Within a fume hood, using appropriate safety equipment (including apron, gloves, eyeglasses, and splatter shields), an excess of ammonium bifluoride is added to deionized water in a suitable container to make a saturated solution at $75^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$. The ammonium bifluoride is maintained at the $75^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ temperature, with the use of a constant temperature liquid bath. A polytetrafluoroethylene (PTFE)-coated thermometer in the solution is used for monitoring the temperature. If different etch temperatures are preferred, the etch time will be adjusted appropriately to comply with the stock removal requirement below.

The lapped and cleaned AT-cut slice is immersed into the saturated ammonium bifluoride solution using PTFE-coated tongs or an inert etching slice holder. The solution should be agitated or the sample slowly moved (approximately 25 mm per second) during the etching process. An etching time of about 4 h should be sufficient, depending on the agitation and the number of slices, to remove not less than 0,10 mm (minimum) or more than 0,12 mm (maximum) total thickness. Uniform etch rate is a requirement. The quartz slice shall be checked periodically for etch uniformity both in time and over the area of the slice. After etching is completed, the slice is removed from the etch solution with the PTFE-coated tongs, rinsed with hot water (85°C), then cleaned with acetone and other cleaning agents, if needed, to prepare the sample for unobstructed visual inspection.

4.2.10.5 Etch channel counting procedure

A square grid of known dimensions in the range of 0,25 cm × 0,25 cm to 0,50 cm × 0,50 cm is marked on the AT-cut slice within the Z-growth zone as identified in Figure 3a. If preferred, the grid pattern may be drawn only over the rectangular portions of the Z-zones matching the

height of the seed. No grid squares should be counted that fall within ± 2 mm of the centre line of the seed.

Each slice is viewed with a binocular microscope using $30\times$ to $40\times$ magnification, and a strong light source directed into the slice in its lesser X-direction. Care shall be taken to focus the microscope on the upper surface of the sample, thus avoiding counting the etch channel intersections with the lower sample surface. The etch channels are counted and recorded in each and every square area with the microscope's zoom adjustment set for a convenient viewing magnification. After all the grid areas intended for counting are counted, their average count is calculated, and converted to an average per cm^2 , ρ , by multiplying by 16 for $0,25 \text{ cm} \times 0,25 \text{ cm}$, or 4 for $0,50 \text{ cm} \times 0,50 \text{ cm}$, etc., the number of grid squares in 1 cm^2 .

4.2.11 Internal transmittance for optical applications

Internal transmittance is measured by the following procedure.

- Two samples are cut from the same quartz bar;
- Direction of cutting is perpendicular to Y-axis $\pm 60^\circ$;
- Thickness of samples are 5 mm and 10 mm;
- Both Y-face of two samples is mirror polished;
- Transmission is measured through both samples using a spectrophotometer at the wavelengths 400 nm, 550 nm, 650 nm, and 1 550 nm. Internal transmittance is measured by a spectrophotometer at wavelength 400 nm, 550 nm, 650 nm and 1 550 nm.
- The internal transmittance for a 5 mm long sample is calculated using the following formula:

$$\tau = \frac{T_1}{T_2}$$

where

τ internal transmittance for sample thickness 5 mm;

T_1 transmittance including surface refraction loss of 5 mm sample;

T_2 transmittance including surface refraction loss of 10 mm sample;

Internal transmittance values for other thicknesses can be calculated using the following formula:

$$\tau(t) = \exp\left(\frac{t}{5 \text{ mm}} \times \ln(\tau)\right)$$

where

$\ln$ the natural log;

$\exp$ the natural exponent function;

5 mm the thickness for which τ was originally calculated;

t the thickness of sample for which the internal transmittance is calculated (e.g. 2 mm).

4.3 Marking

4.3.1 General

Each synthetic quartz crystal shall have the following information clearly marked on a major or lesser X-surface:

- manufacturer's name or trade mark;
- orientation of material;

- c) handedness of material;
RH stands for right-handed quartz;
LH stands for left-handed quartz.
- d) other information, if specified, to be marked such as;
 - 1) batch identification;
 - 2) α grade;
for piezoelectric applications: Aa, A, B, C, D or E;
for optical applications: OPT A, OPT B, OPT C or OPT D.
 - 3) inclusion density;
for piezoelectric applications: Ia, Ib, I, II or III;
for optical applications: OPT I, OPT II or OPT III.
 - 4) etch channel density;
for piezoelectric applications: 1aa,1a,1, 2, 3 or 4;
for optical applications: 1aa,1a,1, 2 or 3.

4.3.2 Shipping requirements

These requirements shall be specified upon agreement between the supplier and the user.

5 Specification for lumbered synthetic quartz crystal

5.1 Standard values

5.1.1 Tolerance of dimensions

Deviations from the specified dimensions along the X- and Z- or Z'- axes shall be less than 0,2 mm (see Figure 6).

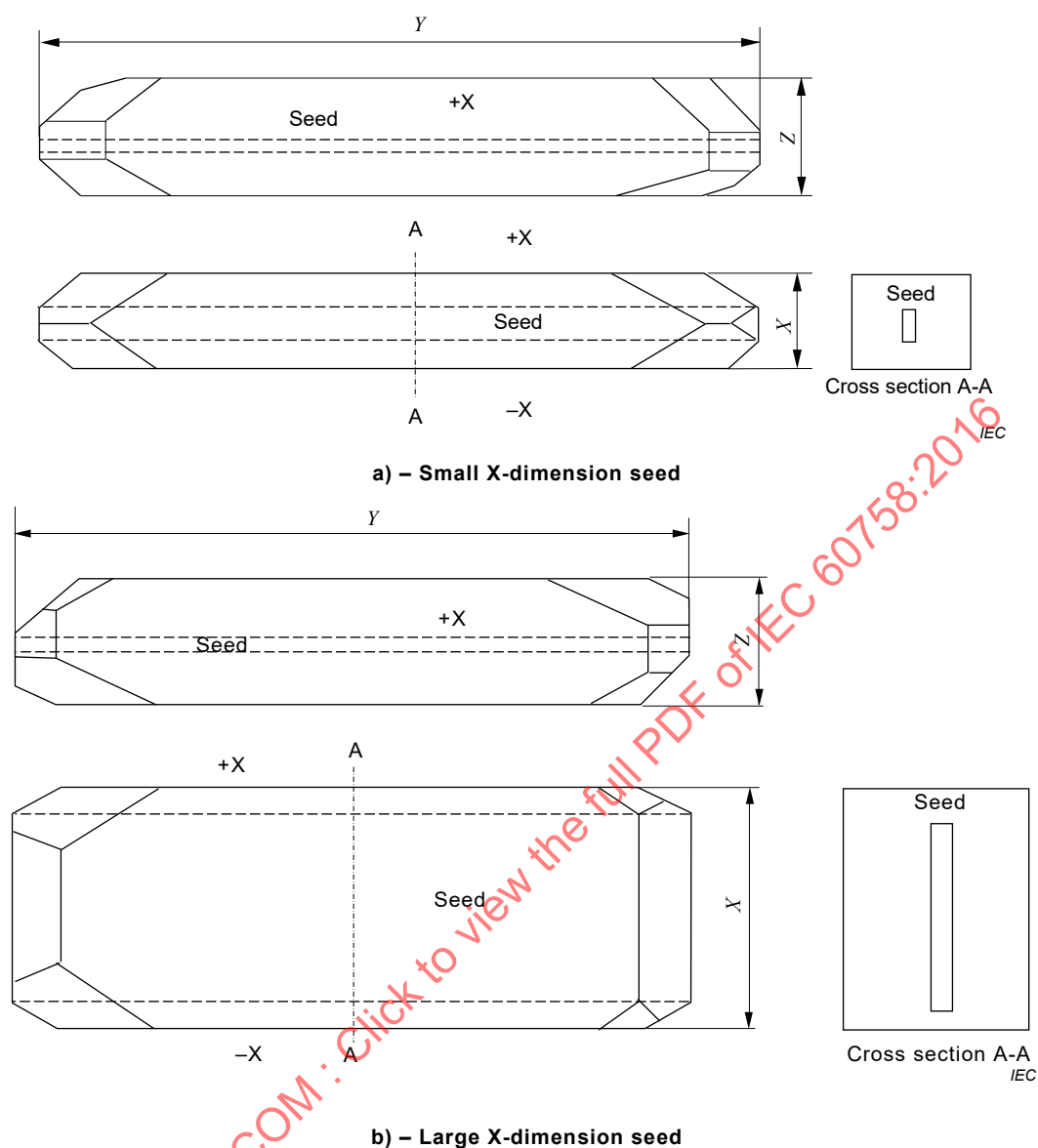


Figure 6 – Lumbered synthetic quartz crystal outline and dimensions along X-, Y- and Z-axes

5.1.2 Reference surface flatness

Reference surface shall be flat to within 0,2 mm or as specified. Care should be exercised in the selection of the method of measurement to isolate measures of reference surface deviations from those of the opposite side (parallelism).

5.1.3 Angular tolerance of reference surface

Angular deviations of the reference surface shall be less than 15' from the specified crystallographic direction (see Figure 7).

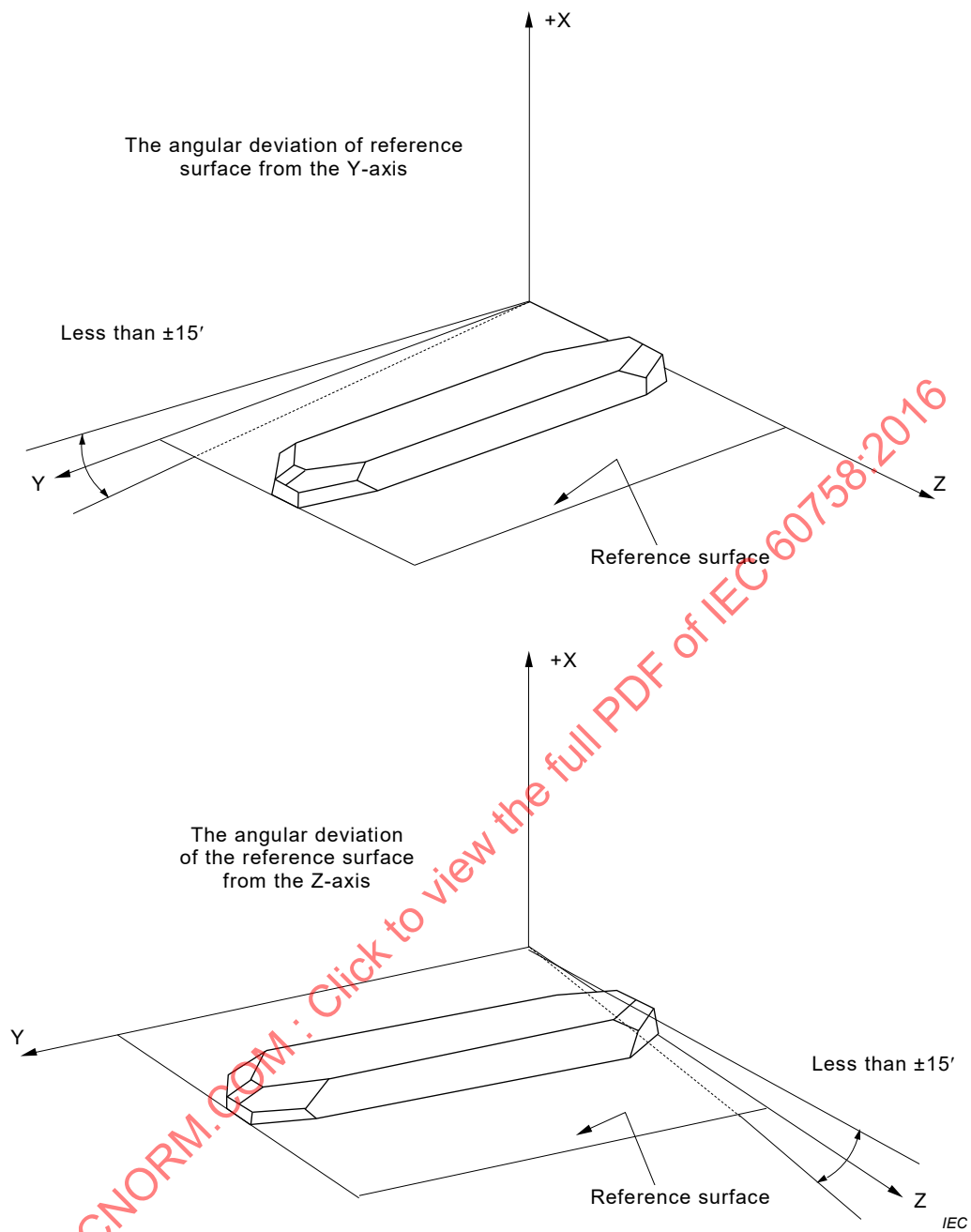


Figure 7 – Angular deviation for reference surface

5.1.4 Centrality of the seed

Seed position in lumbered synthetic quartz crystal is shown in Figure 8.

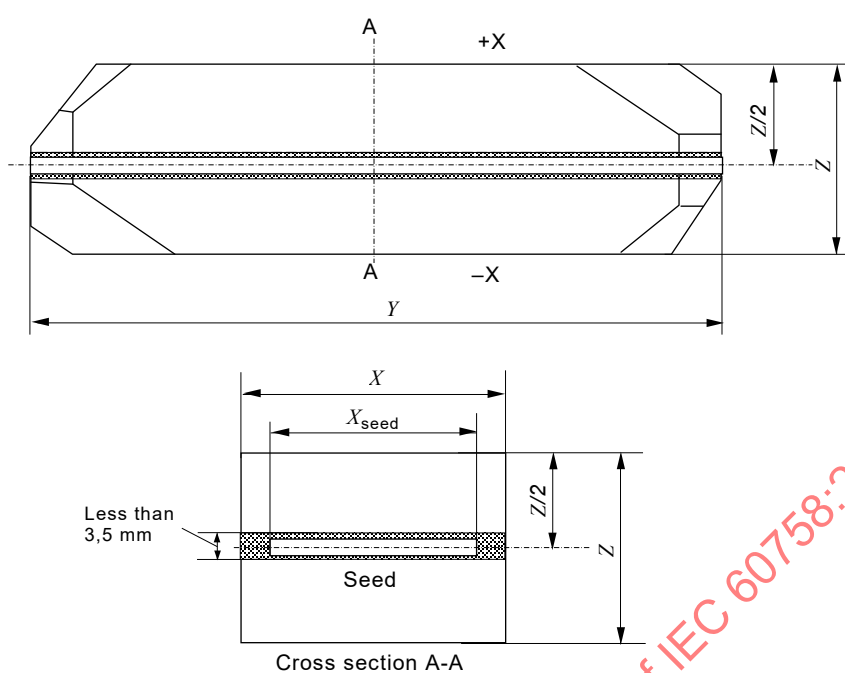


Figure 8 – Centrality of the seed with respect to the dimension along the Z- or Z'-axis

5.2 Requirements and measuring methods

5.2.1 As-grown quartz bars used for lumbered quartz bars

Raw materials for lumbered synthetic quartz crystal shall be in accordance with the standard values, related requirements and measuring methods of Clause 4 of this standard.

5.2.2 Dimensions of lumbered synthetic quartz crystal

Dimensions and tolerances shall be determined using callipers or micrometers by measuring at least at 3 points, one at the approximate midpoint of the Y-axis, and others symmetrically distributed along the Y-axis.

5.2.3 Identification on reference surface

Identification shall be marked on the reference surface and its presence confirmed by visual inspection. The content of the identification mark and the method of marking shall be determined by agreement between the supplier and the customer.

5.2.4 Measurement of reference surface flatness

A flatness of reference surface shall be measured by flatness measuring equipment as agreed between supplier and customer.

5.2.5 Measurement of reference surface angle tolerance

The deviation of the reference surface angle shall be measured by X-ray angle-measuring equipment.

5.2.6 Centrality of the seed

The centrality of the seed is determined by measuring the distance between lumbered surfaces and the nearest seed edge. An index matching liquid may be applied to the X surface to facilitate the measurement.

5.3 Delivery conditions

5.3.1 General

The delivery conditions are to be implemented by agreement between the manufacturer and the user.

5.3.2 Marking

In the marking code of lumbered synthetic quartz crystals, the crystal growth batch number shall be stated.

5.3.3 Packing

Quartz crystal users shall receive in a single package a quantity of lumbered synthetic quartz crystals having similar dimensions along the X- and Z- or Z'-axes and made from crystals of a single batch.

5.3.4 Making batch

It is recommended that, when users are supplied with lumbered synthetic quartz crystals in large quantities, they shall be made from quartz crystals of a single batch.

6 Inspection rule for synthetic quartz crystal and lumbered synthetic quartz crystal

6.1 Inspection rule for as-grown synthetic quartz crystal

6.1.1 Inspection

The inspection of synthetic quartz crystal comprises lot-by-lot tests.

6.1.2 Lot-by-lot test

6.1.2.1 General

The lot-by-lot test consists of group A and group B inspection.

6.1.2.2 Group A inspection

The test schedule for group A inspection is given in Table 6. The statistical sampling and the inspection shall be in accordance with IEC 60410 or as otherwise agreed between buyer and seller. The samples used for tests in group A may be used as the samples for group B tests.

Table 6 – Test conditions and requirements for the lot-by-lot test for group A

Test	D or ND	Test condition	IL	AQL %	Performance requirements
Minimum and maximum specified synthetic quartz crystal dimensions	ND	4.2.3.1	II	0,1	4.2.3.2
Twinning		4.2.5.1			4.2.5.1
Cracks and fractures		4.2.5.2			4.2.5.2
Inclusions	ND		II	0,4	4.1.3
NOTE Subclause numbers of test conditions and performance requirements refer to Clause 4 of this standard. D destructive ND non-destructive IL inspection level AQL acceptable quality level					

6.1.2.3 Group B inspection

The test schedule for group B is given in Table 7 or as otherwise agreed between the buyer and the seller.

The samples for group B may be selected from the samples tested in group A.

Table 7 – Test conditions and requirements for the lot-by-lot test for group B

Test	D or ND	Test condition	Sample size criterion of acceptability		Performance requirements
			N	C	
Evaluation of infrared quality by α -measurement	D	4.2.6.1	One or more as agreed between buyer and seller provided one sample represents the large size group intended for application	0	4.1.3
Etch channel density	D		One or more as agreed between buyer and seller	0	4.1.5
NOTE Subclause numbers of test conditions and performance requirements refer to Clause 4 of this standard. N sample size (Z-bar or Y-bar) C acceptance criterion (permitted number of defectives) D destructive ND non-destructive					

Etch channel and α -measurement may be performed on the same samples.

6.2 Inspection rule for lumbered synthetic quartz crystal**6.2.1 General**

The inspection of lumbered synthetic quartz crystal comprises lot-by-lot tests.

6.2.2 Lot-by-lot test

6.2.2.1 Inspection lot

An inspection lot shall consist of all the lumbered synthetic quartz crystals produced and offered for inspection at one time.

Raw material for lumbered synthetic quartz crystal shall be in accordance with the standard values, related requirements and measuring methods of this standard.

6.2.2.2 Inspection requirements

The schedule for the lot-by-lot test is given in Table 8.

The statistical sampling and inspection shall be in accordance with IEC 60410 or as otherwise agreed between the buyer and the seller.

Table 8 – Test conditions and requirements for the lot-by-lot test

Test	D or ND	Test condition	IL	AQL %	Performance requirements
Dimensions and tolerances	ND	5.2.2	II	0,4	5.1.1
Reference surface flatness		5.2.4			5.1.2
Angular tolerance of reference surface		5.2.5			5.1.3
Centrality of the seed		5.2.6			5.1.4
Verification of reference surface identification		5.2.3	II	0,1	5.2.3
NOTE Subclause numbers of test conditions and performance requirements refer to Clause 5 of this standard. D destructive ND non-destructive IL inspection level AQL acceptable quality level					

7 Guidelines for the use of synthetic quartz crystal for piezoelectric applications

7.1 General

7.1.1 Overview

The guidelines have been prepared in response to a generally expressed desire on the part of both users and manufacturers for guidelines to the best use of synthetic quartz crystal. These guidelines do not aim at explaining the practical techniques of manufacturing a crystal unit from quartz crystal, nor at attempting to cover all the properties of synthetic quartz crystal.

7.1.2 Synthetic quartz crystal

Synthetic quartz crystals are grown by the hydrothermal temperature gradient method.

A pressure chamber (autoclave) is partially filled with the alkaline (for example, Na_2CO_3 or NaOH) growing solution at room temperature. Seeds are placed in the upper space, and nutrient quartz fragments are placed in the bottom of the autoclave, which is then sealed and

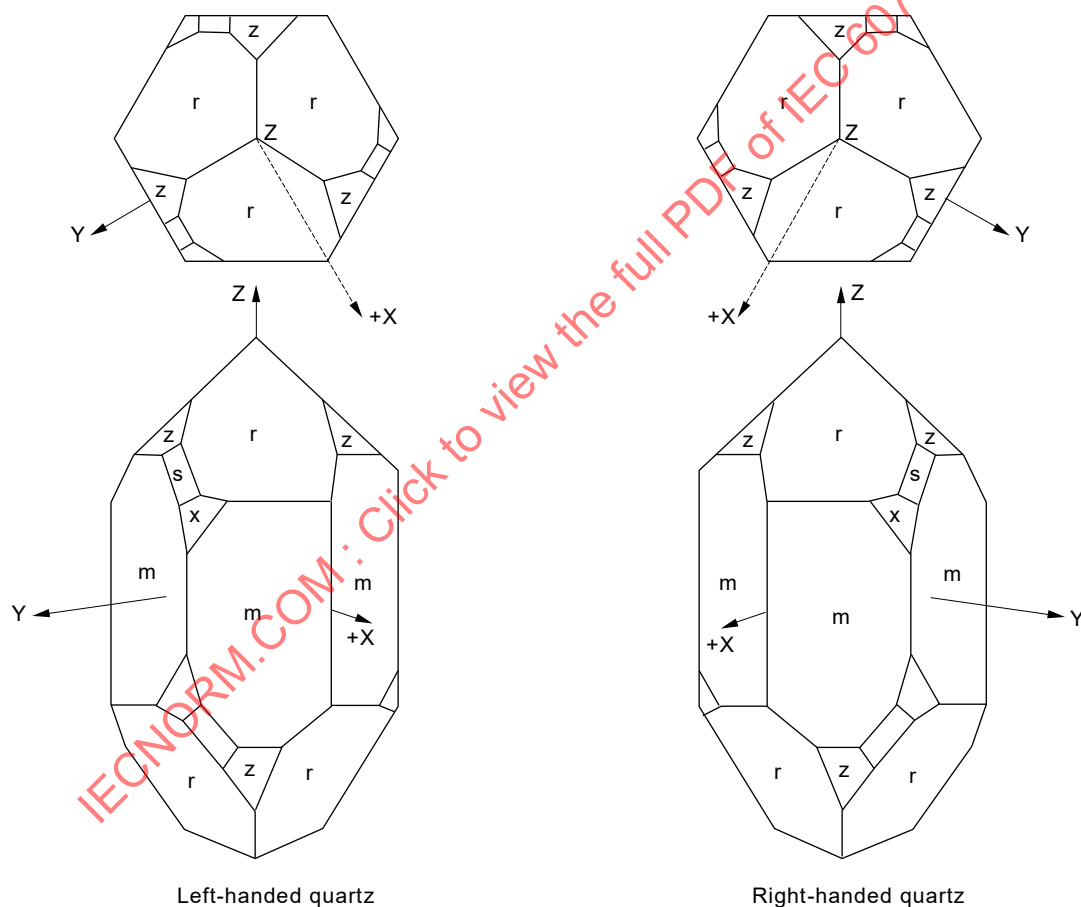
heated. The temperature in the upper space is kept lower than the temperature at the bottom. Hence, the solute nutrient is transferred by convection currents and deposited on the seeds.

Shapes, dimensions and physical properties of grown crystals depend on the orientation and dimensions of the seeds and on growing conditions. A good control of growing processes ensures uniformity in shapes and dimensions and homogeneity in quality.

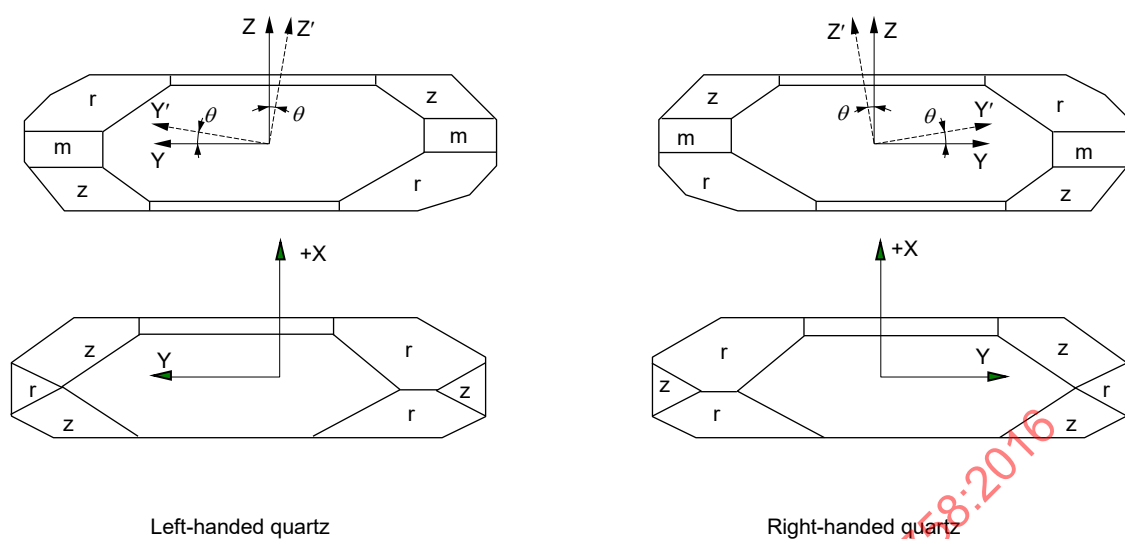
7.2 Shape and size of synthetic quartz crystal

7.2.1 Crystal axis and face designation

In textbooks and in national standards, differences exist in the choice of axes, handedness and axial systems for describing a quartz crystal. Figure 9a shows a quartz crystal with all the natural faces. These are not always present on synthetic quartz. Figure 9b gives the corresponding synthetic quartz faces, but since these crystals are grown from specifically oriented seeds, their physical appearance differs materially from those shown in Figures 9a and 9b.



a) – Natural quartz crystals



b) – Synthetic quartz crystals

Figure 9 – Quartz crystal axis and face designation

7.2.2 Seed

Several standard orientations of seeds are chosen so that the most frequently used crystal units can be economically manufactured. Crystals made from Z-cut and minor rhomb (z-minor) cut seeds are mainly for manufacturing high-frequency crystal units vibrating in thickness shear modes and medium-frequency units vibrating in face shear modes. Crystals made from Z'-cut seeds are for manufacturing low-frequency crystal units vibrating in extensional or flexural modes. A seed in a grown crystal is usually surrounded by a thin veil, which consists of bubbles and inclusions.

7.2.3 Shapes and dimensions

As-grown synthetic quartz crystals are covered with the characteristic growth surfaces. Figure 10 shows the typical shape for a crystal grown on a Z-cut seed of small X-dimension. Crystals of other shapes are produced when the Z-cut seed is of other proportions or seeds of other cuts are used.

The size of synthetic quartz crystals is specified by three nominal dimensions: X, Y (or Y') and Z (or Z'). They are the dimensions along the X-axis, Y-(or Y'-) axis, and the Z- (or Z'-) axis respectively, as shown in Figure 10. The dimensions are so chosen that both economy in the growth process and good yield in the production of crystal elements may be achieved, but it should be appreciated that dimensions are a matter for discussion between the user and the manufacturer.

Since as-grown crystals exhibit such growth surfaces as m-face or z-face at the ends of the Y- or Y'-axis, the effective dimension which may be used for fabricating crystal elements is shorter than the nominal length.

An exact measurement of the minimum dimension Z' may be troublesome in practice, because of non-flatness and possible non-parallelism of the Z-surfaces. It is also difficult to achieve close dimensional tolerances. For these reasons, in cases where the user's tolerances on dimensions are closer than the manufacturer can supply, the use of partly processed material shall be considered (this is sometimes described as pre-dimensioned or lumbered quartz).

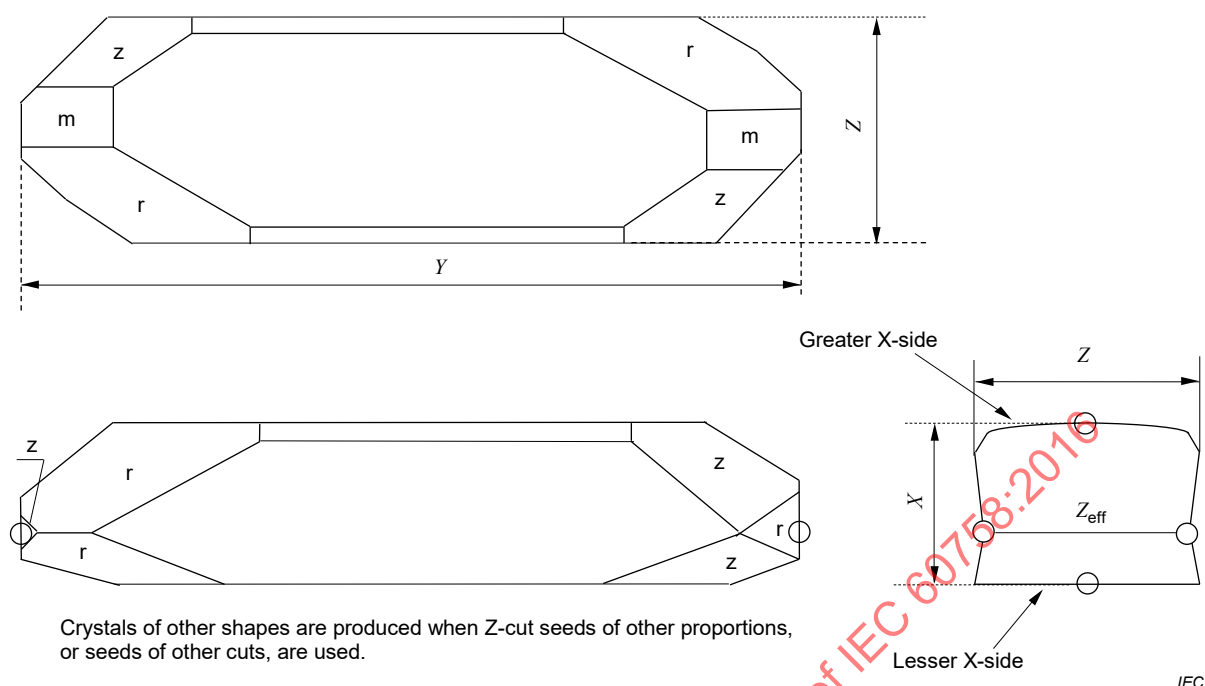


Figure 10 – Synthetic quartz crystal grown on a Z-cut seed of small X-dimensions

7.2.4 Growth zones

Deposition of solute on each growth surface is continuous and sometimes substantially uniform, but the manner of deposition differs from zone to zone. Hence, different regions result from growth along different directions and those regions have different properties. Among the common growth zones mentioned in this standard, the Z-zone exhibits the highest quality, and then the greater X-zone and S-zone follow. Hence, it is recommended that thickness shear and face shear crystal elements should be cut entirely or mostly from the Z-zone and that only Z-zone material be included under the electrode of the finished crystal unit. The lesser X-zone exhibits the lowest quality and is usually discarded in the production of high-frequency crystal units.

Figures 3a and 3b show typical examples of cutting wafers of AT-cut plate and X-cut plate from appropriate growth zones.

7.3 Standard method for evaluating the quality of synthetic quartz crystal

The degree of structural and chemical imperfection of a synthetic quartz crystal depends on growth conditions, dopants used, and especially on growth rate resulting in two important practical consequences. First, the extinction coefficient α of crystal may be degraded (to larger values). Second, the angle of cut to yield a certain frequency/temperature characteristic may not be uniform.

The Q-value of a crystal unit was first used as a guide to the quality of the material. A crystal unit manufactured as a 5 MHz fifth overtone frequency standard crystal resonator ensures that the Q-value reflects the internal loss but not the mounting loss and minor differences in fabrication techniques between manufacturers. The size of this crystal unit is large and sometimes impossible to cut from the Z-zone.

When coefficients of extinction α became accepted and used for their Q-indications, they soon replaced direct Q-measurements almost completely, due to their capabilities and advantages as a characterization tool. Small growth zones can be measured, details of growth band structures can be resolved; the tests are almost non-destructive, less costly, and much quicker.

The spread of the optimum angle of cut becomes very small and comparable to the spread in natural quartz crystals, when the $\alpha_{3\ 500}$ is less than 0,06/cm (grade C). Hence, such crystals are recommended for the production of high-frequency crystal units having good temperature characteristics.

With good control of the growth process, uniformity of α values within one batch of production is ensured. A sample from one production batch shall include a synthetic quartz crystal having the maximum thickness along Z- or Z'-axis. A choice of this sample relates to the fact that the α values are proportional to the growth rate. Hence, the crystal with maximum thickness will have the largest α value in the batch. Hence, tests on a sampling basis will suffice for most applications.

As an additional measure for evaluating synthetic quartz, a test crystal unit is specified in the standard for testing frequency-versus-temperature characteristics. The specification for the angle of cut is so chosen that frequency-versus-temperature characteristics have linear slope and sensitive dependence on angle of cut. The specified shape and dimensions of the test element are suitable to determine an accurate angle of cut. The Q-value of this crystal unit depends considerably on the mounting and fabrication processes and should not be used to evaluate the Q of a crystal.

7.4 Other methods for checking the quality of synthetic quartz crystal

7.4.1 General

There are various methods for checking the structural perfection of synthetic quartz crystal, but quantitative correlations with electrical characteristics of crystal units have not been completely established. An exception is the infra-red absorption method described above, which is useful for estimating the quality.

7.4.2 Visual inspection

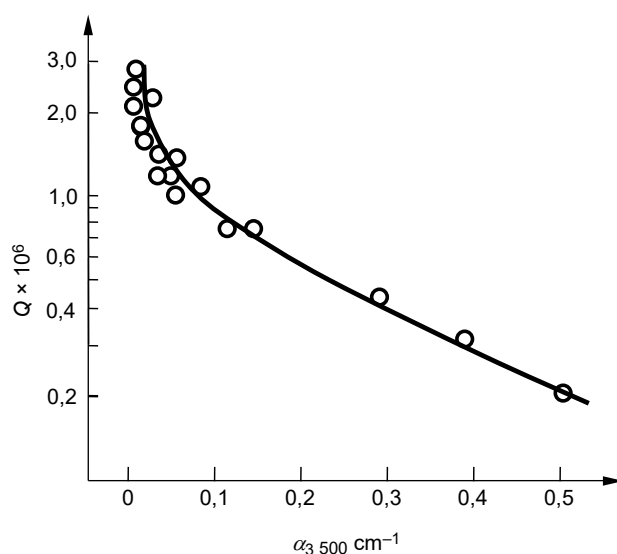
Excessive amounts of inclusions in crystal elements should be avoided.

7.4.3 Infrared radiation absorption method

Some radicals, included in the crystal lattice, absorb infrared radiation at certain wave numbers. The most common impurity radical in synthetic quartz is hydrogen bonded OH, the amount of which can be estimated by the infrared extinction coefficient at a selected wave number in the range between $3\ 400\ \text{cm}^{-1}$ and $3\ 600\ \text{cm}^{-1}$.

The concentration of OH radicals is related to the mechanical energy losses in a quartz crystal and hence there is a correlation between the absorption and the Q value. Figure 11 shows a typical calibration curve together with measured points. A recent recalibration [25]¹ reports that a $-0,01$ shift in the α coordinate of this curve adjusts it to yield realistic 5 MHz resonator Qs.

¹ Figures between square brackets refer to the Bibliography.



A recent recalibration of the $Q/\alpha_{3\ 500}$ relationship [26] concludes that for $\alpha_{3\ 500}$ measured on modern spectrophotometers without a beam condenser, a good approximation to realistic Q s from an old curve, such as shown here, is given by adding a 0,01 $\alpha_{3\ 500}$ Unit adjustment to the measured α and taking the Q corresponding to that sum. Although this adjustment appears small in α , its effect on the Q s becomes significant in the low- α , high- Q range.

IEC

Figure 11 – Example of a relation between the α value and the Q value at wave number $3\ 500\ \text{cm}^{-1}$

The infrared absorption is usually measured in the Z-zone of the crystal structure and the absorption in the lesser X-zone differs from those in the Z-zone.

It should also be noted that the infrared extinction coefficient measurement may vary, due to the choice of

- the dimensions of the window placed on the infrared beam;
- the position of the point where the measurement is made in relation to the position of the seed;
- the plane of polarization;
- the humidity and temperature environment of measurement;
- the individual infrared spectrophotometer instrument bias.

An international Round Robin on the measurement of the infrared extinction coefficient α in synthetic quartz² showed clearly that individual spectrophotometers each show a characteristic bias, which can be corrected with the use of standardized α quartz slices³. It is advisable to perform the correlation measurements cooperatively between the quartz supplier and user with reference to calibration slices from the Round Robin.

7.4.4 Miscellaneous

The chemical etch method of inspection, which is widely used for detecting twins in natural quartz, is not required in the case of synthetic quartz, where twins are very rare. The method may be used to reveal etch pits and channels as a measure of the number of dislocations. Gamma or X-ray irradiation is used for observing overall distribution of impurities. The darkening due to irradiation depends on impurity concentration and growth zone.

² This Round Robin was conducted between 1990 and 1992 by IEC technical committee 49 (working group 5).

³ For more information about this process and the availability of standard α -slices, contact IEC technical committee 49 (working group 5) or a participating national committee.

X-ray diffraction patterns give useful information on the perfection of crystals. The low α value results in sharper Laue patterns using a divergent X-ray beam. X-ray topography by the Lang method is useful in detecting the distribution of structural defects.

However, it should be noted that all of these methods lack quantitative correlation with electrical characteristics of completed quartz crystal units.

7.5 α grade for piezoelectric quartz

Six grades are specified. Grades Aa, A and B are required for the highest quality crystal units. Grade C is mostly suitable for high-frequency crystal units, which require good temperature characteristics as well as low α values. Grades D and E are mostly for low-frequency crystal units, for which a large size of crystal at low cost is the prime concern.

7.6 Optional grading (only as ordered), in inclusions, etch channels, Al content

7.6.1 Inclusions

Five grades are specified. Grades Ia, Ib and I are required for photolithographic processing.

Grade II is generally required for high-frequency/high-quality bulk wave or surface acoustic wave (SAW) resonators.

Grade III is relevant for most of the professional and industrial uses of quartz crystal units.

7.6.2 Etch channels

Six grades are specified. Grade 1aa or Grade 1a is required for a thick quartz sensor device that needs a chemical etching process of long period. Especially, Grade 1aa can be used for three dimensional chemical etching. Grades 1 and 2 are required for specified high-quality quartz crystal units, such as high-frequency fundamental or high-frequency SAW devices, or for specific processing such as chemical etching. Grade 3 is appropriate to most of the technical uses of quartz crystal units. Grade 4 is appropriate to most of the common-use quartz crystal units.

7.6.3 Al content

Low Al^{3+} (a substitution impurity occupying a Si^{4+} site) concentration also reduces the charge compensating monovalent ions that accompany Al (chiefly Na^+ and Li^+). Control is therefore sometimes required, as when resistance to radiation darkening or frequency change is needed.

The concentration of Al is in the units of Al atoms per million Si atoms in the quartz material. The sample cleaning procedure shall not include the use of quartz etchants, to make sure that impurities are not preferentially removed by etching.

The Al content of quartz can be successfully determined by both spectrochemical methods and physical methods. The former include, in the order of their development, atomic absorption (AA), inductively coupled plasma (ICP) and direct current plasma (DCP). All these methods can also yield analysis of many metals as well as Al. They require the exercise of careful laboratory skills for accurate results, especially when the Al contents are low. The sensitivity of all these methods is improved by predigesting the SiO_2 samples in HF solution (which removes the Si by the evolution of SiF gas), with the use of blank runs to control for unwanted additions of impurities from the HF used.

The physical methods include electron spin resonance (ESR), also called electron paramagnetic resonance (EPR), and infrared absorption of a swept sample at liquid nitrogen temperature. In addition, at least qualitative information can be obtained from comparisons of irradiation darkening of X-growth regions.

The spectrochemical and physical methods both involve the use of specialized equipment of such cost that it is normally installed only in laboratories expecting a volume usage of the equipment. For Al determinations in quartz, the user shall search for either a well-equipped spectrochemical laboratory with well-qualified technicians or a physical laboratory equipped with EPR. It should be possible to obtain reasonable results from either.

Care is required in the preparation of samples for Al analysis to ensure no unwanted material is included. For example usually only one growth zone and no seed material is desired. Frequently, the desired zone is Z-growth material.

7.6.4 Swept quartz

7.6.4.1 General

Quartz processed through the sweeping is called swept quartz. Sweeping is an electrolytic diffusion process in which Z-growth quartz is subjected to a strong electric field applied in the Z-direction at elevated temperature until the current stabilizes. During this process, the dominant process is the transformation of $\text{Al}^{3+}\text{-M}^+$ (a monovalent charge compensating ion) defect in quartz to $\text{Al}^{3+}\text{-OH}$ when the alkali ion is dissociated by radiation. The source of OH is water in as-grown crystal. As the OH depletes, the dominant transformation becomes $\text{Al}^{3+}\text{-e}^-$. The M^+ is diffused to the negative electrode by the electric field. Swept quartz has been used widely to reduce frequency shift caused by exposure to ionizing radiation, to reduce etch channel density, and, for certain optical uses, to reduce darkening caused by exposure to radiation.

7.6.4.2 Prevention of frequency shift

In either of the above mentioned transformations the elastic relaxation in $\text{Al}^{3+}\text{-M}^+$ centre is eliminated and the change in elastic constant is reduced. Thus, the frequency shift by radiation can be reduced if alkali ions in quartz are removed in advance by sweeping to cause transformation from $\text{Al}^{3+}\text{-M}^+$ to $\text{Al}^{3+}\text{-OH}$ or $\text{Al}^{3+}\text{-e}^-$. Swept quartz is used in crystal units for satellites operating in a space radiation environment where frequency-ageing shift tends to be caused.

7.6.4.3 Reduction of etch channels

Sweeping quartz was thought to be a means to reduce the micro-channels formed when exposing thin quartz wafer to strong etchants. The micro-channels are the result of dislocations (line defects) and the tendency of impurities to concentrate in the stressed regions surrounding the line defects. The etchants preferentially attack the regions of high stress. Sweeping was found to passivate this tendency. The means have not been thoroughly investigated, however, one popular explanation is that by removing the M^+ compensators in the region of stress and high Al^{3+} substitutions and modifying them either from $\text{Al}^{3+}\text{-M}^+$ to $\text{Al}^{3+}\text{-OH}$ or $\text{Al}^{3+}\text{-e}^-$, the potential to react with the strong acid etchants (HF, for example) is eliminated, thus passivating the channel. However, the dislocation remains and a pit form on the etched surface. In some applications, eliminating etch channels is sufficient. However, as devices continued to miniaturize, the presence of the pit proved problematic and led to the requirement that quartz be produced with low native dislocation density for the production of most devices using photolithographic production technology.

7.6.4.4 Reduction of darkening at quartz for optical application

Reduction of darkening is the third potential application for sweeping and is important in some optical applications. The darkening results from the presence of $\text{Al}^{3+}\text{-e}^-$ pair. In typical Z-region of synthetic quartz, such pairs are present in low concentration. When sweeping, however, once the OH is depleted, the $\text{Al}^{3+}\text{-e}^-$ mechanism becomes dominant. Sweeping further will increase $\text{Al}^{3+}\text{-e}^-$ concentration, thus increasing the tendency to darken.

7.6.4.5 Substitution of swept quartz by high quality synthetic quartz

Specifying synthetic quartz to resist the effects of radiation and strong etchants depends significantly on the application and its critical parameters. Frequency stability, resistance to etchants, and high optical transmission generally are the performance characteristics of interest.

The specification of synthetic quartz suitable for photolithographic processing has by experience resulted in the use of unswept quartz. By developing etch processes that reduce the tendency to form etch pits combined with high quality synthetic quartz with etch channel grade 1aa and inclusion density 1a devices are produced in large quantity with high yield and the use of swept quartz is reserved for limited applications most sensitive to mechanical imperfections, such as etch pits.

Radiation darkening in optical applications typically can be achieved by specifying material with alpha grade Aa, inclusion density 1a and etch channel grade 1aa. Generally, such quartz is of high purity with respect to all common impurities, including Al. However, in some cases, additional measures to insure low Al concentration may be necessary.

Specifying synthetic quartz to minimize frequency shift during exposure to radiation is more complex and less certain than specifying the material for photolithographic processing or optical uses. While the phenomena causing frequency shift due to radiation have been studied extensively, the empirical relationship between Al content, frequency shift, and radiation intensity remains poorly understood. The answer has been to use swept quartz.

Due to its relatively high cost there is interest in using unswept quartz in applications requiring frequency stability during radiation exposure. Experience has shown that synthetic quartz with Al content <1 ppm may be suitable for some of these applications. As described in 7.6.3, there are reliable test methods to determine Al concentration in synthetic quartz.

The most widely used method is ESR. However, ESR has the disadvantage of cost and the problem of sampling to represent a batch of quartz. To make the specification of low Al quartz practical, quartz manufacturers have developed approaches applied to the batch that insure the growth of low Al quartz. The basic approach is to use low Al input materials, then control the growth rate to a uniform, relatively low value, leading to low alpha material (high-Q).

With such methods in place and combined with specifying alpha grade Aa, inclusion density 1a and etch channel grade 1aa some applications for radiation hard resonators may be met using unswept quartz. The growth process parameters and material specifications should be settled between the quartz supplier and resonator manufacturer. For additional information see [29], [30], [31].

7.7 Ordering

The following items shall be specified when ordering (standard grades and values shall be used whenever possible):

- a) as-grown synthetic quartz crystal or lumbored synthetic quartz crystal;
- b) type of quartz (RH or LH);
- c) orientation of seed;
- d) dimensions;
- e) α grade;
- f) additional grading specifications only as required.

Annex A (informative)

Frequently used sampling procedures

A.1 Complete volume counting

This method is used by both manufacturers and users for crystals to be used in applications where the inclusion density control is of prime importance.

Each crystal is inspected in accordance with the inclusion counting method described in 4.2.5.3.5, except that the total usable volume of the crystal is examined. Care should be taken to ensure that when the height of the crystal in the X-axis is larger than the focal depth of the microscope, the crystal is scanned by moving the focus over the necessary range of heights to ensure that inclusions are not missed. The number of the inclusions is recorded in each size range in the usable volume of the crystal, which is then calculated.

The inclusion density of the crystal is calculated by dividing the number of inclusions in each size category by the usable volume.

This calculated inclusion density array will be used to classify each individual crystal according to the user's requirements.

A.2 Commodity Y-bar sampling – Method 1

This method is used by both manufacturers and users for the classification of batches of Y-bars.

A sample of bars, equivalent to one or more bars per 50 kg of quartz, is selected. A higher or lower sample level may be used if higher or lower confidence levels are required, but it is recommended that a minimum of three bars per batch be used. If the test is performed by a manufacturer, the sample bars should be selected from the upper, middle and lower regions of the autoclave batch and at varying distances from the wall of the autoclave. If the test is performed by a user without batch identities, the sample should be selected at random.

The sample bars are inspected using the inclusion counting method described in 4.2.5.3.5. The number and size category of the inclusions within each of the six locations in each bar is recorded and the total volume of these sample locations calculated.

Inclusion densities for each bar are calculated by dividing the total number of inclusions in its six locations, for each size category, by their total volume.

The acceptance/rejection criteria for the batch should be co-ordinated with the sampling level used.

A.3 Commodity Y-bar sampling – Method 2

This method is used by users for the incoming inspection of high volume deliveries of Y-bars.

A random sample of 20 bars is selected from a batch. These are inspected using the inclusion counting method described in 4.2.5.3.5, except that the total usable length of the bar is examined, but within the depth of focus of the microscope only. The user should judge the appropriateness of this method by comparing the X-height of the critical region of the device, such as its electroded area, with the depth of focus of the microscope. If the excess of the

X-height is not too great, the sample taken by the microscope's focus may be sufficiently representative to be considered a reasonable sample.

The total number of inclusions (R) in each size category is recorded.

The mean volume ($\bar{V}$) for each bar is calculated using the formula:

$$\bar{V} = \frac{[\bar{Z} - (2 + S)] Y D}{1000} \text{ cm}^3$$

where

$\bar{Z}$ is the mean dimension of the bar along the Z-axis, in mm;

S is the thickness of the seed, in mm;

Y is the usable length of the bar along the Y-axis, in mm;

D is the depth of focus of the microscope in mm;

$\bar{Z}$ is calculated by determining the minimum and maximum dimension of each bar along the Z-axis and taking the arithmetical mean of all 40 measurements recorded.

The number of inclusions per cm^3 (ρ) is given by the formula:

$$\rho = \frac{R}{\bar{V}}$$

The acceptance/rejection criteria for the batch are determined using inspection level S3 and an AQL of 1,0 % (see ISO 2859-1 [32]).

A.4 Use of comparative standards for 100 % crystal inspection

This method is widely used by manufacturers where the inclusion density varies within a production batch in and out of the acceptance density ranges, or when the desired grade requires the selection of crystals.

Each crystal is viewed in turn, the area of the crystal with the highest inclusion density being identified. This is then match-compared to one of a set of reference standards of known inclusion density. These standards may take the form of physical samples for which the density has been determined using the inclusion counting technique described in 4.2.5.3, or photographic comparison samples.

Where the inclusion density is clearly within the boundaries defined by the reference standards for a particular grade, the crystal will be classified within that grade. Where the decision is in doubt, the density being near to one of the test limits, either the crystal will be classified in the grade allowing the higher inclusion level, or a more precise determination of inclusion density using an inclusion counting technique will be performed.

A variation of this method may be automated with the use of stops on the up-and-down movement of the microscope so that it can be rapidly moved among two or three focal depth levels. In this way, more height may be sampled rapidly while scanning a bar.

Annex B (informative)

Numerical example

When a 30x stereo microscope, whose focal field of view measured 0,6 cm in diameter and 0,1 cm in height, was used to count inclusions at six locations over the full height within a crystal bar having an X measuring 2,0 cm, the total counts given in Table B.1 were taken.

Table B.1 – Commodity bar sampling, method 1

Size range	Number of inclusions
μm	
10 to 30	18
>30 to 70	5
>70 to 100	4
>100	10

The total volume counted, $V = NH\pi \left(\frac{D}{2}\right)^2$ in this case = 3,39 cm³.

where

N is the number of cylinders counted;

H is the height in cm through which the microscope is lowered (in this example the bar's height);

D is the field of view diameter in cm (when less than the full bar height is sampled, complete accuracy calls for letting $H = R + h$ cm, where R is the range of microscope height traversed, and h = the height of the microscope's focal field).

Dividing each total count by 3,39 yields the four averages for the crystal bar given in Table B.2.

Table B.2 – Commodity bar sampling

Size range	Number of inclusions
μm	
10 to 30	5,3
>30 to 70	1,5
>70 to 100	1,2
>100	2,9

Annex C

(informative)

Example of reference sample selection

Some appropriate as-grown crystal bars for a reference sample of each grade range are chosen carefully as testing bars. When the testing bars have a large X dimension seed, Y-cut slices are cut from the bars and finished to 10 mm thickness with a polished surface. Sample volumes are divided by 1 cm³ by drawing 10 mm squares on the Y surface within the Z growth zones, except the seed crystal. In the case of small X dimension ones like Y-bar, X-cut slices can be obtained by a lumbering process and finished to 10 mm thickness with a polished surface. Sample volumes are divided by 1 cm³ by drawing 10 mm squares on the X surface within Z growth zones, except the seed crystal. A drawn line that is the closest to the seed crystal shall be about 0,5 mm away from the seed surface to avoid counting the seed veil.

When inclusion density changes by location in a testing bar, several slices shall be prepared to tend counts toward average density of the testing bar. Sample volumes shall be randomly chosen from prepared squares. The sample volumes shall be selected to tend counts toward average density of the slice when inclusion density changes by location in a slice. Inclusions within stated size ranges are counted in each chosen sample volume under a stereo binocular microscope operating at a magnification of 40.

Counts from each sample volume are added by the stated four size ranges, and averaged by the total chosen sample volumes within a slice. If several slices are prepared from a testing bar, counts shall be averaged by all slices. An average count for each size range measured by the above-mentioned method is regarded as the evaluation-count of the testing bar. The reference sample shall be selected as having an evaluation-count that is closest to the boundary of each grade.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60758:2016

Annex D (informative)

Explanations of point callipers

Point callipers and digital point callipers have two extended measuring points as shown in Figures D.1 and D.2 suitable for measuring samples with irregular surfaces such as observed on the Z-faces of as-grown synthetic quartz.

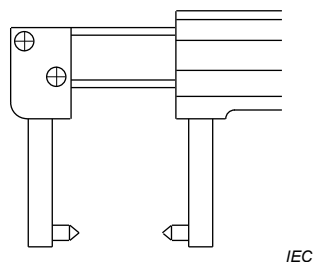


Figure D.1 – Point callipers

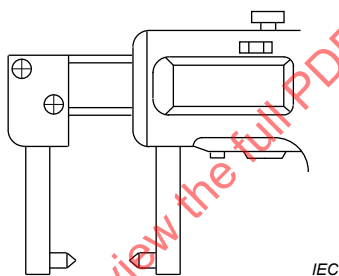


Figure D.2 – Digital point callipers

Annex E (informative)

Infrared absorbance α value compensation

E.1 General

It is well known that α values measured in different laboratories using the procedures recommended in this standard and using similar equipment to each other result in measurements with deviations between laboratories beyond the limits of accuracy required to assure conformance to the α requirements of this standard. To address this issue and to establish correlation between laboratories, a Round Robin was conducted involving five (5) samples with a wide range of α values and over twenty (20) laboratories. A procedure to establish correction terms based on the differences between individual results and the averages across laboratories at constant wave numbers and samples was established. The same methods described in Annex E may be applied to establish correction terms in the future. The Round Robin included grating based IR spectrophotometers 4562 using a dispersive configuration and FT-IR equipment, thus allowing the process to be applied to equipment using either measuring method.

E.2 Sample preparation, equipment set-up and measuring procedure

E.2.1 General

To reduce the variation between laboratories, a set of recommendations concerning sample preparation, equipment set-up, and measuring procedure is described.

E.2.2 Sample preparation

The suggested sample preparation procedure is as follows:

- sample cut from the Z-zone, not including any portion of the seed;
- light propagation is along the Y-axis. Y-faces are polished to a state commonly referred to as "optical inspection grade";
- the thickness (Y) should be $10 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm}$. The dimensions for X and Z should be as convenient and established in consideration of the measuring aperture;
- the angular deviation of the surface normal on the X and Y faces is less than 30' from the corresponding crystal axis;
- the X and Z faces are ground to a roughness achieved by mesh #80 diamond grit or rougher.

E.2.3 Equipment set-up

A diagram of the usual instrument configuration is shown in Figure E.1.

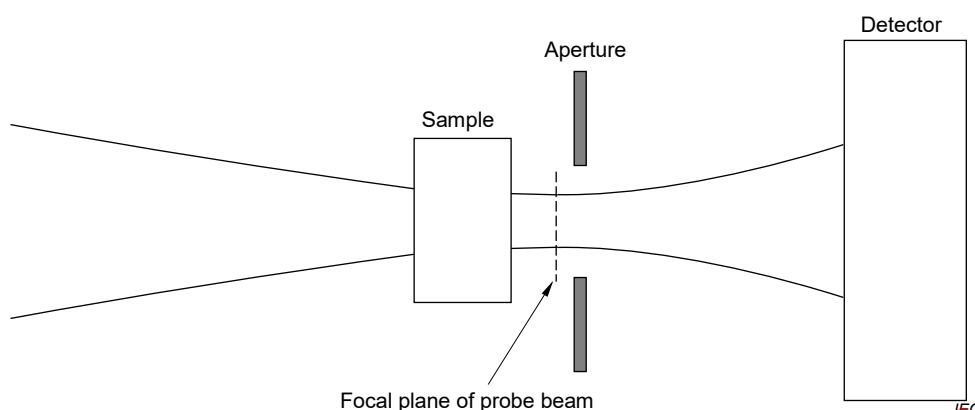


Figure E.1 – Schematic of measurement set-up

The sample is positioned so that the beam exit surface is within 5 mm of the focal plane and the focal plane is between the test sample and the aperture.

The instrument settings (scan speed of FTIR, slit width in grating spectrometer) should ensure that the wavelength resolution is about $6,0 \text{ cm}^{-1} \pm 0,5 \text{ cm}^{-1}$.

The aperture size is $12 \text{ mm} \times 2 \text{ mm}$. The 12 mm dimension is along the crystal X direction.

The aperture is positioned between the sample and the focal plane in such a way that the transmission is maximized at the reference wave number.

With the sample removed, the instrument is calibrated to read 100 % transmission at all reference and absorption wave number settings.

The reference wave numbers are $3\,800 \text{ cm}^{-1} \pm 3 \text{ cm}^{-1}$ and $3\,979 \text{ cm}^{-1} \pm 3 \text{ cm}^{-1}$.

The absorption wave numbers are $3\,500 \text{ cm}^{-1} \pm 3 \text{ cm}^{-1}$ and $3\,585 \text{ cm}^{-1} \pm 3 \text{ cm}^{-1}$. The absorption wave number setting for the $3\,585 \text{ cm}^{-1}$ measurement should be adjusted to achieve the local minimum value of transmission.

The measurement temperature is $15 \text{ }^{\circ}\text{C} - 25 \text{ }^{\circ}\text{C}$.

The measurement relative humidity is 70 % or less.

E.2.4 Measurement procedure

Uncorrected absorbance values at any of the two absorption wave numbers are calculated by using the formula in 4.2.6.3. T_1 is evaluated at the same reference wave number that was used to establish the calibration terms described in Clause E.3. In a grating spectrometer, the measurements should be made without scanning the wave number. The samples should have the beam centred inside the aperture. Consistent positioning of the samples can be achieved with dedicated sample-holders.

E.3 Procedure to establish correction terms

The procedure to establish correction terms is performed independently for any of the two absorption wave numbers, and the example here should only discuss the case of $3\,500 \text{ cm}^{-1}$. The samples used for the Round Robin or an equivalent set of samples are measured as described in E.2.2 and E.2.3.

An example of the calibration method is shown below. A set of five (5) standard samples was tested by several laboratories and an average of uncorrected data determined (inclusive of all instruments) at the two wave number combinations and labelled "averaged" in Tables E.1 and E.2. The measurements of one laboratory are shown and labelled "measured".

Table E.1 – Example of calibration data at $\alpha_3 585$

Averaged	Measured
0,015 7	0,015 5
0,038 2	0,037 3
0,062 4	0,059 1
0,155 5	0,153 8
0,136 2	0,137 8

Table E.2 – Example of calibration data at $\alpha_3 500$

Averaged	Measured
0,026 1	0,025 1
0,038 3	0,036 1
0,051 4	0,047 5
0,130 6	0,123 2
0,107 7	0,107 2

This data is graphically shown in Figure E.2 with the corresponding least square fit of a linear approximation.

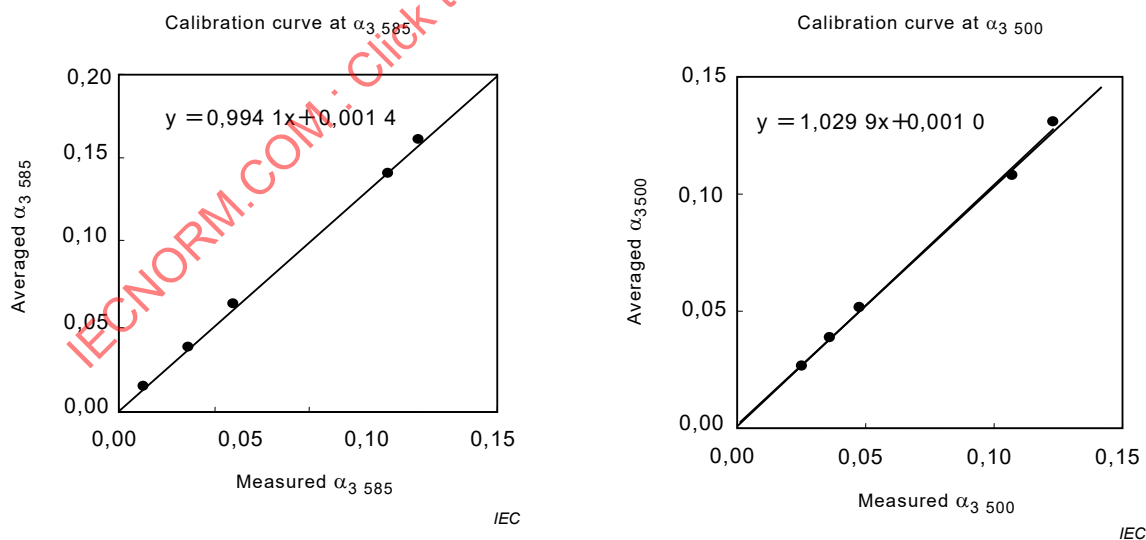


Figure E.2 – Graph relationship between averaged α and measured α at two wave numbers of $\alpha_3 500$ and $\alpha_3 585$

The calibration terms calculated in these two examples are factor $a = 1,029 9$ and offset $b = +0,001 0 \text{ cm}^{-1}$ at $\alpha_3 500$, $a = 0,994 1$ and offset $b = +0,001 4$ at $\alpha_3 585$.

E.4 Calculation of compensated (corrected) absorbance values

After the correction terms are known for the measurement set-up and wavelength of interest, the sample to be evaluated is measured according to E.2.4. The corrected absorbance value $\alpha^{\text{corrected}}$ is calculated from the uncorrected measurement α using the following formula and the correction terms a and b as defined in Clause E.3.

$$\alpha^{\text{corrected}} = a \alpha + b$$

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60758:2016

Annex F

(informative)

Differences of the orthogonal axial system for quartz between IEC standard and IEEE standard

IEEE revised IEEE Standard 176-1946 in 1978 and revised it again to issue it as IEEE Standard 176-1987 in 1987. The main revision point is the +X inversion of orthogonal crystal axis shown in Figure F.1 and it is different from that of the present IEC 60758.

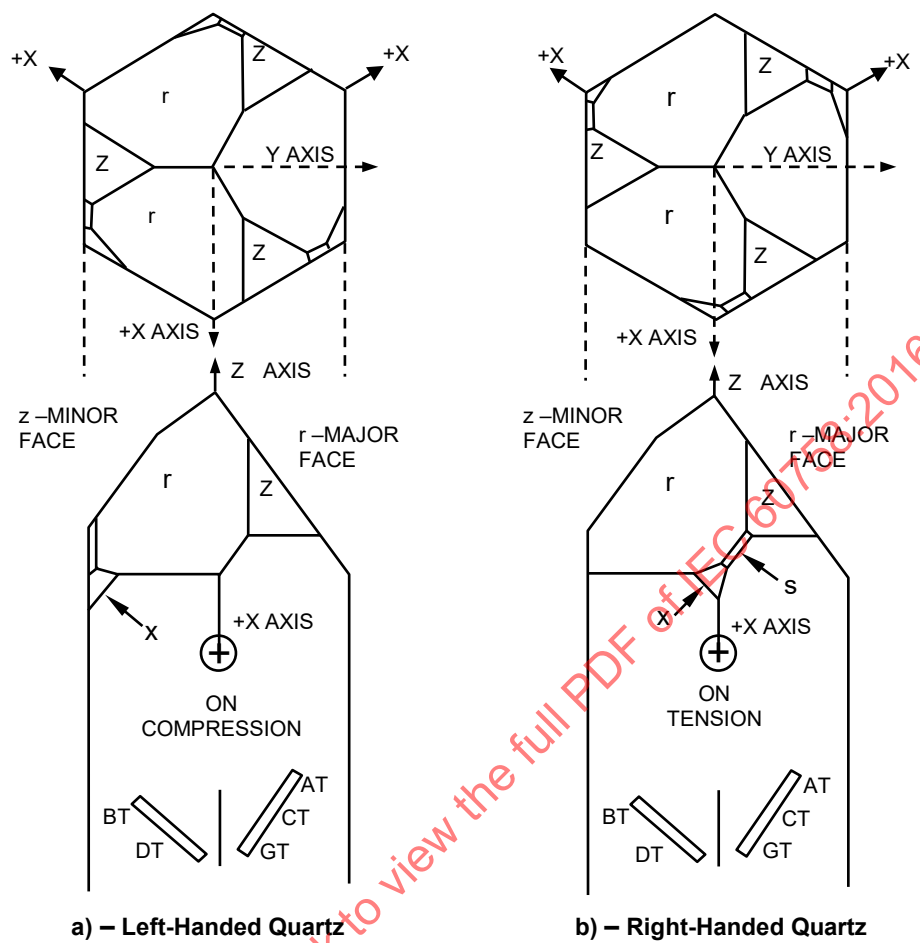
The differences between IEEE 176-1987 and IEC 60758 are given below.

- a) Right-handed quartz is expressed by the right-handed orthogonal axial system, also left-handed quartz is expressed by the left-handed orthogonal axial system in IEC 60758. However, the right-handed orthogonal axial system is applied for right-handed and left-handed quartz in IEEE 176-1987.
- b) For right-handed quartz, the relation between IEC 60758 and IEEE Standard 176-1987 is that of rotated 180 degrees around the Z-axis. For left-handed quartz, the relation between IEC 60758 and IEEE 176-1987 is that of reversed Y-axis.
- c) All material constant values of left-handed quartz are the same as the material constant values of right-handed quartz in IEC 60758. In IEEE 176-1987, however, elastic constant of right-handed quartz and left-handed quartz are the same, but the plus or minus sign of the piezoelectric constant is reverse to each other.
- d) In IEC 60758, the elastic constant of C_{14} is a negative quantity and the piezoelectric constant of e_{11} is a negative value and that of e_{14} is a positive value. On the other hand, in IEEE 176-1987, all these quantities, that is, C_{14} , e_{11} and e_{14} , are positive values.
- e) According to IEC 60758, for example AT-cut at right-handed quartz is called +35° rotated Y-cut. However, according to IEEE 176-1987, it should be called –35° rotated Y-cut.

Now, in all international academic papers, quartz material constants are written based on IEEE Standard 176-1987. Care should be taken to avoid confusion which may be caused by the expression differences of material constants and crystal axes between IEEE 176-1987 and IEC 60758.

ANSI/IEEE Std 176-1987

©1987 IEEE



IEC

Figure F1 – Left- and right-handed quartz crystals

Annex G (informative)

α value measurement consistency between dispersive infrared spectrometer and fourier transform infrared spectrometer

G.1 General

Dispersive infrared spectrometer has been mainly conventional measuring equipment for the determination of infrared absorption of α coefficient. However, the Dispersive Infrared Spectrometer, which was applied for the measurement method in Annex E, has not been commonly on the sale anymore for the last decade. Fourier transform infrared spectrometer (FT-IR) is now available to measure infrared absorbance of the material.

IEC 60758:2008 and Japanese National Standard JIS C 6704 [33] were revised in 1999. In the corresponding version, α was also measured by FT-IR method and its result was verified that the same result can be obtained as one by Infrared Spectrometer. In the measurement, the dual beam system in the FT-IR system was applied. The dual beam system uses one beam as a reference light, and simultaneously calibrates the measured signal of the sample. Therefore the base line drift was compensated. However, the corresponding system was not a common FT-IR Spectroscopy. Common FT-IR Spectroscopy is generally single-beam system, in which the stability of base line is believed to be inferior to a dual beam system. To confirm that the conventional single beam FT-IR spectroscopy is also applicable, the re-examination test was executed.

G.2 Experiment

The same quartz crystal specimens, which were used in a Round Robin test in Annex E, were measured by both Infrared spectrometer and FT-IR Spectroscopy. In this experiment, FT-IR equipment commercially available of four companies was employed. Those results were carefully examined. The criteria value to determine a satisfying condition was a tolerance value of the measurement performed in a Round Robin test in Annex E, which were $\pm 12,5\%$ for $3\,585\text{ cm}^{-1}$ and $\pm 9\%$ for $3\,500\text{ cm}^{-1}$. Measuring conditions for FT-IR measurement are reconsidered as follows (refer to 4.2.6.3 and Annex E):

- a) The sample shall be placed under the condition, where (a) the light emergence plane is positioned within 5 mm from focal plane and, (b) the focus point shall be located between the specimen and the aperture.
- b) The scan speed of FT-IR shall be adjusted to make the resolution of wave number in a range from $1,0\text{ cm}^{-1}$ to $4,0\text{ cm}^{-1}$.
- c) The aperture size shall be from $2\text{ mm}\phi$ to $5\text{ mm}\phi$.
- d) The light shall be aligned along Y axis. The X axis of specimen shall be upward.
- e) The accumulation numbers for FT-IR system shall be more than 18 times.
- f) The aperture is positioned between the sample and the focal plane in such a way that the transmission is maximized at the reference wave number.
- g) With the sample removed, the instrument is calibrated to read 100 % transmission at all reference and absorption wave number settings.
- h) The reference wave numbers are $3\,800\text{ cm}^{-1} \pm 3\text{ cm}^{-1}$ and $3\,979\text{ cm}^{-1} \pm 3\text{ cm}^{-1}$.
- i) The air in a sample chamber shall be replaced with a dried air.

G.3 Experimental result

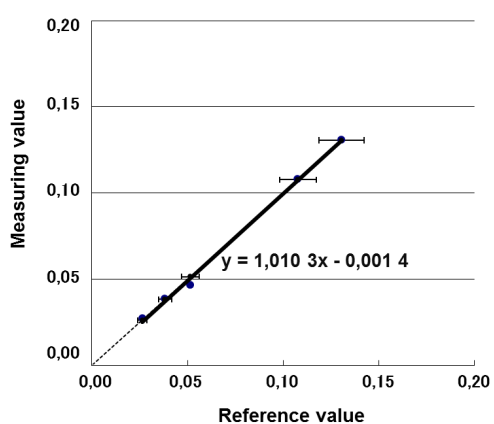
Japanese National Committee has performed a round Robin test in five quartz crystal companies. Five samples with various α values, which were exactly the same samples used in a round Robin test in 1999, were prepared for measuring infrared absorption coefficients. Then averaged values, Maximum values, and minimum values obtained from the test were referred by the new testing system. The permissible levels were defined so that the measured values could be plotted within the range between the maximum and minimum values of referred results.

Autocorrelation graph between reference α and measured α for wave length of $3\,500\text{ cm}^{-1}$ are shown in Figures G.1 a) to G.1 d). The dotted line represents the recommended reference value and the solid line is a measured value. Measured α values were plotted in a range between the maximum and minimum values of referred results. All measured results were in permissible levels so that the measuring system using FT-IR system is precise enough under the condition shown in Clause G.2.

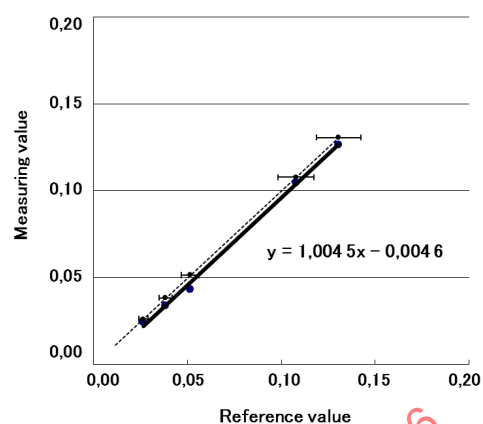
In addition, Figures G.1e)-G.1h) show the autocorrelation plot of reference α and measured α for the wave length of $3\,585\text{ cm}^{-1}$. Measured α values were plotted in a range between the maximum and minimum values of referred results. All measured results were in permissible levels as in the $3\,500\text{ cm}^{-1}$ measurement. The precise measurement was performed in the same way as $3\,500\text{ cm}^{-1}$ wave length case.

The absorbance peak at $3\,585\text{ cm}^{-1}$ is difficult to detect with poor wave length resolution, since the peak is very sharp and narrow. Therefore the measurement using $3\,585\text{ cm}^{-1}$ is one of the most difficult methods by using infrared spectrometer.

Up to now, $3\,500\text{ cm}^{-1}$ wave length was rather chosen for obtaining α values in conventional measurements, because this absorbance peak is pretty shallow and easy to measure absorbance. The wave length resolution in FT-IR measuring system is theoretically very high, therefore measured peak in a spectrum at $3\,585\text{ cm}^{-1}$ was very sharp and the measured α had small errors after several measurements. All measured values are within the reference values with small tolerances. And the results are also identical to ones from Infrared spectroscopy. These results showed the FT-IR measurement currently available was confirmed to be applicable for the determination of α values.



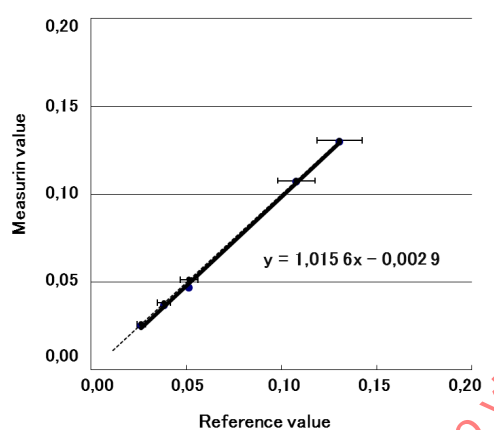
IEC



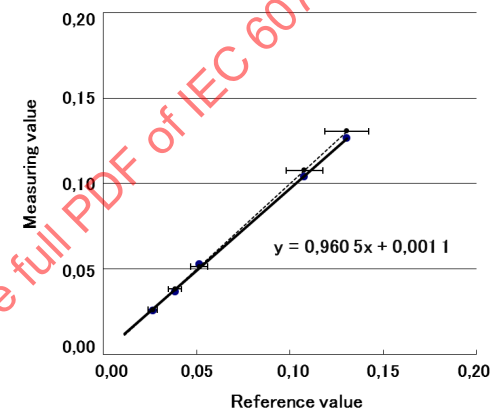
IEC

a) – Maker A 20 times accumulation $\alpha_{3\,500}$

b) – Maker B 18 times accumulation $\alpha_{3\,500}$



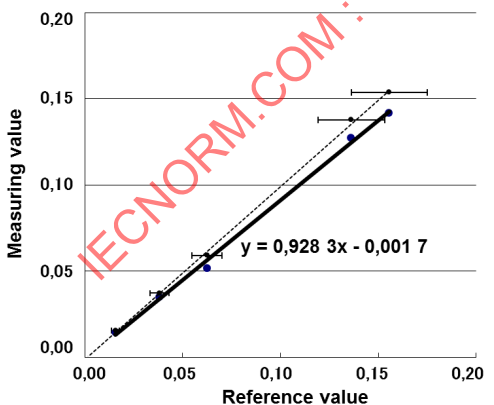
IEC



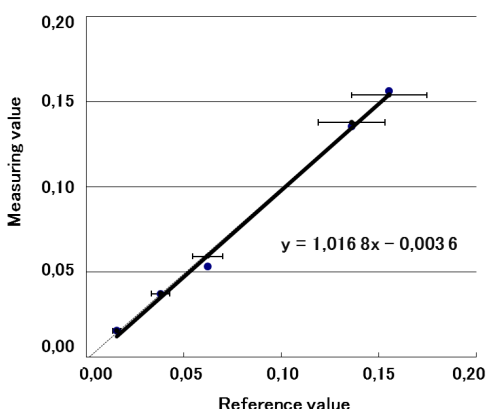
IEC

c) – Maker C 18 times accumulation $\alpha_{3\,500}$

d) – Maker D 20 times accumulation $\alpha_{3\,500}$



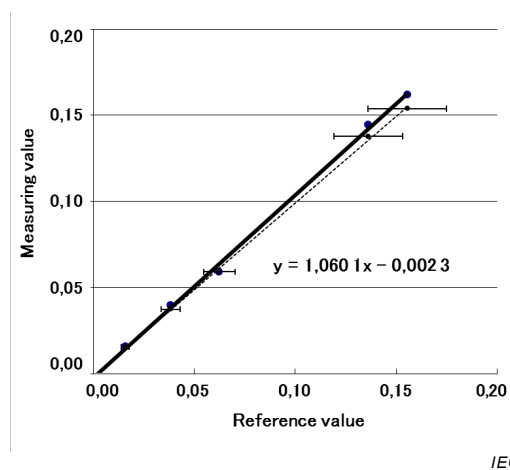
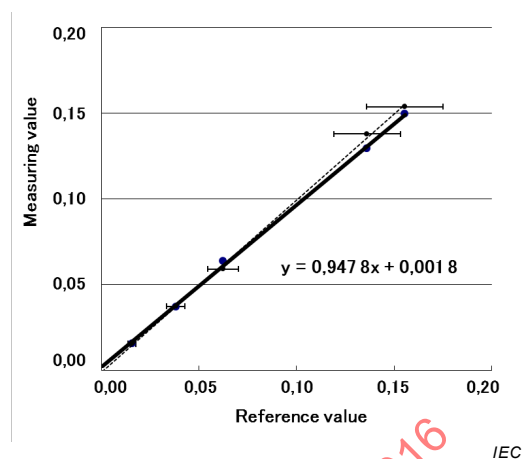
IEC



IEC

e) – Maker A 20 times accumulation $\alpha_{3\,585}$

f) – Maker B 18 times accumulation $\alpha_{3\,585}$

g) – Maker C 18 times accumulation $\alpha_{3\,585}$ h) – Maker D 20 times accumulation $\alpha_{3\,585}$ Figure G.1 – Relationship of α between measuring value and reference value

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60758:2016

Bibliography

General

- [1] R.A. Laudise and J.W. Nielsen: Hydrothermal Crystal Growth (Academic Press Inc.: Solid State Physics, v. 12, p. 149)
- [2] W.J. Spencer: Observation of Resonant Vibrations and Defect Structure in Single Crystals by X-ray Diffraction Topography (Academic Press: Physical Acoustics, v. 5, p. 111)
- [3] D.B. Fraser: Impurities and Anelasticity in Crystalline Quartz (Academic Press: Physical Acoustics, v. 5, p. 59)

Specialized

- [4] IEC 60122-2:1983, *Quartz crystal units for frequency control and selection, Part 2: Guide to the use of quartz crystal units for frequency control and selection*
- [5] A.C. Walker: Hydrothermal Growth of Quartz Crystals (Ind. Eng. Chem., v. 46, p. 1670, 1954)
- [6] D.L. Wood: Infrared Absorption of Defects in Quartz (J. Phys. Chem. Solids, v. 13, p. 326, 1960)
- [7] C.S. Brown: Internal Friction in Synthetic Quartz (Proc. Phys. Soc., v. 75, p. 459, 1960)
- [8] F. Augustine and D.R. Hale: Topography and Etch Patterns of Synthetic Quartz (J. Phys. Chem. Solids, v. 13, p. 334, 1960)
- [9] J.W. Nielsen and F.G. Foster: Unusual Etch Pits in Quartz (Amer. Mineral, v. 45, p. 299, 1960)
- [10] S.V. Starodubtsev, Sh. Vakhidov and L.1. Tsinober: Sector Distribution of Luminescence Centres in Synthetic Quartz (Kristallografia, v. 8, p. 770, 1964. In Russian)
- [11] L.1. Tsinober and I.E. Kamentsev: Effect of Growth Rate on the Concentration of Centres of Smoky Colour and on the Unit Cell Parameters of Synthetic Quartz Crystals (Kristallografia, v. 9, p. 448, 1964. In Russian)
- [12] A.A. Ballman and D.W. Rudd: The Growth of Cultured Quartz (Western Electric Engineer, v. 9, p. 3, 1965)
- [13] D.M. Dodd and D.B. Fraser: The 3000-3900 cm⁻¹ Absorption Bands and Anelasticity in Crystalline α -Quartz (J. Phys. Chem. Solids, v. 26, p. 673, 1965)
- [14] D.W. Rudd, E.E. Houghton and W.J. Carrol: Mechanical Q of Alpha-Quartz Rapidly Evaluated (Western Electric Engineer, v. 10, p. 22, 1 966). [15] W.J. Spencer and K. Haruta: Defects in Synthetic Quartz (J. Appl. Physics, v. 37, p. 549, 1966)
- [15] A.R. Lang and V.F. Miuskov: Dislocation and Fault Surface in Synthetic Quartz (J. Appl. Phys., v.38, p. 477, 1967)
- [16] G. Matsuki and F. Iwasaki: Hydrogen Bonded OH in Synthetic Quartz (Japan, J. Appl. Phys., v., p.1 136, 1968)

- [17] I. Koga: Specifying Quartz Crystal Cuts without Regard to Handedness (Proc. IEEE, v.57, No.12, p.2171, 1969)
- [18] B. Sawyer: Q Capability Indication from Infrared Absorption Measurements for Na₂CO₃ Processed Cultured Quartz (IEEE Trans. Sonics and Ultrasonics, v.SU-19, p.41, 1972)
- [19] N.C. Lias, E.E. Grudenski, E.D. Kalb and R.A. Laudise: The Growth of High Acoustic Q Quartz at High Growth Rates (J. Crys. Growth, v.18, p.1, 1973)
- [20] J. Asahara, E. Yazaki, K. Takazawa and K. Kita: Influences of the Inclusions in Synthetic Quartz (Proc. 29th Ann. Freq. Control Symp., p. 21 1, 1975)
- [21] J.C. Brice and A.M. Cole: The Characterization of Synthetic Quartz by Using Infrared Absorption (Proc. 32nd Ann. Freq. Control Symp., p.1, 1978)
- [22] J.F. Balascio and N.C. Lias: Standard Characterization Methods for the Determination of the Quality of Hydrothermally Grown Quartz (Proc. 37th Ann. Freq. Control Symp., p.1 57, 1983)
- [23] M. Ikeda, M. Kurashige, S. Maeda, Y. Mikawa, K. Nagai, J. Takahashi, H. Takashima, M. Kyono, N. Yamamoto: Study and Proposal of Alpha-Grade Evaluation Procedure for Synthetic Quartz Crystal (Proc. 54th Ann. Freq. Control Symp., p.206, 2000)
- [24] J.C. Brice: Crystals for Quartz Resonators (Reviews of Modern Physics, v.57, No.1, p.105, 1985)
- [25] B. Sawyer: Quality Indications from Infrared Absorption Measurements on Cultured Quartz (IEEE Trans. on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control, p.558, 1987)
- [26] J.J. Martin: Electrodiffusion (Sweeping) of Ions in Quartz – a Review (IEEE Trans. on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control, p.228, 1988)
- [27] J.G. Gualtieri and K.L. Blisnuk: Spurious Surface Finish Improvement of the Infrared Extinction Coefficient of Alpha Quartz. (IEEE Trans. on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control p.494, 1991)
- [28] B. Sawyer: International Round Robin in Infrared Alpha Measurements on Slices of Synthetic Quartz (IEEE Trans. on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control, p. 467, 1994)
- [29] Shigeru Obara, Mitsuaki Koyama, Akio Chiba, Hideaki Fukuda, Hideo Ohba: Drift for Quartz resonator Irradiated By CO Gamma Ray (Proc. 43rd Ann. Freq. Control Symp., p.521, 1989)
- [30] Harish Bahadur: Point Defects in Quartz Crystals and Their Radiation Response- A Review (Proc. IEEE International Frequency Control Symposium and Exposition, p.651, 2004)
- [31] Harish Bahadur, Kiyotaka Ninagawa, Hirotsugu Nishido, Teruo Usami, Masahiro Kayama, Shin Toyoda: Radiation Effects On Premium Q and Supreme Q Cultured Quartz Crystals (Proc. IEEE International Frequency Control Symposium and Exposition, p.213, 2008)

- [32] ISO 2859-1:1999, *Sampling procedures for inspection by attributes – Part 1: Sampling schemes indexed by acceptance quality limit (AQL) for lot-by-lot inspection*
 - [33] JIS C 6704:2009, *Synthetic quartz crystal*
 - [34] ISO 15368:2001, *Optics and optical instruments – Measurement of reflectance of plane surfaces and transmittance of plane parallel elements*
-

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60758:2016

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60758:2016

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS	66
INTRODUCTION	68
1 Domaine d'application	69
2 Références normatives	69
3 Termes et définitions	69
4 Spécification pour le cristal de quartz synthétique	73
4.1 Valeurs normalisées	73
4.1.1 Forme du quartz synthétique à usage optique	73
4.1.2 Orientation du germe	73
4.1.3 Densité des inclusions	74
4.1.4 Stries dans le quartz synthétique à usage optique	74
4.1.5 Indications de qualité infrarouge de $\alpha_3 500$ et de $\alpha_3 585$ pour les applications piézoélectriques	74
4.1.6 Classification des classes par valeur α et strioscopie pour les applications optiques	75
4.1.7 Caractéristiques de fréquence-température du quartz synthétique à usage piézoélectrique	75
4.1.8 Densité des canaux électrolytiques p	76
4.1.9 Transmission interne pour les applications optiques	76
4.2 Exigences et méthodes de mesure	77
4.2.1 Orientation	77
4.2.2 Chiralité	78
4.2.3 Dimensions d'un cristal de quartz synthétique	78
4.2.4 Dimensions du germe	79
4.2.5 Imperfections	79
4.2.6 Evaluation de la qualité infrarouge par mesure de α	82
4.2.7 Caractéristiques de fréquence-température pour les applications piézoélectriques	84
4.2.8 Stries dans le quartz synthétique à usage optique	85
4.2.9 Bande de croissance du quartz synthétique à usage optique	86
4.2.10 Densité des canaux électrolytiques	86
4.2.11 Transmission interne pour les applications optiques	87
4.3 Marquage	88
4.3.1 Généralités	88
4.3.2 Exigences relatives à l'expédition	88
5 Spécification pour le cristal de quartz synthétique préébauché	89
5.1 Valeurs normalisées	89
5.1.1 Tolérance sur les dimensions	89
5.1.2 Planéité de la surface de référence	89
5.1.3 Tolérance angulaire sur la surface de référence	90
5.1.4 Excentricité du germe	90
5.2 Exigences et méthodes de mesure	91
5.2.1 Barres de quartz brut utilisées pour les barres de quartz préébauché	91
5.2.2 Dimensions du cristal de quartz synthétique préébauché	91
5.2.3 Identification sur la surface de référence	91
5.2.4 Mesure de la planéité de la surface de référence	91
5.2.5 Mesure de la tolérance sur l'angle de la surface de référence	91

5.2.6	Excentricité du germe	91
5.3	Conditions de livraison	92
5.3.1	Généralités	92
5.3.2	Marquage	92
5.3.3	Emballage	92
5.3.4	Lot de confection	92
6	Règle d'inspection pour le cristal de quartz synthétique et le cristal de quartz synthétique préébauché	92
6.1	Règle d'inspection pour le cristal de quartz synthétique brut	92
6.1.1	Inspection	92
6.1.2	Essai lot par lot	92
6.2	Règle d'inspection pour le cristal de quartz synthétique préébauché	94
6.2.1	Généralités	94
6.2.2	Essai lot par lot	94
7	Lignes directrices pour l'utilisation du cristal de quartz synthétique à usage piézoélectrique	94
7.1	Généralités	94
7.1.1	Vue d'ensemble	94
7.1.2	Cristal de quartz synthétique	95
7.2	Forme et dimensions du cristal de quartz synthétique	95
7.2.1	Désignation des axes et faces du cristal	95
7.2.2	Germe	96
7.2.3	Formes et dimensions	97
7.2.4	Zones de croissance	98
7.3	Méthode normalisée d'évaluation de la qualité du cristal de quartz synthétique	98
7.4	Autres méthodes de contrôle de la qualité du cristal de quartz synthétique	99
7.4.1	Généralités	99
7.4.2	Examen visuel	99
7.4.3	Méthode d'absorption du rayonnement infrarouge	99
7.4.4	Méthodes diverses	100
7.5	Classe α pour le quartz piézoélectrique	100
7.6	Classes optionnelles (selon commande) en fonction des inclusions, des canaux électrolytiques, de la concentration en aluminium	100
7.6.1	Inclusions	100
7.6.2	Canaux électrolytiques	101
7.6.3	Teneur en aluminium	101
7.6.4	Quartz électriquement purifié	102
7.7	Rédaction des commandes	103
Annexe A (informative)	Procédures d'échantillonnage fréquemment utilisées	104
A.1	Comptage total en volume	104
A.2	Echantillonnage simplifié des barres Y – Méthode 1	104
A.3	Echantillonnage simplifié des barres Y – Méthode 2	104
A.4	Utilisation d'étalons comparatifs pour le contrôle à 100 % des cristaux	105
Annexe B (informative)	Exemple numérique	106
Annexe C (informative)	Exemple de choix des échantillons de référence	107
Annexe D (informative)	Explications relatives aux pieds à coulisse à pointes	108
Annexe E (informative)	Correction de la valeur α d'absorption dans l'infrarouge	109
E.1	Généralités	109

E.2	Préparation des échantillons, configuration de l'équipement et procédure de mesure	109
E.2.1	Généralités	109
E.2.2	Préparation des échantillons	109
E.2.3	Configuration de l'équipement	109
E.2.4	Procédure de mesure	110
E.3	Procédure d'établissement des termes de correction	110
E.4	Calcul des valeurs d'absorption compensées (corrigées)	112
Annexe F (informative)	Différence de systèmes axiaux orthogonaux du quartz entre la norme IEC et la norme IEEE	113
Annexe G (informative)	Cohérence des mesures de valeur α entre le spectromètre infrarouge à dispersion et le spectromètre infrarouge à transformée de Fourier	115
G.1	Généralités	115
G.2	Expérience	115
G.3	Résultat expérimental	116
Bibliographie		119
Figure 1	Axe et sens de taille d'un cristal de quartz	77
Figure 2	Sections théoriques d'un cristal de quartz synthétique cultivé sur un germe taille Z	79
Figure 3	Exemple type de découpage d'une lame taille AT, taille rhomboédral mineur, taille X, taille Y et taille Z	81
Figure 4	Taux de variation des caractéristiques de fréquence-température de l'éprouvette d'essai	85
Figure 5	Montage type du système de strioscopie	86
Figure 6	Encombrements d'un cristal de quartz synthétique préébauché et dimensions par rapport aux axes X, Y et Z	89
Figure 7	Déviations angulaires de la surface de référence	90
Figure 8	Excentricité du germe par rapport aux dimensions le long de l'axe Z ou Z'	91
Figure 9	Désignation des axes et faces d'un cristal de quartz	96
Figure 10	Cristal de quartz synthétique cultivé sur un germe taille Z de faibles dimensions X	97
Figure 11	Exemple de relation entre la valeur α et la valeur Q au nombre d'onde $3\,500\text{ cm}^{-1}$	99
Figure D.1	Pieds à coulisse à pointes	108
Figure D.2	Pieds à coulisse numériques à pointes	108
Figure E.1	Schéma du montage de mesure	110
Figure E.2	Relation graphique entre les valeurs α moyennées et les valeurs α mesurées aux deux nombres d'ondes de $\alpha_{3\,500}$ et $\alpha_{3\,585}$	111
Figure F.1	Cristaux de quartz gauche et droit	114
Figure G.1	Relation de α entre la valeur mesurée et la valeur de référence	118
Tableau 1	Classes de densité des inclusions du quartz synthétique à usage piézoélectrique	74
Tableau 2	Classes de densité des inclusions du quartz synthétique à usage optique	74
Tableau 3	Classes de coefficient d'absorption dans l'infrarouge pour les applications piézoélectriques	75

Tableau 4 – Classes de coefficient d'absorption dans l'infrarouge et striescopie pour les applications optiques	75
Tableau 5 – Classe de densité des canaux électrolytiques pour les applications piézoélectriques	76
Tableau 6 – Conditions et exigences d'essai applicables à l'essai lot par lot pour le groupe A	93
Tableau 7 – Conditions et exigences d'essai applicables à l'essai lot par lot pour le groupe B	93
Tableau 8 – Conditions et exigences d'essai applicables à l'essai lot par lot	94
Tableau B.1 – Echantillonnage simplifié des barres, Méthode 1	106
Tableau B.2 – Echantillonnage simplifié des barres	106
Tableau E.1 – Exemple de données d'étalonnage à α_3 585	111
Tableau E.2 – Exemple de données d'étalonnage à α_3 500	111

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60758:2016

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

**CRISTAL DE QUARTZ SYNTHÉTIQUE –
SPÉCIFICATIONS ET LIGNES DIRECTRICES D'UTILISATION****AVANT-PROPOS**

- 1) La Commission Electrotechnique Internationale (IEC) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de l'IEC). L'IEC a pour objet de favoriser la coopération internationale pour toutes les questions de normalisation dans les domaines de l'électricité et de l'électronique. A cet effet, l'IEC – entre autres activités – publie des Normes internationales, des Spécifications techniques, des Rapports techniques, des Spécifications accessibles au public (PAS) et des Guides (ci-après dénommés "Publication(s) de l'IEC"). Leur élaboration est confiée à des comités d'études, aux travaux desquels tout Comité national intéressé par le sujet traité peut participer. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'IEC, participent également aux travaux. L'IEC collabore étroitement avec l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO), selon des conditions fixées par accord entre les deux organisations.
- 2) Les décisions ou accords officiels de l'IEC concernant les questions techniques représentent, dans la mesure du possible, un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux de l'IEC intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les Publications de l'IEC se présentent sous la forme de recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux de l'IEC. Tous les efforts raisonnables sont entrepris afin que l'IEC s'assure de l'exactitude du contenu technique de ses publications; l'IEC ne peut pas être tenue responsable de l'éventuelle mauvaise utilisation ou interprétation qui en est faite par un quelconque utilisateur final.
- 4) Dans le but d'encourager l'uniformité internationale, les Comités nationaux de l'IEC s'engagent, dans toute la mesure possible, à appliquer de façon transparente les Publications de l'IEC dans leurs publications nationales et régionales. Toutes divergences entre toutes Publications de l'IEC et toutes publications nationales ou régionales correspondantes doivent être indiquées en termes clairs dans ces dernières.
- 5) L'IEC elle-même ne fournit aucune attestation de conformité. Des organismes de certification indépendants fournissent des services d'évaluation de conformité et, dans certains secteurs, accèdent aux marques de conformité de l'IEC. L'IEC n'est responsable d'aucun des services effectués par les organismes de certification indépendants.
- 6) Tous les utilisateurs doivent s'assurer qu'ils sont en possession de la dernière édition de cette publication.
- 7) Aucune responsabilité ne doit être imputée à l'IEC, à ses administrateurs, employés, auxiliaires ou mandataires, y compris ses experts particuliers et les membres de ses comités d'études et des Comités nationaux de l'IEC, pour tout préjudice causé en cas de dommages corporels et matériels, ou de tout autre dommage de quelque nature que ce soit, directe ou indirecte, ou pour supporter les coûts (y compris les frais de justice) et les dépenses découlant de la publication ou de l'utilisation de cette Publication de l'IEC ou de toute autre Publication de l'IEC, ou au crédit qui lui est accordé.
- 8) L'attention est attirée sur les références normatives citées dans cette publication. L'utilisation de publications référencées est obligatoire pour une application correcte de la présente publication.
- 9) L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments de la présente Publication de l'IEC peuvent faire l'objet de droits de brevet. L'IEC ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de brevets et de ne pas avoir signalé leur existence.

La Norme internationale IEC 60758 a été établie par le comité d'études 49 de l'IEC: Dispositifs piézoélectriques, diélectriques et électrostatiques et matériaux associés pour la détection, le choix et la commande de la fréquence.

Cette cinquième édition annule et remplace la quatrième édition parue en 2008. Cette édition constitue une révision technique.

Cette édition inclut les modifications techniques majeures suivantes par rapport à l'édition précédente:

- réorganisation et révision des termes et définitions;
- suppression du coefficient d'absorption dans l'infrarouge $\alpha_{3\ 410}$ comme norme;
- ajout en annexe d'une explication pour la mesure de la valeur α par les équipements IRTF;
- ajout des normes relatives au cristal de quartz synthétique à usage optique.

La présente version bilingue (2017-11) correspond à la version anglaise monolingue publiée en 2016-05.

Le texte anglais de cette norme est issu des documents 49/1185/FDIS et 49/1190/RVD.

Le rapport de vote 49/1190/RVD donne toute information sur le vote ayant abouti à l'approbation de cette norme.

La version française de cette norme n'a pas été soumise au vote.

Cette publication a été rédigée selon les Directives ISO/IEC, Partie 2.

Le comité a décidé que le contenu de cette publication ne sera pas modifié avant la date de stabilité indiquée sur le site web de l'IEC sous "<http://webstore.iec.ch>" dans les données relatives à la publication recherchée. A cette date, la publication sera

- reconduite,
- supprimée,
- remplacée par une édition révisée, ou
- amendée.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60758:2016

INTRODUCTION

La raison pour laquelle le cristal de quartz synthétique à usage optique a été ajouté à la présente Norme internationale est donnée ci-après.

Le cristal de quartz à usage optique est produit en partie par les mêmes fournisseurs qui produisent du quartz à usage électronique. L'équipement et les méthodes utilisés pour la production du quartz optique sont similaires à ceux utilisés pour la production du quartz électronique. A quelques exceptions près, les méthodes de caractérisation pour les matériaux électroniques et optiques sont également similaires. L'IEC 60758 constitue dès lors une base adéquate pour inclure les annexes relatives au cristal de quartz à usage optique.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60758:2016

CRISTAL DE QUARTZ SYNTHÉTIQUE – SPÉCIFICATIONS ET LIGNES DIRECTRICES D'UTILISATION

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale s'applique aux monocristaux de quartz synthétique destinés à être utilisés pour la fabrication d'éléments piézoélectriques pour la commande et le choix de la fréquence, ainsi que les applications optiques.

2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives indispensables à l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

IEC 60068-1:2013, *Essais d'environnement - Partie 1: Généralités et lignes directrices*

IEC 60122-1:2002, *Résonateurs à quartz sous assurance de la qualité - Partie 1: Spécification générique*

IEC 60410, *Plans et règles d'échantillonnage pour les contrôles par attributs*

IEC 61994 (toutes les parties), *Dispositifs piézoélectriques, diélectriques et électrostatiques et matériaux associés pour la commande, le choix et la détection de la fréquence – Glossaire*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions de l'IEC 61994, ainsi que les suivants s'appliquent.

3.1

croissance hydrothermale du cristal

croissance du cristal en présence d'eau, de températures et de pressions élevées par un procédé de croissance du cristal supposé géologique dans la croûte terrestre

NOTE 1 à l'article: Les procédés de croissance du quartz synthétique industriel utilisent des solutions aqueuses alcalines confinées dans des autoclaves à des températures supercritiques (330 °C à 400 °C) et des pressions supercritiques (700 atmosphères à 2 000 atmosphères).

NOTE 2 à l'article: L'autoclave est divisé en deux chambres: la chambre de dissolution, contenant des éclats de quartz bruts à la température la plus élevée, et la chambre de croissance contenant des germes à la température la plus basse (voir 7.1.2).

3.2

cristal de quartz synthétique

monocristal de quartz α obtenu par la méthode hydrothermale

NOTE 1 à l'article: Le terme «quartz de culture» a la même signification que «cristal de quartz synthétique».

3.3

cristal de quartz synthétique brut

état du cristal de quartz synthétique avant polissage ou découpage

3.4

barre Y brute

cristaux obtenus à partir d'un germe long dans la direction Y

3.5

barre Z brute

cristaux obtenus à partir d'un germe taille Z

3.6

lot de cristaux de quartz synthétique

cristaux de quartz synthétique obtenus en même temps dans le même autoclave

3.7

germe

lame ou barre de quartz en parallélépipède rectangulaire utilisé comme noyau pour la croissance du cristal

3.8

zones de croissance

régions d'un cristal de quartz synthétique résultant de la croissance suivant une direction de cristallographie différente

VOIR: Figure 2.

3.9

orientation d'un cristal de quartz synthétique

orientation du germe d'un cristal de quartz synthétique par rapport aux axes orthogonaux définis en 3.7

3.10

système axial orthogonal du cristal de quartz α

système d'axes orthogonaux constitué de trois axes mutuellement verticaux dont un axe X, un axe Y et un axe Z, comme représenté à la Figure 1

Note 1 à l'article: Le germe taille Z peut être orienté selon un angle inférieur à 20° par rapport à l'axe Y, dans ce cas le système axial devient X, Y', Z'

3.11

lame taille AT

lame de cristal taille Y orientée selon un angle d'environ $+35^\circ$ par rapport à l'axe X ou d'environ -3° par rapport à la face z (rhomboédral mineur)

VOIR: Figure 3.

3.12

lame taille X

lame de cristal perpendiculaire à l'axe X

VOIR: Figure 3b.

3.13

lame taille Y

lame de cristal perpendiculaire à l'axe Y

VOIR: Figure 3b.

3.14

lame taille Z

lame de cristal perpendiculaire à l'axe Z

VOIR: Figure 3b.

3.15

lame taille z (rhomboédral mineur)

lame de cristal parallèle à la face z (rhomboédral mineur)

VOIR: Figure 3a.

3.16

dimensions

dimensions propres à la croissance d'un germe taille Z orienté selon un angle inférieur à 20° par rapport à l'axe Y

3.17

dimension Z effective

dimension Z effective brute définie comme étant la mesure minimale dans la direction Z ($\theta = 0^\circ$) ou Z' dans l'aire utilisable Y ou Y' d'un cristal brut et décrite par Z_{eff}

VOIR: Figure 2.

3.18

dimension Z minimale

distance minimale entre la surface du germe et la surface Z décrite par Z_{min}

VOIR: Figure 2d.

3.19

inclusions

corps étranger localisé à l'intérieur d'un cristal de quartz synthétique, visible par examen de la lumière diffuse provenant d'une source lumineuse, le cristal étant immergé dans un liquide adaptateur d'indice de réfraction

NOTE 1 à l'article: Les minéraux appelés acmite et émeleusite constituent une inclusion particulièrement courante.

3.20

voile du germe

ensemble des inclusions ou des lacunes à la surface du germe autour duquel s'est développé un cristal

3.21

canal électrolytique

vide à peu près cylindrique le long d'une ligne de dislocation suite au gravage chimique d'un cristal de quartz

3.22

dopant

additif utilisé dans le procédé de croissance susceptible de changer la forme cristalline, la composition chimique, les propriétés physiques ou électriques du lot de quartz synthétique

3.23

barre prédimensionnée

barre dont les dimensions brutes ont été modifiées par sciage, polissage, rodage, etc. de manière à satisfaire à une exigence particulière de dimension

3.24

concentration des impuretés

concentration d'impuretés en fonction des atomes de silicone

3.25

dislocations

défauts linéaires du cristal dus au mauvais placement des atomes

3.26

autoclave

récipient haute température et haute pression requis pour la croissance du cristal de quartz synthétique

3.27

quartz droit ou quartz gauche

chiralité d'un cristal de quartz, déterminée par observation du sens de chiralité de la rotation optique dans la lumière polarisée

NOTE 1 à l'article: Le quartz droit est le cristal dextrogyre et le quartz gauche est le cristal lévogyre.

3.28

macles

deux ou plus de deux cristaux simples identiques qui sont combinés selon la loi de symétrie plane ou axiale

NOTE 1 à l'article: Les types de macles suivants ont été identifiés dans les cristaux de quartz synthétique:

a) macles électriques

cristal de quartz dans lequel les régions avec l'axe Z commun présentent une inversion de polarité de l'axe électrique X

b) macles optiques

cristal de quartz dans lequel les régions avec l'axe Z commun présentent une inversion de chiralité de l'axe optique Z

3.29

valeur α du coefficient d'absorption dans l'infrarouge

coefficient (appelé "valeur α ") établi par détermination de la relation entre l'absorption de deux nombres d'ondes

NOTE 1 à l'article: Un nombre d'onde correspond à une absorption minimale en raison des impuretés OH, l'autre à une absorption élevée en raison de la présence d'impuretés OH dans le réseau cristallin. Les impuretés OH sont à l'origine d'une perte mécanique dans les résonateurs et leur présence est corrélée à celle d'autres impuretés induisant une perte. La valeur α est une mesure de la concentration OH et est corrélée aux pertes mécaniques prévues dues aux impuretés du matériau.

NOTE 2 à l'article: Pour le coefficient défini ici, le logarithme base 10 est utilisé. La valeur α du coefficient d'absorption dans l'infrarouge est déterminée à l'aide de l'équation suivante:

$$\alpha = \frac{1}{t} \log_{10} \left(\frac{T_1}{T_2} \right)$$

où:

α est le coefficient d'absorption dans l'infrarouge;

t est l'épaisseur de l'échantillon de coupe Y, exprimée en cm;

T_1 est le pourcentage de transmission à un nombre d'onde de 3 800 cm⁻¹ ou 3 979 cm⁻¹;

T_2 est le pourcentage de transmission à un nombre d'onde de 3 500 cm⁻¹ ou 3 585 cm⁻¹

3.30

cristal de quartz synthétique préébauché

cristal de quartz synthétique dont les surfaces X et Z ou Z' à l'état brut ont été aplanies et mises en parallèle par sciage, polissage, rodage, etc., de manière à satisfaire aux dimensions et à l'orientation spécifiées

3.31**surface de référence**

surface de la barre préébauchée préparée selon une planéité et une orientation spécifiées par rapport à une direction de cristallographie (la direction X, en général)

3.32**quartz synthétique à usage optique**

quartz synthétique qui satisfait aux exigences relatives à l'utilisation de capteurs optiques, de filtres passe-bas optiques (OLPF, Optical LowPass Filter) et de plaques d'ondes pour appareil photo reflex mono-objectif numérique, caméra de surveillance, caméra vidéo numérique et module de communication optique fonctionnant dans la longueur d'onde de 300 nm à 1 700 nm ($5\,882\text{ cm}^{-1}$ à $33\,333\text{ cm}^{-1}$)

3.33**transmission interne**

transmission interne qui n'inclut pas les pertes de réfraction à la surface

NOTE 1 à l'article: Cette définition ne s'applique qu'au quartz synthétique à usage optique. Les valeurs de transmission interne nécessitent la déclaration de l'épaisseur d'échantillon pour laquelle la valeur est calculée, p. ex.: 2 mm.

3.34**stries**

variations à court terme de l'indice de réfraction dans le quartz, apparaissant sous forme de défauts de croissance où l'indice de réfraction fluctue dans le temps de quelques fractions de millimètres à plusieurs millimètres

NOTE 1 à l'article: Cette définition ne s'applique qu'au quartz synthétique à usage optique.

3.35**bande de croissance**

bande de densité de contraste qui peut être observée dans le cristal taille Y par strioscopie ou une méthode optique analogue

NOTE 1 à l'article: Ce contraste est causé par les éléments (tels que l'aluminium, le sodium, le lithium et l'acier) qui sont piégés lors de la croissance d'un cristal.

NOTE 2 à l'article: Les impuretés piégées en plus grandes quantités entraînent généralement une augmentation de la valeur α .

NOTE 3 à l'article: Les bandes de croissance ne peuvent pas être observées lorsque $\alpha_{3\,585}$ est inférieur à 0,160 ou que $\alpha_{3\,500}$ est inférieur à 0,120.

NOTE 4 à l'article: Cette définition ne s'applique qu'au quartz synthétique à usage optique.

4 Spécification pour le cristal de quartz synthétique**4.1 Valeurs normalisées****4.1.1 Forme du quartz synthétique à usage optique**

Un cristal germe est enlevé, et les faces de croissance sont usinées de façon à obtenir la rugosité de surface uniforme spécifiée et la planéité spécifiée, par rapport à l'orientation de cristallographie spécifiée.

4.1.2 Orientation du germe

Les orientations normales pour les germes sont les tailles Z et les tailles X obtenues par rotation, la taille z (rhomboédral mineur), la taille Z +1°30' obtenue par rotation, la taille Z +2° obtenue par rotation, la taille Z +5° obtenue par rotation et la taille Z +8°30' obtenue par rotation, l'axe Z' des trois derniers germes étant tourné comme indiqué à la Figure 1.

4.1.3 Densité des inclusions

4.1.3.1 Densité des inclusions du quartz synthétique à usage piézoélectrique

La densité des inclusions (mesurée comme indiqué au 4.2.5.3) pour chaque classe ne doit pas dépasser les valeurs de la plage de dimensions exigée pour la classe indiquée, comme le montre le Tableau 1.

Tableau 1 – Classes de densité des inclusions du quartz synthétique à usage piézoélectrique

Classe/Plage de dimensions μm	Densités par cm^3			
	10 à 30	>30 à 70	>70 à 100	>100
I a	2	1	0	0
I b	3	2	1	1
I	6	4	2	2
II	9	5	4	3
III	12	8	6	4

Les utilisateurs qui exigent, dans une classe, une ou plusieurs plages de dimensions peuvent exprimer cette exigence en citant la classe suivie de la plage de dimensions appropriée.

4.1.3.2 Densité des inclusions du quartz synthétique à usage optique

La classe de densité des inclusions du quartz synthétique à usage optique doit être indiquée au Tableau 2.

Tableau 2 – Classes de densité des inclusions du quartz synthétique à usage optique

Classe/Plage de dimensions μm	Densités par 100 cm^3
	10 à 100
OPT I	0 à 9
OPT II	10 à 20
OPT III	21 à 39

4.1.4 Stries dans le quartz synthétique à usage optique

Il convient que la taille, la densité de contraste et la quantité des stries ne dépassent pas l'échantillon limite. Il convient que le fabricant et l'utilisateur définissent conjointement l'échantillon limite.

4.1.5 Indications de qualité infrarouge de $\alpha_{3\ 500}$ et de $\alpha_{3\ 585}$ pour les applications piézoélectriques

La valeur α du coefficient d'extinction infrarouge du quartz synthétique (mesurée selon 4.2.6) doit être conforme à la colonne appropriée du Tableau 3 pour $\alpha_{3\ 500}$ ou $\alpha_{3\ 585}$ pour les différentes classes:

**Tableau 3 – Classes de coefficient d'absorption
dans l'infrarouge pour les applications piézoélectriques**

Classe	Maxima		Avant 1987 ^a unités $Q \cdot 10^6$
	$\alpha_{3\,500}$	$\alpha_{3\,585}$	
Aa	0,026	0,015	3,8
A	0,033	0,024	3,0
B	0,045	0,050	2,4
C	0,060	0,069	1,8
D	0,080	0,100	1,4
E	0,120	0,160	1,0

^a Ces valeurs du facteur de qualité Q, obtenues par des mesures de α et une corrélation empirique, étaient couramment utilisées avant 1987. Elles ont été incluses ici en tant qu'étiquettes antérieures pour assurer la continuité compte tenu du passage préconisé aux Etiquettes α . α est la mesure physique désormais utilisée pour contrôler et spécifier la qualité d'un quartz synthétique.

Soit les limites d'essai ci-dessus correspondent aux limites de $\alpha_{3\,500}$, soit elles sont inchangées (à l'exception des classes B et D) par rapport aux valeurs de facteur de qualité Q données dans l'IEC 60758:1983. Cette cinquième édition de l'IEC 60758 désignait certaines de ces mêmes classes en termes de facteur de qualité Q minimal en unités 10^6 , comme suit:

Aa = 3,8;
 A = 3,0;
 B = 2,2 (la base utilisée ici) anciennement 2,4 dans l'édition de 1983;
 C = 1,8;
 D = 1,4 (révisée);
 E = 1,0 (identique à l'ancienne classe D).

4.1.6 Classification des classes par valeur α et strioscopie pour les applications optiques

La classification des classes est donnée au Tableau 4.

**Tableau 4 – Classes de coefficient d'absorption
dans l'infrarouge et strioscopie pour les applications optiques**

Classe	$\alpha_{3\,500}$	$\alpha_{3\,585}$	Strioscopie
OPT A	0,033	0,024	–
OPT B	0,060	0,069	–
OPT C	0,120	0,160	–
OPT D	$\geq 0,120$	$\geq 0,160$	bande de croissance non observée par strioscopie

4.1.7 Caractéristiques de fréquence-température du quartz synthétique à usage piézoélectrique

Les caractéristiques de fréquence-température des unités de cristal de quartz synthétique doivent être évaluées par détermination de la variation relative de la fréquence mesurée à 15 °C et à 35 °C par rapport à la fréquence de résonance série à 25 °C. La variation relative doit présenter les caractéristiques suivantes:

- variation relative de la fréquence à 15 °C: $+0,5$ à $+1,5 \times 10^{-6}$;

- variation relative de la fréquence à 35 °C: $-0,5$ à $-1,5 \times 10^{-6}$.

Les mesures doivent être effectuées conformément au 4.7.3 de l'IEC 60122-1:2002.

4.1.8 Densité des canaux électrolytiques ρ

4.1.8.1 Densité des canaux électrolytiques ρ pour les applications piézoélectriques

Lorsqu'elle est exigée, la densité des canaux électrolytiques, ρ , par cm^2 (mesurée comme décrit au 4.2.8) pour chaque classe doit correspondre aux valeurs répertoriées au Tableau 3.

Tableau 5 – Classe de densité des canaux électrolytiques pour les applications piézoélectriques

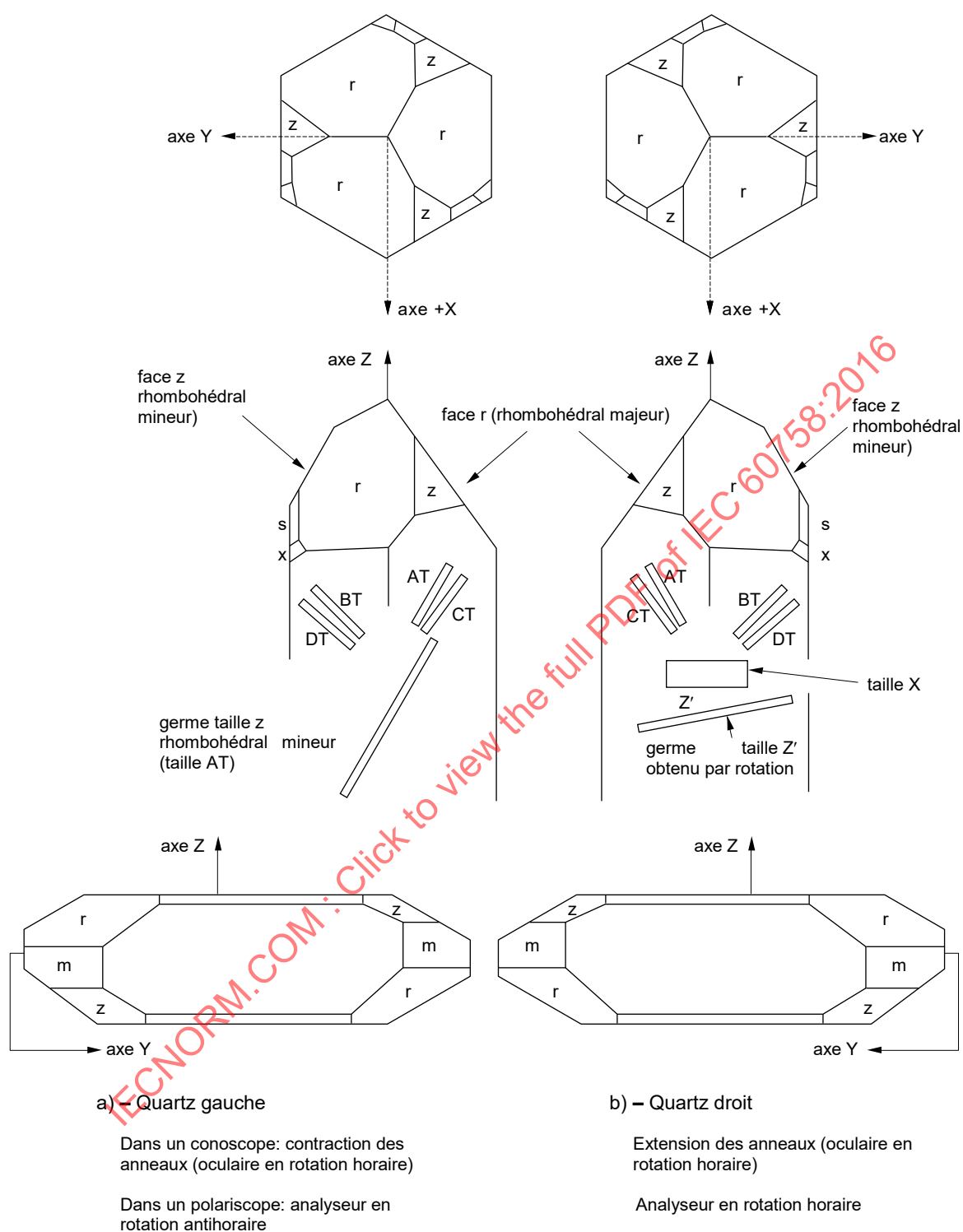
Classe	Nombre maximal ρ par cm^2
1aa	2
1a	5
1	10
2	30
3	100
4	300

4.1.8.2 Densité des canaux électrolytiques ρ pour les applications optiques

Il convient que la densité des canaux électrolytiques (mesurée comme décrit au 4.2.8) soit de $\rho \leq 100$ par cm^2 .

4.1.9 Transmission interne pour les applications optiques

Aux longueurs d'ondes 400 nm, 550 nm, 650 nm et 1 550 nm, il convient que la transmission interne soit égale à 0,998 ou plus pour un échantillon de 2 mm d'épaisseur.



IEC

Figure 1 – Axe et sens de taille d'un cristal de quartz

4.2 Exigences et méthodes de mesure

4.2.1 Orientation

L'orientation du germe doit suivre les directions spécifiées avec une déviation inférieure à 30 min par rapport à la valeur nominale.

4.2.2 Chiralité

La chiralité du germe doit être spécifiée: droite ou gauche (voir Figure 1).

4.2.3 Dimensions d'un cristal de quartz synthétique

4.2.3.1 Généralités

Les dimensions doivent être mesurées au moyen de pieds à coulisse ou de pieds à coulisse à pointes qui permettent le mesurage du point creux d'un cristal de quartz synthétique (voir Annexe D).

4.2.3.2 Dimension suivant l'axe Y ou Y'

La dimension doit être telle que spécifiée (voir Figure 2d).

4.2.3.3 La dimension suivant l'axe Z ou Z'

La dimension le long de l'axe Z ou Z' doit être mesurée au moyen d'un pied à coulisse et doit être spécifiée comme étant la dimension maximale le long de l'axe Z ou Z' dans la grande zone X (voir Figure 2c).

4.2.3.4 Dimension Z_{eff} ou Z'_{eff}

La dimension Z_{eff} ou Z'_{eff} doit être spécifiée comme la dimension minimale le long de l'axe Z ou Z' (voir Figure 2c).

4.2.3.5 Dimension Z_{min} ou Z'_{min}

La dimension doit être telle que spécifiée (voir Figures 2c et 2d).

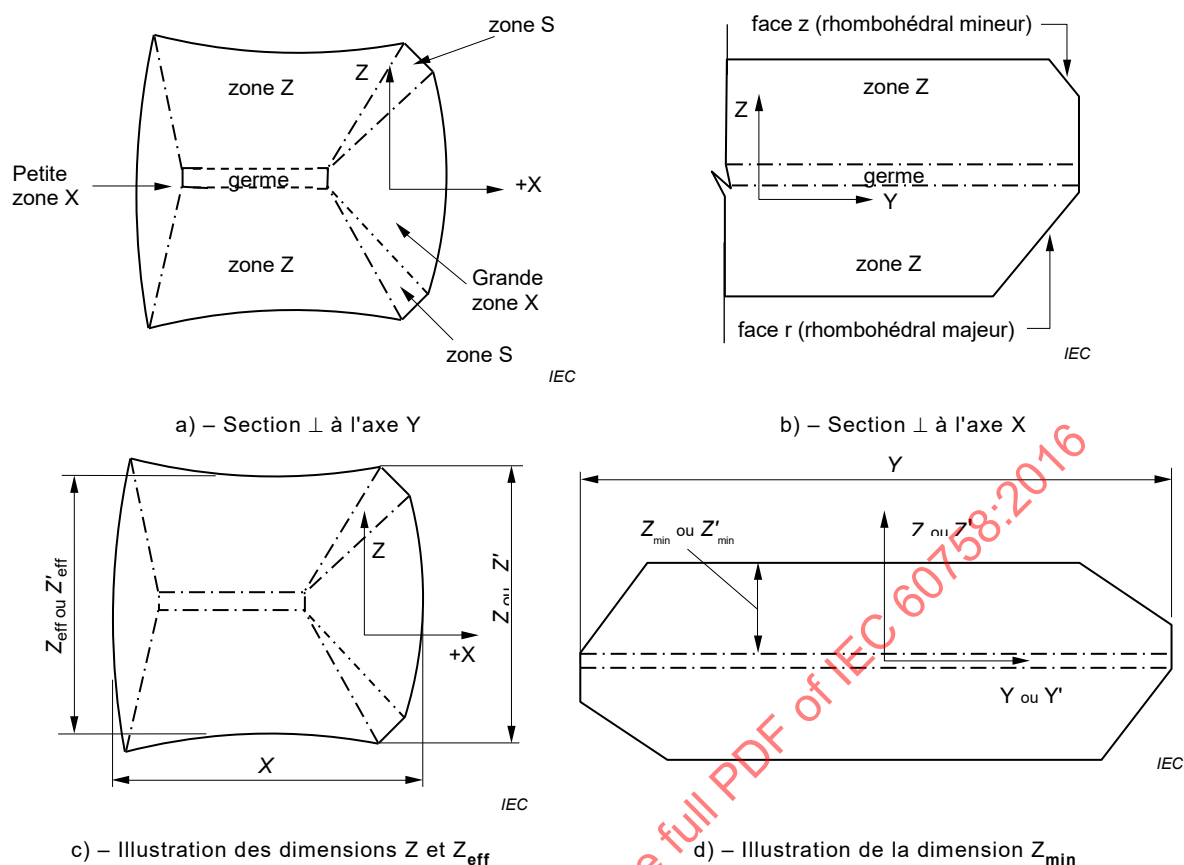


Figure 2 – Sections théoriques d'un cristal de quartz synthétique cultivé sur un germe taille Z

4.2.3.6 Dimension suivant l'axe X

La dimension brute le long de l'axe X doit être telle que spécifiée (voir Figure 2c).

4.2.4 Dimensions du germe

4.2.4.1 Dimension Z ou Z'

Sauf spécification contraire, la dimension Z ou Z' (c'est-à-dire l'épaisseur) du germe taille Z ou du germe taille Z obtenue par rotation doit être inférieure à 3 mm.

4.2.4.2 Dimension X

La dimension X du germe doit être telle que spécifiée.

4.2.5 Imperfections

4.2.5.1 Macles

Il ne doit pas y avoir de macles électriques ou optiques dans la région utilisable. La présence de macles doit être vérifiée par examen visuel.

4.2.5.2 Fêlures et fractures

Il ne doit pas y avoir de fêlures ni de fractures dans la région utilisable. La présence de fêlures et de fractures doit être vérifiée par examen visuel.

4.2.5.3 Densité des inclusions

4.2.5.3.1 Généralités

Les deux méthodes de mesure suivantes sont utilisées, et l'une ou l'autre peut être choisie:

a) Méthode 1

Les inclusions dans les plages déclarées sont comptées visuellement par cm^3 dans les volumes échantillons d'un cristal en utilisant: un microscope stéréoscopique binoculaire à grossissement de $30\times$ à $40\times$ qui est équipé pour un comptage dans un champ circulaire ou carré et qui comporte une échelle réticulaire étalonnée pour la détermination des dimensions des particules, un éclairage latéral intense (p. ex.: lampes halogènes) sur un fond noir mat, un liquide adaptateur d'indice ($n = 1,55$ environ) pour la transparence, ainsi que des dispositifs permettant de mesurer les dimensions des volumes échantillons comptés. L'Annexe B donne un exemple de procédure à suivre pour le choix des échantillons de référence.

b) Méthode 2

Lorsqu'il est difficile d'appliquer la méthode 1, les cristaux sont comparés à des échantillons de référence représentatifs de chaque gamme de classes, par immersion dans un liquide adaptateur d'indice ($n = 1,55$ environ) pour la transparence ou par application de ce liquide sur la surface. Les échantillons de référence doivent faire l'objet d'un accord entre le fournisseur et l'utilisateur. L'Annexe C donne un exemple de procédure à suivre pour le choix des échantillons de référence.

4.2.5.3.2 Echantillonnage

Lorsque le contrôle qualité nécessite la détermination de densité des inclusions ou de la densité des canaux électrolytiques, et parce que les coûts en temps, ressources et argent sont considérables, un plan d'échantillonnage des barres et de leurs régions est généralement établi par accord entre le fournisseur et l'acheteur.

Il est clair que l'inspection la moins coûteuse à privilégier est celle, où la densité des inclusions ou des canaux électrolytiques est nettement inférieure aux limites d'essai et où des échantillons moins fréquents peuvent alors être justifiés. Mais de telles situations sont rarement réalisables. C'est pourquoi des stratégies de contrôle de densité plus rigoureuses doivent parfois être établies, développées et convenues entre le fournisseur et l'utilisateur.

Des méthodes statistiques éprouvées sont nécessaires pour répondre aux essais de niveau de qualité convenus et s'assurer que le nombre de cristaux et de volumes comptés correspondants est suffisamment représentatif. Les procédures d'échantillonnage et les essais statistiques d'assurance de la qualité étant décrits dans de nombreux ouvrages, les principes qui les guident ne sont pas décrits ici.

4.2.5.3.3 Echantillonnage du lot

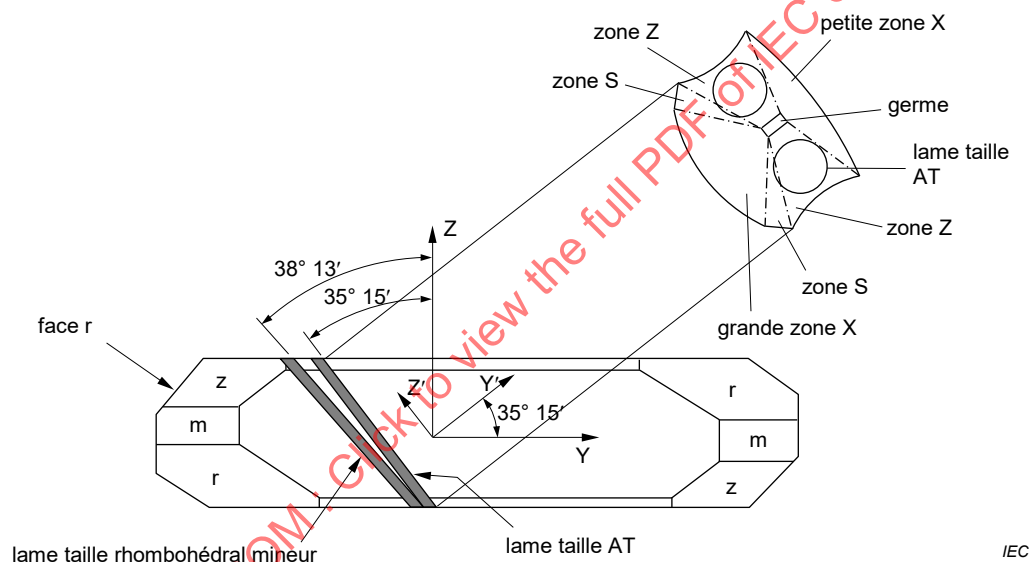
Habituellement, pour l'échantillonnage du lot et pour représenter sa population, une ou plusieurs barres échantillons représentatives sont choisies. Le nombre de barres choisi doit être fonction du nombre de barres dans le lot, du type de cristal, de l'application prévue, de l'écart entre les densités d'inclusions du lot dans chaque gamme de tailles moyennes et celles souhaitées, ainsi que de l'exigence de niveau de qualité acceptable (NQA) nécessaire pour prouver suffisamment que la densité des inclusions du lot dans chaque plage de dimensions est inférieure aux limites d'essai fixées pour la classe applicable. Le nombre de barres échantillons doit être représentatif du lot en fonction des densités d'inclusion. Des écarts sont permis et doivent tendre vers des densités d'inclusions supérieures, et non inférieures.

4.2.5.3.4 Volumes dans une barre

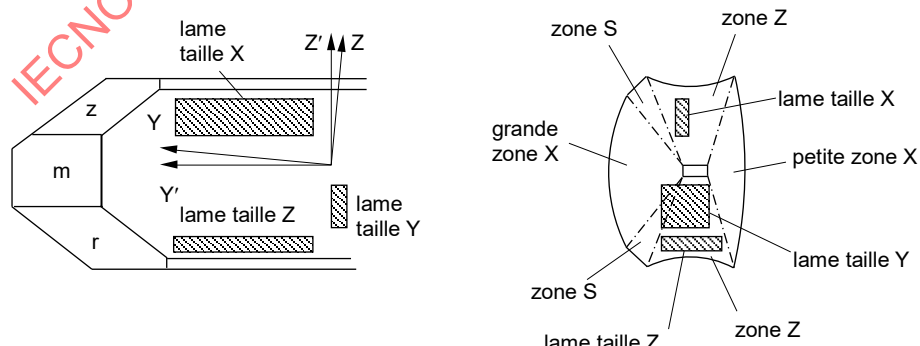
Un groupe de volumes est ensuite choisi dans chaque barre échantillon pour le comptage des inclusions. Les limites des volumes sont déterminées par la surface du champ focal du microscope (ou d'un carré aux dimensions du réticule) et, en profondeur, soit par la hauteur de

la barre soit par le domaine de réglage en longueur de la profondeur du champ du microscope choisi. Il est nécessaire de déterminer et de totaliser les volumes dans lesquels seront cumulés les comptages. Pour le choix des volumes de comptage, il convient d'inclure essentiellement les régions (généralement les zones de croissance Z, voir Figure 3) dont le matériau sera présent et actif dans le produit fini; il convient de ne pas écarter de ces régions les volumes à forte densité d'inclusions. Pour une fiabilité statistique raisonnable, le nombre de volumes par barre doit être de six minimum.

Les emplacements des volumes échantillons dans une barre doivent être répartis uniformément en ses axes X, Y et Z afin d'inclure les variations de densité des inclusions en fonction de ces variables indépendantes. Les barres de quartz synthétique types (voir Figure 3a) sont longues dans la direction de l'axe Y et courtes dans la direction des axes X et Z. Normalement, la plus grande variation de la densité des inclusions apparaît dans le sens de croissance d'une zone, par exemple la dimension Z dans la zone Z (voir Figures 1a et 3). Ainsi, pour les cristaux de grande dimension dans l'axe Z, les régions échantillons doivent être choisies à différentes distances Z du germe afin de s'assurer que la plage des dimensions selon Z de la barre est bien représentée par le groupe de volumes échantillons. De même, toute variation notée selon Y ou X doit être échantillonnée, si de telles variations sont présentes.



a) – Emplacement de la lame taille AT dans un quartz synthétique droit



b) – Emplacement de la lame taille X, de la lame taille Y et de la lame taille Z

Figure 3 – Exemple type de découpage d'une lame taille AT, taille rhomboédral mineur, taille X, taille Y et taille Z

Pour une répartition homogène des volumes échantillons dans une barre type, la petite surface X est marquée de lignes transversales Z' perpendiculaires au germe, à intervalles réguliers de

10 mm, sur toute la longueur Y de la surface. Les volumes échantillons pour le comptage des inclusions sont choisis à l'intérieur de chaque rectangle formé par les marques et les surfaces du cristal. Pour placer les volumes échantillons à différentes distances du germe dans les cristaux de faibles dimensions (lorsqu'une zone Z mesure moins du double du diamètre du champ du microscope), il convient d'alterner des distances proches et éloignées du germe. Pour les cristaux de plus grandes dimensions, il convient de choisir les volumes selon Z dans sa gamme afin de représenter chaque bande d'inclusions dans les volumes échantillons. Différents plans d'échantillonnage fréquemment utilisés sont donnés à l'Annexe A.

4.2.5.3.5 Comptage des inclusions

Le champ de vision circulaire ou carré retenu pour le comptage à l'intérieur du rectangle marqué est soumis à un balayage vertical selon la hauteur X choisie dans le domaine de réglage en profondeur du microscope, de la façon suivante.

Si l'échantillon est une barre Y dont la hauteur X est relativement faible, les balayages seront effectués en plusieurs endroits suivant Z dans le sens de la longueur (sous éclairage latéral, la petite surface X dirigée vers le haut). En commençant dans un rectangle placé à une extrémité de la zone utilisable, un comptage des inclusions est effectué dans un volume cylindrique (ou parallélépipédique) X. En partant un peu au-dessous de la petite surface X (sans comptabiliser le matériau de surface), toutes les inclusions visibles dans le foyer sont classées par catégorie et sont comptées pour chacune des catégories dimensionnelles exigées par le client: 10 μm à 30 μm , 30 μm à 70 μm , 70 μm à 100 μm , et au-delà de 100 μm . Après réglage du microscope à un niveau inférieur, un nouveau comptage est effectué, les nouvelles inclusions détectées étant comptabilisées et additionnées selon la règle précédente. Le balayage est poursuivi sur toute la hauteur X choisie; la procédure est ensuite répétée aux différents endroits choisis de l'échantillon.

Pour chacune des quatre catégories dimensionnelles définies, le nombre d'inclusions trouvées aux différents endroits est comptabilisé et ensuite divisé par le total calculé des volumes échantillonnés afin d'obtenir un nombre moyen par cm^3 pour chaque catégorie dans une barre. Les comptages moyens mesurés pour chaque catégorie sur l'ensemble des barres échantillons sont à nouveau moyennés et enregistrés afin de représenter la distribution en taille du lot. Si cela est souhaité ou nécessaire, les valeurs moyennes minimales et maximales d'une barre peuvent également être enregistrées. Un exemple numérique est donné à l'Annexe B.

4.2.6 Evaluation de la qualité infrarouge par mesure de α

4.2.6.1 Généralités

L'absorption dans l'infrarouge par centimètre à un ou plusieurs des nombres d'ondes 3 500 ou 3 585 est mesurée dans une lame taille Y en calculant la différence entre l'absorption au nombre d'onde choisi et l'absorption dans le fond hors bande à 3 800 cm^{-1} ou à 3 979 cm^{-1} lorsqu'un instrument de mesure à simple faisceau est utilisé. Sachant que α varie directement en fonction de la distribution en taille de la croissance totale Z des cristaux d'un lot, un cristal à Z maximal (mesure du cas le plus défavorable pour α maximal) est utilisé pour caractériser le lot. D'autres cristaux (cristal à Z moyen, par exemple) peuvent être utilisés pour poursuivre la caractérisation du lot.

Deux méthodes de mesure infrarouge dans le quartz ont été utilisées. La première méthode était dispersive et utilisait un montage dans lequel un monochromateur conduisait à exposer l'échantillon d'essai à un spectre à faisceau unique d'une longueur d'onde (nombre d'onde) spécifiée. Par la suite, des spectrophotomètres infrarouges à transformée de Fourier (IRTF) ont été mis au point afin de permettre un échantillonnage simultané de toutes les longueurs d'ondes pertinentes. Cette méthode utilise un interféromètre pour capturer la transmission sur un large spectre. Le signal du détecteur est envoyé à un ordinateur intégré dans le montage d'essai; un algorithme appelé transformée de Fourier est ensuite appliqué sur l'interférogramme pour le convertir en un spectre à faisceau unique, et les données de transmission ainsi obtenues sont utilisées pour estimer le coefficient d'extinction α . Aujourd'hui, la méthode IRTF est plus fréquemment utilisée que les équipements à infrarouge dispersif.

Les méthodes reposant sur l'emploi d'un spectromètre infrarouge dispersif et d'un dispositif IRTF peuvent toutes deux être utilisées pour mesurer l'ensemble de l'échantillon à un nombre d'onde fixé unique. Avec cette option, l'échantillon est balayé autour de la direction Z à l'aide d'un faisceau étroit afin de mesurer l'absorption infrarouge point par point et ainsi de réaliser une carte de l'absorption en fonction de la position Z.

4.2.6.2 Préparation de la lame taille Y

Le cristal de quartz synthétique à échantillonner est monté sur un substrat, puis découpé en lames à la scie à quartz afin d'obtenir au moins une lame taille Y dont l'épaisseur après rodage et polissage sera comprise entre 5 mm et 10 mm. L'épaisseur de 5 mm constitue une épaisseur adéquate pour un matériau à valeur α élevée, ce qui permet de résoudre les variations de α . La valeur moyenne convient aux α moyens tandis que l'épaisseur de 10 mm convient aux matériaux aux α les plus bas, ce qui permet de mesurer les faibles absorptions.

Après le sciage, la lame est polie sur ses deux surfaces principales, d'abord avec un mélange homogène d'un abrasif de 25 μm et ensuite avec un mélange homogène d'abrasif de 3 μm . Un polissage supplémentaire par rodage est facultatif et est envisagé pour les bas α .

4.2.6.3 Etalonnage d'un spectrophotomètre à infrarouge avec une lame taille Y normalisée

Mettre le spectrophotomètre infrarouge en route, le laisser s'échauffer et se stabiliser complètement, puis procéder à l'étalonnage. L'étalonnage quotidien normal inclut les réglages limites de la transmission (0 % à 100 %) ou de l'absorption ($\log T$ 1,0 à 0), la vitesse de défilement du papier et la synchronisation du balayage de l'échantillon. Pour les besoins de l'évaluation et en utilisation normale, l'ouverture du faisceau échantillon est fixée à 1,5 mm de largeur. Il peut être nécessaire de porter cette largeur d'ouverture à 5 mm pour les mesures des plus faibles valeurs α . La hauteur d'ouverture ne doit pas être supérieure à la dimension X du germe ou à 5,0 mm. Une lame de référence polie normalisée taille Y est d'abord placée sur son support, qui est ensuite monté dans le dispositif de balayage.

La commande du nombre d'onde est ajustée au réglage de fond (en dehors de la bande d'absorption OH, mais dans son voisinage), habituellement $(3\,800 \pm 3) \text{ cm}^{-1}$; l'échantillon est ensuite remplacé dans le faisceau en synchronisation avec le défilement du papier enregistreur au nombre d'onde affiché. Un tel balayage est effectué seulement dans les zones de croissance Z de la lame taille Y (voir Figures 1 et 3). Dans certains cas, lorsque le bruit de fond peut poser problème (p. ex.: utilisation d'un faisceau simple), il est permis d'utiliser un nombre d'onde de $(3\,979 \pm 3) \text{ cm}^{-1}$ pour atténuer le bruit de fond. Si la trace de balayage du fond n'est pas parfaitement plane en dehors du germe et dans le voisinage de celui-ci, une fine pellicule de graisse fluorolube doit être appliquée sur les deux surfaces principales de la lame taille Y semi-polie. Les variations de la ligne de référence ne doivent pas être supérieures à 1,0 % des unités d'absorption pendant un balayage du fond. Le balayage de l'échantillon pour obtenir le fond ayant été correctement effectué, le nombre d'onde est ajusté à la valeur choisie $(3\,500 \pm 3) \text{ cm}^{-1}$ ou $(3\,585 \pm 3) \text{ cm}^{-1}$. L'échantillon est remplacé dans sa position initiale, et le papier enregistreur remis à son point initial d'enregistrement. L'échantillon est ensuite balayé pour tracer son absorption infrarouge au nombre d'onde affiché dans la bande d'absorption.

Les valeurs étalonnées de α (minimale et maximale) sont calculées à partir de cette analyse de référence en utilisant l'équation ci-dessous:

$$\alpha = \frac{\log_{10} I_1 - \log_{10} I_2}{t}$$

où:

I_1 est l'absorption mesurée au nombre d'onde de référence choisi de $3\,800 \text{ cm}^{-1}$ ou $3\,979 \text{ cm}^{-1}$;

I_2 est l'absorption mesurée au nombre d'onde choisi de $3\,500 \text{ cm}^{-1}$ ou $3\,585 \text{ cm}^{-1}$;

t est l'épaisseur de l'échantillon de mesure, exprimée en cm.

NOTE L'absorption est calculée à partir de la transmission de l'échantillon T en utilisant le logarithme base 10 selon $A = \log_{10}(1/T)$. Pour convertir cette valeur en coefficient d'absorption linéique, tel que défini dans l'IEC 60050-845:1987, 845-04-78, ce qui correspond à l'augmentation du coefficient d'absorption à la longueur d'onde spécifiée, α est multiplié par un facteur $100 \cdot \ln(10) = 230,3$. Le facteur 100 convertit les valeurs cm^{-1} à m^{-1} et $\ln(10) = 1/\log_{10}(e)$ de la base 10 en e .

Le spectrophotomètre est considéré comme étant correctement étalonné lorsque les lectures de α_{max} et α_{min} sont répétables avec une précision de $\pm 0,004$ unité de leurs valeurs normalisées. Une correction normalisée peut être calculée au besoin pour ramener les lectures de l'instrument dans une tranche normalisée à une valeur acceptable et utilisée pendant les mesures en série.

4.2.6.4 Mesure d'essai d'une lame taille Y

Après un étalonnage approprié, chaque lame inconnue préalablement préparée (et de préférence polie) est explorée aux nombres d'ondes du bruit de fond et de la bande d'absorption des groupes OH choisie, en appliquant au besoin une fine pellicule d'huile pour les lames semi-polies. Leurs valeurs α correspondantes sont calculées à l'aide de l'équation ci-dessus. Les régions exclues de cette détermination sont celles situées à $\pm 2,0$ mm du centre du germe et celles de la zone de croissance au-delà des dimensions adéquates de la barre prédimensionnée.

4.2.6.5 Correction de la valeur α par un échantillon normalisé

La corrélation entre les équipements d'essai de chacun des fabricants ne peut pas être garantie par l'application stricte de conditions et de procédures de mesure uniformes. Par conséquent, il est nécessaire d'établir une valeur de correction pour α . La valeur de correction recommandée est déterminée par chaque fabricant selon la procédure décrite à l'Annexe E.

4.2.7 Caractéristiques de fréquence-température pour les applications piézoélectriques

Les spécifications de l'unité de cristal de quartz permettant d'évaluer les caractéristiques de fréquence-température doivent être les suivantes, les mesures devant être effectuées conformément à l'IEC 60122-1:

- fréquence 10 MHz $\pm$ 10 kHz (fondamentale);
- emplacement de l'éprouvette zone Z;
- orientation de la lame taille AT 35° 15' $\pm$ 30";
- forme de la lame carrée plate et à faces parallèles, avec un côté parallèle à l'axe X;
- dimensions latérales de la lame 8 mm $\times$ 8 mm;
- diamètre des électrodes 4 $\pm$ 0,1 mm;
- variation de la fréquence de la lame 70 +20/-0 kHz;
- matière de l'électrode argent ou or;
- points supports deux coins opposés;
- finition de la surface polie (la dimension moyenne des particules d'abrasif doit être inférieure à 3 μm); ensuite gravage chimique à environ 200 kHz;
- planéité de la surface sous éclairage en lumière monochromatique à travers un plan étalon de verre et après examen d'une zone circulaire de diamètre 6 mm, le produit du nombre d'anneaux par la fréquence exprimée en MHz ne doit pas dépasser 5 en lumière jaune ou 6 en lumière verte;

- parallélisme les deux faces de la lame doivent être parallèles, à 10" près;
- fermeture hermétiquement fermée dans une atmosphère d'azote sec aux conditions atmosphériques normales de température et de pression (voir 4.1 de l'IEC 60068-1:2013).

La spécification doit indiquer la pente minimale et maximale des caractéristiques de fréquence-température (voir Figure 4).

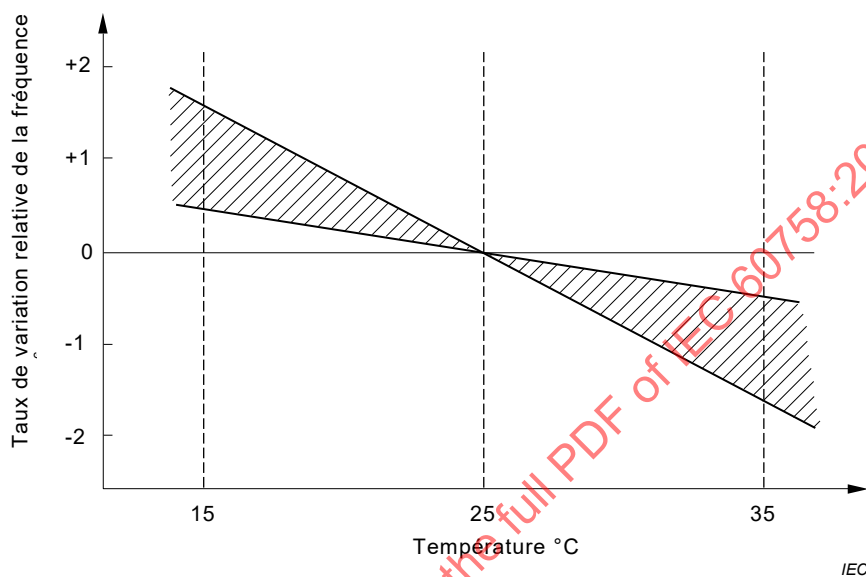


Figure 4 – Taux de variation des caractéristiques de fréquence-température de l'éprouvette d'essai

4.2.8 Stries dans le quartz synthétique à usage optique

Les stries dans le cristal de quartz préébauché sont observées à la lumière blanche, en utilisant un liquide d'indice de réfraction quasiment identique à celui du quartz, tel que l'huile silicone. Le cristal de quartz préébauché est placé entre les polariseurs à prisme de Nicol, et les stries peuvent être observées par rapport à la direction Z. Il convient de comparer la quantité, la taille et l'intensité de couleur des stries par rapport aux échantillons limites. Elles peuvent être observées dans l'échantillon taille Y poli de plusieurs millimètres d'épaisseur par strioscopie ou en utilisant un équipement analogue. Le montage optique type pour l'essai par strioscopie est représenté à la Figure 5.

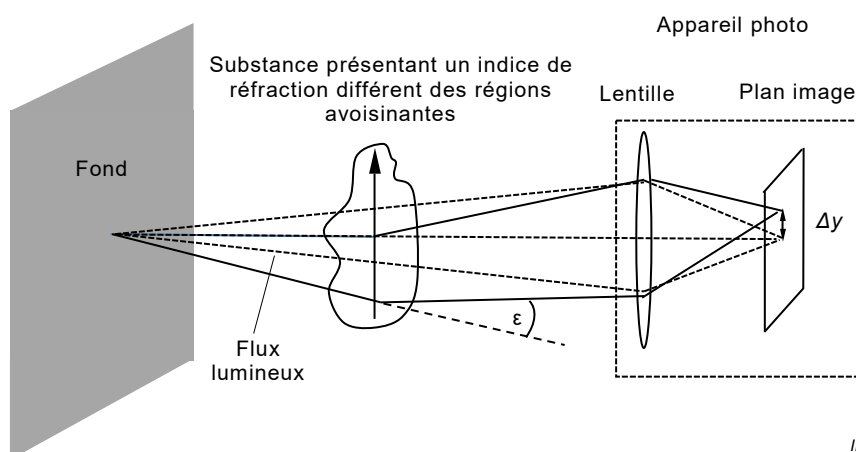


Figure 5 – Montage type du système de strioscopie

4.2.9 Bande de croissance du quartz synthétique à usage optique

La direction de coupe de l'échantillon est perpendiculaire à l'axe Y, et il convient de polir ses deux faces Y. Il convient d'observer la bande de croissance par strioscopie ou en utilisant un équipement analogue.

4.2.10 Densité des canaux électrolytiques

4.2.10.1 Généralités

La densité des canaux électrolytiques est mesurée en comptant le nombre de canaux à l'aide d'un microscope binoculaire de grossissement 35, dans une lame taille AT découpée dans l'échantillon de cristal de quartz.

4.2.10.2 Echantillonnage des cristaux d'un lot

Pour atteindre un niveau de fiabilité statistique spécifique, l'échantillonnage du lot doit être effectué selon la méthode statistique des NQA qui convient davantage au cas des canaux électrolytiques. En effet, la population des canaux électrolytiques dépend à la fois des canaux dans le germe et du procédé de croissance du matériau autour du germe. Il est préférable de présélectionner et de regrouper les germes en fonction de la densité de leurs canaux électrolytiques, et de noter l'emplacement des groupes dans les autoclaves, ou de s'assurer que l'échantillon et la croissance des germes sont adéquats; il peut en effet arriver que les germes diffèrent de manière importante les uns des autres, sauf si l'ensemencement est intentionnellement contrôlé.

4.2.10.3 Préparation de la lame taille AT pour le gravage chimique

Un échantillon de cristal de quartz synthétique est découpé de manière à obtenir une lame taille AT (à $35,25^\circ \pm 3^\circ$ du plan Y) d'épaisseur finie à 10 mm. Il convient que la lame contienne de préférence tout le germe dans sa hauteur bien que, dans certains cas particuliers, il est permis d'utiliser des lames plus minces avec moins de hauteur de germe, à condition que la quantité de matériau spécifiée ait été éliminée à chaque rodage. Il convient de marquer l'identité de la lame au crayon diamant, préférentiellement sur sa petite surface X, à une profondeur adéquate de manière à ce que l'identité reste lisible après le rodage et le gravage chimique.

Après le sciage et le marquage, la lame est polie sur ses deux surfaces principales, d'abord avec un mélange homogène d'un abrasif de $25 \mu\text{m}$ et ensuite, après nettoyage, avec un mélange homogène d'abrasif de $11,5 \mu\text{m}$. Au moins 0,25 mm de l'épaisseur totale du quartz doivent être éliminés au premier rodage, et 0,10 mm au second. La lame est ensuite nettoyée afin de garantir un gravage chimique sur toutes ses faces, ce qui sera mis en évidence par un aspect mat uniforme après le gravage chimique.

4.2.10.4 Procédure de gravage chimique pour une lame taille AT polie

Sous hotte, en portant l'équipement de protection approprié (tablier, gants, lunettes, écrans antiprojections), du bifluorure d'ammonium est ajouté à de l'eau déionisée dans un récipient adéquat afin d'obtenir une solution saturée à $75\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$. Le bifluorure d'ammoniaque est maintenu à $75\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ à l'aide d'un bain liquide à température constante. Un thermomètre à revêtement polytétrafluoroéthylène (PTFE) est utilisé pour contrôler la température de la solution. Si des températures différentes sont préférées pour le gravage chimique, la durée de gravage sera adaptée en conséquence afin de respecter l'exigence ci-après concernant l'enlèvement de matériau.

La lame taille AT (polie et nettoyée) est plongée dans la solution saturée de bifluorure d'ammonium à l'aide de pinces revêtues de polytétrafluoroéthylène (PTFE) ou d'un support adapté inerte. Pendant le gravage chimique, il convient d'agiter la solution ou de déplacer la lame lentement (à 25 mm/s environ). En principe, une durée de 4 h environ est suffisante (selon le mode d'agitation et le nombre de lames) pour éliminer entre 0,10 mm (minimum) et 0,12 mm (maximum) de l'épaisseur totale. Une vitesse de gravage uniforme est une exigence. La lame de quartz doit être vérifiée périodiquement pour garantir l'uniformité du gravage dans le temps et de visu. Lorsque l'opération de gravage est terminée, la lame est retirée de la solution à l'aide des pinces revêtues de PTFE et rincée à l'eau chaude (85 °C); puis nettoyée à l'acétone et, au besoin, avec d'autres agents de nettoyage. L'échantillon est alors prêt pour un examen visuel direct.

4.2.10.5 Méthode de comptage des canaux électrolytiques

Une grille carrée aux dimensions connues dans la plage de $0,25\text{ cm} \times 0,25\text{ cm}$ à $0,50\text{ cm} \times 0,50\text{ cm}$ est tracée sur la lame taille AT dans la zone de croissance Z identifiée à la Figure 3a. Si cela est souhaité, elle peut être tracée uniquement dans les parties rectangulaires des zones Z correspondant à la hauteur du germe. Il convient d'exclure du comptage les carrés de la grille situés à $\pm 2\text{ mm}$ de l'axe du germe.

Chaque lame est examinée à l'aide d'un microscope binoculaire de grossissement 30 à 40 sous un éclairage puissant, dirigé sur la lame dans ses plus petites directions X. Un soin particulier doit être apporté pour bien régler le microscope sur la surface supérieure de l'échantillon, ceci afin de ne pas compter les intersections de canaux électrolytiques dans la partie basse de l'échantillon. Les canaux électrolytiques sont comptés et enregistrés dans chacun des carrés en se servant du système d'ajustement du microscope pour obtenir une vision claire. Lorsque tous les carrés prévus ont été comptés, la valeur moyenne est calculée et convertie en moyenne par cm^2 , ρ , en multipliant par 16 pour $0,25\text{ cm} \times 0,25\text{ cm}$, ou 4 pour des carrés de $0,50\text{ cm} \times 0,50\text{ cm}$, etc., le nombre de carrés dans 1 cm^2 .

4.2.11 Transmission interne pour les applications optiques

La transmission interne est mesurée par la procédure suivante.

- Deux échantillons sont découpés dans la même barre de quartz.
- La direction de découpe est perpendiculaire à l'axe Y $\pm 60^\circ$.
- L'épaisseur des échantillons est comprise entre 5 mm et 10 mm.
- Les deux faces Y des deux échantillons sont polies au miroir.
- La transmission est mesurée à travers deux échantillons en utilisant un spectrophotomètre aux longueurs d'ondes 400 nm, 550 nm, 650 nm et 1 550 nm. La transmission interne est mesurée par un spectrophotomètre aux longueurs d'ondes 400 nm, 550 nm, 650 nm et 1 550 nm;
- La transmission interne pour un échantillon de 5 mm de longueur est calculée à l'aide de la formule suivante:

$$\tau = \frac{T_1}{T_2}$$

où:

- τ est la transmission interne pour un échantillon de 5 mm d'épaisseur;
- T_1 est la transmission en incluant les pertes de réfraction à la surface d'un échantillon de 5 mm;
- T_2 est la transmission en incluant les pertes de réfraction à la surface d'un échantillon de 10 mm.

Les valeurs de transmission interne pour les autres épaisseurs peuvent être calculées à l'aide de la formule suivante:

$$\tau(t) = \exp\left(\frac{t}{5 \text{ mm}} \times \ln(\tau)\right)$$

où:

- $\ln$ est le logarithme naturel;
- $\exp$ est la fonction d'exposant naturel;
- 5 mm est l'épaisseur pour laquelle τ a été initialement calculé;
- t est l'épaisseur de l'échantillon pour laquelle la transmission interne est calculée (p. ex.: 2 mm).

4.3 Marquage

4.3.1 Généralités

Chaque cristal de quartz synthétique doit porter les indications suivantes marquées clairement sur une grande ou petite surface X:

- a) nom du fabricant ou marque commerciale;
- b) orientation du matériau;
- c) chiralité du matériau;
RH pour quartz droit;
LH pour quartz gauche;
- d) si spécifiées, autres informations à marquer telles que:
 - 1) identification du lot;
 - 2) classe α ;
pour les applications piézoélectriques: Aa, A, B, C, D ou E;
pour les applications optiques: OPT A, OPT B, OPT C ou OPT D;
 - 3) densité des inclusions;
pour les applications piézoélectriques: Ia, Ib, I, II ou III;
pour les applications optiques: OPT I, OPT II ou OPT III;
 - 4) densité des canaux électrolytiques;
pour les applications piézoélectriques: 1aa, 1a, 1, 2, 3 ou 4;
pour les applications optiques: 1aa, 1a, 1, 2 ou 3.

4.3.2 Exigences relatives à l'expédition

Ces exigences doivent être spécifiées après accord entre le fournisseur et l'utilisateur.

5 Spécification pour le cristal de quartz synthétique préébauché

5.1 Valeurs normalisées

5.1.1 Tolérance sur les dimensions

Les écarts par rapport aux dimensions spécifiées le long des axes X et Z ou Z' doivent être inférieurs à 0,2 mm (voir Figure 6).

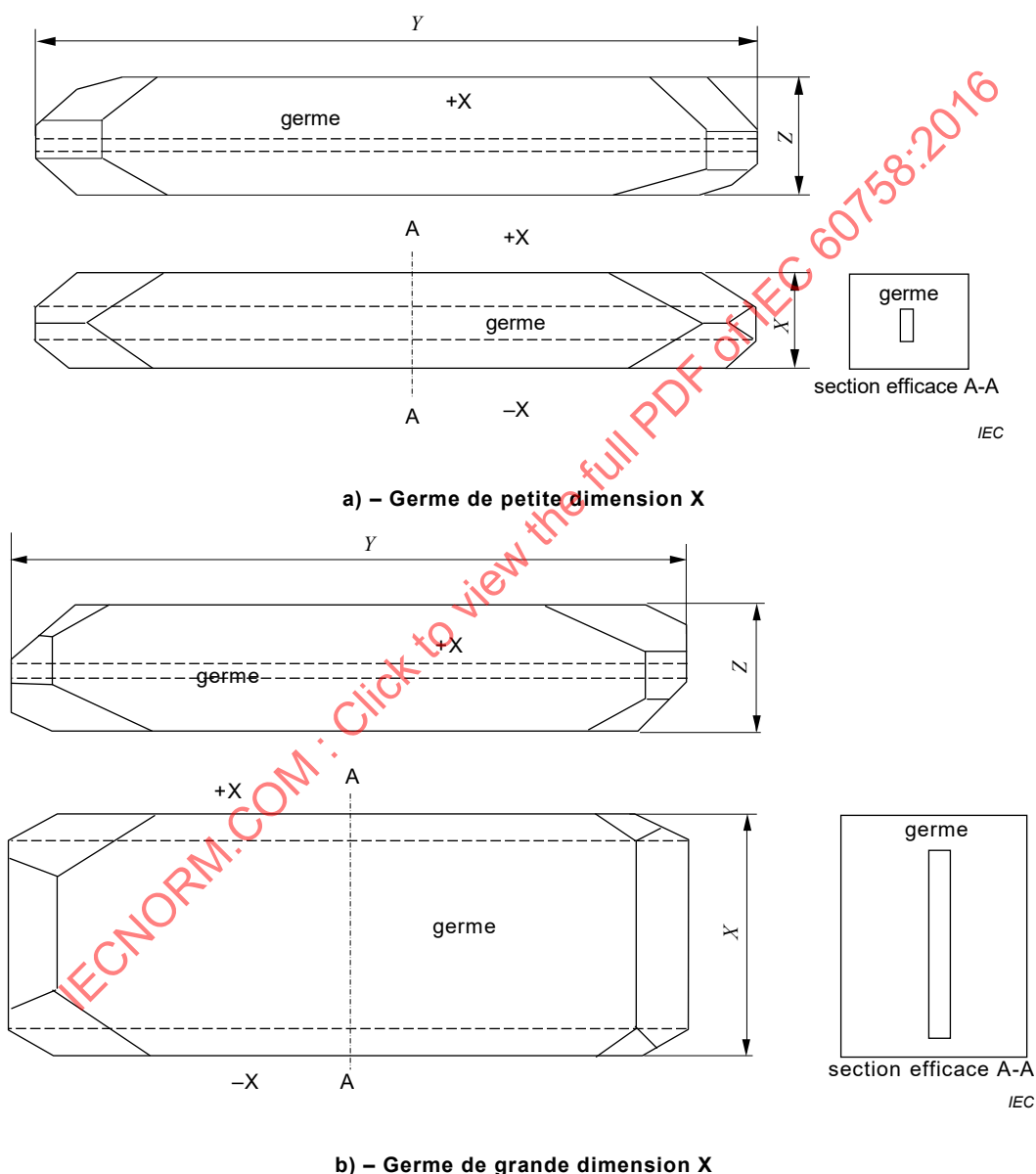


Figure 6 – Encombrements d'un cristal de quartz synthétique préébauché et dimensions par rapport aux axes X, Y et Z

5.1.2 Planéité de la surface de référence

La surface de référence doit présenter une planéité à 0,2 mm près ou correspondre à la valeur spécifiée. Il convient d'appliquer avec précaution la méthode d'évaluation des écarts de planéité de la surface de référence par mesures en des points isolés à partir de la face opposée (parallélisme).

5.1.3 Tolérance angulaire sur la surface de référence

La déviation angulaire de la surface de référence doit être inférieure à 15' par rapport à la direction de cristallographie spécifiée (voir Figure 7).

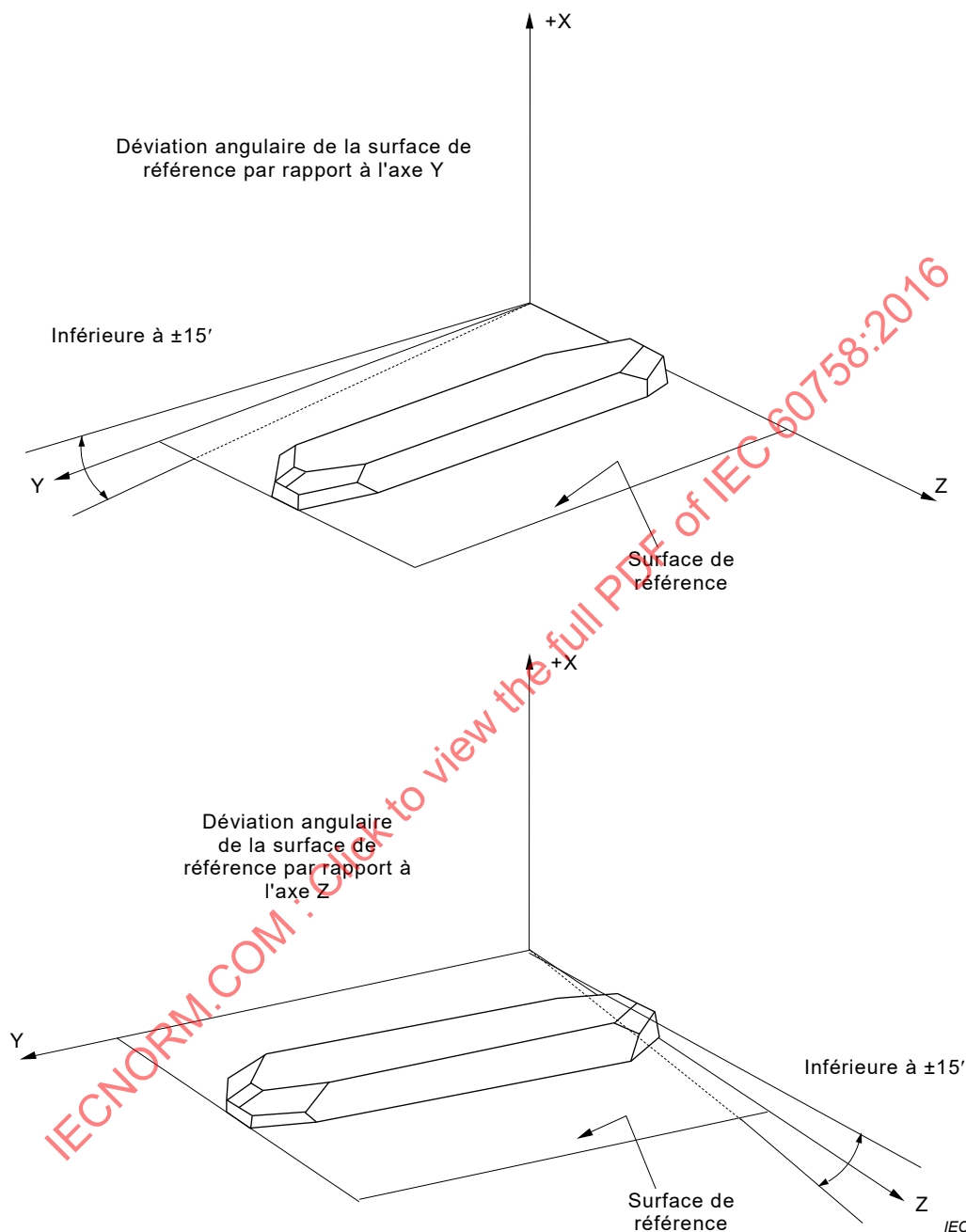


Figure 7 – Déviation angulaire de la surface de référence

5.1.4 Excentricité du germe

La position du germe dans le cristal de quartz synthétique préébauché est montrée à la Figure 8.

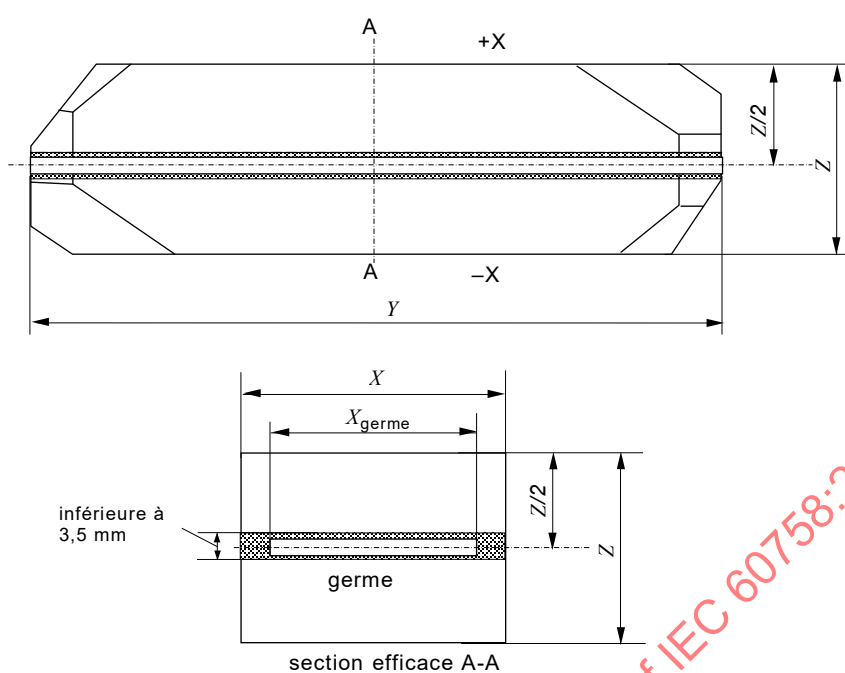


Figure 8 – Excentricité du germe par rapport aux dimensions le long de l'axe Z ou Z'

5.2 Exigences et méthodes de mesure

5.2.1 Barres de quartz brut utilisées pour les barres de quartz préébauché

Les matières premières du cristal de quartz synthétique préébauché doivent être conformes aux valeurs normalisées, ainsi qu'aux exigences associées et aux méthodes de mesure décrites à l'Article 4 de la présente norme.

5.2.2 Dimensions du cristal de quartz synthétique préébauché

Les dimensions et les tolérances doivent être déterminées à l'aide de pieds à coulisse ou de micromètres en mesurant au moins trois points, l'un placé approximativement au milieu de l'axe Y et les autres répartis symétriquement le long de l'axe Y.

5.2.3 Identification sur la surface de référence

L'identification doit être marquée sur la surface de référence, et sa présence confirmée par examen visuel. Le contenu de la marque d'identification et la méthode de marquage doivent faire l'objet d'un accord entre le fournisseur et le client.

5.2.4 Mesure de la planéité de la surface de référence

La planéité de la surface de référence doit être mesurée par un équipement de mesure de planéité tel que convenu entre le fournisseur et le client.

5.2.5 Mesure de la tolérance sur l'angle de la surface de référence

La déviation de l'angle de la surface de référence doit être mesurée par un équipement de mesure d'angle aux rayons X.

5.2.6 Excentricité du germe

L'excentricité du germe est déterminée en mesurant la distance entre les faces préébauchées et l'arête du germe la plus proche. Un liquide adaptateur d'indice peut être appliqué sur la surface X pour faciliter le mesurage.

5.3 Conditions de livraison

5.3.1 Généralités

Les conditions de livraison doivent être mises en œuvre par accord entre le fabricant et l'utilisateur.

5.3.2 Marquage

Dans le code de marquage des cristaux de quartz synthétique préébauché, le numéro du lot de croissance du cristal doit être mentionné.

5.3.3 Emballage

Les utilisateurs du cristal de quartz doivent recevoir dans un même emballage les quantités de cristaux de quartz synthétique préébauché dont les dimensions le long des axes X et Z ou Z' sont du même type et qui proviennent du même lot de cristaux de quartz.

5.3.4 Lot de confection

Lorsque les cristaux de quartz synthétique préébauché sont livrés en grandes quantités, il est recommandé de les constituer à partir des cristaux de quartz d'un même lot.

6 Règle d'inspection pour le cristal de quartz synthétique et le cristal de quartz synthétique préébauché

6.1 Règle d'inspection pour le cristal de quartz synthétique brut

6.1.1 Inspection

L'inspection d'un cristal de quartz synthétique comprend des essais lot par lot.

6.1.2 Essai lot par lot

6.1.2.1 Généralités

L'essai lot par lot est constitué de l'inspection du groupe A et du groupe B.

6.1.2.2 Inspection du groupe A

Le programme d'essai pour l'inspection du groupe A est donné dans le Tableau 6. L'échantillonnage statistique et l'inspection doivent être conformes à l'IEC 60410 ou faire l'objet d'un accord entre l'acheteur et le vendeur. Les échantillons utilisés pour les essais du groupe A peuvent être utilisés comme échantillons pour les essais du groupe B.

Tableau 6 – Conditions et exigences d'essai applicables à l'essai lot par lot pour le groupe A

Essai	D ou ND	Condition d'essai	IL	NQA %	Exigences de performances
Dimensions minimales et maximales spécifiées pour le cristal de quartz synthétique	ND	4.2.3.1	II	0,1	4.2.3.2
Macles		4.2.5.1			4.2.5.1
Fêlures et fractures		4.2.5.2			4.2.5.2
Inclusions	ND		II	0,4	4.1.3
NOTE Les numéros de paragraphes pour les conditions d'essai et les exigences de performances renvoient à l'Article 4 de la présente norme. D destructif ND non destructif IL niveau d'inspection NQA niveau de qualité acceptable					

6.1.2.3 Inspection du groupe B

Le programme d'essai pour le groupe B est donné dans le Tableau 7 ou fait l'objet d'un accord entre l'acheteur et le vendeur.

Les échantillons pour le groupe B peuvent être choisis parmi ceux qui ont été soumis aux essais dans le groupe A.

Tableau 7 – Conditions et exigences d'essai applicables à l'essai lot par lot pour le groupe B

Essai	D ou ND	Condition d'essai	Critère d'acceptabilité pour la taille d'échantillon		Exigences de performances
			<i>N</i>	<i>C</i>	
Evaluation de la qualité infrarouge par mesure de α	D	4.2.6.1	Un ou plus, selon l'accord entre l'acheteur et le vendeur à condition qu'un échantillon représente le groupe de grande taille destiné à l'application	0	4.1.3
Densité des canaux électrolytiques	D		Un ou plus, selon l'accord entre l'acheteur et le vendeur	0	4.1.5
NOTE Les numéros de paragraphes pour les conditions d'essai et les exigences de performances renvoient à l'Article 4 de la présente norme. <i>N</i> taille d'échantillon (barre Z ou barre Y) <i>C</i> critère d'acceptation (nombre de défauts admis) D destructif ND non destructif					

Le comptage des canaux électrolytiques et la mesure de α peuvent être réalisés sur les mêmes échantillons.

6.2 Règle d'inspection pour le cristal de quartz synthétique préébauché

6.2.1 Généralités

L'inspection d'un cristal de quartz synthétique préébauché comprend des essais lot par lot.

6.2.2 Essai lot par lot

6.2.2.1 Lot d'inspection

Un lot d'inspection doit être constitué de l'ensemble des cristaux de quartz synthétique préébauché produits et soumis à inspection à un instant donné.

La matière première pour le cristal de quartz synthétique préébauché doit être conforme aux valeurs normalisées, ainsi qu'aux exigences associées et aux méthodes de mesure décrites dans la présente norme.

6.2.2.2 Exigences relatives à l'inspection

Le programme pour l'essai lot par lot est donné au Tableau 8.

L'échantillonnage statistique et l'inspection doivent être conformes à l'IEC 60410 ou faire l'objet d'un accord entre l'acheteur et le vendeur.

Tableau 8 – Conditions et exigences d'essai applicables à l'essai lot par lot

Essai	D ou ND	Condition d'essai	IL	NQA %	Exigences de performances
Dimensions et tolérances	ND	5.2.2	II	0,4	5.1.1
Planéité de la surface de référence		5.2.4			5.1.2
Tolérance angulaire sur la surface de référence		5.2.5			5.1.3
Excentricité du germe		5.2.6			5.1.4
Vérification de l'identification de la surface de référence		5.2.3	II	0,1	5.2.3
NOTE Les numéros de paragraphes pour les conditions d'essai et les exigences de performances renvoient à l'Article 5 de la présente norme. D destructif ND non destructif IL niveau d'inspection NQA niveau de qualité acceptable					

7 Lignes directrices pour l'utilisation du cristal de quartz synthétique à usage piézoélectrique

7.1 Généralités

7.1.1 Vue d'ensemble

Le présent document a été établi pour répondre aux utilisateurs et fabricants qui souhaitent dans l'ensemble avoir des lignes directrices pour utiliser de manière optimale le cristal de quartz synthétique. Les présentes lignes directrices n'ont pas pour but d'expliquer les procédés

techniques de fabrication d'une unité de cristal, ni de répertorier l'ensemble des propriétés du cristal de quartz synthétique.

7.1.2 Cristal de quartz synthétique

Les cristaux de quartz synthétique sont obtenus par la méthode hydrothermale à gradient de température.

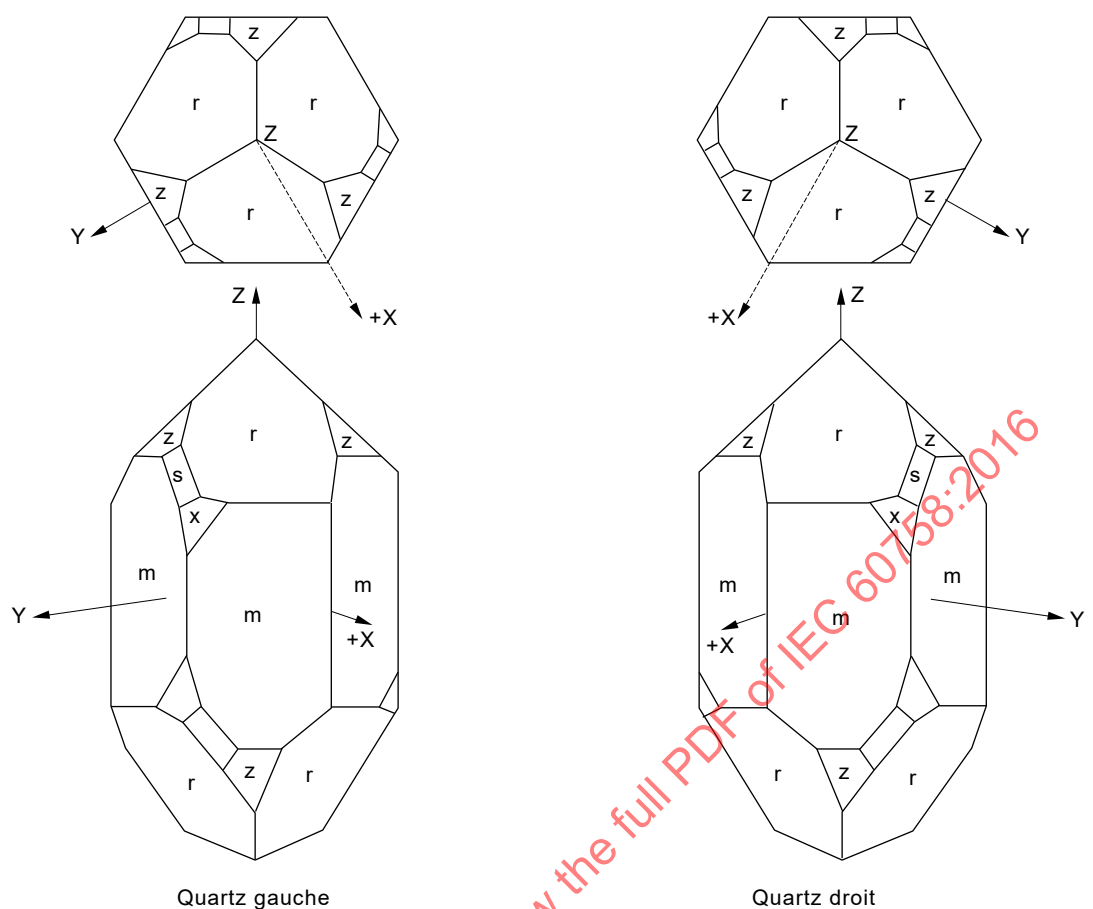
Une chambre sous pression (autoclave) est partiellement remplie de solution alcaline (par exemple, Na_2CO_3 ou NaOH) à la température de la chambre. Les germes sont placés en haut et les éléments de quartz nutritifs en bas de l'autoclave. L'autoclave est fermé hermétiquement et chauffé, la température en haut de l'autoclave étant maintenue à un niveau inférieur à celle du bas. De cette façon, le soluté nutritif est transporté par des courants de convection et déposé sur les germes.

La forme, les dimensions et les propriétés physiques des cristaux obtenus dépendent de l'orientation, des dimensions du germe et des conditions de croissance. Un bon contrôle de la croissance permet d'assurer l'uniformité des dimensions et de la forme, ainsi que l'homogénéité de la qualité.

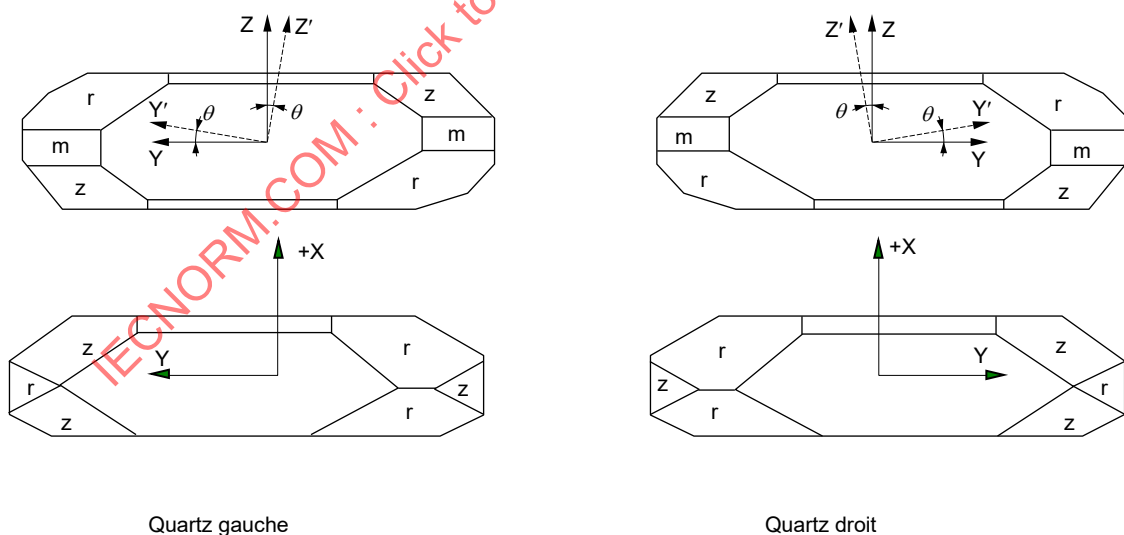
7.2 Forme et dimensions du cristal de quartz synthétique

7.2.1 Désignation des axes et faces du cristal

La littérature et les normes nationales présentent des différences dans le choix des axes, de la clivage et des systèmes axiaux utilisés pour décrire le cristal de quartz. La Figure 9a montre un cristal de quartz avec toutes ses faces naturelles, mais ces dernières ne sont pas toujours présentes dans le quartz synthétique. La Figure 9b représente les faces correspondantes du quartz synthétique. Suivant l'orientation des germes autour desquels les cristaux de quartz se sont développés, ceux-ci ont une apparence physique considérablement différente de celles représentées aux Figures 9a et 9b.



a) – Cristaux de quartz naturel



b) – Cristaux de quartz synthétique

Figure 9 – Désignation des axes et faces d'un cristal de quartz

7.2.2 Germe

Plusieurs orientations normalisées des germes sont choisies de telle façon que les unités de cristal les plus fréquemment utilisées puissent être fabriquées de manière économique. Les cristaux obtenus à partir de germes taille Z et taille z (rhomboédral mineur) sont principalement utilisés pour la fabrication d'unités de cristal haute fréquence, vibrant en mode de cisaillement

d'épaisseur et d'unités de cristal moyenne fréquence, vibrant en mode de cisaillement plan. Les cristaux obtenus à partir de germes taille Z' sont utilisés pour les unités de cristal basse fréquence, vibrant en flexion ou en élongation. Dans un cristal développé, le germe est habituellement enveloppé d'un voile mince formé de bulles et d'inclusions.

7.2.3 Formes et dimensions

Les cristaux de quartz synthétique brut possèdent des faces de croissance caractéristiques. La Figure 10 représente la forme type d'un cristal cultivé sur un germe taille Z de faible dimension X. Lorsque le germe taille Z a des proportions différentes ou lorsque des germes d'autres tailles sont utilisés, la forme des cristaux produits est différente.

Les dimensions des cristaux de quartz synthétique sont définies par trois dimensions nominales: X, Y (ou Y') et Z (ou Z'). Celles-ci sont respectivement les dimensions le long des trois axes X, Y (ou Y'), Z (ou Z'), comme le montre la Figure 10. Les dimensions sont choisies de façon à pouvoir réaliser des économies dans le procédé de croissance et obtenir un bon rendement dans la production des éléments de cristal, mais il convient de se rappeler que les dimensions sont à discuter entre le fabricant et l'utilisateur.

Comme les cristaux bruts possèdent des faces de croissance telles que la face m ou la face z aux extrémités de l'axe Y ou Y', la dimension effective pouvant être utilisée pour la fabrication des éléments de cristal est inférieure à la longueur nominale.

Une mesure exacte de la dimension minimale Z' peut être difficile en pratique, car les faces Z ne sont pas parfaitement planes et peuvent ne pas être parallèles. Il est aussi difficile d'obtenir des tolérances serrées sur ces dimensions. Pour ces raisons, lorsque les tolérances exigées par l'utilisateur sont plus serrées que celles que le fabricant peut respecter, l'utilisation de matériau sous la forme semi-ouvrée (quelquefois appelé quartz prédimensionné ou préébauché) doit être envisagée.

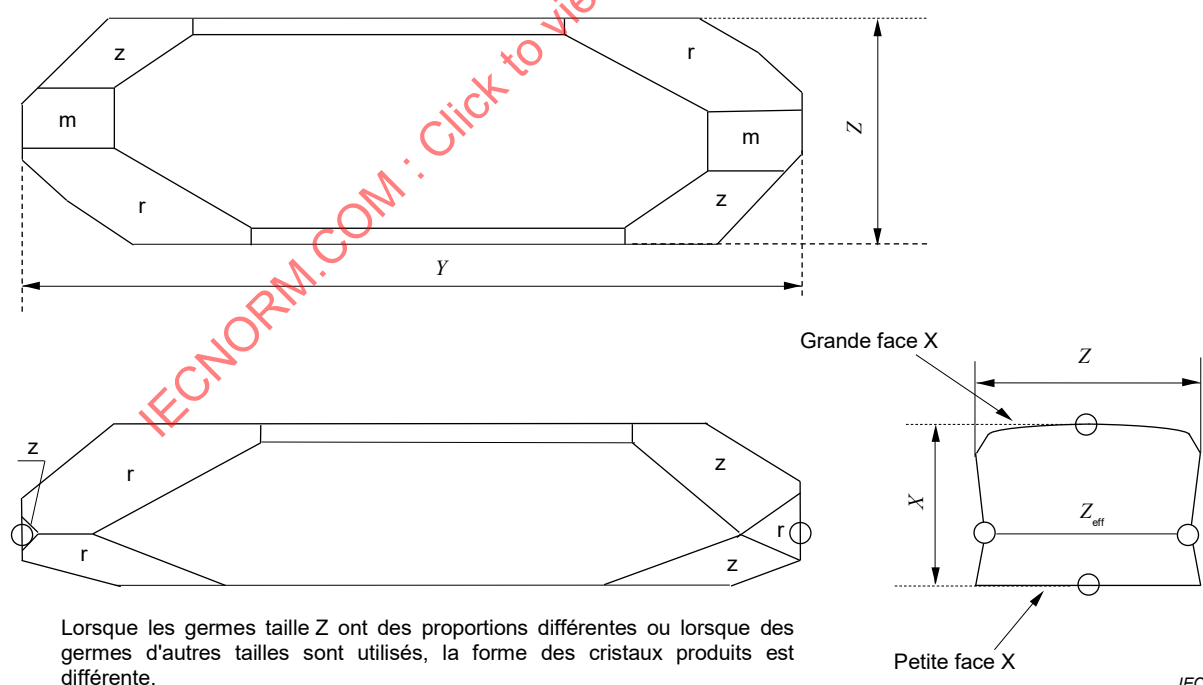


Figure 10 – Cristal de quartz synthétique cultivé sur un germe taille Z de faibles dimensions X

7.2.4 Zones de croissance

Le dépôt de soluté sur chaque surface de croissance est continu et parfois sensiblement uniforme, mais ce dépôt s'effectue de façon différente d'une zone à l'autre. Le résultat se traduit par des régions dont la croissance s'est produite suivant différentes directions et qui possèdent des propriétés différentes. Parmi les zones de croissance les plus fréquemment citées dans la présente norme, la zone Z est celle qui offre la meilleure qualité, puis viennent la grande zone X et les zones S. C'est pourquoi il est recommandé de tailler l'élément de cristal en cisaillement d'épaisseur ou en cisaillement plan, entièrement ou presque entièrement dans la zone Z, et de veiller à ne placer que du matériau de la zone Z sous l'électrode de l'unité de cristal finie. La petite zone X est de qualité inférieure et n'est habituellement pas utilisée pour la production des unités de cristal haute fréquence.

Les Figures 3a et 3b montrent des exemples types de découpage d'une lame taille AT et d'une lame taille X dans les zones de croissance pertinentes.

7.3 Méthode normalisée d'évaluation de la qualité du cristal de quartz synthétique

L'imperfection structurelle et chimique d'un cristal de quartz synthétique dépend des conditions de croissance, des dopants utilisés et particulièrement de la vitesse de croissance. Il en résulte deux conséquences pratiques importantes: premièrement, le coefficient d'extinction α du cristal peut être détérioré (vers de plus grandes valeurs); deuxièmement, l'angle de coupe nécessaire pour obtenir une certaine caractéristique de fréquence-température peut ne pas être constant.

Le facteur de qualité Q d'une unité de cristal a été tout d'abord utilisé pour évaluer la qualité du matériau. Une unité de cristal fabriquée comme un résonateur de cristal de fréquence normalisée à 5 MHz, 5ème partiel, garantit que le facteur de qualité Q reflète les pertes internes, mais pas celles dues à la monture ou à des différences mineures d'une technique de fabrication à l'autre. Cette unité de cristal étant de grande dimension, la coupe peut parfois être irréalisable dans la zone Z.

Lorsque les coefficients d'extinction, α , ont été acceptés et utilisés comme indications du facteur de qualité Q, ils ont aussitôt remplacé presque complètement les mesures directes de Q, compte tenu de leur capacité et des avantages qu'ils présentent pour caractériser les produits. Les petites zones de croissance peuvent être mesurées, les détails des structures des bandes de croissance peuvent être résolus; les essais sont dans l'ensemble non destructifs, moins coûteux et plus rapides.

La dispersion d'angle de coupe optimal devient très réduite et comparable à celle du cristal de quartz naturel lorsque α_{3500} est inférieur à 0,06/cm (classe C). Aussi, de tels cristaux sont-ils recommandés pour la production d'unités de cristal haute fréquence présentant de bonnes caractéristiques de température.

Un bon contrôle du procédé de croissance assure l'uniformité des valeurs α dans un même lot de production. Un échantillon du lot de production doit inclure un cristal de quartz synthétique présentant l'épaisseur maximale le long de l'axe Z ou Z'. Le choix de cet échantillon est lié au fait que les valeurs α sont proportionnelles à la vitesse de croissance. Ainsi, le cristal ayant l'épaisseur maximale aura la valeur α la plus élevée dans le lot. Ainsi suffit-il, pour la plupart des applications, d'effectuer les essais par échantillonnage.

Comme mesure supplémentaire pour évaluer le quartz synthétique, la norme spécifie une unité de cristal d'essai destinée aux mesures des caractéristiques de fréquence-température. L'angle de coupe est choisi de telle façon que les courbes de fréquence-température aient une pente linéaire et qu'elles soient sensibles aux variations de l'angle de coupe. La forme et les dimensions spécifiées de cette unité d'essai sont telles qu'elles permettent de déterminer un angle de coupe précis. La valeur du facteur de qualité Q de cette unité de cristal dépendant étroitement de la monture et des procédés de fabrication, et il convient de ne pas utiliser cette caractéristique pour évaluer le facteur de qualité Q d'un cristal.