

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

Synthetic quartz crystal – Specifications and guidelines for use

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



THIS PUBLICATION IS COPYRIGHT PROTECTED

Copyright © 2008 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It also gives information on projects, replaced and withdrawn publications.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

Synthetic quartz crystal – Specifications and guidelines for use

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

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

PRICE CODE
CODE PRIX



ICS 31.140

ISBN 978-2-83220-348-4

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
1 Scope	7
2 Normative references	7
3 Terms and definitions	7
4 Specification for as-grown synthetic quartz crystal	11
4.1 Standard values	11
4.1.1 Orientation of the seed	11
4.1.2 Inclusion density	11
4.1.3 Infrared quality indications, α_{3500} , α_{3585} , α_{3410}	11
4.1.4 Frequency-versus-temperature characteristics (Figure 4 and 4.2.7)	12
4.1.5 Etch channel density ρ	12
4.2 Requirements and measuring methods	13
4.2.1 Orientation	13
4.2.2 Handedness	13
4.2.3 Synthetic quartz crystal dimensions	13
4.2.4 Seed dimensions	13
4.2.5 Imperfections	13
4.2.6 Evaluation of infrared quality by alpha-measurement	15
4.2.7 Frequency versus temperature characteristics	17
4.2.8 Etch channel density	18
4.3 Marking	19
4.3.1 Shipping requirements	19
5 Specification for lumbered synthetic quartz crystal	19
5.1 Standard values	19
5.1.1 Tolerance of dimensions	19
5.1.2 Reference surface flatness	20
5.1.3 Angular tolerance of reference surface	20
5.1.4 Centrality of the seed	20
5.2 Requirements and measuring methods	20
5.2.1 As-grown quartz bars used for lumbered quartz bars	20
5.2.2 Dimensions of lumbered synthetic quartz crystal	20
5.2.3 Identification on reference surface	20
5.2.4 Measurement of reference surface flatness	20
5.2.5 Measurement of reference surface angle tolerance	20
5.2.6 Centrality of the seed	20
5.3 Delivery conditions	20
5.3.1 Marking	20
5.3.2 Packing	21
5.3.3 Making batch	21
6 Inspection rule for synthetic quartz crystal and lumbered synthetic quartz crystal	21
6.1 Inspection rule for as-grown synthetic quartz crystal	21
6.1.1 Inspection	21
6.1.2 Lot-by-lot test	21
6.2 Inspection rule for lumbered synthetic quartz crystal	22
6.2.1 Lot-by-lot test	23

7	Guidelines for the use of synthetic quartz crystal	23
7.1	General	23
7.1.1	Overview	23
7.1.2	Synthetic quartz crystal	23
7.2	Shape and size of synthetic quartz crystal	24
7.2.1	Crystal axis and face designation	24
7.2.2	Seed	24
7.2.3	Shapes and dimensions	24
7.2.4	Growth zones	24
7.3	Standard method for evaluating the quality of synthetic quartz crystal	25
7.4	Other methods for checking the quality of synthetic quartz crystal	25
7.4.1	Visual inspection	25
7.4.2	Infrared radiation absorption method	26
7.4.3	Miscellaneous	26
7.5	Alpha-grade	27
7.6	Optional grading (only as ordered), in inclusions, etch channels, Al content	27
7.6.1	Inclusions	27
7.6.2	Etch channels	27
7.6.3	Al content	27
7.6.4	Swept quartz	28
7.7	Ordering	28
Annex A (informative)	Frequently used sampling procedures	38
Annex B (informative)	Numerical example	40
Annex C (informative)	Example of reference sample selection	41
Annex D (informative)	Explanations of point callipers	42
Annex E (informative)	Infrared absorbance alpha value compensation	43
Annex F (informative)	The differences of the orthogonal axial system for quartz between IEC standard and IEEE standard	47
	Bibliography	49
	Figure 1 – Idealized sections of a synthetic quartz crystal grown on a Z-cut seed	29
	Figure 2 – Quartz crystal axis and face designation	30
	Figure 3 – Typical example of cutting wafers of AT-cut plate, minor rhombohedral-cut plate, X-cut plate, Y-cut plate and Z-cut plate	31
	Figure 4 – Frequency-temperature characteristics of the test specimen for slope	32
	Figure 5 – Quartz crystal axis and face designation	33
	Figure 6 – A synthetic quartz crystal grown on a Z-cut seed of small X-dimensions	34
	Figure 7 – An example of an early 1970s relation between the extinction coefficient of infrared radiation and the Q-value of synthetic quartz	34
	Figure 8 – Lumbered synthetic quartz crystal outline and dimensions along X-, Y- and Z-axes	35
	Figure 9 – Angular deviation for reference surface	36
	Figure 10 – Centrality of the seed with respect to the dimension along the Z- or Z'-axis	37
	Figure D.1 – Point callipers	42
	Figure D.2 – Digital point callipers	42

Figure E.1 – Schematic of measurement set-up	44
Figure E.2 – Graph relationship between averaged alpha and measured alpha at three wave numbers of α_{3500} , α_{3585} and α_{3410}	46
Figure F.1 – Left- and right-handed quartz crystals	48
Table 1 – Inclusion densities for the grades	11
Table 2 – Infrared quality indications for the grades	12
Table 3 – Etch channel densities for the grades	12
Table 4 – Test conditions and requirements for the lot-by-lot test for group A	22
Table 5 – Test conditions and requirements for the lot-by-lot test for group B	22
Table 6 – Test conditions and requirements for the lot-by-lot test	23
Table B.1 – Commodity bar sampling, method 1	40
Table B.2 – Commodity bar sampling	40
Table E.1 – Example of calibration data at α_{3585}	45
Table E.2 – Example of calibration data at α_{3500}	45
Table E.3 – Example of calibration data at α_{3410}	45

IECNORM.COM: Click to view the full PDF of IEC 60758:2008

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**SYNTHETIC QUARTZ CRYSTAL –
SPECIFICATIONS AND GUIDELINES FOR USE**

FOREWORD

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

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

This fourth edition cancels and replaces the third edition, published in 2004. This edition constitutes a technical revision.

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

- preparation of AT-cut slice sample for etching is changed to make it easier;
- etch channel grade classification is changed considering request of the user;
- explanation of quartz axes difference between IEEE and IEC is added as Annex F.

This bilingual version (2012-09) corresponds to the monolingual English version, published in 2008-11. The text of this standard is based on the following documents:

FDIS	Report on voting
49/808/FDIS	49/814/RVD

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

The French version of this standard has not been voted upon. This publication has been drafted in accordance with the ISO/IEC Directives, Part 2.

The committee has decided that the contents of this publication will remain unchanged until the maintenance result 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.

Withdrawing
IECNORM.COM: Click to view the full PDF of IEC 60758-2:2008

SYNTHETIC QUARTZ CRYSTAL – SPECIFICATIONS AND GUIDELINES FOR USE

1 Scope

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

2 Normative references

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

IEC 60068-1:1988, *Environmental testing – Part 1: General and guidance*
Amendment 1: 1992

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

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

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

3 Terms and definitions

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

3.1

hydrothermal crystal growth

literally, crystal growth in the presence of water, elevated temperatures and pressures by a crystal growth process believed to proceed geologically within the earth's crust. The industrial synthetic quartz growth processes utilize alkaline water solutions confined within autoclaves at supercritical temperatures (330 °C to 400 °C) and pressures (700 to 2 000 atmospheres)

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

3.2

synthetic quartz crystal

single crystal of α quartz grown by the hydrothermal method. The crystal is of either handedness and in the as-grown condition. Cultured quartz has the same meaning as synthetic quartz crystal

3.2.1

as-grown synthetic quartz crystal

single crystal quartz grown hydrothermally. As-grown refers to the state of processing and indicates a state prior to whatever treatment might occur after growth, excluding quality control operations

3.2.2

as-grown Y-bar

crystals which are produced using seed with the largest dimension in the Y-direction

3.2.3

as-grown Z-bar

crystals in which the Z-grown sector is much larger than the X-grown sector. The relative size of the growth sector is controlled by the X-dimension of the seed

3.3

synthetic quartz crystal batch

synthetic quartz crystals grown at the same time in one autoclave

3.4

seed

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

3.5

growth zones

regions of a synthetic quartz crystal resulting from growth along different crystallographic directions (see Figure 1)

3.6

orientation of a synthetic quartz crystal

orientation of its seed with respect to the orthogonal axes specified in 3.7

3.7

orthogonal axial system of α quartz crystal

orthogonal axis system consists of three axes with a mutually vertical X axis, Y axis, and Z axis

3.7.1

axial system for quartz (illustrated in Figure 2)

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

3.7.2

AT-cut plate

rotated Y-cut crystal plate oriented at an angle of about +35° around the X-axis or about -3° from the z (minor rhombohedral)-face as shown in Figure 3

3.7.3

z (minor rhombohedral)-cut plate

crystal plate parallel to the z (minor rhombohedral)-face as shown in Figure 3a

3.7.4

X-cut plate

crystal plate perpendicular to the X-axis as shown in Figure 3b

3.7.5

Y-cut plate

crystal plate perpendicular to the Y-axis as shown in Figure 3b

3.7.6

Z-cut plate

crystal plate perpendicular to the Z-axis as shown in Figure 3b

3.8 dimensions

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

3.8.1 gross dimensions

maximum dimensions along the X-, Y-, or Y' and Z or Z' axes measured along the X-, Y'- and Z'-axes

3.8.1.1 effective Z-dimension

as-grown effective Z dimension defined as the minimum measure in the Z ($\theta=0^\circ$) or Z' direction in usable Y or Y' area of an as-grown crystal and described by Z_{eff} , as shown in Figure 1

3.8.1.2 minimum Z-dimension

minimum distance from seed surface to Z-surface described by Z_{min} as shown in Figure 1d

3.8.2 dimensions pertaining to growth on a Z-cut seed rotated more than 20° from the X-axis (under consideration)

3.9 inclusions

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

A particularly common inclusion is the mineral acmite (sodium iron silicate)

3.9.1 seed veil

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

3.9.2 etch channel

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

3.10 dopant

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

3.11 pre-dimensioned bar

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

3.12 impurity concentration

concentration of impurities relative to silicon atoms

3.13

dislocations

linear defects in the crystal due to misplaced planes of atoms

3.14

etch channel

roughly cylindrical void present along a dislocation line after etching a test wafer prepared from a quartz crystal

3.15

autoclave

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

3.16

right-handed quartz or left-handed quartz

handedness of quartz crystal as determined by observing the sense of handedness of the optical rotation in the polarized light. Right-handed quartz is the crystal of dextrorotatory and left-handed quartz is the crystal of levorotary

3.17

twins

follow laws of crystallography relating symmetrically to specific faces or axes.

The following types have been identified in synthetic quartz crystals:

a) Electrical twins

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

b) Optical twins

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

3.18

infrared absorption coefficient α -value

coefficient (referred to as the α -value) established by determining the relationship between absorption of two wavelengths: one with minimal absorption due to OH impurity, the other with high absorption due to presence of OH impurities in the crystal lattice. The OH impurity creates mechanical loss in resonators and its presence is correlated to the presence of other loss-inducing impurities. The α -value is a measure of OH concentration and is correlated with expected mechanical losses due to material impurities. The infrared absorption coefficient α -value is determined using the following equation:

$$\alpha = \frac{1}{t} \log \frac{T_1}{T_2}$$

where

α is the infrared absorption coefficient;

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

T_1 is the per cent transmission at a wave number of 3 800 cm⁻¹ or 3 979 cm⁻¹;

T_2 is the per cent transmission at a wave number of 3 410 cm⁻¹, 3 500 cm⁻¹, or 3 585 cm⁻¹.

3.19**lumbered synthetic quartz crystal**

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

3.19.1**lumbered Y-bar**

quartz bars which are lumbered from an as-grown Y-bar

3.19.2**lumbered Z-bar**

quartz bars which are lumbered from an as-grown Z-bar

3.20**reference surface**

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

4 Specification for as-grown synthetic quartz crystal**4.1 Standard values****4.1.1 Orientation of the seed**

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

4.1.2 Inclusion density

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

Table 1 – Inclusion densities for the grades

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

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

4.1.3 Infrared quality indications, α_{3500} , α_{3585} , α_{3410}

An infrared extinction coefficient value (α -value) of synthetic quartz (measured as in 4.2.6) shall be as listed under the appropriate heading for α_{3500} , α_{3585} , or α_{3410} in Table 2 for the various grades:

Table 2 – Infrared quality indications for the grades

Grades	Maxima			Pre-1987 ^a Q · 10 ⁶ units
	$\alpha_{3\,500}$	$\alpha_{3\,585}$	$\alpha_{3\,410}$	
Aa	0,026	0,015	0,075	3,8
A	0,033	0,024	0,082	3,0
B	0,045	0,050	0,100	2,4
C	0,060	0,069	0,114	1,8
D	0,080	0,100	0,145	1,4
E	0,120	0,160	0,190	1,0

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

The test limits above either correspond to or are unchanged (except in the cases of grades B and D) from the $\alpha_{3\,500}$ limits that correspond to the Q-value grades listed in the first edition of IEC 60758. This earlier publication designated some of the same grades in terms of minimum indicated Q's in 106 units, as follows:

A = 3,0;

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

C = 1,8;

D = 1,4 (revised);

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

4.1.4 Frequency-versus-temperature characteristics (Figure 4 and 4.2.7)

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

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

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

4.1.5 Etch channel density ρ

When required, the etch channel density, ρ , per cm² (measured as in 4.2.8) for each grade, shall comply with the listings in Table 3.

Table 3 – Etch channel densities for the grades

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

4.2 Requirements and measuring methods

4.2.1 Orientation

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

4.2.2 Handedness

The handedness of the seed shall be specified, either right-hand or left-hand (see Figure 2).

4.2.3 Synthetic quartz crystal dimensions

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

4.2.3.1 Dimension along Y or Y'-axis

The dimension shall be as specified (see Figure 1d).

4.2.3.2 Dimension along Z or Z'-axis dimension shall be measured by a neck ipers

The dimension along the Z or Z'-axis shall be specified as the maximum dimension along the Z or Z'-axis in the greater X zone (see Figure 1c).

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

The Z_{eff} or Z'_{eff} dimension shall be specified as the minimum dimension along the Z or Z'-axis (see Figure 1c).

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

The dimension shall be as specified (see Figures 1c and 1d).

4.2.3.5 Dimension along X-axis

The gross dimension along the X-axis shall be as specified (see Figure 1c).

4.2.4 Seed dimensions

4.2.4.1 Z or Z' dimension

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

4.2.4.2 X-dimension

The dimension X of the seed shall be as specified.

4.2.5 Imperfections

4.2.5.1 Twinning

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

4.2.5.2 Cracks and fractures

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

4.2.5.3 Inclusion density

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

Method 1

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

Method 2

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

4.2.5.3.1 Sampling

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

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

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

4.2.5.3.2 Batch sampling

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

4.2.5.3.3 Volumes within a bar

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

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

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

4.2.5.3.4 Inclusion counting

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

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

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

4.2.6 Evaluation of infrared quality by alpha-measurement

The infrared absorption per centimetre at one or more of 3 410, 3 500 or 3 585 wave numbers is measured in a Y-cut slice scan as the difference between the absorption at

the chosen wave number and absorption in the background outside the band, at $3\,800\text{ cm}^{-1}$ or at $3\,979\text{ cm}^{-1}$ when using a single beam instrument. Since α are known to vary directly with the total Z-growth size distribution of the crystals in one batch, a user may designate his preference in the batch distribution for sample testing. Such choices are often either an average Z-crystal or a maximum Z-crystal (for worst-case maximum alpha-measurement).

The following two measuring methods are used and either one shall be chosen.

Method 1

The wave number is fixed and the positional transmission data are measured by scanning the sample.

Method 2

The sample is fixed and the transmission data are measured at chosen wave numbers on several points in the sample.

4.2.6.1 Preparation of the Y cut slice

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

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

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

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

The wave number control is set at a background setting (outside, but near the OH absorption band), usually $3\,800 \pm 3\text{ cm}^{-1}$, and the sample is translated through the beam with synchronized chart advance at the fixed wave number. Such scanning is done only in the Z-growth zones of the Y-cut slice (illustrated in Figures 1 and 3). In certain cases where background noise may be a problem, such as single beam operation, a higher background wave number $3\,979 \pm 3\text{ cm}^{-1}$ may be used for lowered background noise. If the background scan trace is not reasonably flat outside the original seed's boundaries, a thin film of fluorolube grease shall be applied to both major surfaces of the semi-polished Y-cut slice. Baseline changes shall not exceed 0,02 absorption units during a background scan. After the sample has completed a successful scan at background, the wave number is adjusted to the chosen $3\,410$, $3\,500$ or $3\,585 \pm 3\text{ cm}^{-1}$. The sample is returned to its original position and the chart paper rerolled to the position where its wave number scan began. The sample is then scanned to plot its infra-red absorption at this wave number in the absorption band.

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

$$\alpha = \frac{A^{**} - A^{*}}{Y - \text{cut slice thickness in centimetres}}$$

where

A^{*} is the chosen value of 3 800 and 3 979;

A^{**} is the chosen value of 3 410 3 500 and 3 585

NOTE A is the logarithm (base 10) of the traction of the incident beam absorbed by the sample at the subscript wave number.

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

4.2.6.3 Test measurement of a Y-cut slice

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

4.2.6.4 Compensation of alpha value by standard sample

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

4.2.7 Frequency versus temperature characteristics

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

- frequency 10 MHz $\pm$ 10 kHz (fundamental);
- location of specimen Z-zone;
- orientation of plate AT cut $35^{\circ} 15' \pm 30''$;
- shape of plate square flat and parallel plate with one edge along the X-axis;
- lateral dimensions of plate 8 mm $\times$ 8 mm;
- diameter of electrodes $4 \pm 0,1$ mm;
- plate back of frequency deviation 70 +20/-0 kHz;
- electrode material silver or gold;
- supporting points at two points on opposite corners;
- finish of surface lapped (average particle size of abrasive shall be less than 3 μ m), then etched by 200 kHz;
- flatness of surface when illuminated with monochromatic light through an optical flat glass and examined within a circular zone of 6 mm diameter, the product of

- the fringe curvature and the frequency expressed in MHz shall not exceed 5 if measured with yellow light or 6 if measured with green light;
- parallelism both surfaces of the plate shall be parallel within 10";
- seal hermetically enclosed in a dry nitrogen atmosphere at standard atmospheric conditions for temperature and pressure (see 5.1 of IEC 60068-1:1988).

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

4.2.8 Etch channel density

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

4.2.8.1 Sampling the crystals from a batch

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

4.2.8.2 Preparation of AT cut slice for etching

A sample synthetic quartz crystal is cut to yield an AT-cut slice (at $35,25^\circ \pm 3^\circ$ to the Y-plane) of a thickness to finish at 10 mm. The slice should preferably contain full seed height, although thinner slices and lesser seed heights may be used in special cases, provided the specified amount of material is removed in each lapping. The slice's identity should be marked with a diamond scribe, preferably on its lesser X-surface, to an adequate depth to ensure that the identity will not be lost in lapping and etching.

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

4.2.8.3 Etching procedure for lapped AT-cut slice

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

The lapped and cleaned AT-cut slice is immersed into the saturated ammonium bifluoride solution using PTFE-coated tongs or an inert etching slice holder. The solution should be

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

4.2.8.4 Etch channel counting procedure

A square grid of known dimensions in the range of 0,25 cm × 0,25 cm to 0,50 cm × 0,50 cm is marked on the AT-cut slice within the Z-growth zone as identified in Figure 3a. If preferred, the grid pattern may be drawn only over the rectangular portions of the Z-zones matching the height of the seed. No grid squares should be counted that fall within ±2 mm of the centre line of the seed.

Each slice is viewed with a binocular microscope using 30x to 40x magnification, and a strong light source directed into the slice in its lesser X-direction. Care shall be taken to focus the microscope on the upper surface of the sample, thus avoiding counting the etch channel intersections with the lower sample surface. The etch channels are counted and recorded in each and every square area with the microscope's zoom adjustment set for a convenient viewing magnification. After all the grid areas intended for counting are counted, their average count is calculated, and converted to an average per cm², ρ , by multiplying by 16 for 0,25 cm × 0,25 cm, or 4 for 0,50 cm × 0,50 cm, etc., the number of grid squares in 1 cm².

4.3 Marking

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

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

4.3.1 Shipping requirements

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

5 Specification for lumbered synthetic quartz crystal

5.1 Standard values

5.1.1 Tolerance of dimensions

Deviations from the specified dimensions along the X- and Z- or Z'- axes shall be less than 0,2 mm (see Figure 8).

5.1.2 Reference surface flatness

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

5.1.3 Angular tolerance of reference surface

Angular deviations of the reference surface shall be less than 15' from the specified crystallographic direction (see Figure 9).

5.1.4 Centrality of the seed

Seed position in lumbered synthetic quartz crystal is shown in Figure 10.

5.2 Requirements and measuring methods

5.2.1 As-grown quartz bars used for lumbered quartz bars

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

5.2.2 Dimensions of lumbered synthetic quartz crystal

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

5.2.3 Identification on reference surface

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

5.2.4 Measurement of reference surface flatness

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

5.2.5 Measurement of reference surface angle tolerance

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

5.2.6 Centrality of the seed

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

5.3 Delivery conditions

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

5.3.1 Marking

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

5.3.2 Packing

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

5.3.3 Making batch

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

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

6.1 Inspection rule for as-grown synthetic quartz crystal

6.1.1 Inspection

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

6.1.2 Lot-by-lot test

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

6.1.2.1 Group A inspection

The test schedule for group A inspection is given in Table 4 .

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

The samples used for tests in group A may be used as the samples for group B tests.

Table 4 – Test conditions and requirements for the lot-by-lot test for group A

Test	D or ND	Test condition	IL	AQL %	Performance requirements
Minimum and maximum specified synthetic quartz crystal dimensions	ND	4.2.3	II	0,1	4.2.3.1
Twinning		4.2.5.1			4.2.5.1
Cracks and fractures		4.2.5.2			4.2.5.2
Inclusions	ND		II	0,4	4.1.2
NOTE Subclause numbers of test conditions and performance requirements refer to Clause 4 of this standard. D : destructive ND : non-destructive IL : inspection level AQL: = acceptable quality level					

6.1.2.2 Group B inspection

The test schedule for group B is given in Table 5 or as otherwise agreed between the buyer and the seller.

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

Table 5 – Test conditions and requirements for the lot-by-lot test for group B

Test	D or ND	Test condition	Sample size criterion of acceptability		Performance requirements
			N	C	
Evaluation of infrared quality by α -measurement	D	4.2.6	One or more as agreed between buyer and seller provided one sample represents the large size group intended for application	0	4.1.3
Etch channel density	D		One or more as agreed between buyer and seller	0	4.1.5
NOTE Subclause numbers of test conditions and performance requirements refer to Clause 4 of this standard. N: sample size (Z-bar or Y-bar) C: acceptance criterion (permitted number of defectives) D : destructive ND : non-destructive					

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

6.2 Inspection rule for lumbered synthetic quartz crystal

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

6.2.1 Lot-by-lot test

6.2.1.1 Inspection lot

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

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

6.2.1.2 Inspection requirements

The schedule for the lot-by-lot test is given in Table 6.

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

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

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

7 Guidelines for the use of synthetic quartz crystal

7.1 General

7.1.1 Overview

The guidelines have been prepared in response to a generally expressed desire on the part of both users and manufacturers for guidelines to the best use of synthetic quartz crystal. It is not the function to explain the practical techniques of manufacturing a crystal unit from quartz crystal, nor to attempt to cover all the properties of synthetic quartz crystal.

7.1.2 Synthetic quartz crystal

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

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

temperature at the bottom. Hence, the solute nutrient is transferred by convection currents and deposited on the seeds.

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

7.2 Shape and size of synthetic quartz crystal

7.2.1 Crystal axis and face designation

In textbooks and in national standards, differences exist in the choice of axes, handedness and axial systems for describing a quartz crystal. Figure 5a shows a quartz crystal with all the natural faces. These are not always present on synthetic quartz. Figure 5b gives the corresponding synthetic quartz faces, but since these crystals are grown from specifically oriented seeds, their physical appearance differs materially from those shown in Figures 5a and 5b.

7.2.2 Seed

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

7.2.3 Shapes and dimensions

As-grown synthetic quartz crystals are covered with the characteristic growth surfaces. Figure 6 shows the typical shape for a crystal grown on a Z-cut seed of small X-dimension. Crystals of other shapes are produced when the Z-cut seed is of other proportions or seeds of other cuts are used.

The size of synthetic quartz crystals is specified by three nominal dimensions: X, Y (or Y') and Z (or Z'). They are the dimensions along the X-axis, Y-(or Y'-) axis, and the Z- (or Z'-) axis respectively, as shown in Figure 6. The dimensions are so chosen that both economy in the growth process and good yield in the production of crystal elements may be achieved, but it should be appreciated that dimensions are a matter for discussion between the user and the manufacturer.

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

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

7.2.4 Growth zones

Deposition of solute on each growth surface is continuous and sometimes substantially uniform, but the manner of deposition differs from zone to zone. Hence, different regions result from growth along different directions and those regions have different properties. Among the common growth zones mentioned in this standard, the Z-zone exhibits the highest quality, then the greater X-zone and S-zones follow. Hence, it is recommended

that thickness shear and face shear crystal elements should be cut entirely or mostly from the Z-zone and that only Z-zone material be included under the electrode of the finished crystal unit. The lesser X-zone exhibits the lowest quality and is usually discarded in the production of high-frequency crystal units.

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

7.3 Standard method for evaluating the quality of synthetic quartz crystal

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

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

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

The spread of the optimum angle of cut becomes very small and comparable to the spread in natural quartz crystals, when the α_{3500} is less than 0,06/cm (grade C). Hence, such crystals are recommended for the production of high-frequency crystal units having good temperature characteristics.

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

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

7.4 Other methods for checking the quality of synthetic quartz crystal

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

7.4.1 Visual inspection

Excessive amounts of inclusions in crystal elements should be avoided.

7.4.2 Infrared radiation absorption method

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

The concentration of OH radicals is related to the mechanical energy losses in a quartz crystal and hence there is a correlation between the absorption and the Q-value. Figure 7 shows a typical calibration curve together with measured points. A recent recalibration [26]¹ reports that a -0,01 shift in the alpha coordinate of this curve adjusts it to yield realistic 5 MHz resonator Q s.

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

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

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

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

7.4.3 Miscellaneous

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

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

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

¹ Figures between square brackets refer to the Bibliography .

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

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

7.5 Alpha-grade

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

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

7.6.1 Inclusions

Five grades are specified. Grades Ia, Ib and I are required for specific high-quality optical applications such as VCR cameras or for photolithographic processing.

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

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

7.6.2 Etch channels

Six grades are specified. Grade1aa or Grade1a is required for a thick quartz sensor device that needs a chemical etching process of long period. Grades 1 and 2 are required for specified high-quality quartz crystal units, such as high-frequency fundamental or high-frequency SAW devices, or for specific processing such as chemical etching. Grade 3 is appropriate to most of the technical uses of quartz crystal units. Grade 4 is appropriate to most of the common-use quartz crystal units.

7.6.3 Al content

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

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

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

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

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

laboratory equipped with EPR. It should be possible to obtain reasonable results from either.

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

7.6.4 Swept quartz

$\text{Al}^{3+} \text{M}^+$ (a monovalent charge compensating ion), defect in quartz, is transformed to $\text{Al}^{3+} \text{OH}^-$ when the alkali ion is dissociated by radiation. By this transformation, an elastic relaxation in $\text{Al}^{3+} \text{M}^+$ centre is erased and the elastic constant is increased. The frequency shift of quartz is triggered for this reason by radiation, but the frequency shift by radiation can be reduced if alkali ions in quartz are removed in advance by sweeping (electric field diffusion processing) to cause transformation from $\text{Al}^{3+} \text{M}^+$ to $\text{Al}^{3+} \text{OH}^-$ or $\text{Al}^{3+} \text{e}^-$. Quartz processed through the sweeping is called swept quartz. Swept quartz is used in crystal units for satellites operating in a space radiation environment where frequency-ageing shift tends to be caused. The sweeping treatment removes the alkali ion at a high temperature by applying a high d.c. voltage to the Z-axis direction and removes the alkali ion from the quartz along the Z-axis.

7.7 Ordering

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

- a) As-grown synthetic quartz crystal or lumbered synthetic quartz crystal.
- b) Type of quartz (RH or LH).
- c) Orientation of seed.
- d) Dimensions.
- e) Alpha-grade.
- f) Additional grading specifications only as required.

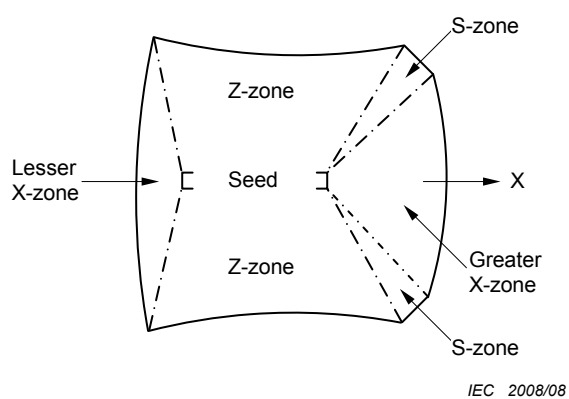
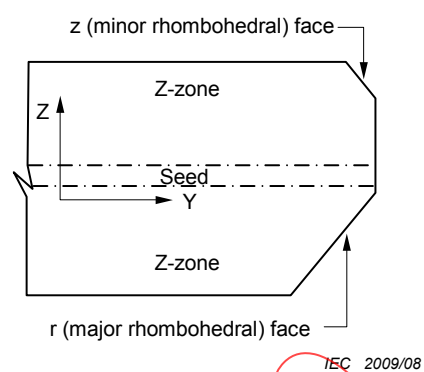
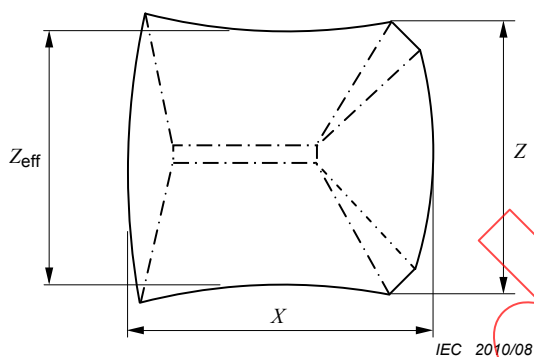
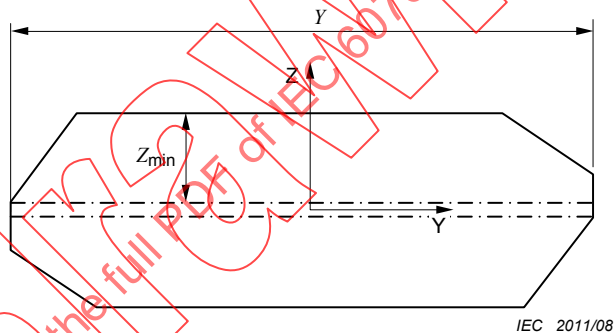
Figure 1a – Section $\perp$ to Y-axisFigure 1b – Section $\perp$ to X-axisFigure 1c – Illustration of dimensions Z and Z_{eff} Figure 1d – Illustration of dimension Z_{min}

Figure 1 – Idealized sections of a synthetic quartz crystal grown on a Z-cut seed

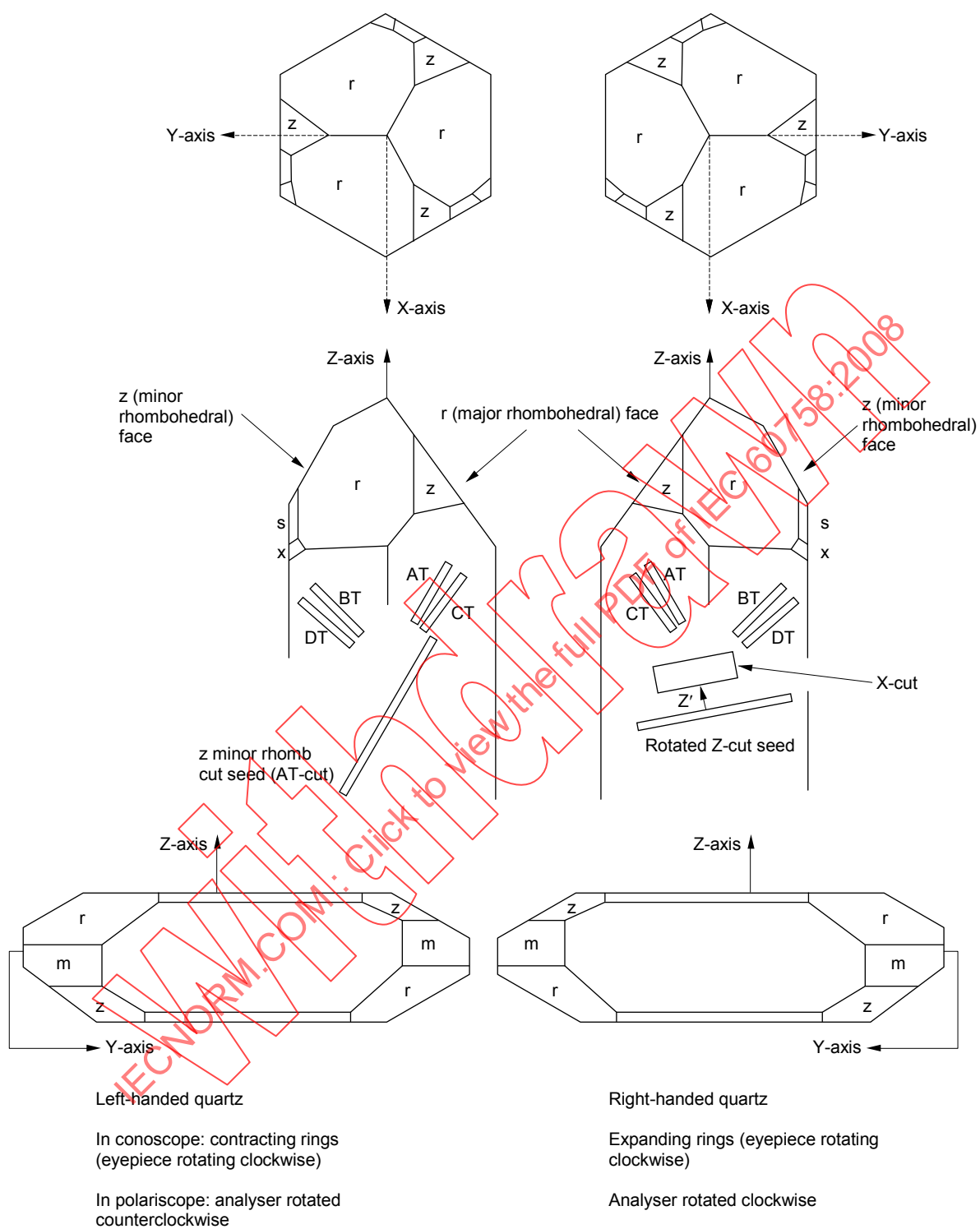


Figure 2 – Quartz crystal axis and face designation

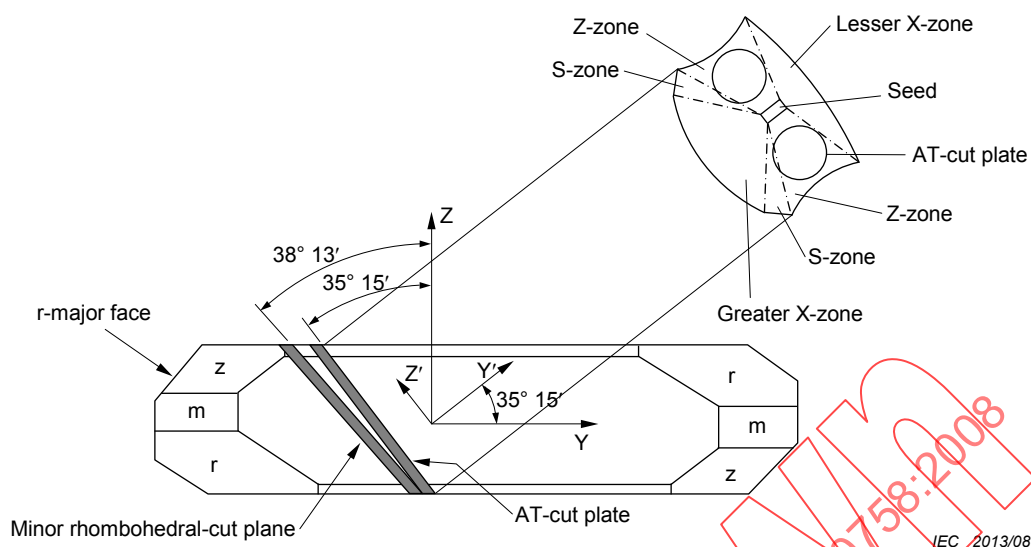


Figure 3a – Location of AT-cut plates in right-handed synthetic

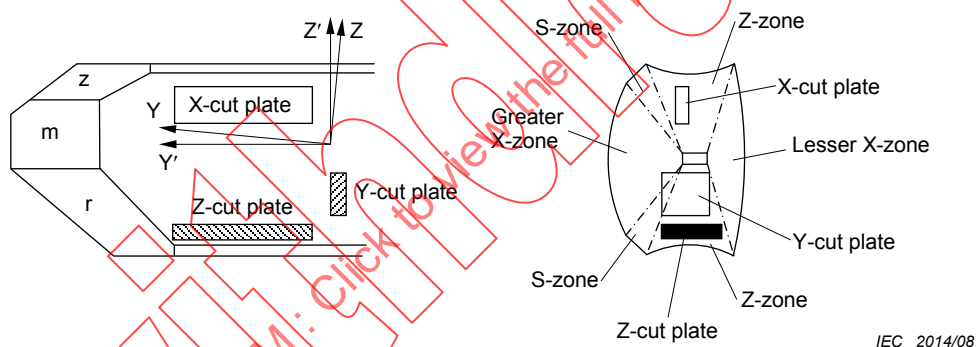


Figure 3b – Location of X-cut plates, Y-cut plates and Z-cut plate

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

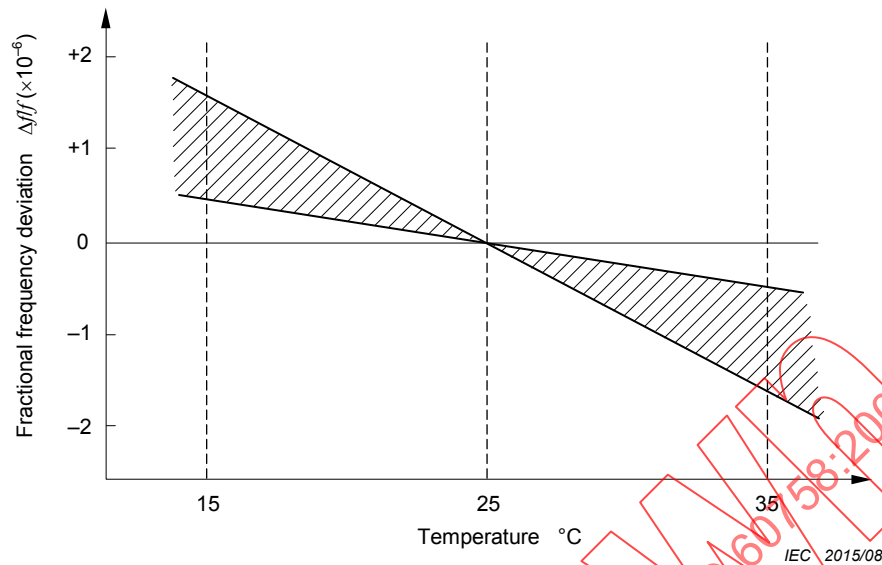
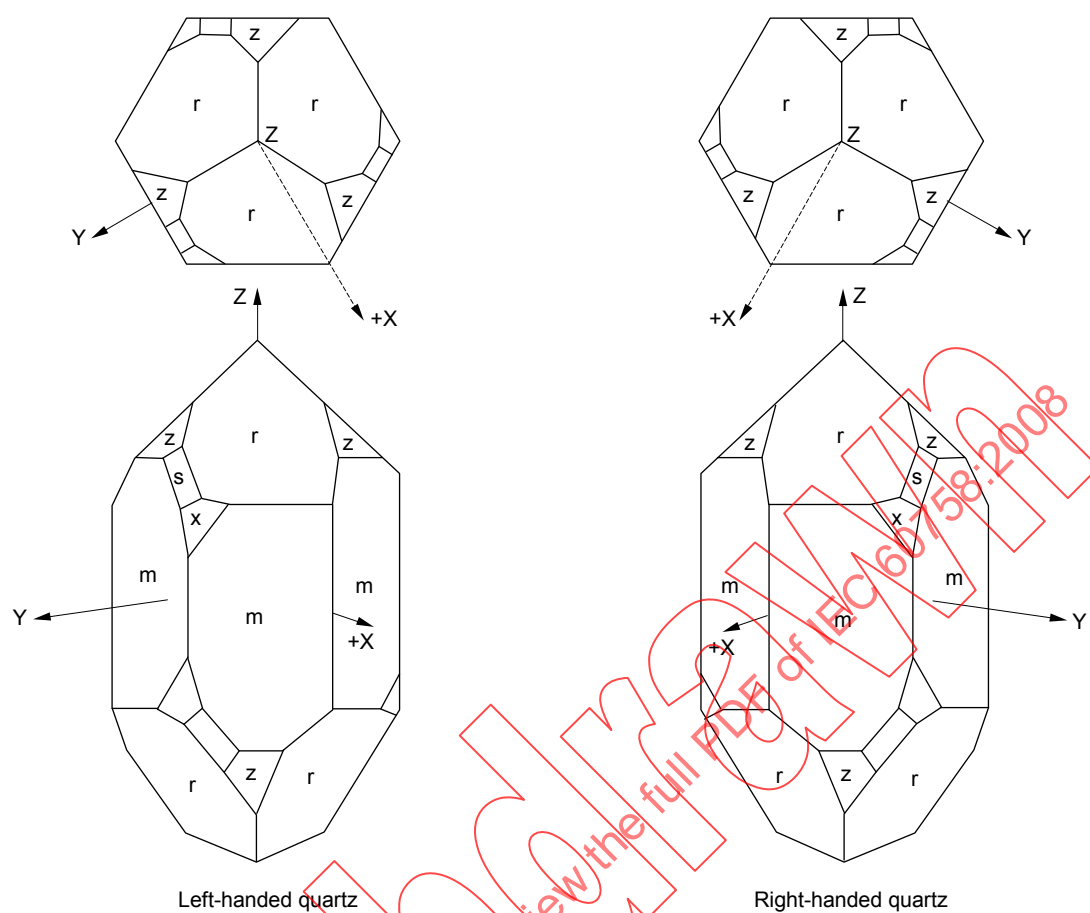
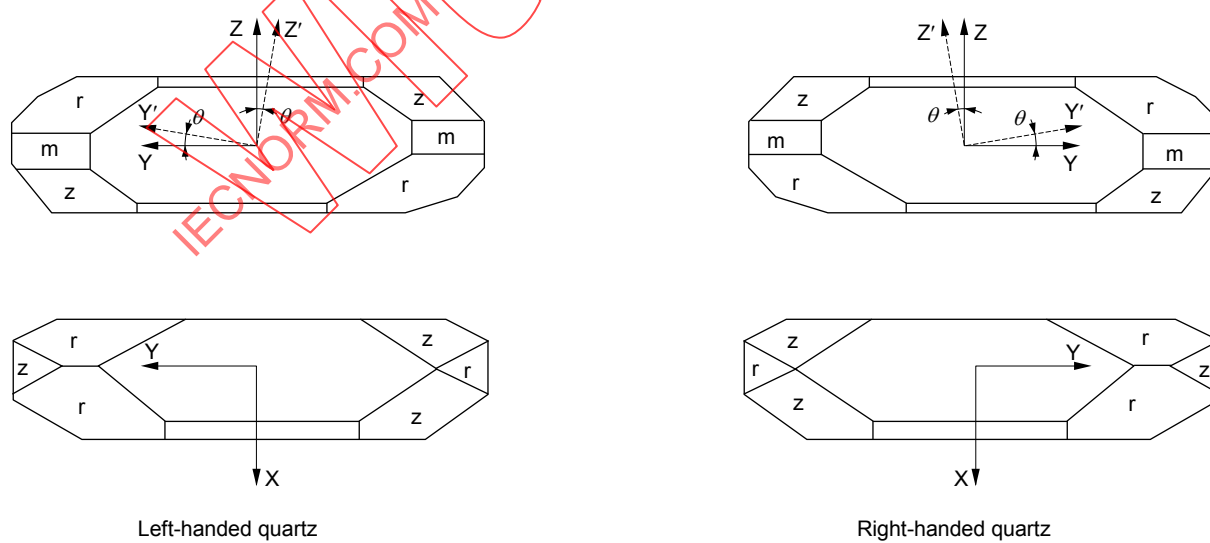


Figure 4 – Frequency-temperature characteristics of the test specimen for slope



IEC 2016/08

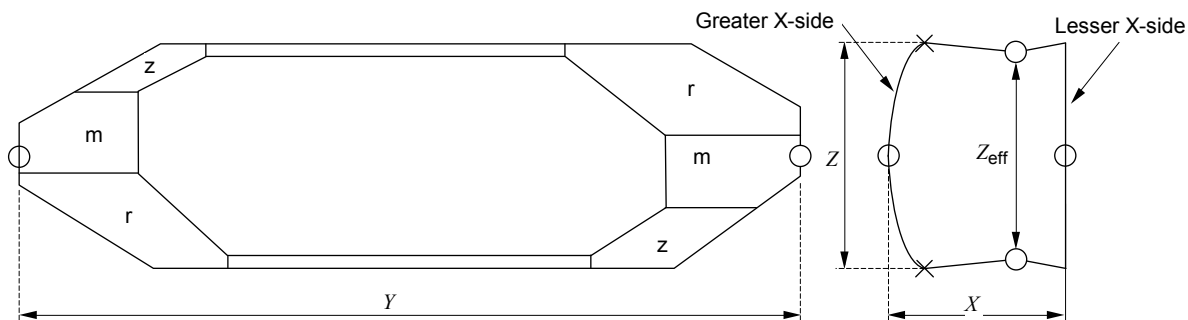
Figure 5a – Natural quartz crystals



IEC 2017/08

Figure 5b – Synthetic quartz crystals

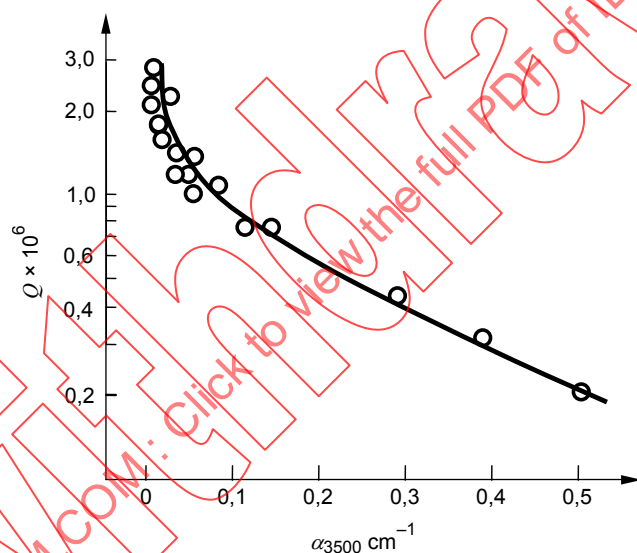
Figure 5 – Quartz crystal axis and face designation



IEC 2018/08

Figure 6 – A synthetic quartz crystal grown on a Z-cut seed of small X-dimensions

(Crystals of other shapes are produced when Z-cut seeds of other proportions, or seeds of other cuts, are used.)



IEC 2019/08

Figure 7 – An example of an early 1970s relation between the extinction coefficient of infrared radiation and the Q-value of synthetic quartz

(A recent recalibration of the Q/α_{3500} relationship [26] concludes that for α_{3500} measured on modern spectrophotometers without a beam condenser, a good approximation to realistic Q s from an old curve, such as shown here, is given by adding a $0,01 \alpha_{3500}$ Unit adjustment to the measured α and taking the Q corresponding to that sum. Although this adjustment appears small in α , its effect on the Q s becomes significant in the low- α , high- Q range.)

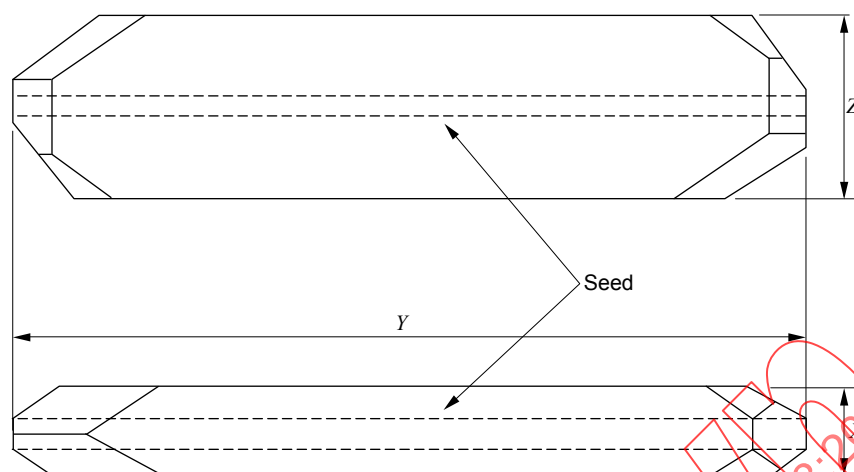


Figure 8a – Small X-dimension seed

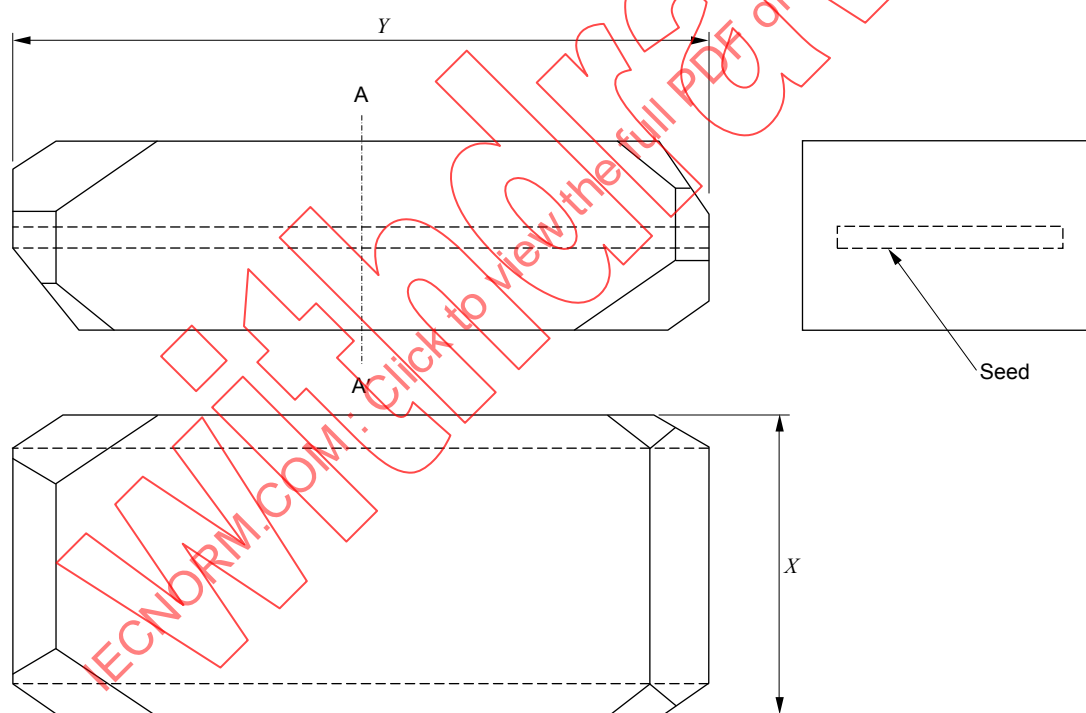
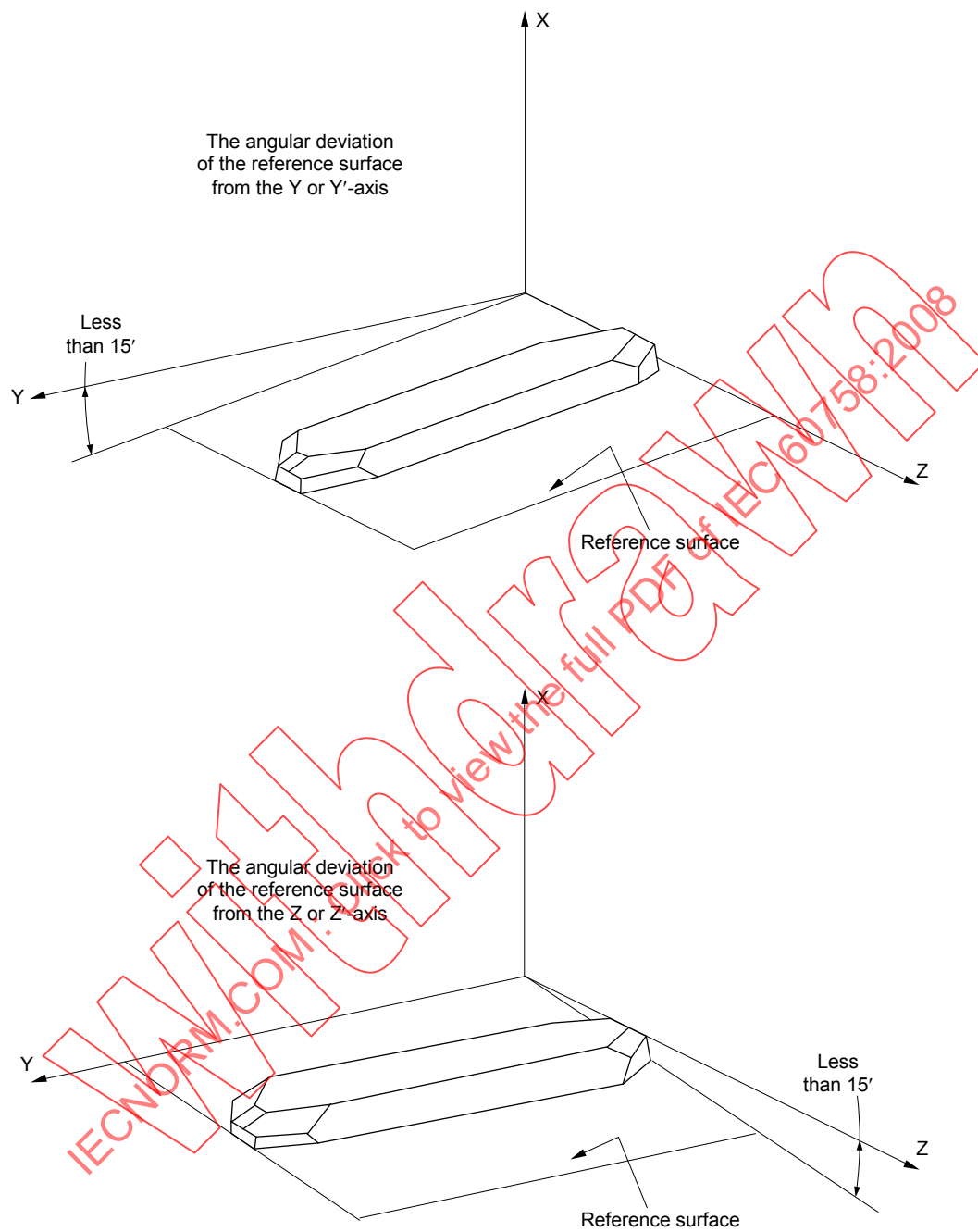


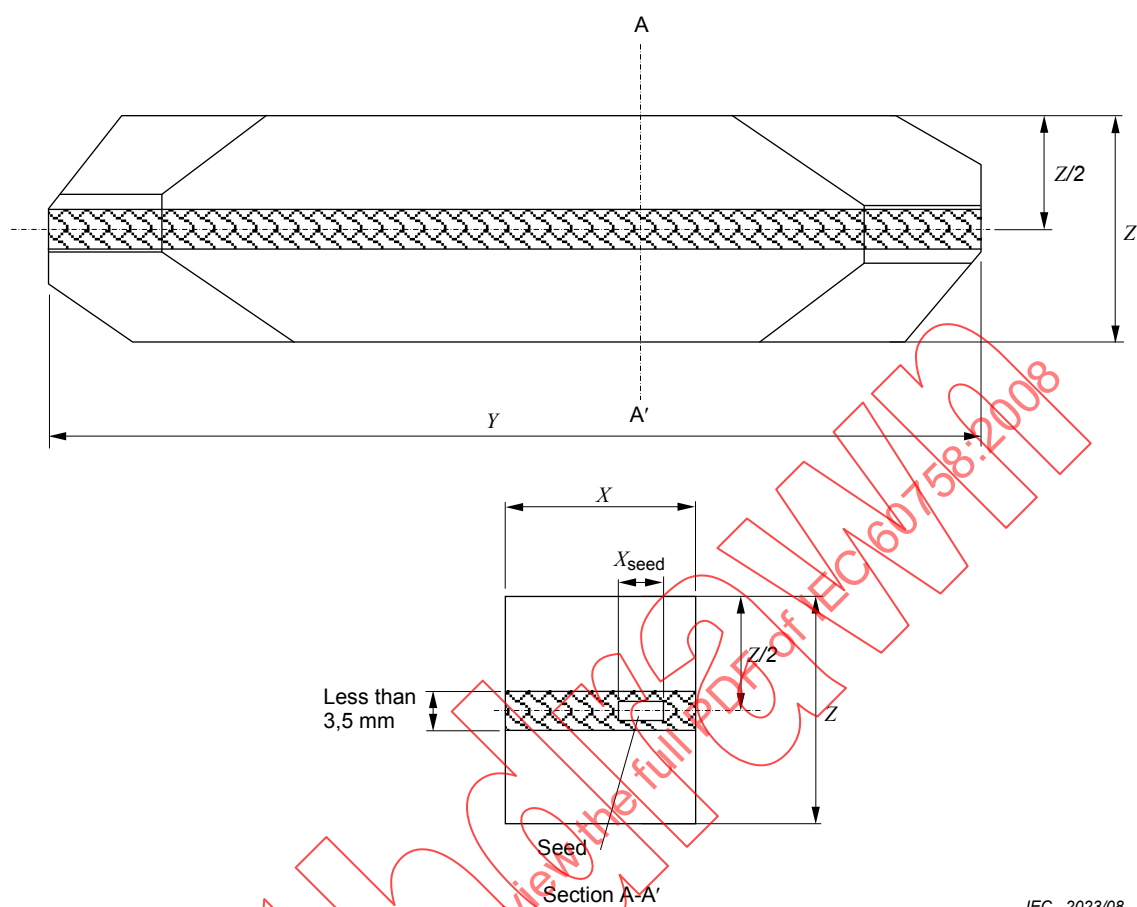
Figure 8b – Large X-dimension seed

Figure 8 – Lumbered synthetic quartz crystal outline and dimensions along X-, Y- and Z-axes



IEC 2022/08

Figure 9 – Angular deviation for reference surface



IEC 2023/08

Figure 10 – Centrality of the seed with respect to the dimension along the Z- or Z'-axis

Annex A (informative)

Frequently used sampling procedures

A.1 Complete volume counting

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

Each crystal is inspected in accordance with the inclusion counting method described in 4.2.5.3.3, except that the total usable volume of the crystal is examined. Care should be taken to ensure that when the height of the crystal in the X-axis is larger than the focal depth of the microscope, the crystal is scanned by moving the focus over the necessary range of heights to ensure that inclusions are not missed. The number of the inclusions is recorded in each size range in the usable volume of the crystal, which is then calculated.

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

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

A.2 Commodity Y-bar sampling – Method 1

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

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

The sample bars are inspected using the inclusion counting method described in 4.2.5.3.4. The number and size category of the inclusions within each of the six locations in each bar is recorded and the total volume of these sample locations calculated.

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

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

A.3 Commodity Y-bar sampling – Method 2

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

A random sample of 20 bars is selected from a batch. These are inspected using the inclusion counting method described in 4.2.5.3.4, except that the total usable length of

the bar is examined, but within the depth of focus of the microscope only. The user should judge the appropriateness of this method by comparing the X-height of the critical region of the device, such as its electroded area, with the depth of focus of the microscope. If the excess of the X-height is not too great, the sample taken by the microscope's focus may be sufficiently representative to be considered a reasonable sample.

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

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

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

where

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

S is the width of the seed, in mm;

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Annex B (informative)

Numerical example

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

Table B.1 – Commodity bar sampling, method 1

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

The total volume counted, $V = NH \pi (D/2)^2$, in this case = 3,39 cm³.

where

N is the number of cylinders counted;

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

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

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

Table B.2 – Commodity bar sampling

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

Annex C (informative)

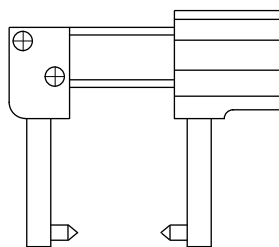
Example of reference sample selection

Some appropriate as-grown crystal bars for a reference sample of each grade range are chosen carefully as testing bars. When the testing bars have a large X dimension seed, Y-cut slices are cut from the bars and finished to 10 mm thickness with a polished surface. Sample volumes are divided by 1 cm^3 by drawing 10 mm squares on the Y surface within the Z growth zones, except the seed crystal. In the case of small X dimension ones like Y-bar, X-cut slices can be obtained by a lumbering process and finished to 10 mm thickness with a polished surface. Sample volumes are divided by 1 cm^3 by drawing 10 mm squares on the X surface within Z growth zones, except the seed crystal. A drawn line that is the closest to the seed crystal shall be about 0.5 mm away from the seed surface to avoid counting the seed veil. When inclusion density changes by location in a testing bar, several slices shall be prepared to tend counts toward average density of the testing bar. Sample volumes shall be randomly chosen from prepared squares. The sample volumes shall be selected to tend counts toward average density of the slice when inclusion density changes by location in a slice. Inclusions within stated size ranges are counted in each chosen sample volume under a stereo binocular microscope operating at a magnification of 40. Counts from each sample volume are added by the stated four size ranges, and averaged by the total chosen sample volumes within a slice. If several slices are prepared from a testing bar, counts shall be averaged by all slices. An average count for each size range measured by the above-mentioned method is regarded as the evaluation-count of the testing bar. The reference sample shall be selected as having an evaluation-count that is closest to the boundary of each grade.

Annex D (informative)

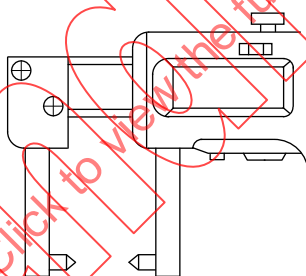
Explanations of point callipers

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



IEC 2024/08

Figure D.1 – Point callipers



IEC 2025/08

Figure D.2 – Digital point callipers

Annex E (informative)

Infrared absorbance alpha value compensation

E.1 General

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

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

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

E.2.1 Sample preparation

The suggested sample preparation procedure is as follows:

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

E.2.2 Equipment set-up

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

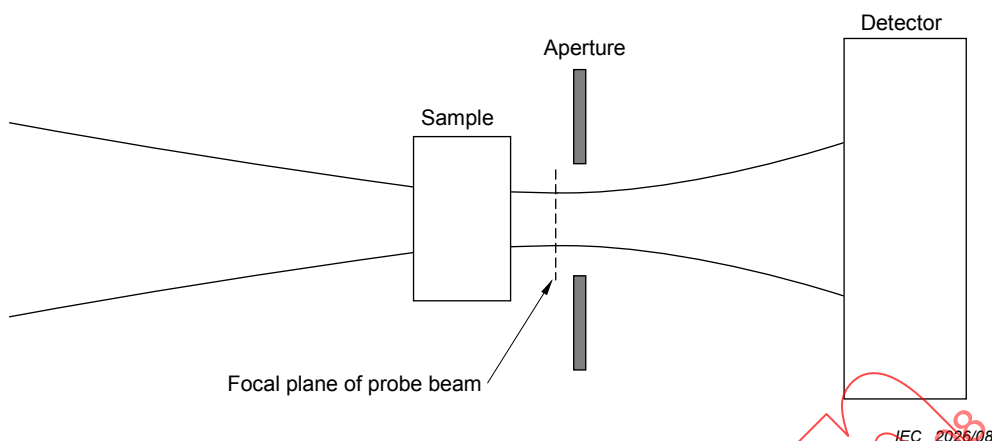


Figure E.1 – Schematic of measurement set-up

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

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

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

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

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

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

The absorption wave numbers are $3\,500 \text{ cm}^{-1} \pm 3 \text{ cm}^{-1}$, $3\,585 \text{ cm}^{-1} \pm 3 \text{ cm}^{-1}$, and $3\,410 \text{ cm}^{-1} \pm 3 \text{ cm}^{-1}$. The absorption wave number setting for the $3\,585 \text{ cm}^{-1}$ measurement should be adjusted to achieve the local minimum value of transmission.

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

The measurement relative humidity is 70 % or less.

E.2.3 Measurement procedure

Uncorrected absorbance values at any of the three absorption wave numbers are calculated by using the formula in 3.18. T_1 is evaluated at the same reference wave number that was used to establish the calibration terms described in Clause E.3. In a grating spectrometer, the measurements should be made without scanning the wave number. The samples should have the beam centred inside the aperture. Consistent positioning of the samples can be achieved with dedicated sample-holders.

E.3 Procedure to establish correction terms

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

An example of the calibration method is shown below. A set of five (5) standard samples was tested by several laboratories and an average of uncorrected data determined (inclusive of all instruments) at the three wave number combinations and labelled "averaged" in Tables E.1 to E.3. The measurements of one laboratory are shown and labelled "measured".

Table E.1 – Example of calibration data at α_{3585}

Averaged	Measured
0,0157	0,0155
0,0382	0,0373
0,0624	0,0591
0,1555	0,1538
0,1362	0,1378

Table E.2 – Example of calibration data at α_{3500}

Averaged	Measured
0,0261	0,0251
0,0383	0,0361
0,0514	0,0475
0,1306	0,1232
0,1077	0,1072

Table E.3 – Example of calibration data at α_{3410}

Averaged	Measured
0,0770	0,0756
0,0942	0,0921
0,1139	0,1105
0,2148	0,2148
0,1888	0,1888

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

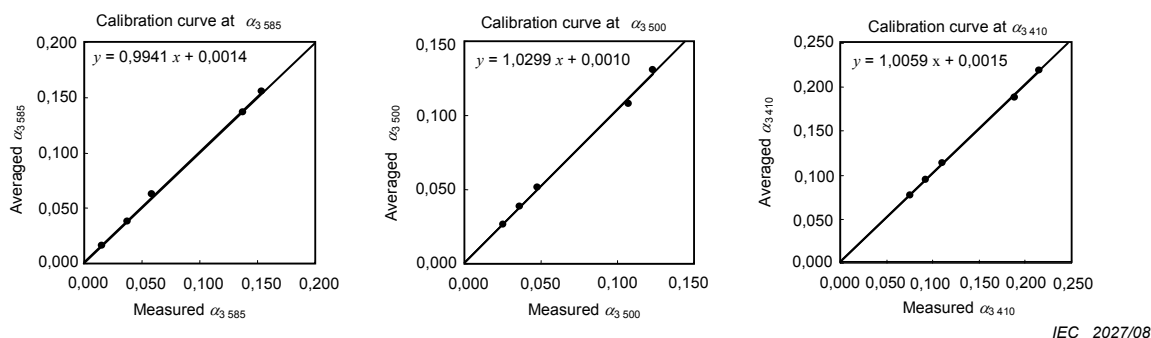


Figure E.2 – Graph relationship between averaged alpha and measured alpha at three wave numbers of α_{3500} , α_{3585} and α_{3410}

The calibration terms calculated in these three examples are factor $a = 1,0299$ and offset $b = +0,0010 \text{ cm}^{-1}$ at α_{3500} , $a = 0,9941$ and offset $b = +0,0014$ at α_{3585} , and $a = 1,0059$ and offset $b = +0,0015$ at α_{3410} .

E.4 Calculation of compensated (corrected) absorbance values

After the correction terms are known for the measurement set-up and wavelength of interest, the sample to be evaluated is measured according to E.2.3. The corrected absorbance value $\alpha^{\text{corrected}}$ is calculated from the uncorrected measurement α using the following formula and the correction terms a and b as defined in Clause E.3.

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

Annex F

(informative)

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

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

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

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

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

ANSI/IEEE Std 176-1987

©1987 IEEE

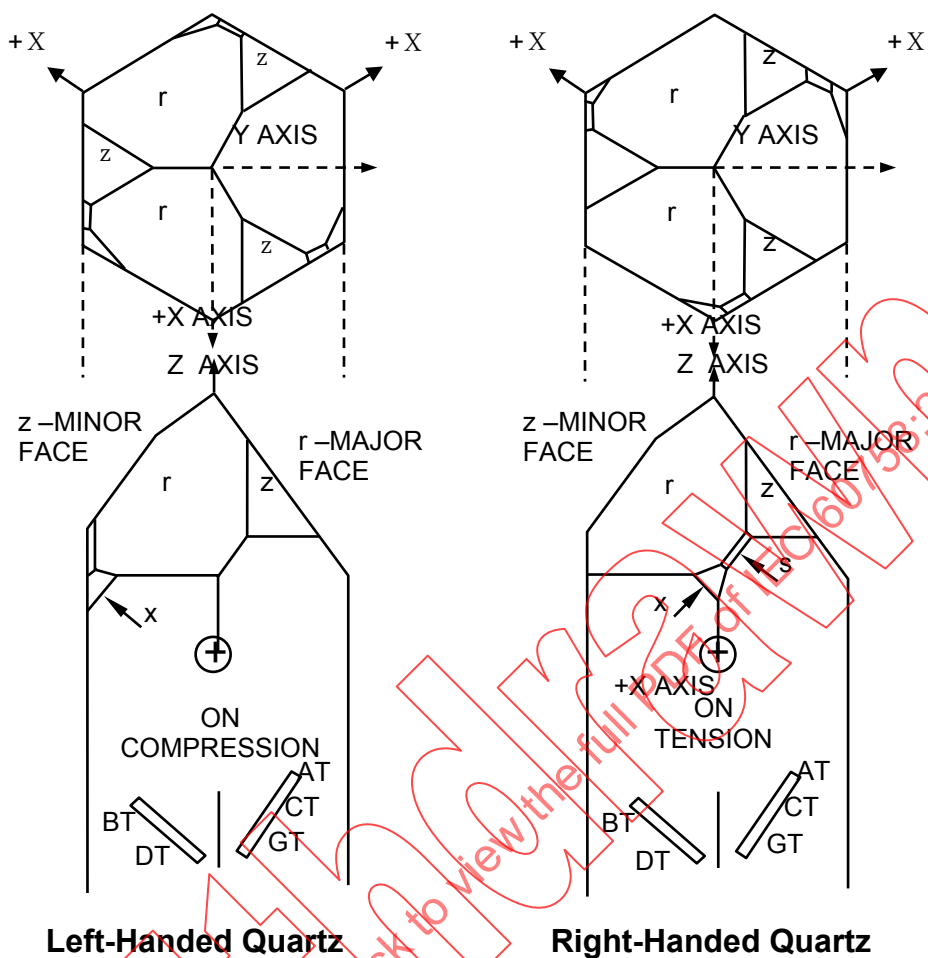


Figure F.1 – Left- and right-handed quartz crystals

Bibliography

General

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

Specialized

- [4] IEC 60122-2: Quartz Crystal Units for Frequency Control and Selection, Part 2: Guide to the Use of Quartz Crystal Units for Frequency Control and Selection, 1983.
- [5] A.C. Walker: Hydrothermal Growth of Quartz Crystals (Ind. Eng. Chem., v. 46, p. 1670, 1954).
- [6] D.L. Wood: Infrared Absorption of Defects in Quartz (J. Phys. Chem. Solids, v. 13, p. 326, 1960).
- [7] C.S. Brown: Internal Friction in Synthetic Quartz (Proc. Phys. Soc., v. 75, p. 459, 1960).
- [8] F. Augustine and D.R. Hale: Topography and Etch Patterns of Synthetic Quartz (J. Phys. Chem. Solids, v. 13, p. 334, 1960).
- [9] J.W. Nielsen and F.G. Foster: Unusual Etch Pits in Quartz (Amer. Mineral, v. 45, p. 299, 1960).
- [10] S.V. Starodubtsev, Sh. Vakhidov and L.I. Tsinober: Sector Distribution of Luminescence Centres in Synthetic Quartz (Kristallografia, v. 8, p. 770, 1964. In Russian).
- [11] L.I. Tsinober and I.E. Kamentsev: Effect of Growth Rate on the Concentration of Centres of Smoky Colour and on the Unit Cell Parameters of Synthetic Quartz Crystals (Kristallografia, v. 9, p. 448, 1964. In Russian).
- [12] A.A. Ballman and D.W. Rudd: The Growth of Cultured Quartz (Western Electric Engineer, v. 9, p. 3, 1965).
- [13] D.M. Dodd and D.B. Fraser: The 3 000-3 900 cm^{-1} Absorption Bands and Anelasticity in Crystalline α -Quartz (J. Phys. Chem. Solids, v. 26, p. 673, 1965).
- [14] D.W. Rudd, E.E. Houghton and W.J. Carrol: Mechanical Q of Alpha-Quartz Rapidly Evaluated (Western Electric Engineer, v. 10, p. 22, 1966). [15] W.J. Spencer and K. Haruta: Defects in Synthetic Quartz (J. Appl. Physics, v. 37, p. 549, 1966).
- [16] A.R. Lang and V.F. Miuskov: Dislocation and Fault Surface in Synthetic Quartz (J. Appl. Phys., v. 38, p. 2477, 1967).
- [17] G. Matsuki and F. Iwasaki: Hydrogen Bonded OH in Synthetic Quartz (Japan, J. Appl. Phys., v. 7, p. 1 136, 1968).
- [18] I. Koga: Specifying Quartz Crystal Cuts without Regard to Handedness (Proc. IEEE, v. 57, No. 12, 1969, p. 2171).
- [19] B. Sawyer: Q Capability Indication from Infrared Absorption Measurements for Na_2CO_3 Processed Cultured Quartz (IEEE Trans. Sonics and Ultrasonics, v. SU-19, p. 41, 1972).
- [20] N.C. Lias, E.E. Grudenski, E.D. Kalb and R.A. Laudise: The Growth of High Acoustic Q Quartz at High Growth Rates (J. Crys. Growth, v. 18, p. 1, 1973).
- [21] J. Asahara, E. Yazaki, K. Takazawa and K. Kita: Influences of the Inclusions in Synthetic Quartz (Proc. 29th Ann. Freq. Control Symp., p. 21 1, 1975).

- [22] J.C. Brice and A.M. Cole: The Characterization of Synthetic Quartz by Using Infrared Absorption (Proc. 32nd Ann. Freq. Control Symp., p. 1, 1978).
- [23] J.F. Balascio and N.C. Lias: Standard Characterization Methods for the Determination of the Quality of Hydrothermally Grown Quartz (Proc. 37th Ann. Freq. Control Symp., p. 157, 1983).
- [24] M. Ikeda, M. Kurashige, S. Maeda, Y. Mikawa, K. Nagai, J. Takahashi, H. Takashima, M. Kyono, N. Yamamoto: Study and Proposal of Alpha-Grade Evaluation Procedure for Synthetic Quartz Crystal (Proc. 54th Ann. Freq. Control Symp., p. 206, 2000).
- [25] J.C. Brice: Crystals for Quartz Resonators (Reviews of Modern Physics, v. 57, No. 1, p. 105, 1985).
- [26] B. Sawyer: Quality Indications from Infrared Absorption Measurements on Cultured Quartz (IEEE Trans. on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control, p. 558, 1987).
- [27] J.J. Martin: Electrodiffusion (Sweeping) of Ions in Quartz - a Review (IEEE Trans. on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control, p. 228, 1988).
- [28] J.G. Gualtieri and K.L. Blisnuk: Spurious Surface Finish Improvement of the Infrared Extinction Coefficient of Alpha Quartz. (IEEE Trans. on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control, p. 494, 1991).
- [29] B. Sawyer: International Round Robin in Infrared Alpha Measurements on Slices of Synthetic Quartz (IEEE Trans. on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control, p. 467, 1994).

Withdawn
 IECNORM.COM: Click to view the full PDF of IEC60758-2:2008

IECNORM.COM: Click to view the full PDF of IEC 60758:2008

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS	55
1 Domaine d'application	57
2 Références normatives	57
3 Termes et définitions	57
4 Spécification pour un cristal de quartz synthétique brut	61
4.1 Valeurs normalisées	61
4.1.1 Orientation du germe	61
4.1.2 Densité des inclusions	61
4.1.3 Indications de qualité par la méthode d'absorption infrarouge α_{3500} , α_{3585} , α_{3410}	62
4.1.4 Caractéristique fréquence-température (Figure 4 et 4.2.7)	62
4.1.5 Densité des canaux de corrosion ρ	62
4.2 Exigences et méthodes de mesure	63
4.2.1 Orientation	63
4.2.2 Polarité	63
4.2.3 Dimensions d'un cristal de quartz synthétique	63
4.2.4 Dimensions du germe	63
4.2.5 Imperfections	64
4.2.6 Evaluation de la qualité par la méthode de la mesure du coefficient d'extinction infrarouge α	66
4.2.7 Caractéristiques fréquence-température	68
4.2.8 Densité des canaux de corrosion	68
4.3 Marquage	70
4.3.1 Exigences relatives à l'expédition	70
5 Spécification pour le cristal de quartz synthétique préébauché	70
5.1 Valeurs normalisées	70
5.1.1 Tolérance sur les dimensions	70
5.1.2 Planéité de la surface de référence	70
5.1.3 Tolérance angulaire sur la surface de référence	70
5.1.4 Excentricité du germe	70
5.2 Exigences et méthodes de mesure	71
5.2.1 Barreaux de quartz brut utilisés pour les barreaux de quartz préébauché	71
5.2.2 Dimensions du cristal de quartz synthétique préébauché	71
5.2.3 Identification sur la surface de référence	71
5.2.4 Mesure de la planéité de la surface de référence	71
5.2.5 Mesure de la tolérance sur l'angle de la surface de référence	71
5.2.6 Excentricité du germe	71
5.3 Conditions de livraison	71
5.3.1 Marquage	71
5.3.2 Emballage	71
5.3.3 Lot de confection	71
6 Règle d'inspection pour le cristal de quartz synthétique et le cristal de quartz synthétique préébauché	72
6.1 Règle d'inspection pour le cristal de quartz synthétique brut	72
6.1.1 Inspection	72

6.1.2	Essai lot par lot	72
6.2	Règle d'inspection pour le cristal de quartz synthétique préébauché	73
6.2.1	Essai lot par lot	73
7	Lignes directrices pour l'utilisation du cristal de quartz synthétique	74
7.1	Généralités	74
7.1.1	Vue d'ensemble	74
7.1.2	Cristal de quartz synthétique	74
7.2	Forme et dimensions du cristal de quartz synthétique	75
7.2.1	Désignation des axes et faces du cristal de quartz	75
7.2.2	Germe	75
7.2.3	Formes et dimensions	75
7.2.4	Zones de croissance	75
7.3	Méthode normalisée permettant d'évaluer la qualité du cristal de quartz synthétique	76
7.4	Autres méthodes de contrôle de la qualité du cristal de quartz synthétique	76
7.4.1	Inspection visuelle	77
7.4.2	Méthode d'absorption du rayonnement infrarouge	77
7.4.3	Méthodes diverses	77
7.5	Classes du point de vue du coefficient d'extinction	78
7.6	Classes optionnelles (selon commande) en fonction des inclusions, des canaux de corrosion, de la concentration en aluminium	78
7.6.1	Inclusions	78
7.6.2	Canaux de corrosion	78
7.6.3	Teneur en aluminium	78
7.6.4	Quartz électriquement purifié	79
7.7	Rédaction des commandes	79
Annexe A (informative)	Procédures d'échantillonnage fréquemment utilisées	89
Annexe B (informative)	Exemple numérique	92
Annexe C (informative)	Exemple de choix des échantillons de référence	93
Annexe D (informative)	Explication des pieds à coulisse à pointes	94
Annexe E (informative)	Correction de la valeur alpha d'absorbance infrarouge	95
Annexe F (informative)	Différence de système d'axes orthogonaux pour le quartz entre la norme CEI et la norme IEEE	99
Bibliographie		101

Figure 1 – Sections théoriques d'un cristal de quartz synthétique obtenu à partir d'un germe de coupe Z

80

Figure 2 – Désignation des faces et des axes d'un cristal de quartz

81

Figure 3 – Exemple typique de découpage des lames de coupe AT, de celles parallèles à la petite face rhomboédrique, de celles de coupe X, de celles de coupe Y et de celles de coupe Z

82

Figure 4 – Courbe fréquence-température d'un quartz d'essai pour la pente

83

Figure 5 – Désignation des faces et des axes d'un cristal de quartz

84

Figure 6 – Cristal de quartz synthétique cultivé sur un germe de coupe Z de petites dimensions X

84

Figure 7 – Exemple d'une relation du début des années 1970 entre le coefficient d'extinction infrarouge et la valeur du facteur de qualité Q d'un quartz synthétique

85

Figure 8 – Encombrements d'un quartz synthétique préébauché et dimensions par rapport aux axes X, Y et Z	86
Figure 9 – Déviation angulaire de la surface de référence.....	87
Figure 10 – Excentricité du germe par rapport aux dimensions le long de l'axe Z ou Z'	88
Figure D.1 – Pieds à coulisse à pointes	94
Figure D.2 – Pieds à coulisse numériques à pointes.....	94
Figure E.1 – Schéma de la configuration de mesure.....	96
Figure E.2 – Relation graphique entre les valeurs alpha moyennées et les valeurs alpha mesurées aux trois nombres d'onde de α_{3500} , α_{3585} et α_{3410}	98
Figure F.1 – Cristaux de quartz gauche et droit	100
Tableau 1 – Densités des inclusions pour les classes	61
Tableau 2 – Indications de qualité par la méthode d'absorption infrarouge pour les classes	62
Tableau 3 – Densités des canaux de corrosion pour les classes.....	63
Tableau 4 – Conditions et exigences d'essai applicables à l'essai lot par lot pour le groupe A	72
Tableau 5 – Conditions et exigences d'essai applicables à l'essai lot par lot pour le groupe B	73
Tableau 6 – Conditions et exigences d'essai applicables à l'essai lot par lot	74
Tableau B.1 – Échantillonnage simplifié des barreaux, méthode – Méthode 1.....	92
Tableau B.2 – Échantillonnage simplifié des barreaux.....	92
Tableau E.1 – Exemple de données d'étalonnage à α_{3585}	97
Tableau E.2 – Exemple de données d'étalonnage à α_{3500}	97
Tableau E.3 – Exemple de données d'étalonnage à α_{3410}	97

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

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

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 n'a prévu aucune procédure de marquage valant indication d'approbation et n'engage pas sa responsabilité pour les équipements déclarés conformes à une de ses Publications.
- 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 des 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 propriété intellectuelle ou de droits analogues. La CEI ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et de ne pas avoir signalé leur existence.

La Norme internationale CEI 60758 a été établie par le comité d'études 49 de la CEI: Dispositifs piézoélectriques et diélectriques pour la commande et le choix de la fréquence.

Cette quatrième édition annule et remplace la troisième édition publiée en 2004. Cette édition en constitue une révision technique.

La présente édition comporte les modifications techniques significatives suivantes par rapport à l'édition précédente:

- la préparation de l'échantillon de lame de coupe AT en vue de la gravure chimique a été modifiée de manière à la rendre plus facile;
- la classification en classes de canaux de corrosion a été modifiée compte tenu de la demande de l'utilisateur;

- une explication des différences relatives aux axes du quartz entre l'IEEE et la CEI a été ajoutée comme Annexe F.

La présente version bilingue (2012-09) correspond à la version anglaise monolingue publiée en 2008-11.

Le texte anglais de cette norme est issu des documents 49/808/FDIS et 49/814/RVD.

Le rapport de vote 49/814/RVD donne toute information sur le vote ayant abouti à l'approbation de cette norme.

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

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 maintenance 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.

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

1 Domaine d'application

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

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

CEI 60068-1:1988, *Essais d'environnement – Première partie: Généralités et guide*
Amendement 1: 1992

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

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

CEI 61994 (toutes parties), *Dispositifs piézoélectriques et diélectriques pour la commande et le choix de la fréquence – Glossaire*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants ainsi que ceux donnés dans la CEI 61994 s'appliquent.

3.1

croissance hydrothermale du cristal

littéralement, croissance qui s'effectue en présence d'eau, à température et à pression élevées comme le processus géologique qui a dû se produire dans l'écorce terrestre. Les procédés industriels de croissance du quartz synthétique utilisent des solutions d'eau alcaline mises dans des autoclaves à des températures (330 °C à 400 °C) et des pressions (700 atmosphères à 2 000 atmosphères) supercritiques

NOTE L'autoclave est divisé en deux chambres: l'une à la température la plus élevée servant à la dissolution des fragments de quartz brut, l'autre à une température plus basse contenant des germes de croissance taillés (voir 7.1.2).

3.2

cristal de quartz synthétique

monocristal de quartz α obtenu par la méthode hydrothermale. Le monocristal peut être de polarité droite ou gauche et non usiné après croissance. « Quartz de culture » a la même signification que « cristal de quartz synthétique »

3.2.1

cristal de quartz synthétique non usiné après croissance, dit brut

quartz monocristallin obtenu par la méthode hydrothermale. « Non usiné après croissance » ou « brut » renvoie à l'état de traitement et indique un état avant qu'un traitement quelconque ne soit appliqué, à l'exclusion des opérations de contrôle de la qualité.

3.2.2

barreau Y brut

cristaux obtenus à partir d'un germe ayant la plus grande dimension dans la direction Y

3.2.3

barreau Z brut

cristaux dans lesquels le secteur cultivé dans la direction Z est plus vaste que le secteur cultivé dans la direction X. La taille relative du secteur de croissance est commandée par la dimension X du germe.

3.3

lot de cristaux de quartz synthétique

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

3.4

germe

lamelle ou barreau de quartz parallélépipédique rectangulaire utilisé(e) comme noyau pour la croissance du cristal

3.5

zones de croissance

régions du cristal de quartz synthétique résultant de la croissance suivant des directions cristallographiques différentes (voir Figure 1)

3.6

orientation d'un cristal de quartz synthétique

orientation de son germe par rapport aux axes orthogonaux définis en 3.7

3.7

système d'axes orthogonaux du cristal de quartz α

système d'axes orthogonaux constitué de trois axes mutuellement verticaux dont un axe X, un axe Y et un axe Z

3.7.1

système d'axes pour le quartz (illustré à la Figure 2)

NOTE Le germe de coupe Z peut être orienté selon un angle inférieur à 20° à partir de l'axe Y, dans ce cas le système d'axes devient x, Y', z' .

3.7.2

lamelle de coupe AT

lamelle de quartz de coupe Y obtenue par rotation orientée selon un angle d'environ $+35^\circ$ autour de l'axe X ou d'environ -3° à partir de la petite face rhomboédrique z comme indiqué à la Figure 3

3.7.3

lamelle de coupe z (petite face rhomboédrique)

lamelle de cristal parallèle à la petite face rhomboédrique z comme indiqué à la Figure 3a

3.7.4

lamelle de coupe X

lamelle de quartz perpendiculaire à l'axe X, comme indiqué à la Figure 3b

3.7.5

lamelle de coupe Y

lamelle de quartz perpendiculaire à l'axe Y, comme indiqué à la Figure 3b

3.7.6

lame de coupe Z

lame de quartz perpendiculaire à l'axe Z, comme indiqué à la Figure 3b

3.8

dimensions

dimensions propres à la croissance sur un germe de coupe Z orienté selon un angle inférieur à 20° à partir de l'axe Y

3.8.1

dimensions brutes

dimensions maximales suivant les axes X, Y, ou Y' et Z ou Z' mesurées le long des axes X, Y- et Z'

3.8.1.1

dimension Z effective

dimension Z effective brute définie comme étant la mesure minimale dans la direction Z ($\Theta = 0^\circ$) ou Z' dans l'aire utilisable Y ou Y' d'un cristal non usiné après croissance et décrite par Z_{eff} , comme indiqué à la Figure 1

3.8.1.2

dimension Z minimale

distance minimale de la surface du germe jusqu'à la surface Z décrite par Z_{min} comme indiqué à la Figure 1d

3.8.2

dimensions propres à la croissance sur un germe de coupe Z orienté selon un angle supérieur à 20° à partir de l'axe X
(à l'étude)

3.9

inclusion

tout matériau étranger localisé à l'intérieur d'un cristal de quartz synthétique et visible par examen en lumière dispersée produite par une source intense, le cristal étant immergé dans un liquide d'indice de réfraction adapté à celui du quartz

Une inclusion particulièrement courante est l'acmite minérale (silicate de fer et sodium)

3.9.1

voile du germe

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

3.9.2

canal révélé par attaque chimique

cavité grossièrement cylindrique qui est présente le long d'une ligne de dislocation après attaque chimique d'un cristal de quartz

3.10

dopant

tout additif utilisé dans le procédé de croissance et susceptible de modifier la forme cristalline, la composition chimique, les propriétés physiques ou électriques d'un lot de quartz synthétique

3.11

barreau prédimensionné

tout barreau dont les dimensions brutes ont été modifiées par sciage, polissage, rodage, etc., de façon à satisfaire à une exigence dimensionnelle particulière

3.12

concentration des impuretés

concentration des impuretés par rapport aux atomes de silicium

3.13

dislocations

défauts linéaires dans le cristal dus à des plans d'atomes mal placés

3.14

canal révélé par attaque chimique

cavité grossièrement cylindrique présente le long d'une ligne de dislocation après attaque chimique d'une plaquette d'essai préparée à partir d'un cristal de quartz

3.15

autoclave

récipient pour les conditions de haute pression et haute température requises pour la croissance d'un cristal de quartz synthétique

3.16

quartz droit ou quartz gauche

polarité d'un cristal de quartz telle que déterminée en observant le sens de polarisation de l'orientation optique en lumière polarisée. Le quartz droit est le cristal dextrogyre et le quartz gauche le cristal lévogyre

3.17

macle

association de cristaux suivant les lois de la cristallographie liées de manière symétrique à des faces ou axes spécifiques

Les types suivants ont été identifiés dans les cristaux de quartz synthétique:

a) macle électrique

cristal de quartz dans lequel il existe des régions ayant l'axe Z commun et présentant une inversion de polarité de l'axe électrique X

b) macle optique

cristal de quartz dans lequel les régions ayant l'axe Z commun montrent une inversion de polarité de l'axe optique Z

3.18

coefficient d'absorption infrarouge de valeur α

coefficient (appelé « la valeur α ») établi en déterminant la relation entre les absorptions de deux longueurs d'onde: l'une avec une absorption minimale due à l'impureté OH, l'autre avec une forte absorption due à la présence d'impuretés OH dans le réseau cristallin. L'impureté OH crée des pertes mécaniques dans les résonateurs et sa présence est corrélée à la présence d'autres impuretés inductrices de pertes. La valeur α est une mesure de la concentration en OH et est corrélée aux pertes mécaniques attendues en raison d'impuretés du matériau. La valeur α du coefficient d'absorption infrarouge est déterminée à l'aide de l'équation:

$$\alpha = \frac{1}{t} \log \frac{T_1}{T_2}$$

où

α est le coefficient d'absorption infrarouge;

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

T_1 est la transmission en pourcentage à un nombre d'onde de 3 800 cm^{-1} ou de 3 979 cm^{-1} ;

T_2 est la transmission en pourcentage à un nombre d'onde de 3 410 cm^{-1} , 3 500 cm^{-1} ou 3 585 cm^{-1} .

3.19

cristal de quartz synthétique préébauché

quartz synthétique dont les faces X et Z ou Z' telles qu'elles ont été obtenues « après croissance » ont été usinées planes et parallèles par sciage, dégrossissage, rodage, etc., pour répondre à des dimensions et à une orientation spécifiées

3.19.1

barreau Y préébauché

barreau de quartz qui a été préébauché à partir d'un barreau Y brut

3.19.2

barreau Z préébauché

barreau de quartz qui a été préébauché à partir d'un barreau Z brut

3.20

surface de référence

face que l'on a préparée pour déterminer la planéité et l'orientation d'un barreau préébauché par rapport à l'axe cristallographique (normalement la direction X)

4 Spécification pour un cristal de quartz synthétique brut

4.1 Valeurs normalisées

4.1.1 Orientation du germe

Les valeurs normalisées pour l'orientation du germe sont les coupes Z et les coupes obtenues par rotation autour de l'axe X, coupe parallèle à la petite face rhomboédrique z, coupe Z + 1°30', coupe Z + 2°, coupe Z + 5° et coupe Z + 8°30', l'axe Z' des trois derniers germes étant tourné comme indiqué à la Figure 2.

4.1.2 Densité des inclusions

La densité des inclusions (mesurée comme indiqué en 4.2.5.3) pour chaque classe ne doit pas être supérieure aux valeurs données pour la gamme de dimensions correspondant à la classe indiquée, comme le montre le Tableau 1.

Tableau 1 – Densités des inclusions pour les classes

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

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

4.1.3 Indications de qualité par la méthode d'absorption infrarouge, α_{3500} , α_{3585} , α_{3410}

La valeur (valeur α) du coefficient d'extinction d'absorption infrarouge d'un cristal de quartz synthétique (mesurée suivant 4.2.6) doit être conforme à la colonne appropriée du Tableau 2, pour α_{3500} , α_{3585} , ou α_{3410} pour les différentes classes:

Tableau 2 – Indications de qualité par la méthode d'absorption infrarouge pour les classes

Classes	Maxima			Avant 1987 ^a Q·10 ⁶ unités
	α_{3500}	α_{3585}	α_{3410}	
Aa	0,026	0,015	0,075	3,8
A	0,033	0,024	0,082	3,0
B	0,045	0,050	0,100	2,4
C	0,060	0,069	0,114	1,8
D	0,080	0,100	0,145	1,4
E	0,120	0,160	0,190	1,0

a Ces valeurs du facteur de qualité Q, obtenues par des mesures de α et une corrélation empirique, ont été d'usage courant avant 1987. Elles ont été incluses ici comme étiquettes antérieures pour maintenir la continuité à travers le changement pour préconiser les étiquettes α . α est la mesure physique désormais utilisée pour contrôler et spécifier la qualité d'un quartz synthétique.

Les limites d'essai données ci-dessus soit correspondent aux limites de α_{3500} , soit sont inchangées (à l'exception des classes B et D) par rapport aux valeurs de facteur de qualité Q données dans la première édition de la CEI 60758. Cette première édition désignait certaines de ces mêmes classes en termes de facteur de qualité Q minimal en unités 10⁶, comme suit:

A = 3,0;

B = 2,2 (la base utilisée ici) anciennement 2,4 dans la première édition;

C = 1,8;

D = 1,4 (révisée),

E = 1,0 (identique à l'ancienne classe D).

4.1.4 Caractéristique fréquence-température (Figure 4 et 4.2.7)

La courbe fréquence-température d'un résonateur à quartz synthétique doit être obtenue par la détermination de la variation relative de la fréquence mesurée à 15 °C et 35 °C par rapport à la fréquence de résonance série à 25 °C. La variation relative de fréquence doit être comme indiqué ci-dessous:

- variation relative de fréquence à 15 °C: $(+0,5 \text{ à } +1,5) \times 10^{-6}$;
- variation relative de fréquence à 35 °C: $(-0,5 \text{ à } -1,5) \times 10^{-6}$.

Les mesures doivent être effectuées conformément à 4.7.3 de la CEI 60122-1.

4.1.5 Densité des canaux de corrosion ρ

Lorsqu'elle est exigée, la densité des canaux de corrosion, ρ , par cm² (mesurée comme décrit en 4.2.8), pour chaque classe doit correspondre aux valeurs répertoriées dans le Tableau 3.

Tableau 3 – Densités des canaux de corrosion pour les classes

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

4.2 Exigences et méthodes de mesure

4.2.1 Orientation

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

4.2.2 Polarité

La polarité du germe doit être spécifiée: droite ou gauche (voir Figure 2).

4.2.3 Dimensions d'un cristal de quartz synthétique

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

4.2.3.1 Dimension suivant l'axe Y ou Y'

La dimension doit être telle que spécifiée (voir Figure 1d).

4.2.3.2 La dimension suivant l'axe Z ou l'axe Z' doit être mesurée au moyen de pieds à coulisse

La dimension suivant l'axe Z ou Z' doit être spécifiée comme étant la dimension maximale suivant l'axe Z ou Z' dans la plus grande zone X (voir Figure 1c).

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

La dimension Z_{eff} ou Z'_{eff} doit être spécifiée comme étant la dimension minimale suivant l'axe Z ou Z' (voir Figure 1c).

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

La dimension doit être telle que spécifiée (voir Figures 1c et 1d).

4.2.3.5 Dimension suivant l'axe X

La dimension brute suivant l'axe X doit être telle que spécifiée (voir Figure 1c).

4.2.4 Dimensions du germe

4.2.4.1 Dimension Z ou Z'

La dimension Z ou Z' (c'est-à-dire l'épaisseur) du germe de coupe Z ou de coupe Z' obtenue par rotation doit être inférieure à 3 mm, sauf spécification contraire.

4.2.4.2 Dimension X

La dimension X du germe doit être telle que spécifiée.

4.2.5 Imperfections

4.2.5.1 Macles

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

4.2.5.2 Fêlures et fractures

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

4.2.5.3 Densité des inclusions

Les deux méthodes de mesure suivantes sont utilisées et il est possible de choisir l'une ou l'autre.

Méthode 1

Les inclusions dans la gamme déclarée sont comptées visuellement par cm^3 dans des volumes échantillons du cristal, en utilisant un microscope stéréoscopique binoculaire à grossissement par 30 et par 40, équipé pour un comptage dans un champ circulaire ou carré d'une échelle réticulaire étalonnée permettant la détermination des dimensions des particules; un éclairage latéral intense (lampes halogènes, par exemple) sur un fond noir mat en retrait est nécessaire. Au besoin, on s'aidera d'un liquide d'indice de réfraction adapté ($n = 1,55$ environ) pour la transparence. L'équipement comprendra également les moyens appropriés de mesure des dimensions des volumes échantillons choisis pour le comptage.

Méthode 2

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

4.2.5.3.1 Echantillonnage

Lorsque le contrôle de qualité exige que soit déterminée soit la densité des inclusions, soit la densité des canaux de corrosion, et parce que les coûts en termes de durée, temps de travail et argent sont considérables, on établit normalement, par accord entre le vendeur et l'acheteur, un plan d'échantillonnage non seulement des barreaux mais aussi des régions de ces barreaux.

Il est clair que le contrôle le moins coûteux à privilégier est celui correspondant à une situation dans laquelle la densité des inclusions ou des canaux de corrosion est nettement inférieure aux limites d'essai, les prélèvements étant alors rares. Mais de telles situations sont rarement atteintes; aussi, pour un contrôle approprié des densités, est-il nécessaire d'exiger parfois des stratégies de contrôle plus rigoureuses, de les trouver, les développer et les faire agréer mutuellement par le vendeur et l'acheteur.

Des méthodes statistiques irréfutables sont exigées pour répondre aux exigences d'essais agréés de l'assurance de la qualité et donner la certitude que le nombre de

cristaux et de volumes où l'on opère le comptage est suffisamment représentatif. Les procédures d'échantillonnage et les essais statistiques d'assurance de la qualité étant décrits dans de nombreux ouvrages, les principes qui les guident ne sont pas détaillés ici.

4.2.5.3.2 Echantillonnage du lot

Habituellement, pour l'échantillonnage d'un lot et pour représenter sa population, on choisit un ou plusieurs barreaux. Le nombre de barreaux choisis doit être fonction du nombre de barreaux dans le lot, du type de cristaux, de l'application prévue, de l'écart entre les densités d'inclusions du lot dans chaque gamme de dimensions moyennes et celles souhaitées, et de l'exigence liée au NQA nécessaire pour prouver suffisamment que la densité d'inclusions du lot dans chaque gamme de dimensions doit être inférieure aux limites fixées pour la classe applicable. Le nombre de barreaux de l'échantillon doit être représentatif du lot en fonction des densités d'inclusion. Si l'on doit s'écarter de cette règle, il faut faire comme si les densités d'inclusions étaient plus importantes et non plus faibles.

4.2.5.3.3 Volumes dans un barreau

Un groupe de volumes est ensuite choisi dans chaque barreau de l'échantillon pour le comptage des inclusions. Les limites du volume sont déterminées par la surface du champ focal du microscope (ou d'un carré aux dimensions du réticule) et, en profondeur, soit par la hauteur du barreau, soit par le domaine de réglage en longueur de la profondeur du champ du microscope choisi par l'utilisateur. Il est nécessaire de déterminer et de totaliser les volumes dans lesquels les comptages seront cumulés. Pour la sélection des valeurs pour le comptage, il est recommandé d'inclure principalement les régions (habituellement les zones de croissance Z, comme montré à la Figure 3) dont le matériau sera utilisé dans le produit fini; il convient de ne pas écarter de ces régions les volumes à forte densité d'inclusions. Le nombre de volumes par barreau doit, au minimum, être de six pour des raisons de fiabilité statistique.

L'emplacement des volumes dans un barreau doit être réparti uniformément dans son espace X, Y, Z afin d'inclure les variations de la densité des inclusions en fonction de ces variables indépendantes. Les barreaux de quartz synthétique typiques (voir Figure 3a) sont longs dans la direction de l'axe Y et courts dans la direction des axes X et Z. Normalement, la plus grande variation de la densité des inclusions apparaît dans le sens de croissance d'une zone, par exemple la dimension Z dans la zone Z (Figures 1a et 3). Ainsi, pour les cristaux de grande dimension dans l'axe Z, les régions échantillons doivent être choisies à diverses distances Z du germe pour assurer que la gamme des dimensions selon Z du barreau est bien représentée par les volumes échantillons du groupe. De même, toute variation notée selon Y ou X doit être échantillonnée, si de telles variations sont présentes.

Pour une bonne répartition des volumes échantillons dans un barreau typique, on marque la plus petite surface X de lignes transversales Z' perpendiculaires au germe à des intervalles réguliers de 10 mm, sur toute la longueur Y de la surface. Les volumes échantillons pour le comptage des inclusions sont choisis selon les besoins à l'intérieur de chaque rectangle formé par les marques et les surfaces du cristal. Pour la localisation des volumes échantillons à diverses distances du germe dans les cristaux de petites dimensions (lorsqu'une zone Z mesure moins du double du diamètre du champ du microscope), il convient d'alterner proximité et éloignement du germe. Pour des cristaux plus grands, il convient de choisir les volumes selon Z dans son domaine de façon que chaque gamme de dimensions d'inclusions soit représentée dans les volumes échantillons. Différents plans d'échantillonnage fréquemment utilisés sont donnés à l'Annexe A.

4.2.5.3.4 Comptage des inclusions

De l'intérieur du rectangle marqué où le comptage est effectué, on balaie le champ de vision circulaire ou carré au choix, verticalement selon la hauteur X choisie et dans le domaine de réglage en profondeur du microscope, de la façon suivante.

Si l'échantillon est un barreau Y dont la hauteur suivant X est relativement petite, les balayages seront effectués en plusieurs endroits suivant Z dans le sens de la longueur (sous éclairage latéral, la petite surface X dirigée vers le haut). En commençant dans un rectangle placé à l'un des bouts de la zone utilisable, on effectue un comptage des inclusions dans un volume cylindrique (ou parallélépipédique) X . En partant un peu au-dessous de la surface X (et en mettant à part le matériau de surface), toutes les inclusions visibles dans le foyer sont classées par catégorie et le comptage est effectué par catégorie dans les dimensions exigées par le client: $10\ \mu\text{m}$ à $30\ \mu\text{m}$, $30\ \mu\text{m}$ à $70\ \mu\text{m}$, $70\ \mu\text{m}$ à $100\ \mu\text{m}$ et supérieures à $100\ \mu\text{m}$. Après réglage du microscope à un niveau inférieur, un nouveau comptage est effectué, les inclusions étant comptabilisées selon la règle précédente. On poursuit le balayage sur toute la hauteur X choisie. La procédure est ensuite répétée aux différents endroits choisis de l'échantillon.

Dans chacune des quatre catégories, on comptabilise le nombre d'inclusions trouvées aux différents endroits, puis on divise par le volume global calculé pour obtenir, pour chaque catégorie, le nombre d'inclusions moyen par cm^3 du barreau. Les nombres trouvés pour chacun des barreaux de l'échantillon sont à nouveau moyennés et enregistrés comme représentatifs de la distribution des inclusions du lot. Si cela est désiré ou requis, on peut aussi enregistrer les valeurs moyennes maximales et minimales d'un barreau. Un exemple numérique est donné à l'Annexe B.

4.2.6 Evaluation de la qualité par la méthode de la mesure du coefficient d'extinction infrarouge alpha

On considère que lorsqu'on utilise un instrument de mesure mono-faisceau, l'absorption infrarouge par centimètre à l'un ou plusieurs des nombres d'ondes $3\ 410$, $3\ 500$ ou $3\ 585$ est la mesure de la différence, dans une lame de coupe Y , entre l'absorption au nombre d'onde choisi et l'absorption dans le fond hors bande à $3\ 800\ \text{cm}^{-1}$ ou à $3\ 979\ \text{cm}^{-1}$. Sachant que α varie directement en fonction de la distribution en taille de la croissance totale Z des cristaux d'un lot, un utilisateur peut fixer son choix quant à la distribution dans le lot pour les essais des échantillons. Ce choix est souvent un cristal à Z moyen ou à Z maximal (mesure du cas le plus défavorable pour alpha maximal).

Les deux méthodes de mesure suivantes sont utilisées et il faut choisir l'une ou l'autre.

Méthode 1

Le nombre d'onde est fixé et les données de transmission positionnelles sont mesurées par balayage de l'échantillon.

Méthode 2

L'échantillon est fixe et les données de transmission sont mesurées à des nombres d'onde choisis en plusieurs points de l'échantillon.

4.2.6.1 Préparation de la lame de coupe Y

Le cristal de quartz synthétique pour l'échantillonnage est monté sur un substrat, puis découpé en lames à la scie à quartz, afin d'obtenir au moins une lame de coupe Y dont l'épaisseur après rodage et polissage sera de $5\ \text{mm}$ à $10\ \text{mm}$. $5\ \text{mm}$ est une épaisseur appropriée pour un matériau à valeur α élevée, permettant de résoudre les variations de α . La valeur moyenne est pour les α moyens et l'épaisseur de $10\ \text{mm}$ pour les matériaux aux α les plus bas, permettant la mesure des faibles absorptions.

Après le sciage, les deux faces principales de la lame sont polies, en utilisant, en premier, un mélange homogène d'un abrasif de 25 μm , et en second, un mélange homogène d'un abrasif de 3 μm . On peut aller plus loin dans le polissage au besoin, de préférence pour les bas α .

4.2.6.2 Etalonnage de spectrophotomètre à infrarouge avec une lame de coupe Y normalisée

Le spectrophotomètre est mis en route. Après un temps d'échauffement et quand tout est stabilisé, on procède à son étalonnage. L'étalonnage quotidien normal inclut les réglages limites de la transmission (0 % à 100 %) ou de l'absorbance ($\log T = 1,0$ à 0), la vitesse de défilement du papier et la synchronisation du balayage de l'échantillon. En évaluation et en utilisation normale, l'ouverture du faisceau est fixée à 1,5 mm; cette ouverture peut être portée sur demande à 5 mm pour les mesures des plus petites valeurs α . La hauteur d'ouverture ne doit pas être supérieure à la dimension X du germe, ou à 5,0 mm. On place ensuite la lame polie normalisée de coupe Y sur son support que l'on monte ensuite dans le dispositif de balayage.

On affiche un nombre d'onde pour obtenir le fond (en dehors de la bande d'absorption OH, mais près de celle-ci), habituellement $3\,800\text{ cm}^{-1} \pm 3\text{ cm}^{-1}$; l'échantillon est ensuite remplacé dans le faisceau en synchronisation avec le défilement du papier enregistreur au nombre d'onde affiché. Un tel balayage est effectué seulement dans les zones de croissance Z de la lame de coupe Y (comme montré dans les Figures 1 et 3). Dans certains cas, lorsque le bruit de fond pose problème (d'utilisation d'un faisceau unique, par exemple), un nombre d'onde de $(3\,979 \pm 3)\text{ cm}^{-1}$ permet d'atténuer le bruit de fond. Si la trace de balayage du fond n'est pas parfaitement plate en dehors du germe et dans le voisinage de celui-ci, on doit appliquer sur les deux faces principales de la lame semi-polie de coupe Y une fine pellicule de graisse fluorolube. Les variations de la ligne de référence ne doivent pas être supérieures à 0,02 unité d'absorption pendant le balayage. Le balayage de l'échantillon pour obtenir le fond ayant été correctement effectué, on ajuste le nombre d'onde à la valeur choisie, $3\,410\text{ cm}^{-1}$, $3\,500\text{ cm}^{-1}$ ou $3\,585\text{ cm}^{-1} (\pm 3\text{ cm}^{-1})$. L'échantillon est remplacé dans sa position initiale et le papier enregistreur remis à son point initial d'enregistrement. L'échantillon est ensuite exploré pour obtenir le tracé de son absorption infrarouge au nombre d'onde affiché dans la bande d'absorption.

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

$$\alpha = \frac{A^{**} - A^{*}}{\text{épaisseur de lame de coupe Y en centimètres}}$$

où

A^{*} est la valeur de 3 800 ou 3 979 choisie;

A^{**} est la valeur de 3 410, 3 500 ou 3 585 choisie.

NOTE A est le logarithme (base 10) de la fraction du faisceau incident absorbé par l'échantillon au nombre d'onde souscrit.

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

4.2.6.3 Mesure d'essai d'une lame de coupe Y

Après un bon étalonnage, chaque lame inconnue préalablement préparée (polie de préférence) est explorée aux nombres d'onde du bruit de fond et de la bande

d'absorption des groupes OH choisie, en utilisant au besoin une fine pellicule d'huile pour les lames semi-polies. Leurs valeurs α correspondantes sont calculées en utilisant l'équation ci-dessus. Les régions exclues de cette détermination sont celles situées à $\pm 2,0$ mm du centre du germe et celles de la zone de croissance au-delà des dimensions appropriées du barreau préébauché.

4.2.6.4 Correction de la valeur alpha par un échantillon normalisé

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

4.2.7 Caractéristiques fréquence-température

Les spécifications du résonateur à quartz permettant d'évaluer les caractéristiques de fréquence en fonction de la température doivent être les suivantes, les mesures devant être effectuées conformément à la CEI 60122-1:

- fréquence 10 MHz $\pm$ 10 kHz (fondamentale);
- localisation de l'éprouvette zone Z;
- orientation de la lame coupe AT 35°15' $\pm$ 30";
- forme de la lame carrée plate et à faces parallèles, avec un côté parallèle à l'axe X-;
- dimensions latérales de la lame 8 mm $\times$ 8 mm;
- diamètre de l'électrode 4 mm $\pm$ 0,1 mm;
- variation de fréquence équivalente 70 $\pm$ 20/-0 kHz;
- matière de l'électrode argent ou or;
- points supports deux coins opposés;
- finition de la surface polie (la dimension moyenne des particules d'abrasif doit être inférieure à 3 μ m); ensuite, attaque par l'acide à environ 200 kHz;
- planéité de la surface quand on éclaire en lumière monochromatique à travers un plan étalon de verre et qu'on examine une zone circulaire de diamètre égal à 6 mm, le produit du nombre d'anneaux par la fréquence exprimée en mégahertz ne doit pas dépasser 5 en lumière jaune ou 6 en lumière verte;
- parallélisme les deux faces de la lame doivent être parallèles, à 10" près;
- fermeture hermétiquement fermée dans une atmosphère d'azote sec aux conditions atmosphériques normales de température et de pression (voir 5.1 de la CEI 60068-1: 1988).

La spécification particulière doit prescrire la pente maximale et minimale de la caractéristique fréquence-température (Figure 4).

4.2.8 Densité des canaux de corrosion

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

4.2.8.1 Echantillonnage de cristaux d'un lot

Pour atteindre un niveau de fiabilité statistique spécifié, l'échantillonnage du lot doit être basé sur une méthode appropriée au cas des canaux de corrosion: la méthode statistique des NQA; en effet, la population des canaux de corrosion dépend et des canaux dans le germe et du procédé de croissance du matériau autour du germe. Il est préférable de sélectionner et de grouper les germes pour leur densité de canaux, et de noter leur emplacement dans l'autoclave, ou de s'assurer que l'échantillonnage des germes comme du matériau de croissance est adéquat; il est en effet possible que les germes soient différents les uns des autres, sauf si l'ensemencement est intentionnellement contrôlé.

4.2.8.2 Préparation de la lame de coupe AT pour l'attaque chimique

On découpe un cristal de quartz synthétique pour obtenir une lame de coupe AT (à $35,25^\circ \pm 3^\circ$ du plan Y) d'épaisseur à 10 mm. Il convient que la lame contienne de préférence tout le germe dans sa hauteur, encore que, dans certains cas spéciaux, il soit possible d'utiliser des lames plus minces avec moins de hauteur de germe, à condition que la quantité de matériau spécifiée soit enlevée à chaque polissage. L'identité de la lame doit être marquée au crayon diamant de préférence sur sa petite face X; la profondeur du marquage doit être telle que l'identité reste lisible après le polissage et l'attaque chimique.

Après le sciage et le marquage, la lame est polie sur ses deux faces principales, d'abord avec un mélange homogène d'un abrasif de 25 μm , ensuite, après nettoyage, avec un mélange homogène d'abrasif de 11,5 μm . Au moins 0,25 mm de l'épaisseur totale du quartz doivent être enlevés au premier polissage et 0,10 mm au second. La lame est ensuite nettoyée afin que l'attaque chimique soit uniformément assurée sur toutes ses faces, ce qui sera mis en évidence par l'aspect mat uniforme après l'attaque chimique.

4.2.8.3 Procédure d'attaque chimique pour une lame de coupe AT polie

Sous hotte, en utilisant un équipement de protection approprié (y compris tablier, gants, lunettes, écrans anti-projections), on verse du bifluorure d'ammoniaque dans un récipient convenable contenant de l'eau déionisée pour une solution saturée à $75^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$. Le bifluorure d'ammoniaque est maintenu à $75^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ à l'aide d'un bain à température constante. On utilise un thermomètre à revêtement polytétrafluoroéthylène (PTFE) pour contrôler la température de la solution. Si on préfère différentes températures pour l'attaque chimique, on adaptera la durée de l'attaque en conséquence, afin que l'exigence concernant l'enlèvement de matériau indiquée ci-après soit respectée.

La lame de coupe AT (polie et nettoyée) est plongée dans la solution saturée de bifluorure d'ammonium à l'aide de pinces revêtues de polytétrafluoroéthylène (PTFE) ou d'un support adapté inerte. Pendant l'attaque de l'acide, il convient d'agiter la solution, ou de déplacer lentement (en gros à 25 mm par seconde) la lame. En principe, une durée de 4 h est suffisante; elle dépend du nombre de lames et de la façon dont on opère. L'enlèvement de matériau doit au minimum se limiter à 0,10 mm de l'épaisseur totale et au maximum à 0,12 mm. Il faut faire en sorte que l'attaque soit uniforme; ce qu'on doit vérifier périodiquement dans le temps et de visu. Lorsque l'opération est terminée, on enlève la lame de la solution avec les pinces revêtues de PTFE et on la rince à l'eau chaude (85°C); puis on la nettoie à l'acétone et, au besoin, avec d'autres agents de nettoyage. La lame est alors prête pour un examen visuel direct.

4.2.8.4 Méthode de comptage des canaux de corrosion

On place une grille de carrés de dimensions connues allant de 0,25 cm $\times$ 0,25 cm à 0,50 cm $\times$ 0,50 cm sur la lame de coupe AT dans la zone de croissance Z indiquée à la Figure 3a. Si on le veut, on peut la placer dans la partie rectangulaire de la zone Z à la hauteur du germe. Il convient d'exclure du comptage les carrés de la grille situés à ± 2 mm de l'axe central du germe.

Chaque lame est examinée à l'aide d'un microscope binoculaire de grossissement 30 à 40 sous un éclairage puissant, dirigé sur la lame dans ses plus petites directions X. Il faut faire attention de bien régler le microscope sur la face supérieure de la lame afin d'éviter de compter des intersections de canaux dans la partie inférieure. On compte les canaux de corrosion dans chacun des carrés en se servant du système d'ajustement du microscope pour obtenir une vision claire. Quand tous les carrés ont été comptés, on calcule la valeur moyenne que l'on convertit en moyenne par centimètre carré, ρ , en multipliant par 16 pour des carrés de $0,25 \text{ cm} \times 0,25 \text{ cm}$ ou 4 pour des carrés de $0,50 \text{ cm} \times 0,50 \text{ cm}$, etc. le nombre de carrés dans 1 cm^2 .

4.3 Marquage

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

- a) nom du fabricant ou marque commerciale;
- b) orientation du cristal;
- c) polarité du cristal:
RH pour quartz droit ;
LH pour quartz gauche ;
- d) si spécifié, autres informations telles que:
 - 1) identification du lot;
 - 2) classe de qualité par α : Aa, A, B, C, D ou E;
 - 3) densité des inclusions: Ia, Ib, I, II ou III;
 - 4) densité des canaux de corrosion: 1aa, 1a, 1, 2, 3 ou 4.

4.3.1 Exigences relatives à l'expédition

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

5 Spécification pour le cristal de quartz synthétique préébauché

5.1 Valeurs normalisées

5.1.1 Tolérance sur les dimensions

Les écarts par rapport à la dimension spécifiée le long des axes X et Z ou Z' doivent être inférieurs à 0,2 mm (voir Figure 8).

5.1.2 Planéité de la surface de référence

La surface de référence doit avoir une planéité à 0,2 mm près ou comme spécifié. Il convient d'utiliser avec beaucoup de précaution la méthode d'évaluation des écarts de planéité de la surface de référence par mesures en des points isolés à partir de la face opposée (parallélisme).

5.1.3 Tolérance angulaire sur la surface de référence

La déviation angulaire de la surface de référence doit être inférieure à 15' par rapport à l'axe cristallographique spécifié (voir Figure 9).

5.1.4 Excentricité du germe

La position du germe dans le cristal de quartz synthétique préébauché est montrée à la Figure 10.

5.2 Exigences et méthodes de mesure

5.2.1 Barreaux de quartz brut utilisés pour les barreaux de quartz préébauché

Les matières premières pour le quartz synthétique préébauché doivent être conformes aux valeurs normalisées, en relation avec les exigences et méthodes de mesure de l'Article 4 de la présente norme.

5.2.2 Dimensions du cristal de quartz synthétique préébauché

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

5.2.3 Identification sur la surface de référence

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

5.2.4 Mesure de la planéité de la surface de référence

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

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

L'écart de l'angle de la surface de référence doit être mesuré par un équipement de mesure d'angle aux rayons X.

5.2.6 Excentricité du germe

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

5.3 Conditions de livraison

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

5.3.1 Marquage

Dans le code de marquage des quartz synthétiques préébauchés, le numéro du lot de croissance des quartz doit être mentionné.

5.3.2 Emballage

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

5.3.3 Lot de confection

Il est recommandé que les quartz synthétiques préébauchés, lorsqu'ils sont livrés en grande quantité, soient obtenus à partir de cristaux de quartz provenant du même lot.

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

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

6.1.1 Inspection

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

6.1.2 Essai lot par lot

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

6.1.2.1 Inspection de groupe A

Le programme d'essai pour l'inspection de groupe A est donné dans le Tableau 4.

L'échantillonnage statistique et l'inspection doivent être conformes à la CEI 60410 ou tels que convenus entre l'acheteur et le vendeur.

Il est permis d'utiliser les échantillons pour les essais de groupe A comme échantillons pour les essais de groupe B.

Tableau 4 – Conditions et exigences d'essai applicables à l'essai lot par lot pour le groupe A

Essai	D ou ND	Condition d'essai	NC	NQA %	Exigences de performance
Dimensions minimales et maximales spécifiées pour le cristal de quartz synthétique	ND	4.2.3	II	0,1	4.2.3.1 4.2.5.1 4.2.5.2
Macles		4.2.5.1			
Fêlures et fractures		4.2.5.2			
Inclusions	ND		II	0,4	4.1.2
NOTE Les numéros de paragraphe pour les conditions d'essai et exigences de performance renvoient à l'Article 4 de la présente norme. D: destructif ND: non destructif NC: niveau de contrôle NQA: = niveau de qualité acceptable					

6.1.2.2 Inspection de groupe B

Le programme d'essai pour le groupe B est donné dans le Tableau 5 ou sinon il est l'objet d'un accord entre l'acheteur et le vendeur.

Il est permis de choisir les échantillons pour le groupe B parmi ceux qui ont été essayés dans le groupe A.

**Tableau 5 – Conditions et exigences d'essai applicables
à l'essai lot par lot pour le groupe B**

Essai	D ou ND	Condition d'essai	Critère d'acceptabilité pour la taille d'échantillon		Exigences de performance
			N	C	
Evaluation de la qualité par la méthode de la mesure du coefficient d'extinction infrarouge α	D	4.2.6	Un ou plus, selon l'accord entre l'acheteur et le vendeur, à condition qu'un échantillon représente le groupe de grande taille destiné à l'application	0	4.1.3
Densité des canaux de corrosion	D		Un ou plus, selon l'accord entre l'acheteur et le vendeur	0	4.1.5
NOTE Les numéros de paragraphe pour les conditions d'essai et exigences de performance renvoient à l'Article 4 de la présente norme. N: taille d'échantillon (barreau Z ou barreau Y) C: critère d'acceptation (nombre de défectueux autorisé) D: destructif ND: non destructif					

Les mesures de la densité de canaux de corrosion et de α peuvent être effectuées sur les mêmes échantillons.

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

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

6.2.1 Essai lot par lot

6.2.1.1 Lot d'inspection

Un lot d'inspection doit être constitué de tous les cristaux de quartz synthétique préébauché produits pour l'inspection à un instant donné.

La matière première pour le quartz synthétique préébauché doit être conforme aux valeurs normalisées, en relation avec les exigences et méthodes de mesure de la présente norme.

6.2.1.2 Exigences relatives à l'inspection

Le programme pour l'essai lot par lot est donné au Tableau 6.

L'échantillonnage statistique et l'inspection doivent être conformes à la CEI 60410 ou tels que convenus entre l'acheteur et le vendeur.

Tableau 6 – Conditions et exigences d'essai applicables à l'essai lot par lot

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

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

7.1 Généralités

7.1.1 Vue d'ensemble

Les présentes lignes directrices ont été établies afin de répondre au désir, généralement exprimé par les utilisateurs et les fabricants, de disposer de lignes directrices qui permettent d'utiliser le mieux possible le cristal de quartz synthétique. Leur but n'est pas d'expliquer les procédés techniques de fabrication du résonateur à quartz ni de rappeler toutes les propriétés du cristal de quartz synthétique.

7.1.2 Cristal de quartz synthétique

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

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

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

7.2 Forme et dimensions du cristal de quartz synthétique

7.2.1 Désignation des axes et faces du cristal de quartz

La littérature et les normes nationales présentent des différences dans le choix des axes, de la polarité et des systèmes d'axes utilisés pour décrire le cristal de quartz. La Figure 5a montre un cristal de quartz avec toutes ses faces naturelles, mais celles-ci ne sont pas toujours présentes dans le quartz synthétique. La Figure 5b représente les faces du quartz synthétique. Suivant l'orientation des germes autour desquels les cristaux de quartz se sont développés, ceux-ci ont une apparence physique considérablement différente de celles indiquées sur les Figures 5a et 5b.

7.2.2 Germe

Plusieurs orientations normalisées des germes sont choisies, de telle façon que les résonateurs à quartz les plus fréquemment utilisés puissent être fabriqués économiquement. Les cristaux de quartz synthétique obtenus à partir de germes de coupe Z ou de germes parallèles à la petite face rhomboédrique Z sont principalement utilisés pour la fabrication de résonateurs à quartz à haute fréquence, vibrant en mode de cisaillement d'épaisseur et de résonateurs à quartz à fréquence moyenne, vibrant en mode de cisaillement plan. Les cristaux obtenus à partir de germes de coupe Z' sont utilisés pour les résonateurs à basse fréquence, vibrant en flexion ou en élévation. Dans un cristal synthétique, le germe est habituellement enveloppé d'un voile mince formé de bulles et d'inclusions.

7.2.3 Formes et dimensions

Les cristaux de quartz synthétique brut possèdent des faces de croissance caractéristiques. La Figure 6 montre une forme typique d'un cristal cultivé sur un germe de coupe Z de petite dimension X. Lorsque le germe de coupe Z a des proportions différentes ou lorsqu'on utilise des germes d'autres coupes, la forme des cristaux produits est différente.

Les dimensions des cristaux de quartz synthétique sont définies par les trois dimensions nominales: X, Y (ou Y') et Z (ou Z'). Celles-ci sont respectivement les dimensions suivant les trois axes X, Y (ou Y'), Z (ou Z'), comme l'indique la Figure 6. Les dimensions sont choisies de façon à favoriser l'économie dans le procédé de croissance et à obtenir un bon rendement dans la production des éléments cristallins. Mais il convient de se rappeler que les dimensions sont matière à discussion entre le fabricant et l'utilisateur.

Comme le cristal synthétique brut possède des faces de croissance telles que la face m ou la face z aux extrémités de l'axe Y ou Y', la dimension effective utilisée pour la fabrication des cristaux piézoélectriques est inférieure à la longueur nominale.

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

7.2.4 Zones de croissance

Le dépôt de soluté sur chaque face de croissance est continu et parfois sensiblement uniforme. Mais ce dépôt s'effectue de façon différente suivant les zones. Il en résulte des régions dont la croissance s'est produite le long de directions différentes et qui possèdent des propriétés différentes. Parmi les zones de croissance les plus fréquemment citées dans cette norme, la zone Z est celle qui offre la meilleure qualité, puis viennent la grande zone X et les zones S. C'est pourquoi il est recommandé de tailler l'élément de cristal vibrant en cisaillement d'épaisseur ou en cisaillement plan,

entièrement ou presque entièrement dans la zone Z, et de faire en sorte que seul du quartz de zone Z soit placé sous l'électrode de l'élément fini. La petite zone X est de qualité inférieure et n'est habituellement pas utilisée pour la production des résonateurs à quartz haute fréquence.

Les Figures 3a et 3b montrent la façon de découper le bloc de quartz afin d'obtenir des lames de coupe AT et de coupe X en tenant compte des zones de croissance.

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

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

Le facteur de qualité Q d'un résonateur a été tout d'abord utilisé pour évaluer la qualité du matériau. Un résonateur à quartz fabriqué comme le résonateur à quartz de fréquence normalisée à 5 MHz, 5ème partiel, permet d'assurer que le facteur de qualité Q reflète les pertes d'énergie internes mais non celles dues à la monture, ou à des différences mineures d'une technique de fabrication à l'autre. Un tel résonateur à quartz étant de grande dimension, il est parfois impossible de le réaliser dans la zone Z.

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

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

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

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

7.4 Autres méthodes de contrôle de la qualité du cristal de quartz synthétique

Il existe différentes méthodes pour contrôler la perfection de structure du cristal de quartz synthétique, mais les relations quantitatives entre celles-ci et les caractéristiques

électriques d'un résonateur à quartz n'ont pu être établies parfaitement. La méthode d'absorption du rayonnement infrarouge décrite ci-dessus, utilisable pour évaluer la qualité, constitue une exception.

7.4.1 Inspection visuelle

Il convient d'éviter la présence d'une grande quantité d'inclusions dans l'élément de quartz.

7.4.2 Méthode d'absorption du rayonnement infrarouge

Certains radicaux inclus dans le réseau cristallin absorbent le rayonnement infrarouge à des nombres d'onde déterminés. Le radical d'impuretés le plus courant dans le quartz synthétique est l'ion hydroxyle OH dont la quantité peut être établie par le coefficient d'extinction infrarouge pour un nombre d'onde choisi dans la gamme entre $3\,400\text{ cm}^{-1}$ et $3\,600\text{ cm}^{-1}$.

Il y a un rapport entre la concentration de radicaux OH et les pertes d'énergie mécaniques dans le quartz; aussi existe-t-il une corrélation entre l'absorption et le facteur de qualité Q . La Figure 7 présente une courbe typique d'étalonnage avec des points de mesure sur cette courbe. Un réétalonnage récent [26]¹ rapporte qu'un déplacement égal à -0,01 sur l'axe des alpha ajuste cette courbe pour donner des facteurs de qualité Q réalistes des résonateurs à quartz à 5 MHz.

L'absorption infrarouge est habituellement mesurée dans la zone Z. La structure du cristal dans la petite zone X différant de celle de la zone Z, l'absorption dans ces deux zones est différente.

Il convient aussi de noter que la mesure de coefficient d'extinction infrarouge peut varier avec le choix:

- des dimensions de l'ouverture placée sur le faisceau infrarouge;
- de la position du point où est effectuée la mesure par rapport à la position du germe;
- du plan de polarisation;
- de l'humidité et de la température de mesure;
- du biais d'un spectrophotomètre infrarouge individuel.

Un cycle international « Round Robin » de mesure de coefficient α du quartz synthétique² a montré clairement que chaque spectrophotomètre infrarouge donne ses valeurs propres du biais, qui peuvent être corrigées à l'aide de lames étalons de référence³. Il est recommandé d'établir une corrélation entre le fournisseur de quartz et l'utilisateur en ce qui concerne les lames étalons issues du « Round Robin ».

7.4.3 Méthodes diverses

La méthode de contrôle par attaque chimique, largement utilisée pour détecter les macles dans le quartz naturel, n'est pas exigée dans le cas du quartz synthétique où les macles sont très rares. La méthode peut être utilisée pour révéler les figures de corrosion et les canaux de corrosion utilisables pour mesurer le nombre de dislocations. L'irradiation gamma ou X est utilisée pour observer la distribution d'ensemble des

¹ Les chiffres entre crochets renvoient à la Bibliographie.

² Ce cycle « Round Robin » a été effectué entre 1990 et 1992 par le comité d'études 49 de la CEI (groupe de travail 5).

³ Pour plus d'information sur la méthode et les lames étalons α , contacter le comité d'études 49 de la CEI (groupe de travail 5) ou un comité national.

impuretés. L'intensité de la pigmentation noire due à l'irradiation dépend de la concentration des impuretés et de la zone de croissance.

Les diagrammes de diffraction aux rayons X donnent des renseignements utiles sur la perfection des cristaux. Une basse valeur du coefficient d'extinction α produit des diagrammes de Laue mieux définis lorsqu'on utilise un faisceau divergent de rayons X.

La topographie à rayons X par la méthode de Lang est utile pour déterminer la distribution des défauts de structure.

Toutefois, il convient de noter qu'il n'existe pas de relation quantitative entre toutes ces méthodes et les caractéristiques électriques du résonateur à quartz terminé.

7.5 Classes du point de vue du coefficient d'extinction

Six classes sont spécifiées. Les classes Aa, A et B sont exigées pour les résonateurs à quartz de qualité supérieure. La classe C convient particulièrement pour les résonateurs à quartz haute fréquence, qui demandent de bonnes caractéristiques de température aussi bien que de faibles valeurs du coefficient d'extinction α . Les classes D et E sont utilisées pour les résonateurs à quartz basse fréquence lorsqu'on recherche principalement des cristaux de grandes dimensions à bas prix.

7.6 Classes optionnelles (selon commande) en fonction des inclusions, des canaux de corrosion, de la concentration en aluminium

7.6.1 Inclusions

Cinq classes sont spécifiées. Les classes Ia, Ib, et I sont exigées pour les applications optiques spécifiques de qualité élevée telles que les caméras VCR ou pour le traitement photolithographique.

La classe II est exigée en général pour les résonateurs haute fréquence/haute qualité à ondes de volume ou à ondes acoustiques de surface (OAS).

La classe III est utilisable pour la plupart des applications des résonateurs à quartz professionnels et industriels.

7.6.2 Canaux de corrosion

Six classes sont spécifiées. La classe 1aa ou la classe 1a est exigée pour un capteur à quartz épais qui nécessite un procédé d'attaque chimique de longue durée. Les classes 1 et 2 sont exigées pour les résonateurs à quartz spécifiques à qualité élevée, tels que résonateurs à haute fréquence fondamentale ou dispositifs à ondes acoustiques de surface (OAS) haute fréquence ou pour des traitements technologiques spécifiques, tels que l'attaque chimique. La classe 3 est appropriée pour la plupart des applications techniques des résonateurs à quartz. La classe 4 est appropriée pour la plupart des applications générales des résonateurs à quartz.

7.6.3 Teneur en aluminium

Une faible concentration en Al^{3+} (impureté de substitution occupant un site de Si^{4+}) a aussi comme corollaire une diminution des ions monovalents de compensation de charge qui l'accompagnent (Na^+ et Li^+ principalement). Une vérification de cette concentration peut être exigée lorsqu'il est nécessaire que le produit soit résistant à l'assombrissement dû au rayonnement ou aux variations de fréquence.

La concentration d'aluminium s'exprime en atomes d'aluminium par million d'atomes de silicium. Pour le nettoyage de l'échantillon, on ne doit pas utiliser de produits acides qui ôteraient en premier lieu les impuretés.

La concentration d'aluminium dans le quartz peut être déterminée parfaitement à la fois par des méthodes spectrochimiques et par des méthodes physiques. Les premières comprennent dans l'ordre de leur développement: l'absorption atomique (AA), le plasma à couplage inductif (ICP) et le plasma à courant continu (DCP). Toutes ces méthodes permettent également la détection d'autres métaux que l'aluminium. Elles nécessitent une habileté technique du laboratoire, si l'on veut obtenir des résultats précis, surtout quand la concentration d'aluminium est faible. La sensibilité de ces méthodes est améliorée par trempage préalable des échantillons de SiO_2 dans une solution de fluorure d'hydrogène (HF) (qui détache le silicium par dégagement du gaz SiF_4) entrecoupé de cycles à blanc pour éviter le dépôt indésirable d'impuretés provenant du fluorure d'hydrogène.

Les méthodes physiques comprennent: la résonance des spins des électrons (ESR), appelée aussi résonance paramagnétique des électrons (EPR), et l'absorption du rayonnement infrarouge dans un échantillon électriquement purifié à la température de l'azote liquide. En outre, des informations qualitatives au moins, peuvent être obtenues à partir de comparaisons des régions de croissance X assombries par rayonnement.

Les méthodes spectrochimiques et physiques nécessitent les unes comme les autres l'utilisation d'un équipement spécialisé dont le coût ne peut être amorti que par des laboratoires qui en feront un usage important. L'utilisateur voulant déterminer la concentration d'aluminium dans le quartz doit rechercher soit un laboratoire bien équipé en spectrochimie disposant d'un personnel hautement qualifié, soit un laboratoire de physique équipé d'un EPR. De l'un comme de l'autre il convient d'espérer obtenir de bons résultats.

Un soin particulier doit être pris dans la préparation des échantillons pour la mesure de la concentration en Al pour éviter que d'autres impuretés n'interviennent. Par exemple, on ne choisira qu'une seule zone de croissance et non le germe. Habituellement c'est la zone Z de croissance qui est choisie.

7.6.4 Quartz électriquement purifié

$\text{Al}^{3+}\text{-M}^+$ (un ion monovalent de compensation de charge), qui est un défaut dans le quartz, se transforme en $\text{Al}^{3+}\text{-OH}$ lorsque l'ion alcalin est dissocié par le rayonnement. Cette transformation supprime la relaxation élastique dans le centre $\text{Al}^{3+}\text{-M}^+$ et augmente la constante élastique. Le déplacement de fréquence du quartz est déclenché pour cette raison par le rayonnement. Mais ce déplacement peut être réduit si les ions alcalins du quartz sont éliminés au préalable par balayage (traitement de diffusion de champ électrique) pour provoquer la transformation de $\text{Al}^{3+}\text{-M}^+$ en $\text{Al}^{3+}\text{-OH}$ ou en $\text{Al}^{3+}\text{-e}^-$. Le quartz traité par le balayage est appelé « quartz électriquement purifié ». Le quartz électriquement purifié est utilisé dans des résonateurs à quartz destinés aux satellites opérant dans un environnement de rayonnement spatial où le déplacement de vieillissement des fréquences tend à se produire. Le traitement par balayage élimine l'ion alcalin à haute température par application d'une haute tension continue dans la direction de l'axe Z et élimine l'ion alcalin du quartz suivant l'axe Z.

7.7 Rédaction des commandes

Les caractéristiques suivantes doivent être spécifiées à la commande (Les classes et les valeurs normalisées doivent être utilisées de préférence).

- a) Cristal de quartz synthétique brut ou cristal de quartz synthétique préébauché
- b) Type du quartz (RH ou LH)
- c) Orientation du germe
- d) Dimensions
- e) Classe du point de vue du coefficient d'extinction

f) Spécification des classes supplémentaires; seulement lorsqu'elles sont exigées.

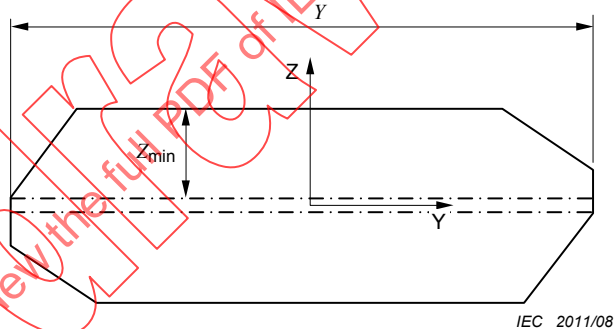
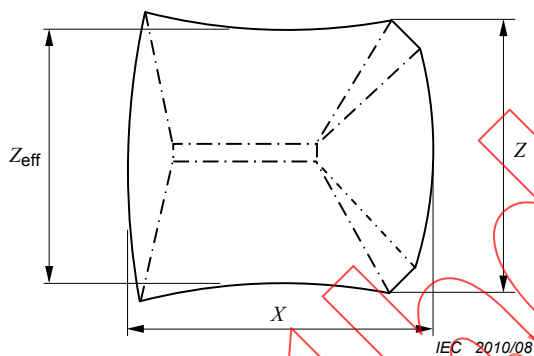
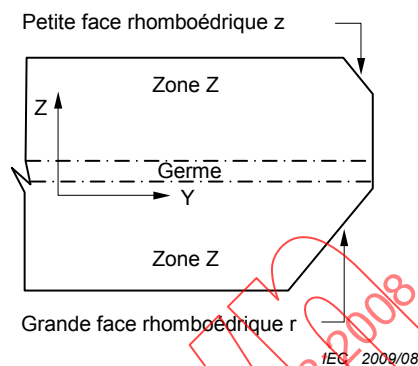
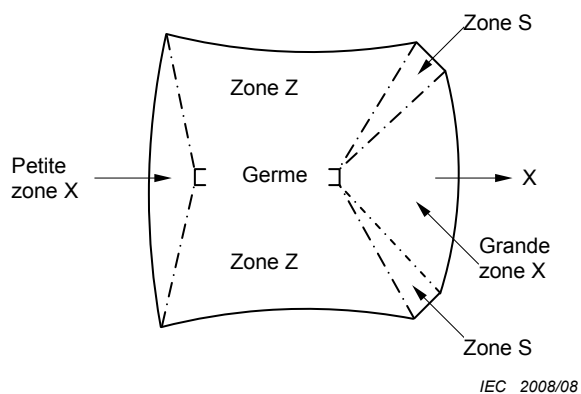


Figure 1 – Sections théoriques d'un cristal de quartz synthétique obtenu à partir d'un germe de coupe Z

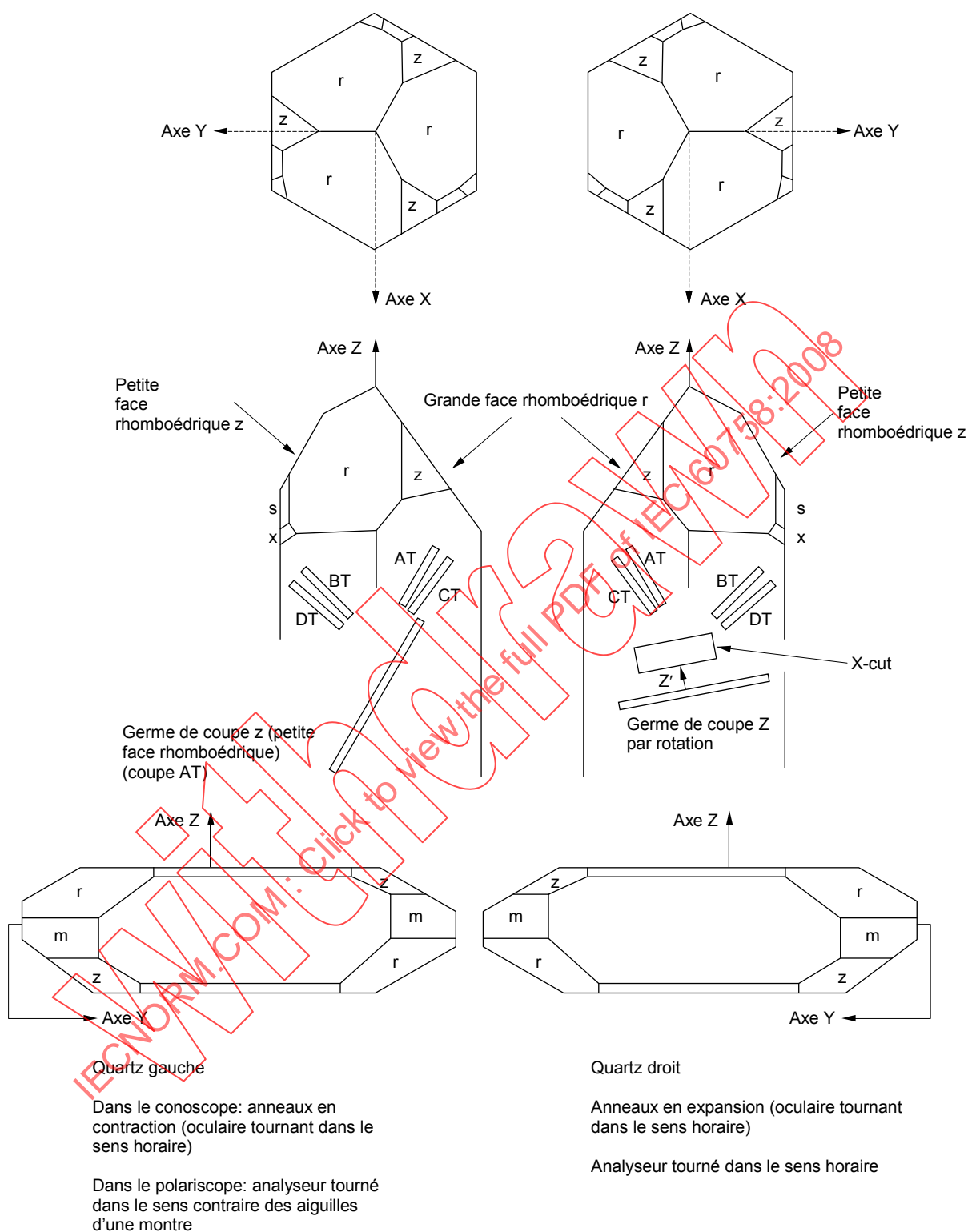


Figure 2 – Désignation des faces et des axes d'un cristal de quartz

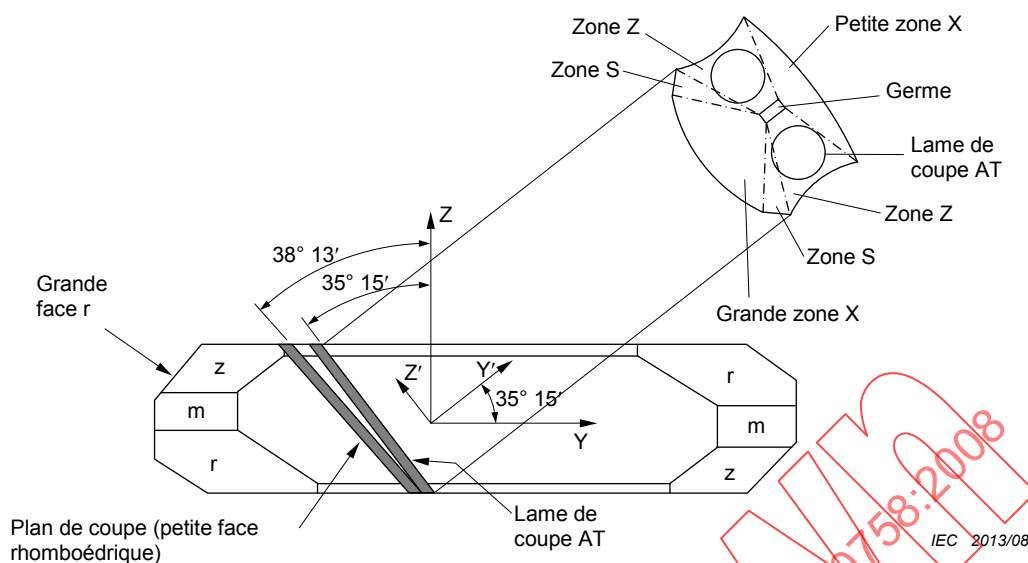


Figure 3a – Emplacement des lames de coupe AT dans un quartz synthétique droit

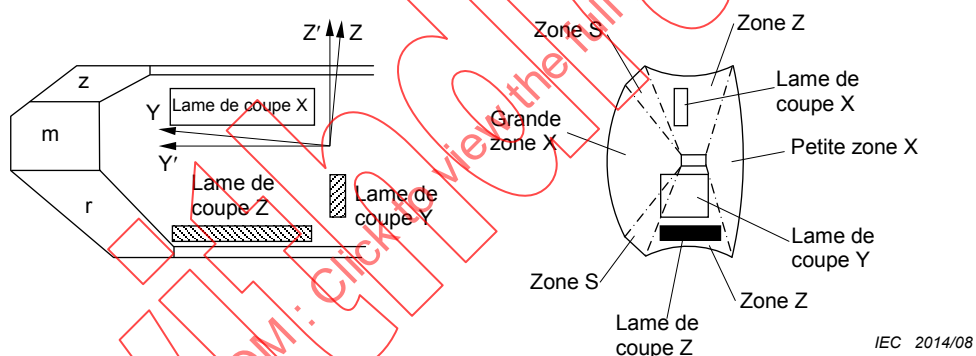


Figure 3b – Emplacement des lames de coupe X, des lames de coupe Y et des lames de coupe Z

Figure 3 – Exemple typique de découpage des lames de coupe AT, de celles parallèles à la petite face rhomboédrique, de celles de coupe X, de celles de coupe Y et de celles de coupe Z