

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE



**Single crystal wafers for surface acoustic wave (SAW) device applications –
Specifications and measuring methods**

**Tranches monocristallines pour applications utilisant des dispositifs à ondes
acoustiques de surface (OAS) – Spécifications et méthodes de mesure**



THIS PUBLICATION IS COPYRIGHT PROTECTED

Copyright © 2012 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 la CEI ou du Comité national de la CEI du pays du demandeur.

Si vous avez des questions sur le copyright de la CEI ou si vous désirez obtenir des droits supplémentaires sur cette publication, utilisez les coordonnées ci-après ou contactez le Comité national de la CEI 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.

Useful links:

IEC publications search - www.iec.ch/searchpub

The advanced search enables you 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It also gives information on projects, replaced and withdrawn publications.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 on-line and also once a month by email.

Electropedia - www.electropedia.org

The world's leading online dictionary of electronic and electrical terms containing more than 30 000 terms and definitions in English and French, with equivalent terms in additional languages. Also known as the International Electrotechnical Vocabulary (IEV) on-line.

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 la CEI

La Commission Electrotechnique Internationale (CEI) 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 CEI

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

Liens utiles:

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

La recherche avancée vous permet de trouver des publications CEI 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.

Just Published CEI - webstore.iec.ch/justpublished

Restez informé sur les nouvelles publications de la CEI. 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 au monde de termes électroniques et électriques. Il contient plus de 30 000 termes et définitions en anglais et en français, ainsi que les termes équivalents dans les langues additionnelles. Egalement appelé Vocabulaire Electrotechnique International (VEI) en ligne.

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



**Single crystal wafers for surface acoustic wave (SAW) device applications –
Specifications and measuring methods**

**Tranches monocristallines pour applications utilisant des dispositifs à ondes
acoustiques de surface (OAS) – Spécifications et méthodes de mesure**

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

PRICE CODE
CODE PRIX



ICS 31.140

ISBN 978-2-83220-433-7

**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.....	5
INTRODUCTION.....	7
1 Scope.....	8
2 Normative references	8
3 Terms and definitions	8
3.1 Single crystals for SAW wafer	8
3.2 Terms and definitions related to LN and LT crystals	9
3.3 Terms and definitions related to all crystals	9
3.4 Flatness	10
3.5 Definitions of appearance defects.....	13
3.6 Other terms and definitions	13
4 Requirements.....	15
4.1 Material specification.....	15
4.1.1 Synthetic quartz crystal	15
4.1.2 LN	15
4.1.3 LT.....	15
4.1.4 LBO, LGS.....	15
4.2 Wafer specifications	15
4.2.1 General	15
4.2.2 Diameters and tolerances.....	15
4.2.3 Thickness and tolerance	15
4.2.4 Orientation flat.....	16
4.2.5 Secondary flat	16
4.2.6 Back surface roughness.....	16
4.2.7 Warp	16
4.2.8 TV5 or TTV.....	16
4.2.9 Front (propagation) surface finish	17
4.2.10 Front surface defects.....	17
4.2.11 Surface orientation tolerance.....	18
4.2.12 Inclusions.....	18
4.2.13 Etch channel density and position of seed for quartz wafer.....	18
4.2.14 Bevel.....	18
4.2.15 Curie temperature and tolerance	18
4.2.16 Lattice constant	18
4.2.17 Bulk resistivity (conductivity) for reduced LN and LT.....	18
5 Sampling plan	19
5.1 Sampling	19
5.2 Sampling frequency.....	19
5.3 Inspection of whole population	19
6 Test methods	19
6.1 Diameter	19
6.2 Thickness.....	19
6.3 Dimension of OF	19
6.4 Orientation of OF.....	20
6.5 TV5.....	20
6.6 Warp	20

6.7	TTV	20
6.8	Front surface defects.....	20
6.9	Inclusions	20
6.10	Back surface roughness	20
6.11	Orientation	20
6.12	Curie temperature	20
6.13	Lattice constant	20
6.14	Bulk resistivity	20
7	Identification, labelling, packaging, delivery condition	21
7.1	Packaging	21
7.2	Labelling and identification	21
7.3	Delivery condition.....	21
8	Measurement of Curie temperature	21
8.1	General	21
8.2	DTA method	21
8.3	Dielectric constant method	22
9	Measurement of lattice constant (Bond method)	23
10	Measurement of face angle by X-ray	24
10.1	Measurement principle	24
10.2	Measurement method.....	25
10.3	Measuring surface orientation of wafer.....	25
10.4	Measuring OF flat orientation	25
10.5	Typical wafer orientations and reference planes.....	25
11	Measurement of bulk resistivity	26
11.1	Resistance measurement of a wafer.....	26
11.2	Electrode.....	26
11.3	Bulk resistivity.....	27
12	Visual inspections	27
12.1	Front surface inspection method.....	27
Annex A (normative)	Expression using Euler angle description for piezoelectric single crystals	29
Annex B (informative)	Manufacturing process for SAW wafers	33
Bibliography		40
Figure 1	– Wafer sketch and measurement points for TV5 determination	10
Figure 2	– Schematic diagram of TTV	11
Figure 3	– Schematic diagram of warp	11
Figure 4	– Example of site distribution for LTV measurement.....	12
Figure 5	– LTV value of each site.....	12
Figure 6	– Schematic of a DTA system	22
Figure 7	– Schematic of a dielectric constant measurement system	22
Figure 8	– The Bond method.....	24
Figure 9	– Measurement method by X-ray.....	24
Figure 10	– Relationship between cut angle and lattice planes	25
Figure 11	– Measuring circuit.....	26
Figure 12	– Resistance measuring equipment.....	26

Figure 13 – Shape of electrode	27
Figure A.1 – Definition of Euler angles to rotate coordinate system (X, Y, Z) onto (x_1, x_2, x_3)	30
Figure A.2 – SAW wafer coordinate system	30
Figure A.3 – Relationship between the crystal axes, Euler angles, and SAW orientation for some wafer orientations	32
Figure B.1 – Czochralski crystal growth method	34
Figure B.2 – Example of non-uniformity in crystals grown from different starting melt compositions	36
Figure B.3 – Schematic of a vertical Bridgman furnace and example of temperature distribution	37
Table 1 – Description of wafer orientations	14
Table 2 – Roughness, warp, TV5 and TTV specification limits	17
Table 3 – Crystal planes to determine surface and OF orientations	25
Table 4 – Electrode size	27
Table A.1 – Selected SAW substrate orientations and corresponding Euler angles	31

Withdawn
 IECNORM.COM: Click to view the full PDF of IEC 62276:2012

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**SINGLE CRYSTAL WAFERS FOR SURFACE ACOUSTIC
WAVE (SAW) DEVICE APPLICATIONS –
SPECIFICATIONS AND MEASURING METHODS**

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 62276 has been prepared by IEC technical committee 49: Piezoelectric, dielectric and electrostatic devices and associated materials for frequency control, selection and detection.

This second edition cancels and replaces the first edition of IEC 62276 published in 2005. This second edition constitutes a technical revision.

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

- terms and definitions are rearranged in accordance with the alphabetical order;
- "reduced LN" is appended to terms and definitions;
- "reduced LT" is appended to terms and definitions;
- reduction process is appended to terms and definitions.

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

FDIS	Report on voting
49/1005/FDIS	49/1011/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.

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 web site 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.

IMPORTANT – The 'colour inside' logo on the cover page of this publication indicates that it contains colours which are considered to be useful for the correct understanding of its contents. Users should therefore print this document using a colour printer.

INTRODUCTION

A variety of piezoelectric materials are used for surface acoustic wave (SAW) filter and resonator applications. Prior to the 1996 Rotterdam IEC TC 49 meeting, wafer specifications were typically negotiated between users and suppliers. During the meeting, a proposal was announced to address wafer standardization. This standard has been prepared in order to provide industry standard technical specifications for manufacturing piezoelectric single crystal wafers to be used in surface acoustic wave devices.

IECNORM.COM: Click to view the full PDF of IEC 62276:2012

SINGLE CRYSTAL WAFERS FOR SURFACE ACOUSTIC WAVE (SAW) DEVICE APPLICATIONS – SPECIFICATIONS AND MEASURING METHODS

1 Scope

This International Standard applies to the manufacture of synthetic quartz, lithium niobate (LN), lithium tantalate (LT), lithium tetraborate (LBO), and lanthanum gallium silicate (LGS) single crystal wafers intended for use as substrates in the manufacture of surface acoustic wave (SAW) filters and resonators.

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 60410:1973, *Sampling plans and procedures for inspection by attributes*

IEC 60758:2008, *Synthetic quartz crystal – Specifications and guide for use*

3 Terms and definitions

For the purposes of this document, the following terms and definitions apply.

3.1 Single crystals for SAW wafer

3.1.1

as-grown synthetic quartz crystal

right-handed or left-handed single crystal quartz is grown hydrothermally

Note 1 to entry: The term "as-grown" indicates a state prior to mechanical fabrication.

Note 2 to entry: See IEC 60758 for further information concerning crystalline quartz.

3.1.2

lithium niobate

LN

single crystals approximately described by chemical formula LiNbO_3 , grown by Czochralski (crystal pulling from melt) or other growing methods

3.1.3

lithium tantalate

LT

single crystals approximately described by chemical formula LiTaO_3 , grown by Czochralski (crystal pulling from melt) or other growing methods

Note 1 to entry: This note applies to the French language only.

3.1.4**lithium tetraborate****LBO**

single crystals described by the chemical formula to $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$, grown by Czochralski (crystal pulling from melt), vertical Bridgman, or other growing methods

Note 1 to entry: This note applies to the French language only.

3.1.5**lanthanum gallium silicate****LGS**

single crystals described by the chemical formula to $\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$, grown by Czochralski (crystal pulling from melt) or other growing methods

Note 1 to entry: This note applies to the French language only.

3.2 Terms and definitions related to LN and LT crystals**3.2.1****Curie temperature** **T_c**

phase transition temperature between ferroelectric and paraelectric phases measured by differential thermal analysis (DTA) or dielectric measurement

3.2.2**single domain**

ferroelectric crystal with uniform electrical polarization throughout (for LN and LT)

3.2.3**polarization process**

electrical process used to establish a single domain crystal

Note 1 to entry: The polarization process is also referred to as “poling”.

3.2.4**reduction process**

REDOX reaction to increase conductivity to reduce the harmful effects of pyroelectricity

3.2.5**reduced LN**

LN treated with a reduction process

Note 1 to entry: Reduced LN is sometimes referred to as “black LN”.

3.2.6**reduced LT**

LT treated with a reduction process

Note 1 to entry: Reduced LT is sometimes referred to as “black LT”.

3.3 Terms and definitions related to all crystals**3.3.1****lattice constant**

length of unit cell along a major crystallographic axis measured by X-ray using the Bond method

3.3.2**congruent composition**

chemical composition of a single crystal in a thermodynamic equilibrium with a molten solution of the same composition during the growth process

3.3.3

twin

crystallographic defect occurring in a single crystal

Note 1 to entry: The twin is separated from the rest of the material by a boundary, generally aligned along a crystal plane. The lattices on either side of the boundary are crystallographic mirror images of one another.

3.4 Flatness

3.4.1

fixed quality area

FQA

central area of a wafer surface, defined by a nominal edge exclusion, X , over which the specified values of a parameter apply

Note 1 to entry: The boundary of the FQA is at all points (e.g. along wafer flats) the distance X away from the perimeter of the wafer of nominal dimensions.

Note 2 to entry: This note applies to the French language only.

3.4.2

reference plane

plane depending on the flatness measurement and which can be any of the following:

- for clamped measurements, the flat chuck surface that contacts the back surface of the wafer;
- three points at specified locations on the front surface within the FQA;
- the least-squares fit to the front surface using all measured points within the FQA;
- the least squares fit to the front surface using all measured points within one site

3.4.3

site

square area on the front surface of the wafer with one side parallel to the OF

Note 1 to entry: Flatness parameters are assessed either globally for the FQA, or for each site individually.

3.4.4

thickness variation for five points

TV5

measure of wafer thickness variation defined as the maximum difference between five thickness measurements

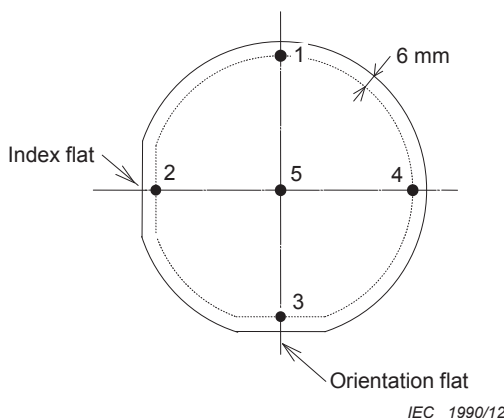
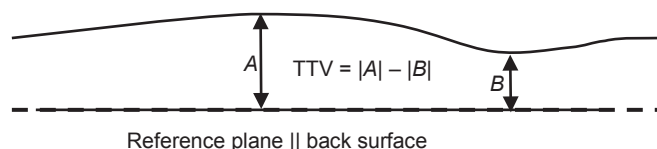


Figure 1 – Wafer sketch and measurement points for TV5 determination

Note 1 to entry: Thickness is measured at the centre of the wafer and at four peripheral points shown in Figure 1.

3.4.5**total thickness variation****TTV**

difference between the maximum thickness and the minimum thickness



IEC 1991/12

Figure 2 – Schematic diagram of TTV

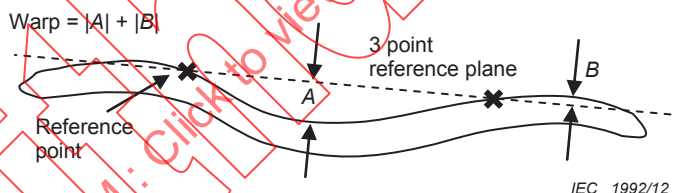
Note 1 to entry: The maximum thickness is represented by the letter A and the minimum thickness is represented by the letter B in Figure 2 above.

Note 2 to entry: Measurement of TTV is performed under clamped conditions with the reference plane as defined in 3.4.2 a).

Note 3 to entry: This note applies to the French language only.

3.4.6**warp**

maximum difference between a point on the front surface and a reference plane



IEC 1992/12

Figure 3 – Schematic diagram of warp

Note 1 to entry: Warp (shown in Figure 3) describes the deformation of an unclamped wafer.

Note 2 to entry: The reference plane is defined by 3-points as described in 3.4.2 b). Warp is a bulk property of a wafer and not of the exposed surface alone.

3.4.7**sori**

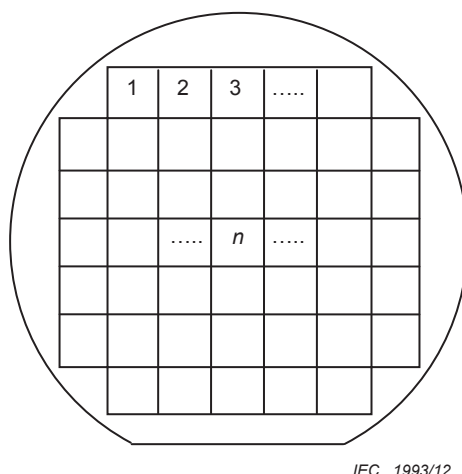
maximum difference between a point on the front surface and a reference plane.

Note 1 to entry: Sori describes the deformation of an unclamped wafer.

Note 2 to entry: In contrast to warp, in this case the reference plane is defined by a least-squares fit to the front surface (3.4.2 c)).

3.4.8**local thickness variation****LTV**

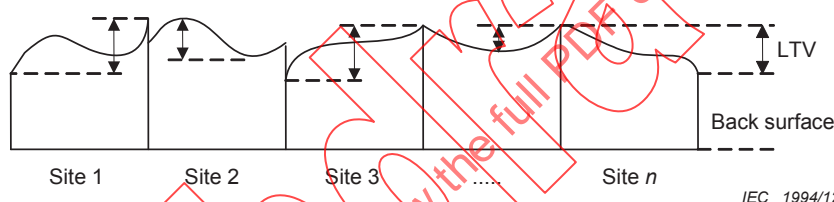
variation determined by a measurement of a matrix of sites with defined edge dimensions



IEC 1993/12

NOTE: All sites have their centres within the FQA.

Figure 4 – Example of site distribution for LTV measurement



IEC 1994/12

Figure 5 – LTV value of each site

Note 1 to entry: Measurement is performed on a clamped wafer with the reference plane as defined in 3.4.2 a). A site map example is shown in Figure 4. The value is always a positive number and is defined for each site as the difference between the highest and lowest points within each site, as shown in Figure 5. For a wafer to meet an LTV specification, all sites shall have LTV values less than the specified value.

Note 2 to entry: This note applies to the French language only.

3.4.9 percent local thickness variation PLTV

percentage of sites that fall within the specified values for LTV

Note 1 to entry: As with the LTV measurement, this is a clamped measurement.

Note 2 to entry: This note applies to the French language only.

3.4.10 focal plane deviation FPD

deviation measured relative to the 3-point reference plane

Note 1 to entry: The 3-point reference plane is defined in 3.4.2 b).

Note 2 to entry: The value obtained indicates the maximum distance between a point on the wafer surface (within the FQA) and the focal plane. If that point is above the reference, the FPD is positive. If that point is below the reference plane, the FPD is negative.

Note 3 to entry: This note applies to the French language only.

3.5 Definitions of appearance defects

3.5.1

contamination

foreign matter on a surface of wafer which cannot be removed after cleaning

3.5.2

crack

fracture that extends to the surface and may or may not penetrate the entire thickness of the wafer

3.5.3

scratch

shallow groove or cut below the established plane of the surface, with a length to width ratio greater than 5:1

3.5.4

chip

region where material has been removed from the surface or edge of the wafer

Note 1 to entry: The size can be expressed by its maximum radial depth and peripheral chord length.

3.5.5

dimple

smooth surface depression larger than 3 mm diameter

3.5.6

pit

non-removable surface anomaly

EXAMPLE A hollow, typically resulting from a bulk defect or faulty manufacturing process.

3.5.7

orange peel

large featured, roughened surface visible to the unaided eye under diffuse illumination

3.5.8

acceptable quality level

AQL

maximum percent defective (or maximum number of defects per hundred units) that, for purposes of sampling inspections, can be considered satisfactory as a process average

SOURCE: IEC 60410:1973, 4.2.

3.6 Other terms and definitions

3.6.1

manufacturing lot

lot established by agreement between the customer and the supplier

3.6.2

orientation flat

OF

flat portion of wafer perimeter indicating the crystal orientation

Note 1 to entry: Generally, the orientation flat corresponds to the SAW propagation direction.

Note 2 to entry: Orientation flat is also referred to as the “primary flat” (see Figure 1).

Note 3 to entry: This note applies to the French language only.

3.6.3

secondary flat

SF

flat portion of wafer perimeter shorter than the OF

Note 1 to entry: When present, the SF indicates wafer polarity and can serve to distinguish different wafer cuts.

Note 2 to entry: Secondary flat is also referred to as the “suborientation flat” (see Figure 1).

Note 3 to entry: This note applies to the French language only.

3.6.4

back surface roughness

roughness which scatters and suppresses bulk wave spurious at back surface

3.6.5

surface orientation

crystallographic orientation of the axis perpendicular to the surface of wafer

3.6.6

description of orientation and SAW propagation

indication of the surface orientation and the SAW propagation direction, separated by the symbol “-”

Note 1 to entry: Specification of a 0° orientation is normally omitted.

Note 2: Typical examples for these expressions are shown in Table 1.

Table 1 – Description of wafer orientations

Material LT Quartz	LN	LT	Quartz crystal	LBO	LGS
Expression	128° Y-X Y-Z 64° Y-X	X-112° Y 36° Y-X	ST-X	45° X-Z	yxlt/48,5°/26,6°

3.6.7

ST-cut

cut direction of quartz to achieve zero temperature coefficient

3.6.8

tolerance of surface orientation

acceptable difference between specified surface orientation and measured orientation, measured by X-ray diffraction

3.6.9

bevel

slope or rounding of the wafer perimeter

Note 1 to entry: Bevel is also referred to as “edge profile”.

Note 2 to entry: The process of creating a bevel is called “bevelling” or “edge rounding”.

Note 3 to entry: The profile and its tolerances should be specified by the supplier.

3.6.10

diameter of wafer

diameter of circular portion of wafer excluding the OF and SF regions

3.6.11

wafer thickness

thickness measured at the centre of the wafer

4 Requirements

4.1 Material specification

4.1.1 Synthetic quartz crystal

A synthetic quartz crystal grown from Z-cut seed shall have an orientation within $+5^\circ$ of arc, and the wafer should consist of excepting $-X$ growth region. The quality of a synthetic quartz crystal conforms to or exceeds the following grades in accordance with IEC 60758.

- | | |
|--|----------|
| – Infrared absorption coefficient α value | Grade D |
| – Inclusion density (pieces/cm ³) | Grade II |
| – Etch channel density (pieces/cm ²) | Grade 2 |

4.1.2 LN

LN is a single domain material having a Curie temperature within the specified range.

4.1.3 LT

LT is a single domain material having a Curie temperature or lattice constant within the specified range.

4.1.4 LBO, LGS

Material not including twins.

4.2 Wafer specifications

4.2.1 General

The specifications listed in 4.2 apply in the absence of superseding agreements between user and supplier. These specifications are expected to evolve and change as existing processes are refined and new ones are developed. For wafers that are typically used in conjunction with a photolithographic stepper equipment, LTV is typically specified as one of the flatness criteria. When using projection lithography for full wafer exposure, FPD is often more relevant than TTV, as the system will perform a tilt correction referenced off the front surface. Sori is often more meaningful than warp since the least-squares derived reference plane used in that measurement typically provides a more accurate representation of the wafer surface.

4.2.2 Diameters and tolerances

76,2 mm $\pm$ 0,25 mm (commonly referred to as a “3 inch” wafer)

100,0 mm $\pm$ 0,5 mm

125,0 mm $\pm$ 0,5 mm

150,0 mm $\pm$ 0,5 mm

4.2.3 Thickness and tolerance

Thickness tolerance is 0,18 mm to 0,80 mm. Tolerance for diameter of up to 100 mm is $\pm$ 0,03 mm. For diameter greater than 100 mm, thickness tolerance is to be agreed between the buyer and the manufacturer.

4.2.4 Orientation flat

a) Dimensions of OF and tolerances

22,0 mm $\pm$ 3,0 mm (for a 76,2 mm wafer)

32,5 mm $\pm$ 3,0 mm (for a 100 mm wafer)

42,5 mm $\pm$ 3,0 mm (for a 125 mm wafer)

47,5 mm $\pm$ 3,0 mm (for a 150 mm wafer)

57,5 mm $\pm$ 3,0 mm (for a 150 mm wafer)

b) Orientation tolerance

Orientation tolerance: $\pm 30'$

Orientation of the OF shall be perpendicular to SAW propagation unless otherwise agreed upon by the user and the supplier. Orientation of the OF for quartz crystal wafers is X-plane (1 1-2 1) and an arrow pointing from the wafer centre to the OF is in the $-X$ direction.

4.2.5 Secondary flat

The dimensions and tolerances are as listed below:

a) Dimensions of SF and tolerances

Dimensions and these tolerances of the SF are specified as reference values.

11,2 mm $\pm$ 4 mm unless otherwise agreed upon (for 76,2 mm wafer)

18,0 mm $\pm$ 4 mm unless otherwise agreed upon (for 100 mm wafer)

27,5 mm $\pm$ 4 mm unless otherwise agreed upon (for 125 mm wafer)

37,5 mm $\pm$ 4,5 mm unless otherwise agreed upon (for 150 mm wafer)

b) Orientation tolerance of SF

Orientation tolerance of the SF are measured with respect to the OF and are agreed on by the user and the supplier with a typical value being $\pm 1,0^\circ$.

Laser marking can be used as an alternative method to indicate the front surface.

4.2.6 Back surface roughness

As agreed upon by the user and the supplier (see Table 2).

4.2.7 Warp

As specified in Table 2.

4.2.8 TV5 or TTV

As specified in Table 2.

Table 2 – Roughness, warp, TV5 and TTV specification limits

Material	Diameter of wafer	Roughness of back surface (Ra)	Warp specified value μm	TV5 specified value μm	TTV specified value μm
Quartz crystal	76,2 mm (3 inch)	0,5 μm or greater	30	10	10
		Less than 0,5 μm	20	10	10
	100 mm	0,5 μm or greater	40	10	10
		Less than 0,5 μm	30	10	10
LN, LT	76,2 mm (3 inch)	2,0 μm or greater	50	15	15
		2,0 μm to 0,5 μm	40	15	15
		Less than 0,5 μm	40	10	10
	100 mm	2,0 μm or greater	50	20	20
		2,0 μm to 0,5 μm	40	15	15
		Less than 0,5 μm	40	10	10
	125 mm	2,0 μm or greater	60	20	20
		2,0 μm to 0,5 μm	50	15	15
		Less than 0,5 μm	40	10	10
	150 mm	2,0 μm or greater	60	20	20
		2,0 μm to 0,5 μm	50	15	15
		Less than 0,5 μm	40	10	10
LBO	76,2 mm (3 inch)	0,5 μm or greater	40	15	15
		Less than 0,5 μm	40	10	15
	100 mm	0,5 μm or greater	40	10	10
		Less than 0,5 μm	40	10	10
LGS	76,2 mm (3 inch)	0,5 μm or greater	40	15	15
		Less than 0,5 μm	40	10	10
	100 mm	0,5 μm or greater	40	20	20
		Less than 0,5 μm	40	10	10

4.2.9 Front (propagation) surface finish

The front surface shall be mirror polished. Surface finishing details are subject to agreement between the user and the supplier.

4.2.10 Front surface defects**a) Scratches**

No scratches by visual inspection

b) Chips**1) Edge chips:**

Radial depth: less than 0,5 mm

Peripheral chord length: less than 1,0 mm

2) Surface:

No chips by visual inspection

c) Cracks

No cracks by visual inspection

d) Contamination

No contamination by visual inspection

e) Others

Other defects such as dimples, pits, and orange peel: no such defects by visual inspection.

4.2.11 Surface orientation tolerance

Surface orientation shall be specified by the user and the supplier.

Quartz crystal: $\pm 10'$

LN, LT, LBO: $\pm 20'$

LGS crystal: $\pm 10'$

4.2.12 Inclusions

LN/LT/LBO/LGS: No visible inclusions by naked eye inspection.

Synthetic quartz: material satisfies the specification Grade II of IEC 60758:2008, 4.1.2.

4.2.13 Etch channel density and position of seed for quartz wafer

The etch channel density and the position of the seed are described below:

a) Etch channel within seed portion for a quartz crystal wafer

The density of the etch channel in a state of not passing through from front surface to back surface is less than 36 as per 76,2 mm wafer or less than 47 as per 100 mm wafer.

b) Position of seed

The seed shall be included within $\pm 3,5$ mm centre width of the Z' direction and parallel to the X-direction of the centre of the wafer.

4.2.14 Bevel

The bevel shall be as agreed upon by the user and the supplier.

4.2.15 Curie temperature and tolerance

NOTE Only applies to LN/LT. The centre value for the specification is as agreed upon by the user and the supplier. Alternatively, the lattice constant can be specified.

LN: centre value within 1 133 °C and 1 145 °C. Tolerance ± 3 °C

LT: centre value within 598 °C and 608 °C. Tolerance ± 3 °C

4.2.16 Lattice constant

NOTE Alternatively, the Curie temperature can be specified.

LT: 0,515 39 nm $\pm$ 0,000 02 nm for an axis measured at 25 °C

4.2.17 Bulk resistivity (conductivity) for reduced LN and LT

LN: $1,0 \times 10^8 \Omega \cdot \text{cm} < \text{B.R.} < 1,0 \times 10^{12} \Omega \cdot \text{cm}$ ($1,0 \times 10^{-12} \Omega/\text{cm} < \text{B.C.} < 1,0 \times 10^{-8} \Omega/\text{cm}$)

LT: $1,0 \times 10^{10} \Omega \cdot \text{cm} < \text{B.R.} < 1,0 \times 10^{13} \Omega \cdot \text{cm}$ ($1,0 \times 10^{-13} \Omega/\text{cm} < \text{B.C.} < 1,0 \times 10^{-10} \Omega/\text{cm}$)

5 Sampling plan

A statistically significant sampling plan shall be agreed upon by the user and the supplier. Sampled wafers shall be randomly selected and representative of the production population, and shall satisfy the quality assurance criteria using the prescribed test methods.

5.1 Sampling

Unless otherwise specified, sampling shall be in accordance with AQL 2,5 %, single sampling as defined in IEC 60410. The specified AQL applies to the listed groups of defects considered collectively.

5.2 Sampling frequency

Appropriate statistical methods shall be applied to determine adequate sample size and acceptance criteria for the considered lot size. In the absence of more detailed statistical analysis, the following sampling plan can be employed:

- | | |
|---------------------------|----------------------------|
| a) Dimensions | |
| Diameter | 2 wafers/manufacturing lot |
| Thickness | 2 wafers/manufacturing lot |
| Length of OF | 2 wafers/manufacturing lot |
| b) Surface orientation | 2 wafers/manufacturing lot |
| c) Orientation of OF | 2 wafers/manufacturing lot |
| d) Back surface finishing | 2 wafers/manufacturing lot |
| e) TV5 | 2 wafers/manufacturing lot |
| f) Warp | 2 wafers/manufacturing lot |
| g) TTV | 2 wafers/manufacturing lot |

5.3 Inspection of whole population

The following items shall be inspected for all wafers:

- a) Existence and position of OF and SF
- b) Surface finish
- c) Wafer defects
- d) Inclusions
- e) Beveling

6 Test methods

6.1 Diameter

Measurement of the wafer diameter (excluding OF and SF portions) using callipers of sufficient accuracy.

6.2 Thickness

Thickness at the centre of the wafer as measured by a sufficiently accurate (typically 1 µm) thickness meter, in accordance with ASTM test method F533.

6.3 Dimension of OF

Measurement of the OF length as a straight cut line of the intersection with the circle using callipers of sufficient accuracy.

6.4 Orientation of OF

Deviation of the geometrical orientation flat from the reference orientation of the lattice plane as measured with an X-ray diffractometer. The method is explained in detail in 10.4 and Figure 10.

6.5 TV5

TV5 is measured at the centre and at the four points located 6 mm from the edge of the wafer using callipers of sufficient accuracy (typically 1 μm) in accordance with ASTM test method F533.

6.6 Warp

Warp and other flatness parameters are measured using optical flatness equipment.

6.7 TTV

TTV is measured on clamped wafers using optical flatness equipment.

6.8 Front surface defects

Surface defects on the wafer shall be inspected using the method explained in Clause 11.

6.9 Inclusions

Inspection for inclusions shall be performed using light reflected from the polished wafer surface. Inspection should be carried out in a clean environment using a high intensity optically condensed light against a dark background to prevent interference from diffuse light reflections.

6.10 Back surface roughness

Surface roughness may be measured by either the contact or optical method. The average roughness (R_a) values listed in Table 2 were determined by contact profilometry. Measured values for a given wafer generally depend on the method (stylus radius, sampling interval, optical parameters).

6.11 Orientation

Crystallographic orientation is determined by X-ray diffraction (see 10.1 and Figure 9).

6.12 Curie temperature

The Curie temperature of a ferroelectric material may be determined by either calorimetric or dielectric measurement methods (see 8.1).

6.13 Lattice constant

The crystal lattice constant may be determined by XRD (see Clause 9).

6.14 Bulk resistivity

The bulk resistivity is determined by applying a voltage of 500 V across the wafer at room temperature and measuring the current one minute after the voltage has been applied. The inner – electrode shall have a diameter between 30 mm and 70 mm (see Clause 11).

7 Identification, labelling, packaging, delivery condition

7.1 Packaging

Wafers shall be packaged so as to avoid contamination or damage during shipping or storage.

Special packaging requirements shall be subject to agreement between the user and the supplier.

7.2 Labelling and identification

All wafer containers shall include labels with the following information:

- a) supplier's name or trade mark;
- b) material type;
- c) wafer orientation;
- d) manufacturing lot number;
- e) quantity.

7.3 Delivery condition

Additional documentation or shipping requirements are to be negotiated between each user and supplier.

8 Measurement of Curie temperature

8.1 General

Curie temperature (T_c) determinations are performed on single crystal lithium tantalate (LT) and lithium niobate (LN). Both the DTA (differential thermal analysis) and dielectric constant methods used to determine T_c are destructive tests. Measurements on the same sample using each of these methods may differ from one another depending on experimental conditions and equipment. Customers using wafers from several suppliers need to be aware that a correlation of results is required before comparing reported values.

8.2 DTA method

The DTA (differential thermal analysis) method is based on the endothermic or exothermic reaction observed when a single crystal transitions from the ferroelectric to paraelectric states. Typically, the sample and a reference material are symmetrically positioned in an oven (see Figure 6) and heated at a constant rate, while recording the temperature difference between the materials. Alumina ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) is often used as the reference when running DTA experiments on LN or LT. Heat is released at the LN or LT sample passes upward through the phase transition temperature, and the temperature profile relative to the alumina reference is recorded. The Curie temperature T_c is defined as the temperature at which the temperature difference arises.

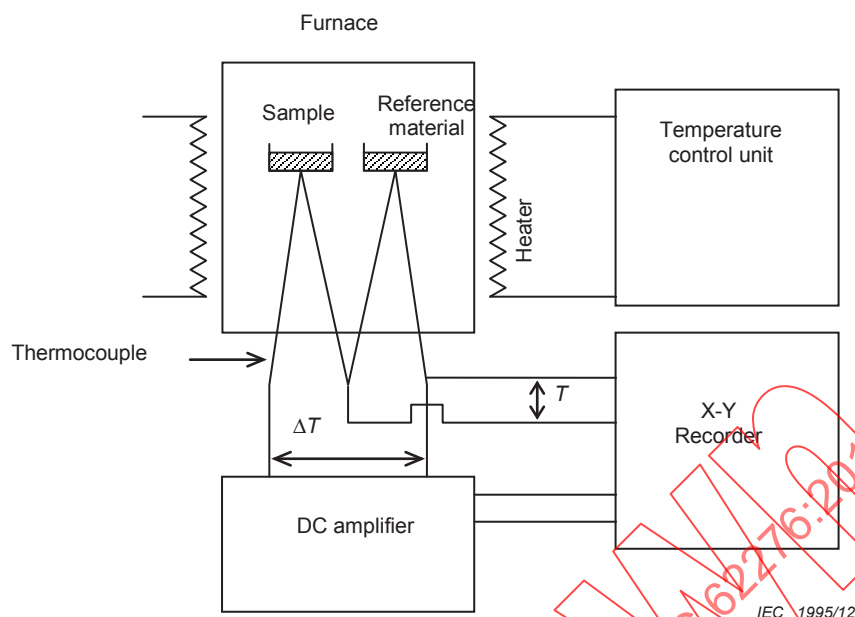


Figure 6 – Schematic of a DTA system

8.3 Dielectric constant method

The dielectric constant method relies upon observing the dielectric constant along the polar Z-axis of a ferroelectric crystal. The dielectric constant maximum is found to occur at the phase transition temperature. Since the dielectric constant, and thus the capacitance, for a given sample are a function of temperature only, the heating or cooling rates can be chosen to be small enough so as to minimize thermal hysteresis. In the following illustration (Figure 7), the electrode of Pt or Ag-Pd is placed on the sample so that the electric field runs along the polar Z axis. While scanning the temperature across the phase transition, the capacitance of the sample is measured by the LCR-meter. The temperature at which the peak capacitance is observed corresponds to the Curie temperature T_C .

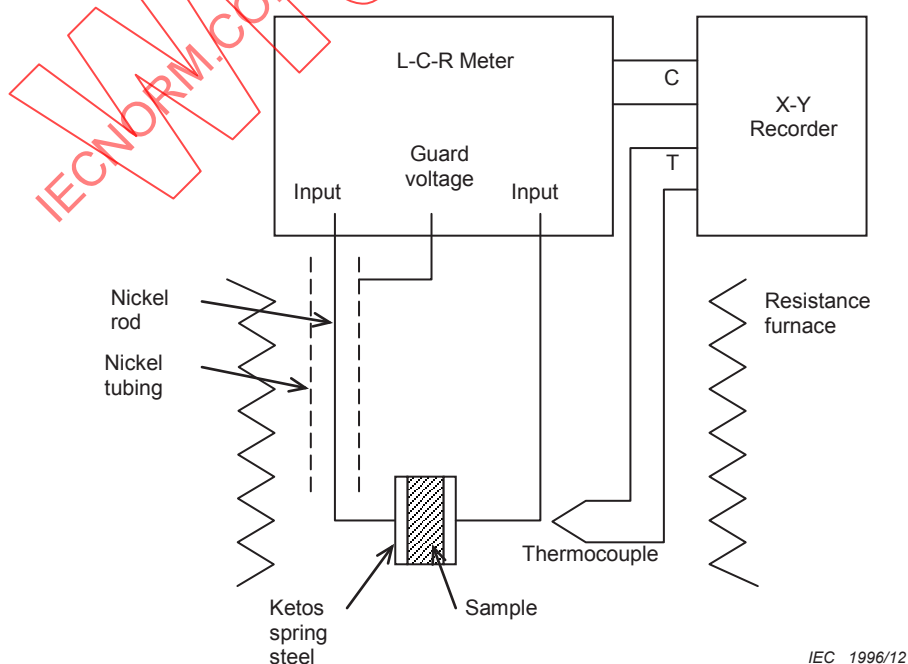


Figure 7 – Schematic of a dielectric constant measurement system

9 Measurement of lattice constant (Bond method)

As the chemical composition of a crystal changes, so do the SAW velocities and lattice constants. In order to control the SAW velocity to within one part per ten thousand (10^{-4}), the lattice constants shall be controlled within 10^{-5} . The measurement method in turn shall achieve part per million (10^{-6}) resolution.

X-ray diffraction is used to measure lattice constants. The method is based on Bragg's law as follows:

$$2d \sin \theta = n\lambda$$

where d is the lattice spacing, θ the Bragg angle, λ the X-ray wavelength and n the integer diffraction order.

If λ is given, d and lattice constants are determined by measuring θ . A sensitivity analysis yields

$$\frac{\Delta d}{d} = -\cot \theta \times \Delta \theta$$

where $\Delta \theta$ shall be measured correctly to within an arc second in order to measure $\Delta d/d$ on a scale of 10^{-6} to 10^{-7} . In 1960, Dr. Bond developed a method to measure the value of the lattice constants precisely.

In the Bond method, two measurements are made, (i.e. the 'plus-side' and 'minus-side'), located symmetrically around the same lattice face. The values ω_1 and ω_2 from the peaks of rocking curve are determined as Figure 8 shows and θ is calculated as:

$$\theta = \frac{1}{2} (180^\circ - |\omega_1 - \omega_2|)$$

This method eliminates off-centre error plus absorption and zero error is theoretically eliminated as well. Note that temperature, refraction, divergence and Lorentz-polarization corrections should be taken into account.

For the case of LiTaO_3 , the Miller index (33,0) was evaluated by the Bond method. The a -axis lattice constant is calculated as follows:

$$a = 6d_{33,0}$$

After applying various corrections, the lattice constant of LiTaO_3 is determined to an accuracy of 10^{-6} to 10^{-7} .

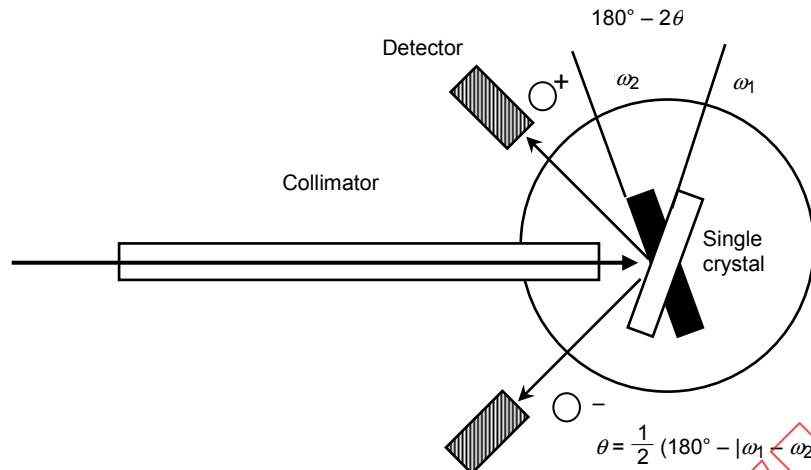


Figure 8 – The Bond method

10 Measurement of face angle by X-ray

10.1 Measurement principle

If the distance between each lattice face is d , the X-ray wavelength is λ and the diffraction order is n , the X-ray beam diffracts when the Bragg angle θ condition is satisfied as follows:

$$2d \sin \theta = n\lambda$$

The X-ray source consists of a collimated beam and an optional reflecting crystal plate. An X-ray detector is positioned at an angle relative to the source. As the crystal is rotated, the detector will register signal maxima at the Bragg angle, and the goniometer will indicate the angle θ between the crystal plate surface and the crystal lattice planes, as illustrated below in Figure 9.

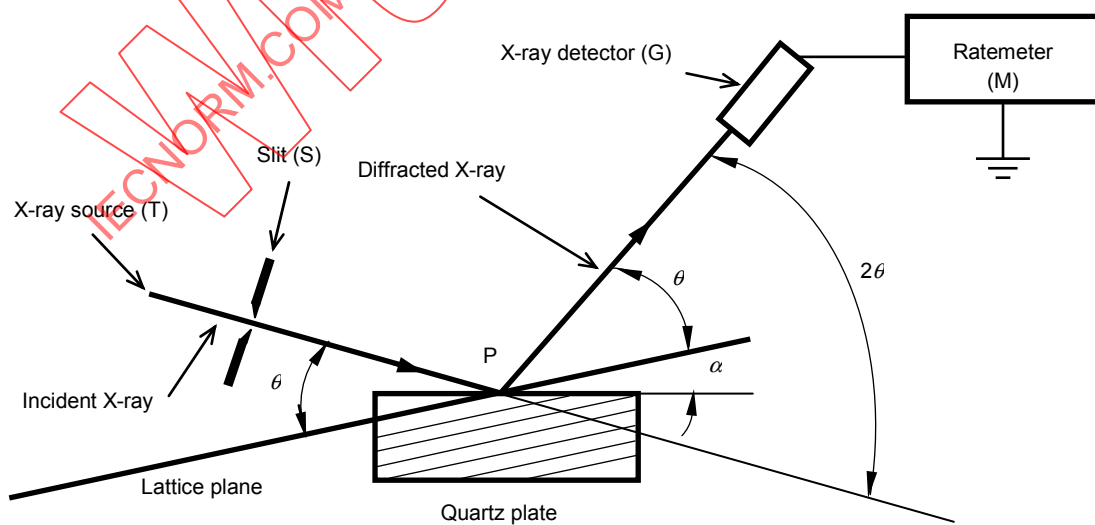


Figure 9 – Measurement method by X-ray

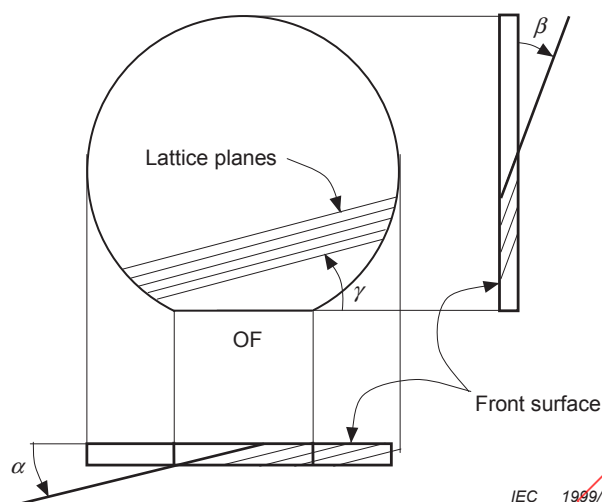


Figure 10 – Relationship between cut angle and lattice planes

10.2 Measurement method

Before measuring the face angle of the sample under test, the goniometer may need to be calibrated using a reference sample. The face angle deviations of the sample under test are then calculated based on comparison of the diffraction data obtained from the sample with data from the reference crystal.

10.3 Measuring surface orientation of wafer

The angles should be measured in two directions as follows:

- parallel to the OF: α (positive direction as shown in Figure 10 when looking at the OF);
- perpendicular to the OF: β (positive direction as shown in Figure 10).

10.4 Measuring OF flat orientation

The angle γ should be measured (positive direction as shown in Figure 10).

10.5 Typical wafer orientations and reference planes

Typical wafer orientations and reference planes are shown in Table 3.

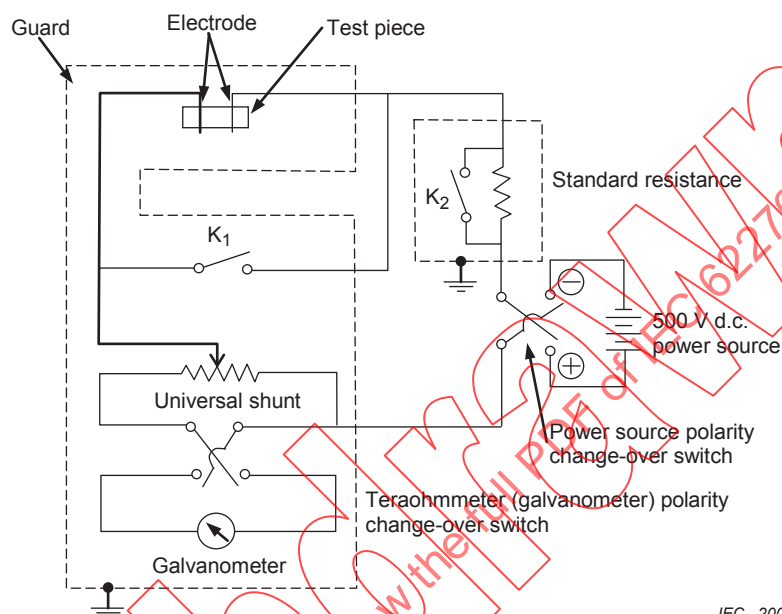
Table 3 – Crystal planes to determine surface and OF orientations

Materials	Wafer description	Reference for cutting face	Face (α)	Cutting face (β)	OF reference face	OF face (γ)
LN	128° Y-X	(0 -1 1 4) hex	0	0	(2 -1 -1 0) hex	0
LN	Y-Z	(0 3 -3 0) hex	0	0	(0 0 0 6) hex	0
LN	64° Y-X	(0 1 -1 8) hex	+4°46'	0	(2 -1 -1 0) hex	0
LT	X-112° Y	(2 -1 -1 0) hex	0	0	(0 1 -1 2) hex	-79°16'
LT	X-112° Y	(2 -1 -1 0) hex	0	0	(0 -1 1 10) hex	-5°02'
LT	X-112° Y	(2 -1 -1 0) hex	0	0	(0 0 0 6) hex	-22°12'
LT	36° Y-X	(0 1 -1 2) hex	-3°04'	0	(2 -1 -1 0) hex	0
LT	42° Y-X	(0 1 -1 2) hex	-9°04'	0	(2 -1 -1 0) hex	0
LBO	45° X-Z	(1 1 0) tetra	0	0	(0 0 1) tetra	0
Quartz	ST-X	(0 1 -1 1) hex	+4°32'	0	(2 -1 -1 0) hex	0
LGS	yxlt/48,5°/26,6°	(0 1 -1 1) hex	-5°45'	0	(1 1 -2 0) hex	-26°36'

11 Measurement of bulk resistivity

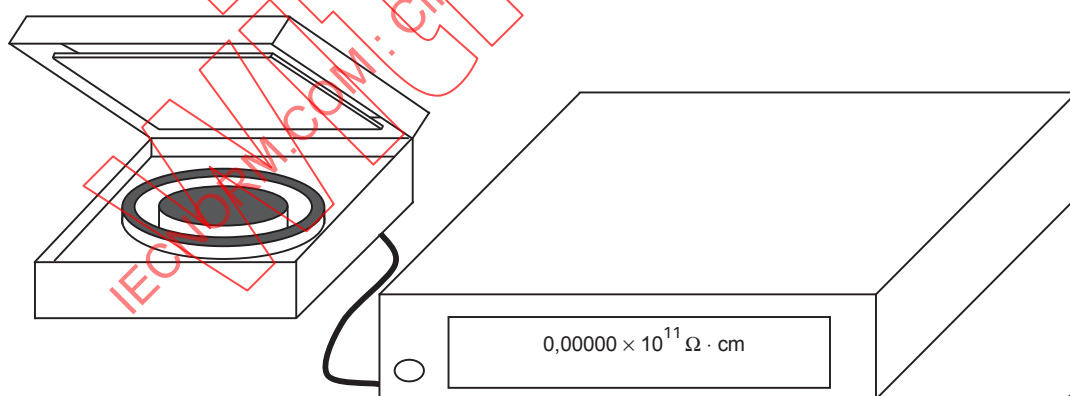
11.1 Resistance measurement of a wafer

Resistance measurement equipment with insulation resistance $1,0 \times 10^8 - 10^{16} \Omega$ and a circular electrode is used for measuring resistance of wafer. When a wafer is measured it is put between electrodes of the equipment. A voltage of 500 V is applied while the current through the wafer is measured and the reading is taken one minute after the voltage is applied. Measuring circuit and equipment is shown in Figure 11 and Figure 12.



IEC 2000/12

Figure 11 – Measuring circuit



IEC 2001/12

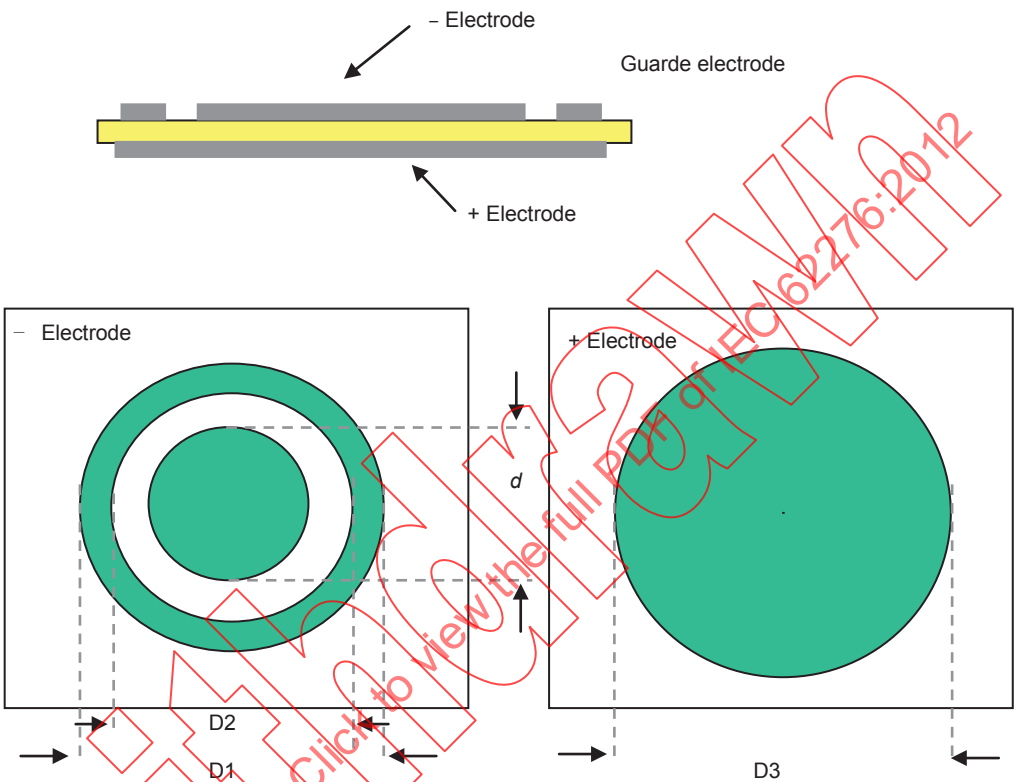
Figure 12 – Resistance measuring equipment

11.2 Electrode

Shape and size of electrode is shown in Table 4 and Figure 13.

Table 4 – Electrode size

– electrode diameter			+ electrode diameter
mm			mm
D1	D2	d	D3
80 ± 0,5	70 ± 0,5	50 ± 0,5	100 ± 0,5



IEC 2002/12

Figure 13 – Shape of electrode

11.3 Bulk resistivity

After measuring resistance of a wafer, bulk resistivity is calculated as follows.

$$\rho_v = R (\pi d^2 / 4t)$$

ρ_v : Bulk resistivity ($\Omega \cdot \text{cm}$)
 d : Diameter of inner –face electrode
 t : Thickness of substrate

$$R = V / I$$

R : Bulk resistance (Ω)
 V : DC voltage (V)
 I : Electric current (A)

12 Visual inspections

12.1 Front surface inspection method

A mirror polished wafer surface is required for fabrication of reliable SAW transducers. Routine wafer inspection should include visually checking for the following defects:

- scratches
- chips
- cracks
- contamination
- dimples, pits, orange peel, etc.

Visual inspection pass/fail criteria may be based on:

- a) quantitative measurements;
- b) qualitative descriptions;
- c) visual documentation (e.g. illustrations, photographs), or
- d) representative samples.

Inspection records shall clearly indicate whether the product has passed or failed the inspection based on the established acceptance criteria.

Wafers are typically sampled using the unaided eye, with a high intensity white light lamp providing illumination. Select wafers may also be examined under a microscope to better characterize small defects. Depending on the circumstances, different microscopy methods may be used (e.g. brightfield, darkfield, Nomarski). Unaided visual inspection is carried out in a clean environment, with the wafer suspended over a dark surface. The inspection area should be darkened so as to prevent stray ambient light from interfering with the inspector's ability to clearly see the surface.

In order to avoid bias and accurately gauge the number of defects present in a given sample population, wafers to be inspected should be chosen at random and, in the case of a production stream, with consistent sampling frequency. Variables such as the wafer surface area to be inspected, or details of the inspection light source (e.g. intensity, type or illumination angle) shall be negotiated between the user and the supplier. Quantitative defect criteria should be used when practicable.

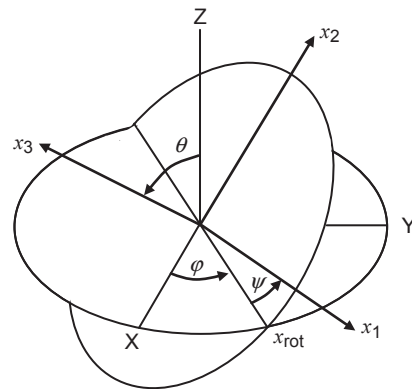
Annex A (normative)

Expression using Euler angle description for piezoelectric single crystals

A.1 Wafer orientation using Euler angle description

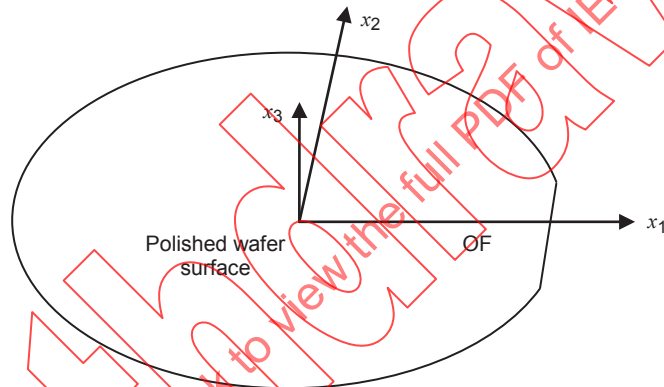
Material tensor properties of piezoelectric single crystals such as piezoelectric constants (d_{11}), elastic constants (c_{11}), and dielectric constants (ϵ_{11}) are generally described in a rectangular coordinate system (X, Y, Z) related to the crystal axes. Wafer cuts used for SAW device fabrication generally use rotated cuts. The Euler angle description gives a way to describe the crystallographic orientation of the wafer surface normal and the orientation flat direction which typically coincides with SAW wave propagation.

Figure A.1 shows the three rotations and their respective angles that transform the crystallographic axes (X, Y, Z) to the wafer coordinate system (x_1, x_2, x_3) as shown in Figure A.2. The SAW wave propagation direction typically is in the x_1 direction. The surface normal points are in the x_3 direction. The top surface (with $+x_1$ pointing out) is the polished surface on which the electrode patterning is done. x_2 is defined by forming an orthogonal, right-handed coordinate system with the other two vectors. To visualize the Euler angle rotations, start with a crystal having axes (X, Y, Z). The first rotation is around Z by the angle ϕ in the direction indicated in Figure A.1. The values of ϕ can range from 0° to 360° . This rotation maps the old X -axis onto x_{rot} . The next rotation is around this newly defined axis x_{rot} by the angle θ . This angle is restricted to values ranging from 0° to 180° . The rotation maps the Z -axis onto x_3 , the wafer surface normal. The last rotation is around x_3 by angle ψ . The range for this angle can range from 0° to 360° and it will map x_3 onto x_1 , the direction that coincides with the orientation flat. Using the angles within the range given here provides a way to completely describe any wafer orientation. It also allows to specify which wafer side is to be polished. In lithium niobate for example, the Y -face is polar and wet etching in hydrofluoric acid will have a different rate on the two opposite sides of the wafer. The angles $(0^\circ, 90^\circ, 90^\circ)$ designate a wafer with the $-Y$ face polished and a flat on the $+Z$ end of the wafer. The angles $(180^\circ, 90^\circ, 90^\circ)$ designate a wafer with the $+Y$ face polished and the flat also at the $+Z$ end of the wafer. While the SAW properties commonly do not depend on which face of the wafer is polished, other characteristics such as pyroelectric charging or etching often do and thus it is important to specify which surface to polish.



IEC 2003/12

Figure A.1 – Definition of Euler angles to rotate coordinate system (X, Y, Z) onto (x_1, x_2, x_3)



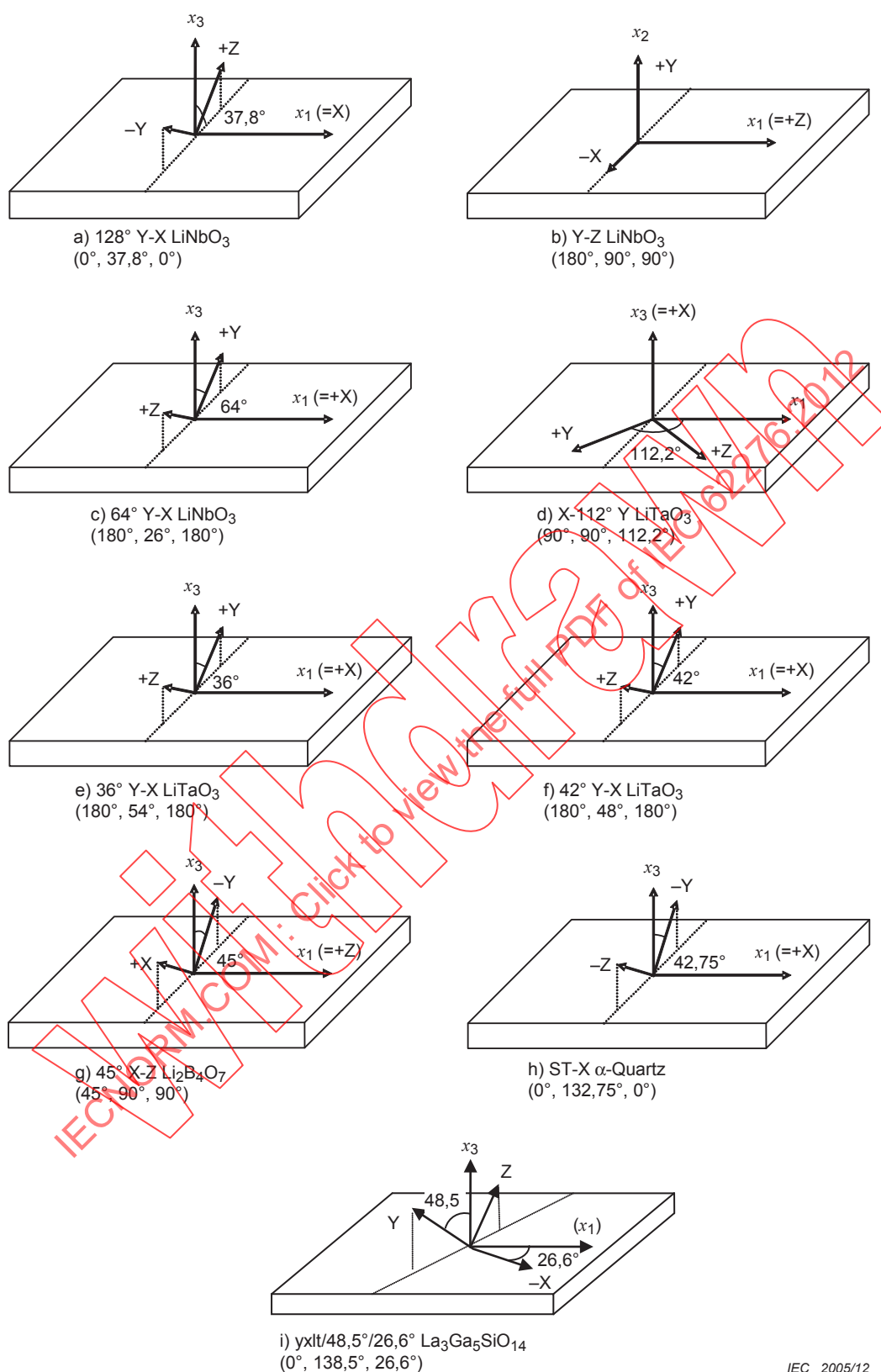
IEC 2004/12

Figure A.2 – SAW wafer coordinate system

Table A.1 lists typical SAW substrate orientations and Euler angles. The same substrate cuts are shown in Figure A.3.

Table A.1 – Selected SAW substrate orientations and corresponding Euler angles

Abbreviated terms	Cut angle and propagation	Chemical formula and Euler angle
128° Y-X LN	127,8° rotated Y cut X SAW propagation Lithium niobate substrate	LiNbO ₃ (0°, 37,8°, 0°)
Y-Z LN	Y cut Z SAW propagation Lithium niobate substrate	LiNbO ₃ (180°, 90°, 90°)
64° Y-X LN	64° rotated Y cut X SAW propagation Lithium niobate substrate	LiNbO ₃ (180°, 26°, 180°)
X-112° Y LT	X cut 112,2° rotated Y SAW propagation Lithium tantalate substrate	LiTaO ₃ (90°, 90°, 112,2°)
36° Y-X LT	36° rotated Y cut X SAW propagation Lithium tantalate substrate	LiTaO ₃ (180°, 54°, 180°)
42° Y-X LT	42° rotated Y cut X SAW propagation Lithium tantalate substrate	LiTaO ₃ (180°, 48°, 180°)
45° X-Z LBO	45° rotated X cut Z SAW propagation Lithium tetraborate substrate	Li ₂ B ₄ O ₇ (45°, 90°, 90°)
ST-X α- Quartz	ST cut X SAW propagation α- quartz crystal	SiO ₂ (α-Quartz) (0°, 132,75°, 0°)
yxlt/48,5°/26,6° LGS	48,5° rotated Y cut 26,6° rotated X SAW propagation Lanthanum gallium silicate substrate	La ₃ Ga ₅ SiO ₁₄ (0°, 138,5°, 26,6°)



IEC 2005/12

Figure A.3 – Relationship between the crystal axes, Euler angles, and SAW orientation for some wafer orientations

Annex B (informative)

Manufacturing process for SAW wafers

B.1 Crystal growth methods

B.1.1 Czochralski growth method

A single crystal boule is grown by dipping a seed crystal into a melt contained within a crucible. The seed and/or the crucible is rotated while slowly pulling the seed upward, thus drawing a boule from the melt as it cools and solidifies. This technique is named after the Polish scientist Jan Czochralski who first used it in 1916 to grow single crystals of metals. Industrial volume production using this method started with germanium (Ge) and silicon (Si). The first crystals of LN and LT were manufactured in 1965 at Bell Labs and at a lab located in the former Soviet Union.

While heating can be applied either by R.F. induction or resistive heating, LN, LT and LGS single crystals are generally grown using R.F. induction heating. Figure B.1 shows a simplified sketch of an apparatus using R.F. heating.

The starting material is typically prepared as follows: Powders of Li_2CO_3 and Nb_2O_5 (Ta_2O_5) with a Li/Nb (Li/Ta) mole ratio between 0,93 and 0,95 are mixed and calcinated after press forming. The resulting polycrystalline ceramic of LN (LT) is placed into the crucible and melted by heating the crucible.

For LGS, initial starting material is obtained by mixing La_2O_3 , Ga_2O_3 and SiO_2 in stoichiometric proportions. The mixture is pressed into pellets and annealed at temperatures higher than 1 200 °C for a few hours. The resultant polycrystalline LGS is used in the same way as for LN or LT.

The end of a seed crystal cut with the desired crystal orientation is carefully lowered to just make contact with the melt. This seed crystal is rotated to induce a controlled convection pattern in the melt, and a slow pull rate is initiated that withdraws the seed (and growing crystal) from the melt. The melt temperature needs to be carefully controlled near the melting point of the material so that the growing crystal displays the desired necking (narrowing of diameter at the top of the boule) during the early stages of growth.

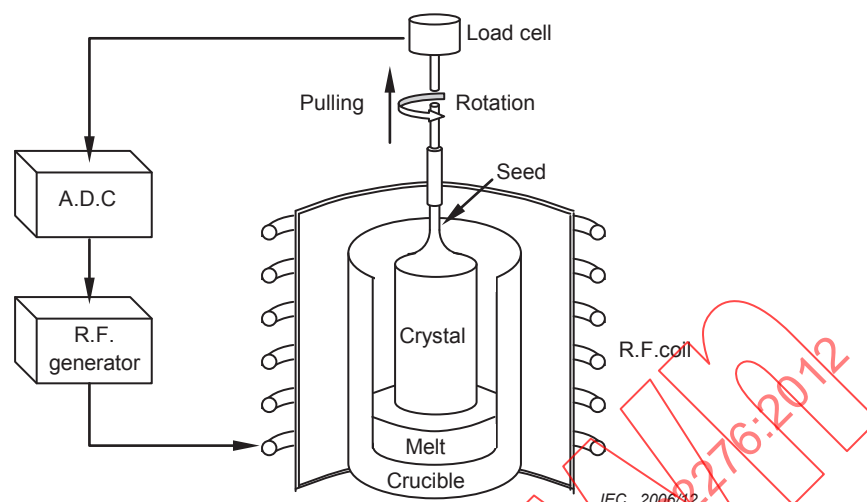


Figure B.1 – Czochralski crystal growth method

Once a proper neck is formed, the melt is next gradually cooled until a shoulder is formed and constant crystal growth diameter is achieved. The weight of the growing crystal is tracked with a load cell as shown in Figure B.1, and the present diameter is inferred from the time derivative of that signal. The automatic diameter control (ADC) electronics adjusts the R.F. power dynamically in order to maintain the proper diameter. When the desired crystal length has been achieved, the crystal is quickly pulled from the melt to stop growth and carefully cooled to room temperature.

B.1.1.1 Domain structure

LN and LT are ferroelectric crystals and exist in the non-polar paraelectric phase when grown. As they are cooled below the transition temperature, the Curie temperature, the structure changes from the ferroelectric phase to the paraelectric phase and a spontaneous polarization develops along the Z-axis. When this happens during cool-down after growth, the crystal typically forms many different regions, called domains, with opposite polarity in neighbouring domains. This multi-domain structure is undesirable, and a single domain crystal is obtained by applying an external d.c. voltage while the crystal cools through the transition. This operation is termed “poling”.

Because the spontaneous polarization aligns along the Z-axis in LN and LT, poling is done by forming an electrode pair on the faces perpendicular to the Z axis, heating up crystals above the Curie temperature, and then cooling down the crystals while applying a d.c. voltage. To remove thermal stress from LN and LT grown by the crystal pulling method, an annealing process is typically carried out before poling at a temperature below the melting point. For LT, the annealing operation is carried out around 1 300 °C, the crystal is then cooled down to room temperature to apply the electrodes by conductive metal paste. Then, the temperature is raised to about 650 °C, a d.c. voltage of some mV/cm of crystal length is applied, and the crystal is cooled through the phase-transition temperature of about 600 °C. As the Curie temperature for LN is around 1 140 °C, it is customary to conduct both the annealing (at about 1 200 °C) and poling processing at the same time.

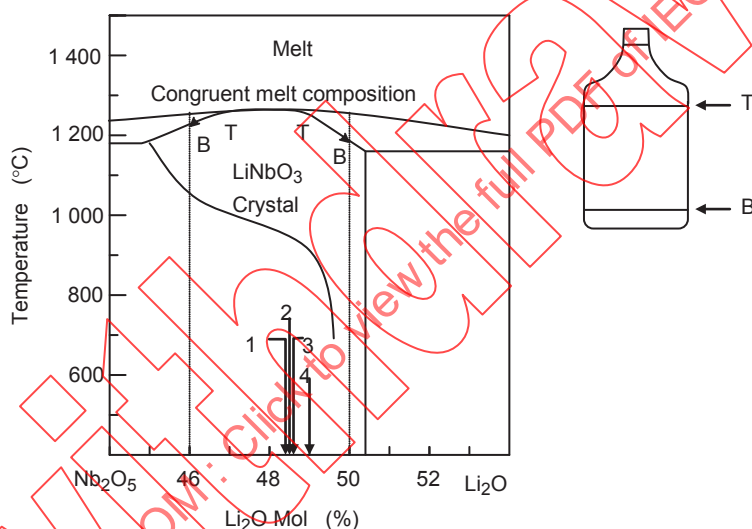
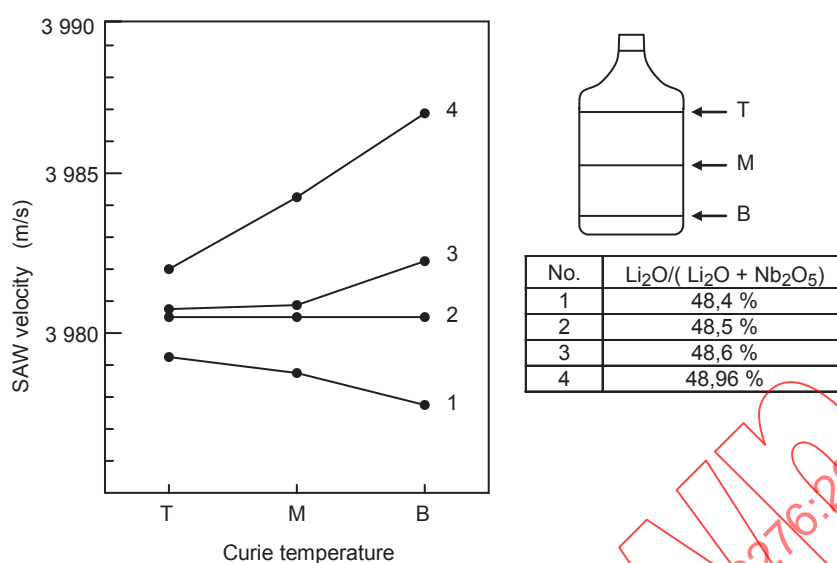
B.1.1.2 Compositional uniformity

Crystals do not always grow with their constituents in stoichiometric elemental ratios as their formulae suggest, but instead may crystallize within a compositional solid solution range. For such a material, the composition of the growing crystal is determined by the composition of the melt. Generally, the composition of the solidified single crystal changes during growth. Some material systems have a certain composition, referred to as “congruent composition”,

where the solid and the melt are in thermodynamic equilibrium. If absent, any constituent volatility (e.g. Li_2O or Ga_2O_3), a melt of congruent composition will produce a uniform single crystal of the same composition.

Crystals of uniform composition can be grown from melts with Li/Nb mole ratio (Li/Ta mole ratio) in the range from 0,93 to 0,95 in the case of LN (LT). When an LN (LT) crystal is grown from a composition different from the ideal composition, the composition changes in the crystals and Curie temperature, lattice constants, and refractive index, etc. change similarly, and wave velocity which is important in SAW devices also changes with the change of the composition. Figure B.2 shows some examples of LN growths. Consider for example case No. 4 where the starting composition was Li rich. As the growing crystal rejects some of the excess Li, the remaining melt Li/Nb ratio increases, and the crystal incorporates more Li as the growth proceeds. Consequently, the wave velocity quickens along the growth axis as the Li/Nb ratio increases. Only for crystals grown from the ideal composition will the wave velocity stay the same along the crystal axis.

This ideal composition may slightly deviate from the congruent compositions depending on crystallization speed, volatilization, etc. For the growth configuration considered here, the ideal composition is shown for case No. 2. Because of high volatility of Ga_2O_3 during LGS growth, these crystals tend to show some compositional nonuniformity, and growing crystals with good uniformity remains a challenge.



IEC 2007/12

Figure B.2 – Example of non-uniformity in crystals grown from different starting melt compositions

B.1.2 Vertical Bridgman method

Lithium tetraborate (Li₂B₄O₇: LBO) is a stoichiometric composite. It melts congruently, and can be crystallized from the melt due to the fact that no phase transition exists below its melting point. LBO is not a ferroelectric and thus no poling is required.

The Czochralski method was initially used for LBO growth; however, it was difficult to obtain large, industrially useful crystals in this manner. More recently, the Vertical Bridgman method was introduced and has since been refined to provide the large crystals required for commercial SAW wafer production.

In the Vertical Bridgman method, a crystal is grown by unidirectional solidification. This is achieved by moving the crucible filled with melted raw material through the furnace having a vertical temperature distribution. The method is simple and low in cost compared to other growth methods. Constant operator attention is not required since crystal diameter control is not necessary. Flaws such as twinning, cracking or polycrystallinity do occasionally occur during growth, most likely triggered by viscous flow in the melt, or by thermally-induced strain resulting from a temperature difference between the crystal and crucible.

Figure B.3 provides a schematic showing the furnace temperature distribution during LBO crystal growth. At 917 °C, the LBO melting point is relatively low; consequently it is possible to use resistively heated furnaces for crystal growth. Cylindrical thin plate platinum crucibles are generally used to allow for relaxing strains caused by anisotropic thermal expansion. Stoichiometric polycrystalline blocks or powder are used as nutrient material.

It has been reported that 2 to 4 inch diameter single crystals with $\langle 001 \rangle$, $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ and $\langle 011 \rangle$ orientations can be obtained at growth rates of 0,2 mm/h to 0,3 mm/h, with melt temperatures not exceeding 950 °C to 1 100 °C and temperature gradients of 10 °C/cm to 20 °C/cm at the solid-liquid interface.

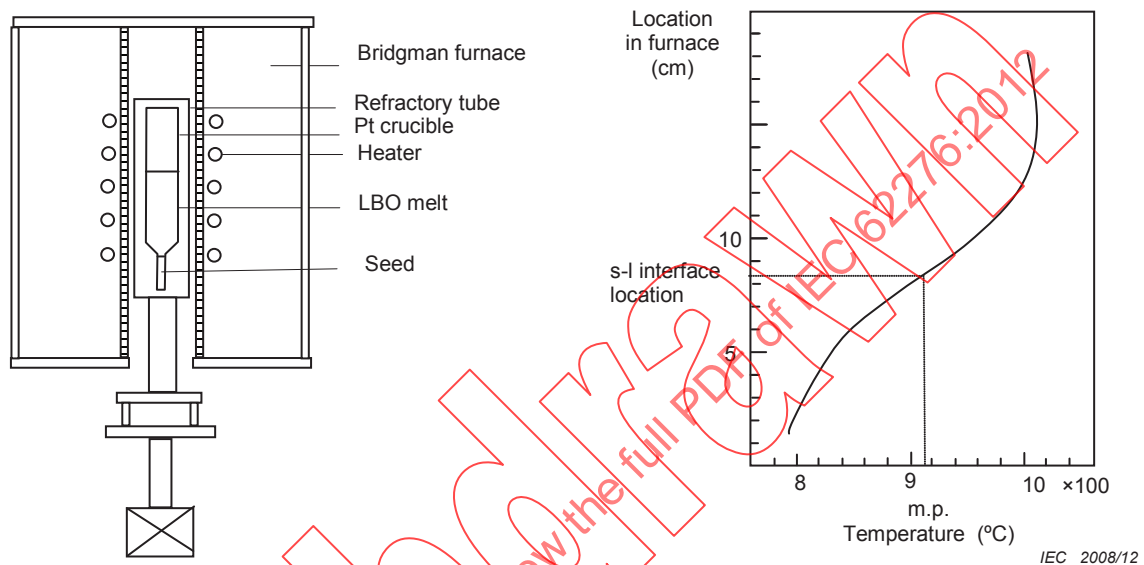


Figure B.3 – Schematic of a vertical Bridgman furnace and example of temperature distribution

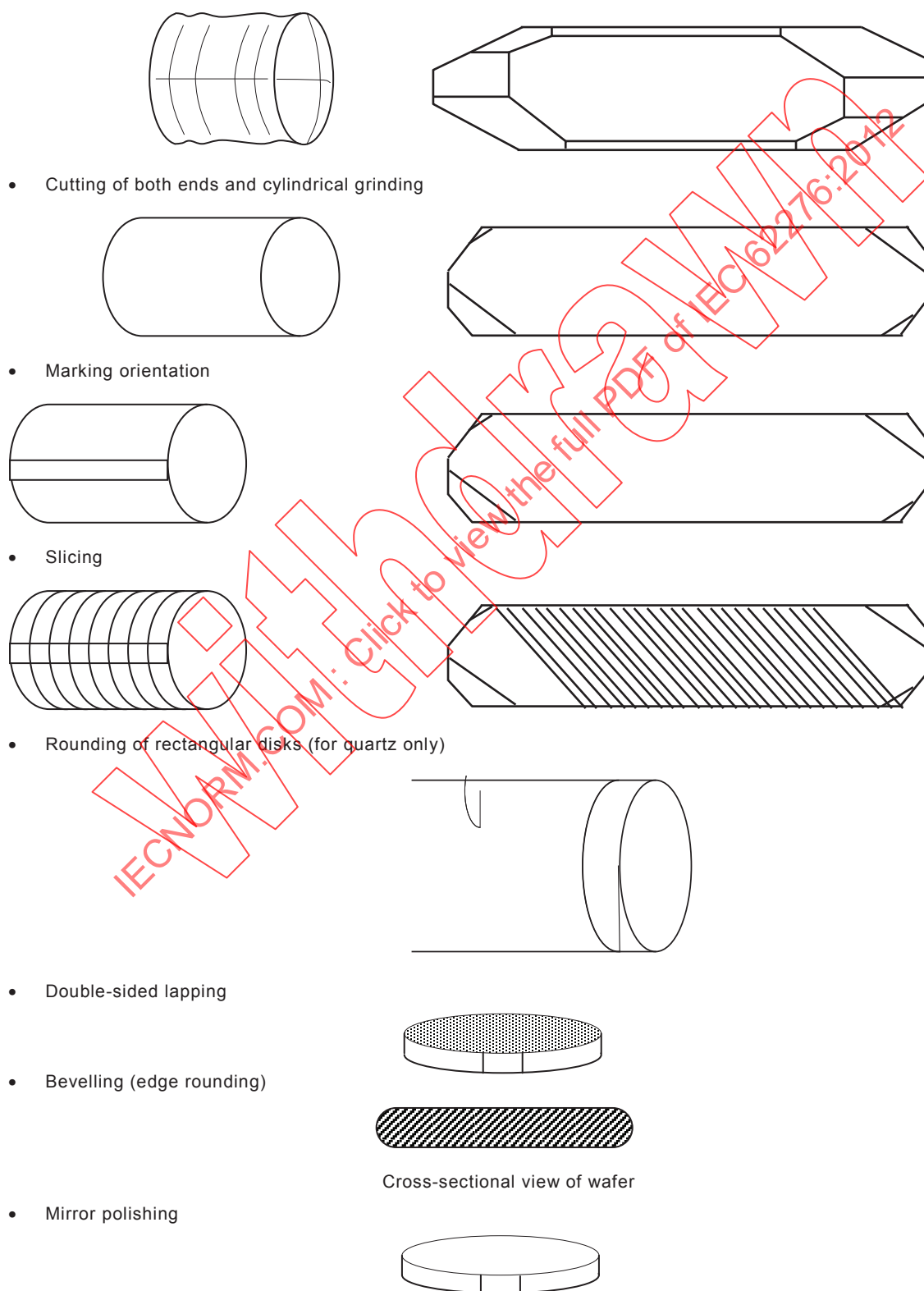
B.2 Standard mechanical wafer manufacturing

B.2.1 Process flow-chart

Starting with an as-grown crystal, wafer processing is generally performed in the order shown in the following flow chart.

Czochralski or Bridgman grown crystal

Quartz crystal (hydrothermal growth method)



B.2.2 Cutting both ends and cylindrical grinding

Both ends of the grown crystal are cut at the angle required to define a particular surface orientation (the surface orientation of one or both ends is measured as described in 10.3). The lengthwise surface of the crystal is next uniformly ground so as to provide a cylinder with a diameter equal to or slightly greater than the diameter of finished wafers.

By taking the measured orientation of the ends into account when positioning the shaped crystal, any angular deviation from the desired orientation of the main wafer surface is compensated for in the slicing process.

B.2.3 Marking orientation

In order to indicate the SAW propagation direction, a plane is defined on the surface of the crystal. This plane dictates the position of orientation flat (OF) to be produced in a later process. The SAW propagation direction is determined relative to the orientation flat.

B.2.4 Slicing

Any of the following methods may be used to slice wafers from the crystal:

- a) OD (outer diameter saw) slicing: cutting with a saw blade having a diamond containing layer on the outside perimeter;
- b) ID slicing: cutting with a thin, stretched saw blade having a diamond containing layer on the inside in a centrally located round opening in the blade;
- c) slurry or wire slicing: cutting using reciprocating blades or looped wire with simultaneous application of abrasive powder (typically SiC or diamond) dispersed in a liquid slurry.

As-cut wafer thickness variation and warp as well as the depth of sub-surface damage may affect the results of the following processes.

B.2.5 Double-sided lapping

As-sliced wafers often do not meet specifications for flatness, warp or thickness uniformity. Lapping is performed as an additional process prior to mirror surface polishing in order to improve flatness. The lapping process usually involves use of an abrasive grit suspension applied between the lap machine plates and wafer surfaces. Increasing either the grit size or the lap removal rate will result in a deeper sub-surface damage layer and a rougher surface texture. The lapping process is often divided into several steps using appropriate grit sizes at each step.

B.2.6 Beveling (edge rounding)

One purpose to rounding the circumference of the wafer is to prevent chipping at the edge and scratching of the front surface by broken off fragments during manufacturing processes. A rounded edge will also decrease the likelihood of cracking during consecutive thermal cycling and handling.

B.2.7 Mirror polishing

Once lapped, the wafers are mirror polished in order to provide a flat surface free of mechanical stress and scratches. The polished wafer surface of the wafer should preserve the properties of the original single crystal (i.e. single-domain, twin-free). SAW device performance may suffer if crystalline flaws and process-induced defects such as sub-surface damage are not completely removed during the polishing process.

Bibliography

IEC 60862-1, *Surface acoustic wave (SAW) filters of assessed quality – Part 1: Generic specification*

IEC 60862-2, *Surface acoustic wave (SAW) filters of assessed quality – Part 2: Guidance on use*

IEC 60862-3, *Surface acoustic wave (SAW) filters of assessed quality – Part 3: Standard outlines*

IEC 61019-1, *Surface acoustic wave (SAW) resonators – Part 1: Generic specification*

IEC 61019-2, *Surface acoustic wave (SAW) resonators – Part 2: Guide to the use*

IEC 61019-3, *Surface acoustic wave (SAW) resonators – Part 3: Standard outlines and lead connections*

ISO 4287:1997, *Geometrical Product Specifications (GPS) – Surface texture: Profile method – Terms, definitions and surface texture parameters*

BALLMAN, AA., EVINSTEIN, HJ., CAPIO, CD and BROWN, H. J. Am. Ceram. Soc., 50, 657 (1967)

BOND, WL. Acta. Cryst;13, pp 814 – 818, (1960)

IEEE Standard on Piezoelectricity, ANSI/IEEE Std 176-1987, New York; IEEE, Jan. 1988

WARNER, AW., ONOE, M. and COQUIN, G. A. J. Acous. Soc. Amer. Vol. 42 pp 1223 – 1231 (1967)

ASTM F533 *Standard Test Method for Thickness and Thickness Variation of Silicon Wafers*

SEMI M1-1296 *Polished wafer defects limits*

CZOCHRALSKI, J. Z. Phys. Chem., 92, p.219 (1918)

BALLMAN, AA. J. Am. Ceram. Soc., 48, p.112 (1965)

FEDULOV ET AL., SA. Sov. Phy. Crystallogr., 10, p.218 (1968)

Ferroelectrics and Related Substances, Landort-Bornstein III/16a (1981)

CARRUTHERS, JR., et al. J. Appl. Phys. 42, p.1846 (1971)

MIYAZAWA, S and IWASAKI, H. J. Cryst. Growth, 10, p.276 (1971)

BARNES, RL. and CARRUTHERS, JR. J. Appl. Cryst., 3, p.395 (1970)

BYER, R. L., et al. J. Appl. Phys., 41, p.2320 (1970)

REISMAN, A., et al. J. Amer. Ceram. Soc., 80, p.6503 (1958)

LERNER, P., et al. J. Crystal Growth, 3, 4, p.231 (1968)

FAN, S-J., SHEN, G-S., WANG, W., LI, J-L. and LE. X-H. *J. Crystal Growth*, vol.99 pp. 811 – 814 (1990)

TSUTSUI, N., INO, Y. and ISHII, M. *Proc. 43rd Symp. on Synthetic Crystals*, pp. 95 – 96 (1998)

FAN, S-J., XU, J-Y., SUN, R-Y. and ZHANG, G-Y. *Proc. IEEE International Frequency Control Symp.* pp.118 – 120 (1996)

FAN, S-J. *Proc. IEEE International Frequency Control Symp.* pp. 353 – 358 (1993)

Testing methods for thermosetting plastics JIS K6911-1995 pp. 27-30

Withdawn
IECNORM.COM: Click to view the full PDF of IEC 62276:2012

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS	45
INTRODUCTION.....	47
1 Domaine d'application	48
2 Références normatives.....	48
3 Termes et définitions	48
3.1 Monocristaux pour tranche OAS	48
3.2 Termes et définitions liés aux cristaux de LN et LT	49
3.3 Termes et définitions liés à tous les cristaux	49
3.4 Planéité.....	50
3.5 Définitions des défauts d'aspect	53
3.6 Autres termes et définitions	54
4 Exigences	55
4.1 Spécifications des matériaux	55
4.1.1 Cristal de quartz synthétique	55
4.1.2 LN	55
4.1.3 LT.....	55
4.1.4 LBO, LGS.....	55
4.2 Spécifications des tranches.....	56
4.2.1 Généralités.....	56
4.2.2 Diamètres et tolérances.....	56
4.2.3 Épaisseur et tolérance.....	56
4.2.4 Orientation flat.....	56
4.2.5 Plat secondaire.....	56
4.2.6 Rugosité de la surface arrière.....	57
4.2.7 Gauchissement.....	57
4.2.8 TV5 ou TTV.....	57
4.2.9 Fini de la surface avant (propagation).....	58
4.2.10 Défauts de la surface avant	58
4.2.11 Tolérances d'orientation de la surface	58
4.2.12 Inclusions.....	58
4.2.13 Densité des canaux de gravure et position du germe de la tranche de quartz	58
4.2.14 Biseau	58
4.2.15 Température de Curie et tolérances.....	59
4.2.16 Constante du réseau cristallin	59
4.2.17 Résistivité volumique (conductivité) pour LN et LT réduits	59
5 Plan d'échantillonnage	59
5.1 Échantillonnage.....	59
5.2 Fréquence d'échantillonnage.....	59
5.3 Inspection de toute la population	59
6 Méthodes d'essai	60
6.1 Diamètre	60
6.2 Épaisseur	60
6.3 Dimension de l'OF	60
6.4 Orientation de l'OF	60
6.5 TV5	60

6.6	Gauchissement	60
6.7	TTV	60
6.8	Défauts de la surface avant	60
6.9	Inclusions	60
6.10	Rugosité de la surface arrière	60
6.11	Orientation	61
6.12	Température de Curie	61
6.13	Constante du réseau cristallin	61
6.14	Résistivité volumique	61
7	Identification, étiquetage, emballage, conditions de livraison	61
7.1	Emballage	61
7.2	Étiquetage et identification	61
7.3	Conditions de livraison	61
8	Mesure de la température de Curie	61
8.1	Généralités	61
8.2	Méthode DTA	62
8.3	Méthode de la constante diélectrique	62
9	Mesure de la constante du réseau cristallin (méthode Bond)	63
10	Mesure de l'angle de face aux rayons X	64
10.1	Principe de mesure	64
10.2	Méthode de mesure	65
10.3	Mesure de l'orientation de la surface d'une tranche	65
10.4	Mesure de l'orientation de l'OF	66
10.5	Plans de référence et orientations de tranches typiques	66
11	Mesure de la résistivité volumique	66
11.1	Mesure de la résistance d'une tranche	66
11.2	Électrode	67
11.3	Résistivité volumique	68
12	Examens visuels	68
12.1	Méthode d'inspection de la surface avant	68
Annexe A (normative) Expression utilisant la description de l'angle d'Euler pour les monocristaux piézoélectriques		70
Annexe B (informative) Processus de fabrication pour tranches OAS		74
Bibliographie		81
Figure 1 – Croquis de tranche et points de mesure pour la détermination de la TV5		51
Figure 2 – Représentation schématique d'une TTV		51
Figure 3 – Représentation schématique d'un gauchissement		51
Figure 4 – Exemple de distribution de sites pour une mesure de LTV		52
Figure 5 – Valeur LTV pour chaque site		52
Figure 6 – Représentation schématique d'un système DTA		62
Figure 7 – Représentation schématique d'un système de mesure de la constante diélectrique		63
Figure 8 – Méthode de Bond		64
Figure 9 – Méthode de mesure aux rayons X		65
Figure 10 – Relation entre l'angle de coupe et les plans du réseau cristallin		65
Figure 11 – Circuit de mesure		67

Figure 12 – Équipement de mesure de la résistance	67
Figure 13 – Forme de l'électrode	68
Figure A.1 – Définition des angles d'Euler pour la rotation du système de coordonnées (X, Y, Z) en (x_1, x_2, x_3)	71
Figure A.2 – Système de coordonnées d'une tranche OAS	71
Figure A.3 – Relation entre les axes du cristal, angles d'Euler et orientation des OAS pour certaines orientations de tranches	73
Figure B.1 – Croissance de cristaux par la méthode de Czochralski.....	75
Figure B.2 – Exemple de non-uniformité dans des cristaux après croissance à partir de différentes compositions de fonte de départ	77
Figure B.3 – Représentation schématique d'un four de Bridgman vertical et exemple de distribution de températures	78
Tableau 1 – Description de l'orientation d'une tranche	54
Tableau 2 – Limites des spécifications pour la rugosité, le gauchissement, la TV5 et la TTV	57
Tableau 3 – Plans cristallins pour déterminer les orientations des surfaces et des OF	66
Tableau 4 – Taille des électrodes	67
Tableau A.1 – Orientations des substrats OAS particuliers et angles d'Euler correspondants	72

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

**TRANCHES MONOCRISTALLINES POUR APPLICATIONS UTILISANT
DES DISPOSITIFS À ONDES ACOUSTIQUES DE SURFACE (OAS) –
SPÉCIFICATIONS ET MÉTHODES DE MESURE**

AVANT-PROPOS

- 1) La Commission Electrotechnique Internationale (CEI) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de la CEI). La CEI 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, la CEI – 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 la CEI"). 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 la CEI, participent également aux travaux. La CEI 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 la CEI concernant les questions techniques représentent, dans la mesure du possible, un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux de la CEI intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les Publications de la CEI se présentent sous la forme de recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux de la CEI. Tous les efforts raisonnables sont entrepris afin que la CEI s'assure de l'exactitude du contenu technique de ses publications; la CEI 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 la CEI s'engagent, dans toute la mesure possible, à appliquer de façon transparente les Publications de la CEI dans leurs publications nationales et régionales. Toutes divergences entre toutes Publications de la CEI et toutes publications nationales ou régionales correspondantes doivent être indiquées en termes clairs dans ces dernières.
- 5) La CEI 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 la CEI. La CEI 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 la CEI, 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 la CEI, 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 la CEI ou de toute autre Publication de la CEI, 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 la CEI peuvent faire l'objet de droits de brevet. La CEI 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 CEI 62276 a été établie par le comité d'études 49 de la CEI: Dispositifs piézoélectriques, diélectriques et électrostatiques et matériaux associés pour la commande, le choix et la détection de la fréquence.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition de la CEI 62276 parue en 2005. Cette seconde édition constitue une révision technique.

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

- les termes et définitions sont reclassés dans l'ordre alphabétique;
- "LN réduit" est annexé aux termes et définitions;
- "LT réduit" est annexé aux termes et définitions;

- le processus de réduction est annexé aux termes et définitions.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
49/1005/FDIS	49/1011/RVD

Le rapport de vote indiqué dans le tableau ci-dessus donne toute information sur le vote ayant abouti à l'approbation de cette norme.

Cette publication a été rédigée selon les Directives ISO/CEI, 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 la CEI 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.

IMPORTANT – Le logo "colour inside" qui se trouve sur la page de couverture de cette publication indique qu'elle contient des couleurs qui sont considérées comme utiles à une bonne compréhension de son contenu. Les utilisateurs devraient, par conséquent, imprimer cette publication en utilisant une imprimante couleur.

INTRODUCTION

De nombreux matériaux piézoélectriques sont utilisés pour les applications à résonateurs et à filtres à ondes acoustiques de surface (OAS). Avant la réunion du TC 49 de la CEI tenue à Rotterdam en 1996, les spécifications des tranches étaient généralement négociées entre les utilisateurs et les fournisseurs. Au cours de la réunion, une proposition a été annoncée pour traiter la normalisation des tranches. La présente norme a été préparée afin de fournir des spécifications techniques conformes à une norme industrielle pour fabriquer des tranches piézoélectriques monocristallines utilisées dans des dispositifs à ondes acoustiques de surface.

IECNORM.COM: Click to view the full PDF of IEC 62276:2012

TRANCHES MONOCRISTALLINES POUR APPLICATIONS UTILISANT DES DISPOSITIFS À ONDES ACOUSTIQUES DE SURFACE (OAS) – SPÉCIFICATIONS ET MÉTHODES DE MESURE

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale s'applique à la fabrication de tranches monocristallines de quartz synthétique, de niobate de lithium (LN), de tantalate de lithium (LT), de tétraborate de lithium (LBO) et de silicate de gallium et de lanthane (LGS) destinées à être utilisées comme substrats dans la fabrication de résonateurs et de filtres à ondes acoustiques de surface (OAS).

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités en référence de manière normative, en intégralité ou en partie, dans le présent document et sont indispensables pour son application. 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).

CEI 60410:1973, *Plans et règles d'échantillonnage pour les contrôles par attributs*

CEI 60758:2008, *Synthetic quartz crystal – Specifications and guide for use* (disponible en anglais seulement)

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1 Monocristaux pour tranche OAS

3.1.1

cristal quartz synthétique non usiné après croissance

le monocristal de polarité droite ou gauche est obtenu par la méthode hydrothermale

Note 1 à l'article: L'expression "non usiné après croissance" indique un état antérieur à la fabrication mécanique.

Note 2 à l'article: Se reporter à la CEI 60758 pour plus d'informations sur les quartz cristallins.

3.1.2

niobate de lithium

LN

monocristaux décrits approximativement par la formule chimique LiNbO_3 , développés par la méthode de Czochralski (tirage du cristal fondu) ou par d'autres méthodes de croissance

3.1.3

tantalate de lithium

LT

monocristaux décrits approximativement par la formule chimique LiTaO_3 , développés par la méthode de Czochralski (tirage du cristal fondu) ou par d'autres méthodes de croissance

Note 1 à l'article: L'abréviation LT vient de l'anglais «lithium tantalate».

3.1.4

tetraborate de lithium

LBO

monocristaux décrits par la formule chimique $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$, développés par la méthode de Czochralski (tirage du cristal fondu), *Bridgman vertical*, ou par d'autres méthodes de croissance

Note 1 à l'article: L'abréviation LBO vient de l'anglais «Lithium tetraborate».

3.1.5

silicate de gallium et de lanthane

LGS

monocristaux décrits par la formule chimique $\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$, développés par la méthode de Czochralski (tirage du cristal fondu) ou par d'autres méthodes de croissance

Note 1 à l'article: L'abréviation LGS vient de l'anglais «lanthanum gallium silicate».

3.2 Termes et définitions liés aux cristaux de LN et LT

3.2.1

température de Curie

T_c

température de transition de phase entre les phases ferroélectrique et paraélectrique mesurées par analyse thermique différentielle (DTA) ou mesure de diélectrique

3.2.2

domaine unique

cristal ferroélectrique avec polarisation électrique entièrement uniforme (pour LN et LT)

3.2.3

processus de polarisation

processus électrique utilisé pour établir un cristal de domaine unique

Note 1 à l'article: Le processus de polarisation est également appelé «polarisation par champ électrique».

3.2.4

processus de réduction

réaction d'oxydoréduction pour augmenter la conductivité afin de réduire les effets nocifs de pyroélectricité

3.2.5

LN réduit

LN traité avec un processus de réduction

Note 1 à l'article: Le LN réduit est parfois appelé "LN noir".

3.2.6

LT réduit

LT traité avec un processus de réduction

Note 1 à l'article: Le LT réduit est parfois appelé "LT noir".

3.3 Termes et définitions liés à tous les cristaux

3.3.1

constante du réseau cristallin

longueur d'une cellule unitaire le long d'un axe cristallographique principal mesurée aux rayons X par la méthode de Bond

3.3.2

composition congruente

composition chimique d'un monocrystal à l'équilibre thermodynamique avec une solution fondue de même composition pendant le processus de croissance

3.3.3

cristal jumeau

défaut cristallographique se produisant dans un monocrystal

Note 1 à l'article: Le jumeau est séparé du reste du matériau par une frontière, généralement alignée le long d'un plan du cristal. Les réseaux cristallins de chaque côté de la frontière sont des images miroir cristallographiques les uns des autres.

3.4 Planéité

3.4.1

région de qualité fixe

FQA

région centrale d'une surface de tranche, définie par une exclusion nominale du bord, X , sur laquelle les valeurs spécifiées d'un paramètre s'appliquent

Note 1 à l'article: La frontière de la FQA est à tous les points (par exemple le long des plats de tranche), la distance X par rapport au périmètre de la tranche de dimensions nominales.

Note 2 à l'article: L'abréviation FQA vient de l'anglais «fixed quality area».

3.4.2

plan de référence

plan dépendant de la mesure de planéité et pouvant être un des éléments suivants:

- a) pour les mesures avec serrage, la surface du plateau qui entre en contact avec la surface arrière de la tranche;
- b) trois points à des endroits spécifiés sur la surface avant à l'intérieur de la FQA;
- c) la méthode des moindres carrés sur la surface avant utilisant tous les points mesurés à l'intérieur de la FQA;
- d) la méthode des moindres carrés sur la surface avant utilisant tous les points mesurés à l'intérieur du site

3.4.3

site

zone carrée sur la surface avant de la tranche avec un côté parallèle au plat d'orientation

Note 1 à l'article: Les paramètres de planéité sont évalués globalement pour la FQA ou pour chaque site individuellement.

3.4.4

variation d'épaisseur pour cinq points

TV5

mesure de variation d'épaisseur de la tranche définie comme la différence maximale entre cinq mesures d'épaisseur

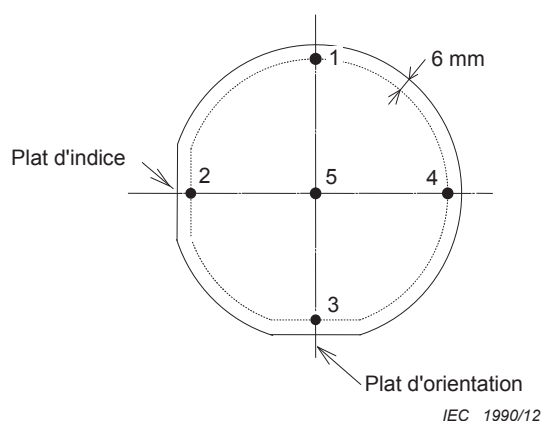


Figure 1 – Croquis de tranche et points de mesure pour la détermination de la TV5

Note 1 à l'article: L'épaisseur est mesurée au centre de la tranche et à quatre points périphériques représentés à la Figure 1.

3.4.5 variation totale de l'épaisseur TTV

différence entre l'épaisseur maximale et l'épaisseur minimale

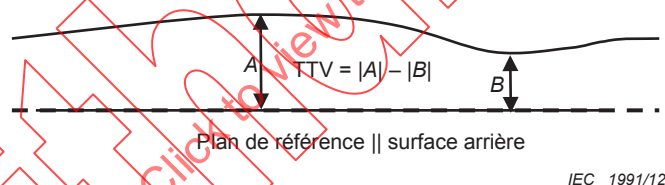


Figure 2 – Représentation schématique d'une TTV

Note 1 à l'article: L'épaisseur maximale est représentée par la lettre A et l'épaisseur minimale est représentée par la lettre B dans la Figure 2 ci-dessus.

Note 2 à l'article: La mesure de la TTV est effectuée dans des conditions de serrage avec le plan de référence comme défini en 3.4.2 a).

Note 3 à l'article: L'abréviation TTV vient de l'anglais «total thickness variation».

3.4.6 gauchissement

différence maximale entre un point sur la surface avant et un plan de référence

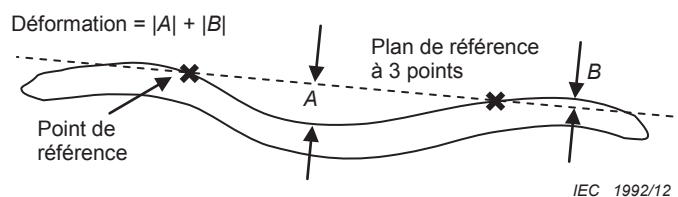


Figure 3 – Représentation schématique d'un gauchissement

Note 1 à l'article: Le gauchissement (représenté à la Figure 3) décrit la déformation d'une tranche non serrée.

Note 2 à l'article: Le plan de référence est défini par 3 points comme cela est décrit en 3.4.2 b). Le gauchissement est une propriété volumique d'une tranche et non de la surface exposée seulement.

3.4.7

sori

différence maximale entre un point sur la surface avant et un plan de référence

Note 1 à l'article: Le sori décrit la déformation d'une tranche non serrée.

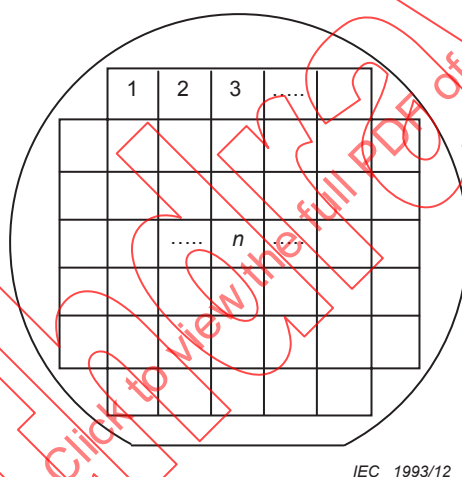
Note 2 à l'article: Contrairement au gauchissement, dans ce cas le plan de référence est défini par la méthode des moindres carrés sur la surface avant (voir 3.4.2 c)).

3.4.8

variation locale de l'épaisseur

LTV

variation déterminée par une mesure d'une matrice des sites avec des dimensions de bord définies



Note 2 à l'article: Le centre de tous les sites est à l'intérieur de la FQA

Figure 4 – Exemple de distribution de sites pour une mesure de LTV

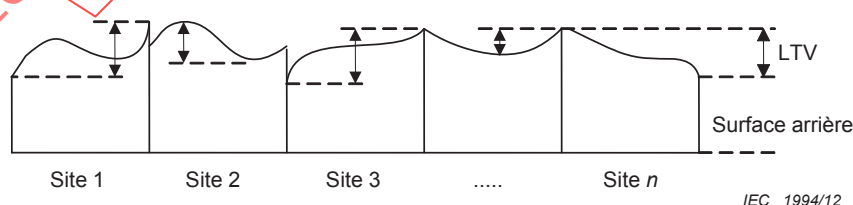


Figure 5 – Valeur LTV pour chaque site

Note 1 à l'article: La mesure est effectuée sur une tranche serrée avec le plan de référence comme défini en 3.4.2 a). Un exemple de carte des sites est représenté à la Figure 4. La valeur est toujours un nombre positif et est définie pour chaque site comme la différence entre les points les plus hauts et les plus bas dans chaque site, comme cela est représenté à la Figure 5. Pour qu'une tranche satisfasse à une spécification de LTV, tous les sites doivent avoir des valeurs de LTV inférieures à la valeur spécifiée.

Note 2 à l'article: L'abréviation LTV vient de l'anglais «local thickness variation».

3.4.9**pourcentage de variation locale de l'épaisseur****PLTV**

pourcentage des sites qui font partie des valeurs spécifiées pour la LTV

Note 1 à l'article: Comme pour la mesure de la LTV, il s'agit une mesure avec serrage.

Note 2 à l'article: L'abréviation PLTV vient de l'anglais «percent local thickness variation».

3.4.10**écart par rapport au plan focal****FPD**

écart mesuré par rapport au plan de référence à 3 points

Note 1 à l'article: Le plan de référence à 3 points est défini en 3.4.2 b).

Note 2: La valeur ainsi obtenue indique la distance maximale entre un point sur la surface de la tranche (dans la FQA) et le plan focal. Si ce point est au-dessus du plan de référence, le FPD est positif. Si ce point est sous le plan de référence, le FPD est négatif.

Note 3 à l'article: L'abréviation FPD vient de l'anglais «focal plane deviation».

3.5 Définitions des défauts d'aspect**3.5.1****contamination**

corps étranger sur une surface de tranche qui ne peut pas être retiré après nettoyage

3.5.2**fissure**

fracture qui s'étend à la surface et peut ou peut ne pas pénétrer dans toute l'épaisseur de la tranche

3.5.3**éraflure**

rayure peu profonde ou rainure sous le plan établi de la surface, et dont le rapport longueur sur largeur est supérieur à 5:1

3.5.4**copeau**

région où le matériau a été retiré de la surface ou du bord de la tranche

Note 1 à l'article: La taille peut être exprimée par sa profondeur radiale maximale et la longueur de parcours périphérique.

3.5.5**fossette**

légère dépression en surface de diamètre supérieur à 3 mm

3.5.6**trou**

anomalie de surface qui ne se retire pas

EXEMPLE Une cavité, résultant typiquement d'un défaut de volume ou d'un processus de fabrication défectueux.

3.5.7**peau d'orange**

surface présentant de larges rugosités visibles à l'œil nu sous une illumination diffuse

3.5.8

niveau de qualité acceptable

NQA

pourcentage maximal de défectueux (ou nombre maximal de défauts par cent unités) qui, pour le contrôle sur échantillon, peut être considéré comme satisfaisant en tant que caractéristique moyenne de la qualité de la production

SOURCE: CEI 60410:1973, 4.2.

3.6 Autres termes et définitions

3.6.1

lot de fabrication

lot établi par accord entre le client et le fournisseur

3.6.2

plat d'orientation

OF

partie plate du périmètre d'une tranche indiquant l'orientation du cristal

Note 1 à l'article: Généralement, le plat d'orientation correspond à la direction de propagation des OAS.

Note 2 à l'article: Le plat d'orientation est également appelé "plat primaire" (voir Figure 1).

Note 3 à l'article: L'abréviation OF vient de l'anglais «orientation flat».

3.6.3

plat secondaire

SF

partie plate du périmètre d'une tranche inférieure à l'OF

Note 1 à l'article: S'il existe, le SF indique la polarité de la tranche et peut servir à distinguer différentes coupes de la tranche.

Note 2 à l'article: Le plat secondaire est également appelé "plat d'orientation secondaire" (voir Figure 1).

Note 3 à l'article: L'abréviation SF vient de l'anglais «secondary flat».

3.6.4

rugosité de la surface arrière

rugosité qui disperse et supprime l'onde de volume perturbatrice sur la surface arrière

3.6.5

orientation de la surface

orientation cristallographique de l'axe perpendiculaire à la surface de la tranche

3.6.6

description de l'orientation et de la propagation des OAS

indication de l'orientation de la surface et de la direction de la propagation des OAS, séparées par le symbole "-"

Note 1 à l'article: La spécification d'une orientation 0° est normalement omise.

Note 2 à l'article: Des exemples typiques de ces expressions sont présentés dans le Tableau 1.

Tableau 1 – Description de l'orientation d'une tranche

Matériau quartz LT	LN	LT	Cristal de quartz	LBO	LGS
Expression	128° Y-X Y-Z 64° Y-X	X-112° Y 36° Y-X	ST-X	45° X-Z	yxlt/48,5°/26,6°

3.6.7**coupe ST**

direction de coupe du quartz pour obtenir un coefficient de température nul (égal à zéro)

3.6.8**tolérance d'orientation de la surface**

différence acceptable entre l'orientation de la surface spécifiée et l'orientation mesurée (mesurée par diffraction de rayons X)

3.6.9**biseau**

pente ou arrondi du périmètre de la tranche

Note 1 à l'article: Le biseau est également appelé "profil de bord".

Note 2 à l'article: Le processus consistant à créer un biseau s'appelle le "biseautage" ou "l'arrondissement des bords".

Note 3 à l'article: Il convient que le fournisseur spécifie le profil et ses tolérances.

3.6.10**diamètre de tranche**

diamètre de la partie circulaire de la tranche à l'exclusion des régions de l'OF et du SF

3.6.11**épaisseur de tranche**

épaisseur mesurée au centre de la tranche

4 Exigences**4.1 Spécifications des matériaux****4.1.1 Cristal de quartz synthétique**

Un cristal de quartz synthétique après croissance à partir d'un germe selon une coupe suivant l'axe Z doit avoir une orientation à l'intérieur de $+5^\circ$ d'arc, et il convient que la tranche soit composée de la région de croissance à l'exception de l'axe X. La qualité d'un cristal de quartz synthétique est conforme ou dépasse les classes suivantes conformément à la CEI 60758.

- | | |
|---|-----------|
| – Valeur du coefficient d'absorption des infrarouges α | Classe D |
| – Densité d'inclusion (pièces/cm ²) | Classe II |
| – Densité de canaux de gravure (pièces/cm ²) | Classe 2 |

4.1.2 LN

Le LN est un matériau de domaine unique ayant une température de Curie dans la gamme spécifiée.

4.1.3 LT

Le LT est un matériau de domaine unique ayant une température de Curie ou une constante de réseau cristallin dans la gamme spécifiée.

4.1.4 LBO, LGS

Matériaux n'incluant pas de cristal jumeau.

4.2 Spécifications des tranches

4.2.1 Généralités

Les spécifications énumérées en 4.2 s'appliquent en l'absence d'accords prépondérants entre l'utilisateur et le fournisseur. Normalement, les spécifications évoluent et changent à mesure que les processus existants sont affinés et de nouveaux sont développés. Pour les tranches généralement utilisées en même temps qu'un matériel photolithographique pas à pas, la LTV est typiquement spécifiée comme un des critères de planéité. Lorsque la lithographie par projection est utilisée pour exposer entièrement les tranches, le FPD convient souvent mieux que la TTV, car le système corrigera l'inclinaison référencée hors de la surface avant. Le sori est souvent plus significatif que le gauchissement puisque le plan de référence dérivé de la méthode des moindres carrés utilisé dans cette mesure donne généralement une représentation plus précise de la surface des tranches.

4.2.2 Diamètres et tolérances

76,2 mm $\pm$ 0,25 mm (que l'on appelle communément une tranche "3 pouces")

100,0 mm $\pm$ 0,5 mm

125,0 mm $\pm$ 0,5 mm

150,0 mm $\pm$ 0,5 mm

4.2.3 Épaisseur et tolérance

La tolérance sur l'épaisseur est de 0,18 mm à 0,80 mm. La tolérance pour le diamètre jusqu'à 100 mm est $\pm$ 0,03 mm. Pour un diamètre supérieur à 100 mm, la tolérance sur l'épaisseur doit faire l'objet d'un accord entre l'acheteur et le fabricant.

4.2.4 Orientation flat

a) Dimensions de l'OF et tolérances

22,0 mm $\pm$ 3,0 mm (pour une tranche de 76,2 mm)

32,5 mm $\pm$ 3,0 mm (pour une tranche de 100 mm)

42,5 mm $\pm$ 3,0 mm (pour une tranche de 125 mm)

47,5 mm $\pm$ 3,0 mm (pour une tranche de 150 mm)

57,5 mm $\pm$ 3,0 mm (pour une tranche de 150 mm)

b) Tolérance d'orientation

Tolérance d'orientation $\pm$ 30'

L'orientation de l'OF doit être perpendiculaire à la propagation des OAS sauf accord différent entre l'utilisateur et le fournisseur. L'orientation de l'OF pour les tranches de cristal de quartz est le plan X (1 1-2 1) et une flèche dirigée du centre de la tranche vers l'OF est dans la direction de l'axe X.

4.2.5 Plat secondaire

Les dimensions et les tolérances sont telles qu'indiquées ci-dessous:

a) Dimensions du SF et tolérances

Les dimensions et les tolérances du SF sont spécifiées comme des valeurs de référence.

11,2 mm $\pm$ 4 mm sauf accord différent (pour une tranche de 76,2 mm)

18,0 mm $\pm$ 4 mm sauf accord différent (pour une tranche de 100 mm)

27,5 mm $\pm$ 4 mm sauf accord différent (pour une tranche de 125 mm)

37,5 mm $\pm$ 4,5 mm sauf accord différent (pour une tranche de 150 mm)

b) Tolérances d'orientation du SF

Les tolérances d'orientation du SF sont mesurées par rapport à l'OF et elles font l'objet d'un accord entre l'utilisateur et le fournisseur avec une valeur typique de $\pm 1,0^\circ$.

Le marquage au laser peut être utilisé comme une méthode alternative pour indiquer la surface avant.

4.2.6 Rugosité de la surface arrière

Selon accord entre l'utilisateur et le fournisseur (voir Tableau 2).

4.2.7 Gauchissement

Comme spécifié dans le Tableau 2.

4.2.8 TV5 ou TTV

Comme spécifié dans le Tableau 2.

Tableau 2 – Limites des spécifications pour la rugosité, le gauchissement, la TV5 et la TTV

Matériau	Diamètre de tranche	Rugosité de la surface arrière (Ra)	Valeur spécifiée du gauchissement μm	Valeur spécifiée de la TV5 μm	Valeur spécifiée de la TTV μm
Cristal de quartz	76,2 mm (3 pouces)	0,5 μm ou plus	30	10	10
		Inférieure à 0,5 μm	20	10	10
	100 mm	0,5 μm ou plus	40	10	10
		Inférieure à 0,5 μm	30	10	10
LN, LT	76,2 mm (3 pouces)	2,0 μm ou plus	50	15	15
		2,0 μm à 0,5 μm	40	15	15
		Inférieure à 0,5 μm	40	10	10
	100 mm	2,0 μm ou plus	50	20	20
		2,0 μm à 0,5 μm	40	15	15
		Inférieure à 0,5 μm	40	10	10
	125 mm	2,0 μm ou plus	60	20	20
		2,0 μm à 0,5 μm	50	15	15
		Inférieure à 0,5 μm	40	10	10
	150 mm	2,0 μm ou plus	60	20	20
		2,0 μm à 0,5 μm	50	15	15
		Inférieure à 0,5 μm	40	10	10
LBO (<i>Lithium Tetraborate</i>)	76,2 mm (3 pouces)	0,5 μm ou plus	40	15	15
		Inférieure à 0,5 μm	40	10	15
	100 mm	0,5 μm ou plus	40	10	10
		Inférieure à 0,5 μm	40	10	10
LGS (<i>Lanthanum gallium silicate</i>)	76,2 mm (3 pouces)	0,5 μm ou plus	40	15	15
		Inférieure à 0,5 μm	40	10	10
	100 mm	0,5 μm ou plus	40	20	20
		Inférieure à 0,5 μm	40	10	10

4.2.9 Fini de la surface avant (propagation)

La surface avant doit être polie 'miroir'. Les détails du fini de la surface sont soumis à un accord entre l'utilisateur et le fournisseur.

4.2.10 Défauts de la surface avant

a) Éraflures

Pas d'éraflure au contrôle visuel

b) Copeaux

1) Copeau de bord

Profondeur radiale: inférieure à 0,5 mm

Longueur de parcours périphérique: inférieure à 1,0 mm

2) Surface:

Pas de copeau au contrôle visuel

c) Fissures

Pas de fissure au contrôle visuel

d) Contamination

Pas contamination au contrôle visuel

e) Autres

Autres défauts tels que des fossettes, des trous et la peau d'orange: aucun défaut de la sorte au contrôle visuel.

4.2.11 Tolérances d'orientation de la surface

L'orientation de la surface doit être spécifiée par l'utilisateur et le fournisseur.

Cristal de quartz: $\pm 10'$

LN, LT, LBO: $\pm 20'$

Cristal LGS: $\pm 10'$

4.2.12 Inclusions

LN/LT/LBO/LGS: pas d'inclusion visible au contrôle à l'œil nu.

Quartz synthétique: le matériau est conforme à la spécification classe II de 4.1.2 de la CEI 60758:2008.

4.2.13 Densité des canaux de gravure et position du germe de la tranche de quartz

La densité des canaux de gravure et la position du germe sont décrites ci-dessous:

a) Canal de gravure à l'intérieur d'une partie de germe pour une tranche de cristal de quartz

La densité du canal de gravure dans un état sans traverser de la surface avant à la surface arrière est inférieure à 36 pour une tranche de 76,2 mm ou inférieure à 47 pour une tranche de 100 mm.

b) Position du germe

Le germe doit être à moins de 3,5 mm du centre de l'axe Z' et parallèle à l'axe X du centre de la tranche.

4.2.14 Biseau

Le biseau doit faire l'objet d'un accord entre l'utilisateur et le fournisseur.

4.2.15 Température de Curie et tolérances

NOTE S'applique uniquement au LN/LT. La valeur centrale pour la spécification est conforme à un accord entre l'utilisateur et le fournisseur. En variante, la constante du réseau cristallin peut être spécifiée.

LN: valeur centrale comprise entre 1 133 °C et 1 145 °C. Tolérance ± 3 °C

LT: valeur centrale comprise entre 598 °C et 608 °C. Tolérance ± 3 °C

4.2.16 Constante du réseau cristallin

NOTE En variante, la température de Curie peut être spécifiée.

LT: 0,515 39 nm $\pm$ 0,000 02 nm pour un axe mesuré à 25 °C

4.2.17 Résistivité volumique (conductivité) pour LN et LT réduits

LN: $1,0 \times 10^8 \Omega \cdot \text{cm} < \text{B.R.} < 1,0 \times 10^{12} \Omega \cdot \text{cm}$ ($1,0 \times 10^{-12} \Omega/\text{cm} < \text{B.C.} < 1,0 \times 10^{-8} \Omega/\text{cm}$)

LT: $1,0 \times 10^{10} \Omega \cdot \text{cm} < \text{B.R.} < 1,0 \times 10^{13} \Omega \cdot \text{cm}$ ($1,0 \times 10^{-13} \Omega/\text{cm} < \text{B.C.} < 1,0 \times 10^{-10} \Omega/\text{cm}$)

5 Plan d'échantillonnage

Un plan d'échantillonnage statistiquement significatif doit faire l'objet d'un accord entre l'utilisateur et le fournisseur. Des tranches échantillonnées doivent être choisies aléatoirement et représentatives de la population de production, et elles doivent satisfaire aux critères d'assurance de la qualité à l'aide des méthodes d'essai prescrites.

5.1 Échantillonnage

Sauf indication contraire, l'échantillonnage doit être conforme à un NQA de 2,5 %, échantillonnage simple comme défini dans la CEI 60410. Le NQA spécifié s'applique aux groupes de défauts énumérés considérés collectivement.

5.2 Fréquence d'échantillonnage

Des méthodes statistiques appropriées doivent être appliquées pour déterminer une taille d'échantillon et des critères d'acceptation appropriés pour la taille de lot considérée. En l'absence d'une analyse statistique plus détaillée, le plan d'échantillonnage suivant peut être utilisé:

- | | |
|-------------------------------|-------------------------------|
| a) Dimensions | |
| Diamètre | 2 tranches/lot de fabrication |
| Épaisseur | 2 tranches/lot de fabrication |
| Longueur de l'OF | 2 tranches/lot de fabrication |
| b) Orientation de la surface | 2 tranches/lot de fabrication |
| c) Orientation de l'OF | 2 tranches/lot de fabrication |
| d) Fini de la surface arrière | 2 tranches/lot de fabrication |
| e) TV5 | 2 tranches/lot de fabrication |
| f) Gauchissement | 2 tranches/lot de fabrication |
| g) TTV | 2 tranches/lot de fabrication |

5.3 Inspection de toute la population

Les éléments suivants doivent être inspectés sur toutes les tranches:

- Existence et position de l'OF et du SF
- Finis de la surface
- Défauts de tranche

- d) Inclusions
- e) Biseautage

6 Méthodes d'essai

6.1 Diamètre

Mesure du diamètre d'une tranche (à l'exclusion des régions de l'OF et du SF) à l'aide d'un micromètre de précision suffisante.

6.2 Épaisseur

Épaisseur au centre de la tranche mesurée avec un épaisseur-mètre de précision suffisante (en général 1 μm), conformément à la méthode d'essai F533 de l'ASTM.

6.3 Dimension de l'OF

Mesure de la longueur de l'OF comme une ligne de coupe droite de l'intersection avec le cercle en utilisant des micromètres de précision suffisante.

6.4 Orientation de l'OF

Ecart du plat d'orientation géométrique par rapport à l'orientation de référence du plan du réseau cristallin mesuré à l'aide d'un diffractomètre à rayons X. La méthode est expliquée en détail en 10.4 et à la Figure 10.

6.5 TV5

La TV5 est mesurée au centre et aux quatre points situés à 6 mm du bord de la tranche en utilisant des micromètres de précision suffisante (en général 1 μm) conformément à la méthode d'essai F533 de l'ASTM.

6.6 Gauchissement

Le gauchissement et d'autres paramètres de planéité sont mesurés en utilisant un matériel de mesure de planéité optique.

6.7 TTV

La TTV est mesurée sur des tranches serrées en utilisant un matériel de mesure de planéité optique.

6.8 Défauts de la surface avant

Les défauts de surface sur la tranche doivent être inspectés en utilisant la méthode expliquée à l'Article 11.

6.9 Inclusions

Le contrôle des inclusions doit être effectué en utilisant la lumière réfléchie par la surface polie de la tranche. Il convient d'effectuer le contrôle dans un environnement propre en utilisant une lumière de forte intensité condensée par voie optique sur un fond sombre pour empêcher les interférences dues aux réflexions de la lumière diffuse.

6.10 Rugosité de la surface arrière

La rugosité de la surface peut être mesurée par une méthode optique ou par contact. Les valeurs moyennes de rugosité (R_a) indiquées dans le Tableau 2 ont été déterminées par profilométrie de contact. Les valeurs mesurées pour une tranche donnée dépendent

généralement de la méthode (rayon du stylet, intervalle d'échantillonnage, paramètres optiques).

6.11 Orientation

L'orientation cristallographique est déterminée par diffraction des rayons X (DRX) (dont l'équivalent anglais est XRD, X-ray diffraction) (voir 10.1 et Figure 9).

6.12 Température de Curie

La température de Curie d'un matériau ferroélectrique peut être déterminée par des méthodes de mesure calorimétriques ou diélectriques (voir 8.1).

6.13 Constante du réseau cristallin

La constante du réseau cristallin peut être déterminée par XRD (voir l'Article 9).

6.14 Résistivité volumique

La résistivité volumique est déterminée en appliquant une tension de 500 V à la tranche à la température ambiante et en mesurant le courant une minute après l'application de la tension. Le diamètre de l'électrode intérieure doit être compris entre 30 mm et 70 mm (voir l'Article 11).

7 Identification, étiquetage, emballage, conditions de livraison

7.1 Emballage

Les tranches doivent être emballées pour empêcher toute contamination ou dégât pendant l'expédition ou le stockage.

Les exigences spéciales relatives à l'emballage doivent être soumises à un accord entre l'utilisateur et le fournisseur.

7.2 Étiquetage et identification

Tous les conteneurs de tranches doivent comporter des étiquettes avec les informations suivantes:

- le nom du fournisseur ou la marque de fabrique;
- le type de matériau;
- l'orientation des tranches;
- le numéro de lot de fabrication;
- la quantité.

7.3 Conditions de livraison

D'autres exigences relatives à la documentation ou à l'expédition doivent être négociées entre chaque utilisateur et fournisseur.

8 Mesure de la température de Curie

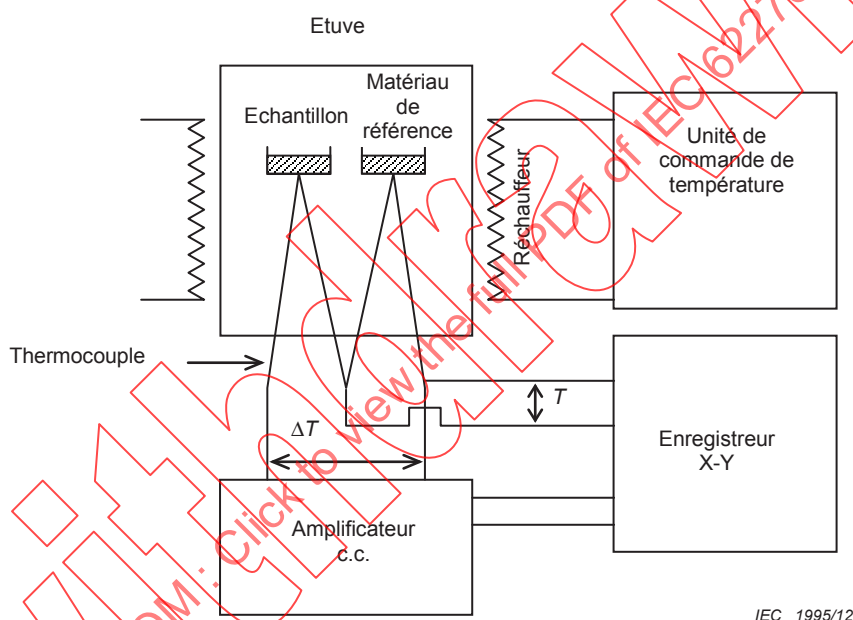
8.1 Généralités

Les déterminations de la température de Curie (T_c) sont effectuées sur des monocristaux de niobate de lithium (LN) et de tantalate de lithium (LT). La méthode d'analyse thermique différentielle (DTA) et la méthode par mesure diélectrique pour déterminer T_c sont les essais destructifs. Les mesures sur un même échantillon à l'aide de l'une ou l'autre de ces méthodes

peuvent différer en fonction des conditions expérimentales et du matériel. Les clients utilisant des tranches provenant de plusieurs fournisseurs doivent être conscients qu'une corrélation des résultats est nécessaire avant de comparer les valeurs rapportées.

8.2 Méthode DTA

La méthode DTA (analyse thermique différentielle) est basée sur la réaction endothermique ou exothermique observée lorsqu'un monocristal passe de l'état ferroélectrique à l'état paraélectrique. Typiquement, l'échantillon et un matériau de référence sont symétriquement placés dans une étuve (voir Figure 6) et chauffés à une vitesse de chauffage constante, tout en enregistrant la différence de température entre les matériaux. L'alumine ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) est souvent utilisée comme matériau de référence dans le cadre des expériences DTA sur le LN ou le LT. La chaleur libérée par l'échantillon de LN ou de LT croît en passant par la température de transition de phase, et le profil de température par rapport à l'alumine de référence est enregistré. La température de Curie T_c est définie comme la température à laquelle la différence de la température apparaît.



IEC 1995/12

Figure 6 – Représentation schématique d'un système DTA

8.3 Méthode de la constante diélectrique

La méthode de la constante diélectrique repose sur l'observation de la constante diélectrique le long de l'axe polaire Z d'un cristal ferroélectrique. On constate que la constante diélectrique atteint sa valeur maximale à la température de transition de phase. Puisque la constante diélectrique, et donc la capacité, pour un échantillon donné, sont uniquement fonction de la température, la vitesse de chauffage ou de refroidissement peut être choisie assez petite afin de réduire au minimum l'hystérésis thermique. Dans l'illustration suivante (Figure 7), l'électrode de Pt ou Ag-Pd est placée sur l'échantillon de sorte que le champ électrique se propage le long de l'axe polaire Z.

La capacité de l'échantillon est mesurée par un dispositif de mesure de LCR en balayant la température sur la transition de phase. La température à laquelle on observe la crête de capacité correspond à la température de Curie T_c .

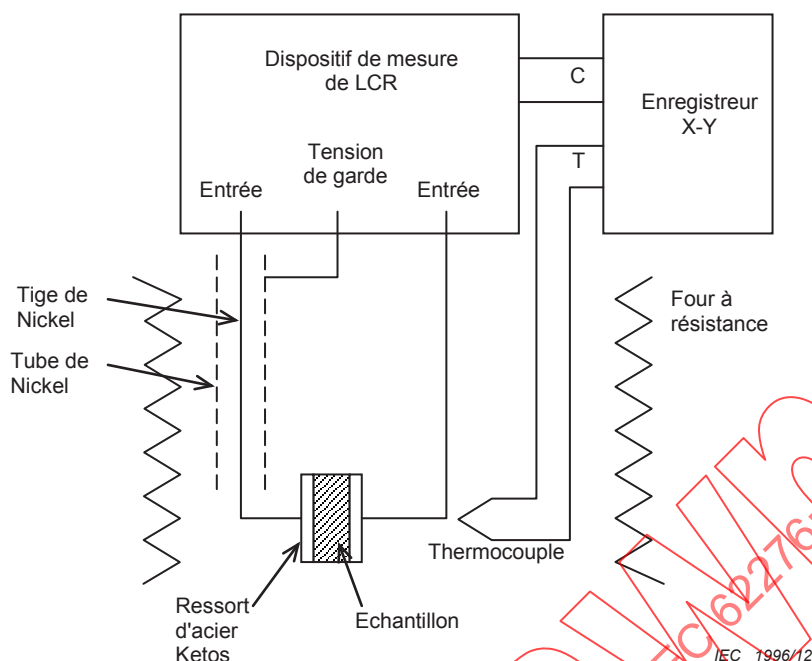


Figure 7 – Représentation schématique d'un système de mesure de la constante diélectrique

9 Mesure de la constante du réseau cristallin (méthode Bond)

Les vitesses des OAS et les constantes du réseau cristallin varient avec la composition chimique d'un cristal. Afin de garder la vitesse des OAS inférieure à une partie par dix mille (10^{-4}), les constantes du réseau cristallin doivent être contrôlées à moins de 10^{-5} . La méthode de mesure doit donc offrir une résolution d'une partie par million (10^{-6}).

La diffraction des rayons X est utilisée pour mesurer les constantes du réseau cristallin. La méthode est basée sur la loi de Bragg comme suit:

$$2d \sin \theta = n\lambda$$

où d est l'espacement du réseau cristallin, θ l'angle de Bragg, λ la longueur d'onde des rayons X et n l'ordre de diffraction.

Si λ est donné, d et les constantes de réseau cristallin sont déterminés en mesurant θ . Une analyse de la sensibilité donne

$$\frac{\Delta d}{d} = -\cot \theta \times \Delta \theta$$

où $\Delta \theta$ doit être mesuré correctement dans une seconde d'arc pour mesurer $\Delta d/d$ avec une précision de 10^{-6} à 10^{-7} . En 1960, le Docteur Bond a développé une méthode permettant de mesurer la valeur des constantes de réseau cristallin avec précision.

Dans la méthode de Bond, deux mesures sont faites, (à savoir le côté 'plus' et le côté 'moins'). Elles sont situées symétriquement autour de la même face du réseau cristallin. Les valeurs

ω_1 et ω_2 provenant des crêtes de la courbe oscillante sont déterminées comme le montre la Figure 8 et θ est calculé comme suit:

$$\theta = \frac{1}{2} (180^\circ - |\omega_1 - \omega_2|)$$

Cette méthode élimine l'erreur de centrage et l'absorption. En outre, l'erreur de zéro est théoriquement éliminée. Noter qu'il convient de tenir compte des corrections de température, de réfraction, de divergence et de polarisation de Lorentz.

Pour le cas du LiTaO_3 , l'indice de Miller (33,0) a été évalué par la méthode de Bond. La constante du réseau cristallin selon l'axe a la constante est calculée comme suit:

$$a = 6d_{33,0}$$

Après avoir appliqué différentes corrections, la constante du réseau cristallin du LiTaO_3 est déterminée avec une précision de 10^{-6} à 10^{-7} .

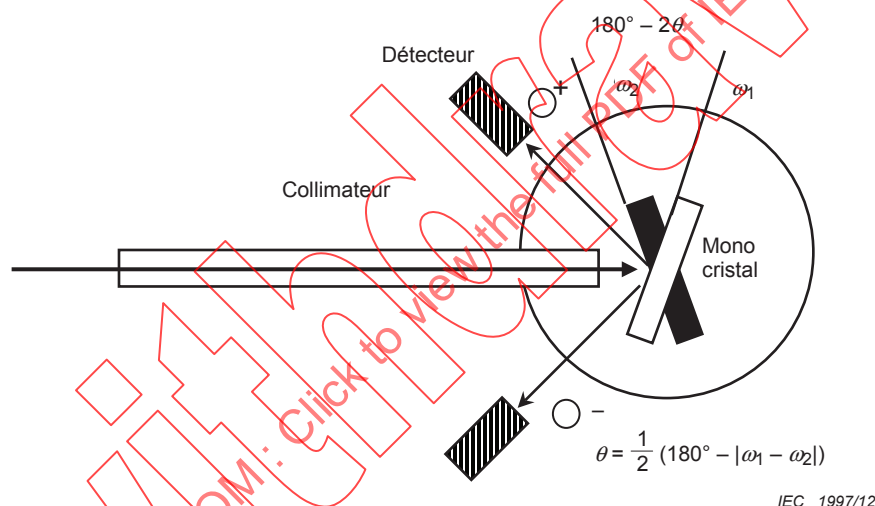


Figure 8 – Méthode de Bond

10 Mesure de l'angle de face aux rayons X

10.1 Principe de mesure

Si la distance entre chaque face du réseau cristallin est d , la longueur d'onde des rayons X est λ et l'ordre de diffraction est n , le faisceau de rayons X se diffracte lorsque la condition suivante sur l'angle de Bragg θ est satisfaite:

$$2d \sin \theta = n\lambda$$

La source de rayons X est constituée d'un faisceau collimaté et d'une plaque de cristal réfléchissante facultative. Un détecteur de rayons X est placé en formant un angle par rapport à la source. Lorsque le cristal tourne, le détecteur enregistre les valeurs maximales du signal à l'angle de Bragg et le goniomètre indique l'angle θ entre la surface de la plaque de cristal et les plans du réseau cristallin, comme illustré ci-dessous dans la Figure 9.

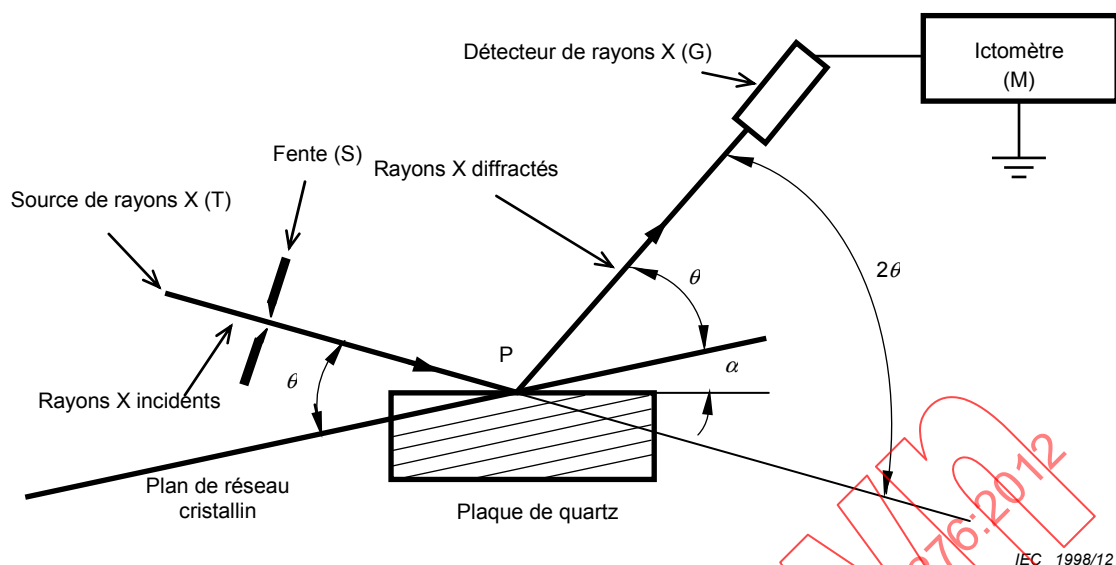


Figure 9 – Méthode de mesure aux rayons X

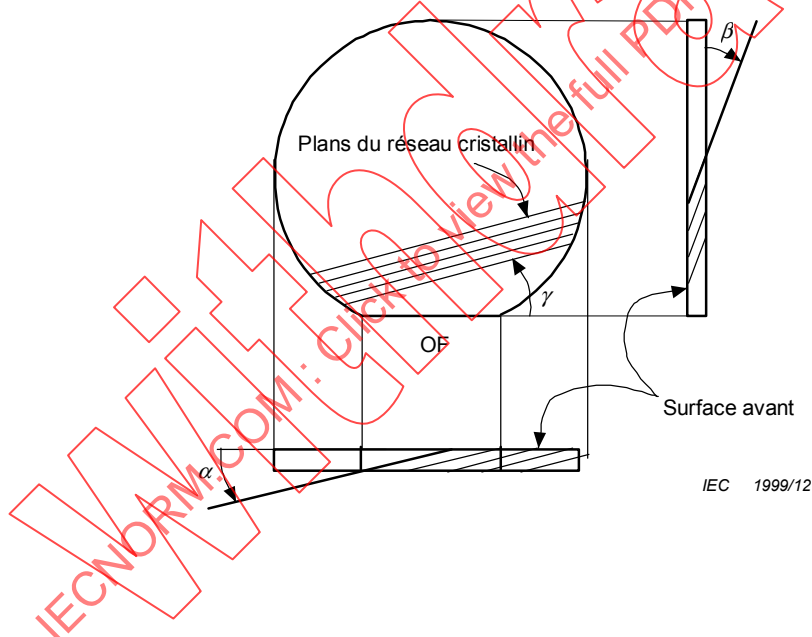


Figure 10 – Relation entre l'angle de coupe et les plans du réseau cristallin

10.2 Méthode de mesure

Avant de mesurer l'angle de la face de l'échantillon soumis à l'essai, le goniomètre peut devoir être étalonné en utilisant un échantillon de référence. Les écarts de l'angle de la face de l'échantillon soumis à l'essai sont alors calculés en se basant sur la comparaison des données de diffraction obtenues à partir de l'échantillon avec des données provenant du cristal de référence.

10.3 Mesure de l'orientation de la surface d'une tranche

Il convient de mesurer les angles dans deux directions comme suit:

parallèle à l'OF: α (direction positive comme cela est représenté à la Figure 10 en regardant l'OF);

- perpendiculaire à l'OF: β (sens positif comme cela est représenté sur la Figure 10).

10.4 Mesure de l'orientation de l'OF

Il convient de mesurer l'angle γ (sens positif comme cela est représenté sur la Figure 10).

10.5 Plans de référence et orientations de tranches typiques

Les plans de référence et les orientations de tranches typiques sont repris dans le Tableau 3.

Tableau 3 – Plans cristallins pour déterminer les orientations des surfaces et des OF

Matériaux	Description des tranches	Référence pour face de coupe	Face (α)	Face de coupe (β)	Face de référence de l'OF	Face de l'OF (γ)
LN	128° Y-X	(0 -1 1 4) hex	0	0	(2 -1 -1 0) hex	0
LN	Y-Z	(0 3 -3 0) hex	0	0	(0 0 0 6) hex	0
LN	64° Y-X	(0 1 -1 8) hex	+4° 46'	0	(2 -1 -1 0) hex	0
LT	X-112° Y	(2 -1 -1 0) hex	0	0	(0 1 -1 2) hex	-79° 16'
LT	X-112° Y	(2 -1 -1 0) hex	0	0	(0 -1 1 10) hex	-5° 02'
LT	X-112° Y	(2 -1 -1 0) hex	0	0	(0 0 0 6) hex	-22° 12'
LT	36° Y-X	(0 1 -1 2) hex	-3° 04'	0	(2 -1 -1 0) hex	0
LT	42° Y-X	(0 1 -1 2) hex	-9° 04'	0	(2 -1 -1 0) hex	0
LBO	45° X-Z	(1 1 0) tetra	0	0	(0 0 1) tetra	0
Quartz	ST-X	(0 1 -1 1) hex	+4° 32'	0	(2 -1 -1 0) hex	0
LGS	yxlt/48,5°/26,6°	(0 1 -1 1) hex	-5° 45'	0	(1 1 -2 0) hex	-26° 36'

11 Mesure de la résistivité volumique

11.1 Mesure de la résistance d'une tranche

On utilise un équipement de mesure de résistance avec une résistance d'isolement de $1,0 \times 10^8$ à 10^{16} Ω et une électrode circulaire est utilisée pour mesurer la résistance de la tranche. Quand une tranche est mesurée, elle est placée entre les électrodes de l'équipement. Une tension de 500 V est appliquée quand le courant traversant la tranche est mesuré et la lecture est effectuée une minute après que la tension a été appliquée. Le circuit et l'équipement de mesure sont représentés sur les Figures 11 et 12.