

**DIN EN 60758**

ICS 31.140

Einsprüche bis 2013-08-17  
Vorgesehen als Ersatz für  
DIN EN 60758:2009-05

**Entwurf****Synthetischer Quarzkristall –  
Festlegungen und Leitfaden für die Anwendung  
(IEC 49/1041/CD:2013)**

Synthetic quart crystal –  
Specifications and guidelines for the use  
(IEC 49/1041/CD:2013)

Cristal de quartz synthétique –  
Spécification et guide d'utilisation  
(CEI 49/1041/CD:2013)

**Anwendungswarnvermerk**

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2013-06-17 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter [www.entwuerfe.din.de](http://www.entwuerfe.din.de) bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter [www.entwuerfe.normenbibliothek.de](http://www.entwuerfe.normenbibliothek.de), sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an [dke@din.de](mailto:dke@din.de) möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter [www.din.de/stellungnahme](http://www.din.de/stellungnahme) oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter [www.dke.de/stellungnahme](http://www.dke.de/stellungnahme) abgerufen werden;
- oder in Papierform an die DKE Deutsche Kommission Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik im DIN und VDE (Hausanschrift: Stresemannallee 15, 60596 Frankfurt am Main).

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 101 Seiten

DKE Deutsche Kommission Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik im DIN und VDE

## Inhalt

|                                                                                                                                                                            | Seite |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------|
| 1 Anwendungsbereich .....                                                                                                                                                  | 5     |
| 2 Normative Verweisungen .....                                                                                                                                             | 5     |
| 3 Begriffe .....                                                                                                                                                           | 5     |
| 4 Spezifikation für synthetischen Quarzkristall „wie gezüchtet“ .....                                                                                                      | 9     |
| 4.1 Normwerte .....                                                                                                                                                        | 9     |
| 4.2 Anforderungen und Messverfahren .....                                                                                                                                  | 11    |
| 4.3 Kennzeichnung .....                                                                                                                                                    | 17    |
| 5 Spezifikation für vorbearbeiteten synthetischen Quarzkristall .....                                                                                                      | 18    |
| 5.1 Normwerte .....                                                                                                                                                        | 18    |
| 5.2 Anforderungen und Messverfahren .....                                                                                                                                  | 18    |
| 5.3 Lieferbedingungen .....                                                                                                                                                | 19    |
| 6 Prüfung von synthetischen Quarzkristallen und vorbearbeiteten synthetischen Quarzkristallen .....                                                                        | 19    |
| 6.1 Prüfung von synthetischen Quarzkristallen „wie gezüchtet“ .....                                                                                                        | 19    |
| 6.2 Prüfvorschrift für vorbearbeitete synthetische Quarzkristalle .....                                                                                                    | 21    |
| 7 Leitfaden für die Anwendung von synthetischen Quarzkristallen .....                                                                                                      | 21    |
| 7.1 Allgemeines .....                                                                                                                                                      | 21    |
| 7.2 Form und Größe von synthetischem Quarzkristall .....                                                                                                                   | 22    |
| 7.3 Standardverfahren zur Bewertung der Qualität von synthetischen Quarzkristallen .....                                                                                   | 23    |
| 7.4 Weitere Verfahren zur Prüfung der Qualität von synthetischem Quarzkristall .....                                                                                       | 23    |
| 7.5 $\alpha$ -Klasse .....                                                                                                                                                 | 25    |
| 7.6 Zusätzliche Klassifizierung (nur nach Bestellung) für Einschlüsse, Ätzkanäle und Aluminiumgehalt .....                                                                 | 25    |
| 7.7 Bestellangaben .....                                                                                                                                                   | 26    |
| Anhang A (informativ) Häufig angewendete Stichproben-Verfahren .....                                                                                                       | 35    |
| Anhang B (informativ) Numerisches Beispiel .....                                                                                                                           | 37    |
| Anhang C (informativ) Beispiel für die Auswahl von Bezugsmustern .....                                                                                                     | 38    |
| Anhang D (informativ) Erläuterungen zu Messschiebern mit Messspitzen .....                                                                                                 | 39    |
| Anhang E (informativ) Kompensation des Infrarot-Absorptionswertes $\alpha$ .....                                                                                           | 40    |
| Anhang F (informativ) Unterschiede zwischen IEC-Norm und IEEE-Norm beim orthogonalen Achsensystem für Quarz .....                                                          | 44    |
| Anhang G Übereinstimmung der mit dem dispersiven Infrarotspektrometer und mit dem Fourier-Transform-Infrarotspektrometer ermittelten $\alpha$ -Werte .....                 | 46    |
| Literaturhinweise .....                                                                                                                                                    | 49    |
| Bild 1 – Schematische Schnitte eines synthetischen Quarzkristalls, der auf einem Z-Schnitt-Kristallkeim gezüchtet wurde .....                                              | 27    |
| Bild 2 – Bezeichnungen der Achsen und Flächen eines Quarzkristalls .....                                                                                                   | 28    |
| Bild 3 – Typische Beispiele von gesägten Scheiben für AT-Schnitt-Platten, kleiner Rhomboeder-Schnitt-Platte, X-Schnitt-Platte, Y-Schnitt-Platte und Z-Schnitt-Platte ..... | 29    |

|                                                                                                                                                                               | Seite |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------|
| Bild 4 – Temperaturgang der Frequenz für die Prüfung der Steigung .....                                                                                                       | 29    |
| Bild 5 – Bezeichnung der Achsen und Flächen eines Quarzkristalls .....                                                                                                        | 30    |
| Bild 6 – Synthetischer Quarzkristall, gezüchtet auf einem Z-Schnitt-Kristallkeim mit kleinen $X$ -Maßen .....                                                                 | 31    |
| Bild 7 – Beispiel einer früheren (1970) Beziehung zwischen dem Absorptionskoeffizienten von Infrarot-Strahlung und der Güte von synthetischem Quarzkristall .....             | 31    |
| Bild 8 – Umrissformen und Maße von vorbearbeiteten synthetischen Quarzkristallen in Richtung der X-, Y- und Z-Achsen .....                                                    | 32    |
| Bild 9 – Winkelabweichung der Bezugsoberfläche .....                                                                                                                          | 33    |
| Bild 10 – Zentrizität des Kristallkeims bezüglich der Maße in Richtung der Z- oder Z'-Achse .....                                                                             | 34    |
| Bild D.1 – Messschieber mit Messspitzen .....                                                                                                                                 | 39    |
| Bild D.2 – Digital-Messschieber mit Messspitzen .....                                                                                                                         | 39    |
| Bild E.1 – Schematische Darstellung des Messaufbaus .....                                                                                                                     | 41    |
| Bild E.2 – Grafische Beziehung zwischen gemitteltem und gemessenem $\alpha$ -Wert bei den drei Wellenzahlen $\alpha_{3\,500}$ , $\alpha_{3\,585}$ und $\alpha_{3\,410}$ ..... | 42    |
| Bild F.1 – Links- und rechtsdrehende Quarzkristalle .....                                                                                                                     | 45    |
| Bild G.1 – Hersteller A 20-fache Akkumulation $\alpha_{3\,500}$ .....                                                                                                         | 47    |
| Bild G.2 – Hersteller B 20-fache Akkumulation $\alpha_{3\,500}$ .....                                                                                                         | 47    |
| Bild G.3 – Hersteller C 18-fache Akkumulation $\alpha_{3\,500}$ .....                                                                                                         | 48    |
| Bild G.4 – Hersteller D 18-fache Akkumulation $\alpha_{3\,500}$ .....                                                                                                         | 48    |
| Bild G.5 – Hersteller A 20-fache Akkumulation $\alpha_{3\,585}$ .....                                                                                                         | 48    |
| Bild G.6 – Hersteller B 20-fache Akkumulation $\alpha_{3\,585}$ .....                                                                                                         | 48    |
| Bild G.7 – Hersteller C 18-fache Akkumulation $\alpha_{3\,585}$ .....                                                                                                         | 48    |
| Bild G.8 – Hersteller D 18-fache Akkumulation $\alpha_{3\,585}$ .....                                                                                                         | 48    |
| Tabelle 1 – Konzentration der Einschlüsse für die Klassen .....                                                                                                               | 9     |
| Tabelle 2 – Angabe der Infrarot-Güte für die Klassen .....                                                                                                                    | 10    |
| Tabelle 3 – Flächendichte der Ätzkanäle für die Klassen .....                                                                                                                 | 11    |
| Tabelle 4 – Prüfbedingungen und Prüfanforderungen für die losweise Prüfung der Gruppe A .....                                                                                 | 20    |
| Tabelle 5 – Prüfbedingungen und Prüfanforderungen für die losweise Prüfung der Gruppe B .....                                                                                 | 20    |
| Tabelle 6 – Prüfbedingungen und Prüfanforderungen für die losweise Prüfung .....                                                                                              | 21    |
| Tabelle B.1 – Vereinfachte Stichprobenprüfung, Verfahren 1 .....                                                                                                              | 37    |
| Tabelle B.2 – Vereinfachte Stichprobenprüfung .....                                                                                                                           | 37    |
| Tabelle E.1 – Beispiel für Kalibrierdaten bei $\alpha_{3\,585}$ .....                                                                                                         | 42    |
| Tabelle E.2 – Beispiel für Kalibrierdaten bei $\alpha_{3\,500}$ .....                                                                                                         | 42    |

## Nationales Vorwort

Das internationale Dokument IEC 49/1041/CD:2013 „Synthetic quartz crystal – Specifications and guidelines for the use“ (CD, en: Committee Draft) ist unverändert in diesen Norm-Entwurf übernommen worden. Dieser Norm-Entwurf enthält eine noch nicht autorisierte deutsche Übersetzung.

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung des CD entsprechend der diesbezüglich durch die IEC erteilten Erlaubnis beigefügt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen IEC-Text.

Das internationale Dokument wurde vom TC 49 „Piezoelectric and dielectric devices for frequency control and selection“ der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) erarbeitet und den nationalen Komitees zur Stellungnahme vorgelegt.

Die IEC und das Europäische Komitee für Elektrotechnische Normung (CENELEC) haben vereinbart, dass ein auf IEC-Ebene erarbeiteter Entwurf für eine Internationale Norm zeitgleich (parallel) bei IEC und CENELEC zur Umfrage (CDV-Stadium) und Abstimmung als FDIS (en: Final Draft International Standard) bzw. Schluss-Entwurf für eine Europäische Norm gestellt wird, um eine Beschleunigung und Straffung der Normungsarbeit zu erreichen. Dokumente, die bei CENELEC als Europäische Norm angenommen und ratifiziert werden, sind unverändert als Deutsche Normen zu übernehmen.

Da der Abstimmungszeitraum für einen FDIS bzw. Schluss-Entwurf prEN nur 2 Monate beträgt, und dann keine sachlichen Stellungnahmen mehr abgegeben werden können, sondern nur noch eine „JA/NEIN“-Entscheidung möglich ist, wobei eine „NEIN“-Entscheidung fundiert begründet werden muss, wird bereits der CD als DIN-Norm-Entwurf veröffentlicht, um die Stellungnahmen aus der Öffentlichkeit frühzeitig berücksichtigen zu können.

Für dieses Dokument ist das nationale Arbeitsgremium K 642 „Piezoelektrische Bauteile zur Frequenzstabilisierung und -selektion“ der DKE Deutsche Kommission Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik im DIN und VDE ([www.dke.de](http://www.dke.de)) zuständig.

Für den Fall einer undatierten Verweisung im normativen Text (Verweisung auf eine Norm ohne Angabe des Ausgabedatums und ohne Hinweis auf eine Abschnittsnummer, eine Tabelle, ein Bild usw.) bezieht sich die Verweisung auf die jeweils neueste gültige Ausgabe der in Bezug genommenen Norm.

Für den Fall einer datierten Verweisung im normativen Text bezieht sich die Verweisung immer auf die in Bezug genommene Ausgabe der Norm.

Der Zusammenhang der zitierten Normen mit den entsprechenden Deutschen Normen ergibt sich, soweit ein Zusammenhang besteht, grundsätzlich über die Nummer der entsprechenden IEC-Publikation. Beispiel: IEC 60068 ist als EN 60068 als Europäische Norm durch CENELEC übernommen und als DIN EN 60068 ins Deutsche Normenwerk aufgenommen.

## Änderungen

Gegenüber DIN EN 60758:2009-05 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- Alle Abschnitte wurden unter Berücksichtigung des gesamten Inhalts der vorherigen Ausgabe entsprechend den aktuellen Anforderungen an Form und Gestaltung überarbeitet.
- Neuordnung und Bearbeitung der Begriffe.
- Hinzufügung der Erläuterung zur Messung des Alpha-Wertes mit dem FT-IR-Spektrometer in Anhang G.

# Synthetischer Quarzkristall – Festlegungen und Leitfaden für die Anwendung

## 1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm gilt für synthetische Quarzeinkristalle für die Herstellung von piezoelektrischen Elementen zur Frequenzstabilisierung und -selektion.

## 2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

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 (alle Teile), *Piezoelectric and dielectric devices for frequency control and selection – Glossary*

## 3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach IEC 61994 und die folgenden Begriffe.

### 3.1

#### **hydrothermische Kristallzucht**

bedeutet wörtlich Kristallzucht, die in der Anwesenheit von Wasser, erhöhten Temperaturen und Drücken in einem Kristallwachstumsprozess erfolgt, von dem angenommen wird, dass er geologisch im Erdmantel abläuft

ANMERKUNG 1 Die industriellen Kristallzuchtverfahren für synthetischen Quarz verwenden wässrige alkalische Lösungen in Autoklaven bei überkritischen Temperaturen (330 °C bis 400 °C) und Drücken (700 Atmosphären bis 2 000 Atmosphären).

ANMERKUNG 2 Der Autoklav ist in zwei Kammern geteilt: die Lösungskammer mit Rohquarz-Bruchstücken bei der höheren Temperatur, die Zuchtkammer mit Kristallkeimen bei der tieferen Temperatur (siehe 7.1.2).

### 3.2

#### **synthetischer Quarzkristall**

Einkristall aus  $\alpha$ -Quarz, der nach dem hydrothermischen Verfahren gezüchtet wurde

ANMERKUNG Zuchtquarz hat die gleiche Bedeutung wie synthetischer Quarzkristall.

#### 3.2.1

##### **synthetischer Quarzkristall, wie gezüchtet**

Zustand eines synthetischen Quarzkristalls vor dem Schleifen oder Sägen

#### 3.2.2

##### **Y-Barren, wie gezüchtet**

Kristalle, die mit einem Kristallkeim mit dem langen Maß in Y-Richtung gezüchtet wurden

ANMERKUNG Das  $X$ -Maß eines Kristallkeims beträgt üblicherweise 3 mm bis 4 mm.

### 3.2.3

#### **Z-Barren, wie gezüchtet**

Kristalle, bei denen der in Z-Richtung gewachsene Abschnitt viel größer als der in X-Richtung gewachsene Abschnitt ist

ANMERKUNG Die relative Größe des Wachstumsabschnitts wird durch das  $X$ -Maß der Kristallkeime bestimmt.

### 3.3

#### **Los synthetischer Quarzkristalle**

synthetische Quarzkristalle, die zur gleichen Zeit in einem Autoklaven gezüchtet worden sind

### 3.4

#### **Kristallkeim**

Quarzkristallplatte oder -stab mit rechteckigem Querschnitt als Keim für das Kristallwachstum

### 3.5

#### **Wachstumszonen**

Bereiche eines synthetischen Quarzkristalls, die durch Wachstum in verschiedene kristallografische Richtungen entstehen (siehe Bild 1)

### 3.6

#### **Orientierung eines synthetischen Quarzkristalls**

Orientierung seines Kristallkeimes hinsichtlich der in 3.7 festgelegten orthogonalen Achsen

### 3.7

#### **orthogonales Achsensystem eines $\alpha$ -Quarzkristalls**

orthogonales Achsensystem, das aus drei Achsen, einer wechselweise vertikalen X-Achse, einer Y-Achse und einer Z-Achse, besteht

#### 3.7.1

##### **AT-Schnitt-Platte**

eine gedrehte Y-Schnitt-Kristallplatte, die eine Orientierung mit einem Winkel von etwa  $+35^\circ$  um die X-Achse oder etwa  $-3^\circ$  von der (kleinen Rhomboeder-)z-Fläche aufweist, wie im Bild 3 dargestellt

#### 3.7.2

##### **Achsensystem für Quarzkristalle** (wie im Bild 2 dargestellt)

ANMERKUNG Der Kristallkeim des Z-Schnitts kann eine Orientierung mit einem Winkel von weniger als  $20^\circ$ <sup>N1)</sup> zur Y-Achse aufweisen, wobei in diesem Fall das Achsensystem  $x, Y', z'$  angewendet wird.

#### 3.7.3

##### **X-Schnitt-Platte**

senkrecht zur X-Achse liegende Kristallplatte, wie im Bild 3b dargestellt

#### 3.7.4

##### **Y-Schnitt-Platte**

senkrecht zur Y-Achse liegende Kristallplatte, wie im Bild 3b dargestellt

#### 3.7.5

##### **Z-Schnitt-Platte**

senkrecht zur Z-Achse liegende Kristallplatte, wie im Bild 3b dargestellt

#### 3.7.6

##### **(kleine Rhomboeder-)z-Schnitt-Platte**

parallel zur (kleinen Rhomboeder-)z-Fläche liegende Kristallplatte, wie im Bild 3a dargestellt

---

<sup>N1)</sup> Nationale Fußnote. Hier muss es richtig „mit einem Winkel von  $20^\circ$ “ heißen.

### 3.8

#### Maße

zugehörige Maße beim Wachstum an einem Z-Schnitt-Kristallkeim, der weniger als  $20^{\circ N2)}$  von der Y-Achse weggedreht ist

#### 3.8.1

##### Grobmaße

Höchstmaße in X-, Y- oder Y'- und Z- oder Z'-Richtungen, die in den X-, Y'- und Z'-Richtungen gemessen werden

##### 3.8.1.1

##### effektives Z-Maß

effektives Z-Maß, wie gezüchtet, das als Kleinstmaß in Z- ( $\theta = 0^\circ$ ) oder Z'-Richtung im nutzbaren Y- oder Y'-Bereich eines gezüchteten Kristalls definiert ist und nach Bild 1 durch  $Z_{\text{eff}}$  beschrieben wird

##### 3.8.1.2

##### kleinstes Z-Maß

kleinster Abstand von der Oberfläche des Kristallkeims zur Z-Oberfläche, der nach Bild 1d durch  $Z_{\text{min}}$  beschrieben wird

### 3.9

#### Einschlüsse

alle Fremdstoffe in einem synthetischen Quarzkristall, die bei der Untersuchung des Streulichts einer hellen Lichtquelle sichtbar sind, wobei der Kristall in eine Flüssigkeit mit angepasstem Brechungsindex eingetaucht ist

ANMERKUNG Besonders häufige Einschlüsse sind vor allem die als Akmit und Emeluesit bezeichneten Mineralien.

### 3.10

#### Schleier des Kristallkeims

der Bereich der Einschlüsse oder Blasen an der Oberfläche des Kristallkeims, an der ein Kristall gezüchtet worden ist

### 3.11

#### Ätzkanal

entlang einer Versetzungslinie entstandener grober zylindrischer Hohlraum nach dem Ätzen eines Quarzkristalls

### 3.12

#### Dotierung

Zusatzstoff beim Zuchtprozess, der die Kristallbeschaffenheit, chemische Zusammensetzung, physikalische oder elektrische Eigenschaften des Loses synthetischer Quarzkristalle verändert

### 3.13

#### vorgeformter Quarzbarren

Stab aus synthetischem Quarzkristall, dessen Maße, wie sie sich durch Züchten ergeben haben, durch Sägen, Schleifen, Läppen usw. verändert worden sind, um einer besonderen Maßanforderung zu genügen

### 3.14

#### Konzentration der Verunreinigungen

die auf die Siliziumatome bezogene Konzentration der Verunreinigungen

### 3.15

#### Versetzungen

lineare Defekte im Kristall durch versetzte Atomebenen

<sup>N2)</sup> Nationale Fußnote. Hier muss es richtig „an einem Z-Schnitt-Kristallkeim, der  $20^\circ$ “ heißen.

**3.17****Autoklav**

Behälter für die Bedingungen von hohem Druck und hoher Temperatur, die für das Züchten synthetischer Quarzkristalle erforderlich sind

**3.18****Rechtsquarz oder Linksquarz**

Drehsinn eines Quarzkristalls, der durch Beobachtung des Drehsinns der optischen Drehung in polarisiertem Licht bestimmt wird

ANMERKUNG Bei einem Rechtsquarz ist der Kristall rechtsdrehend (dextrorotatorisch), bei einem Linksquarz ist der Kristall linksdrehend (lävorotatorisch).

**3.19****Zwillingskristalle**

zwei oder mehr Einzelkristalle der gleichen Kristallart, die entsprechend dem Gesetz der Ebenen- oder Achsensymmetrie miteinander verbunden sind

ANMERKUNG Bei synthetischen Quarzkristallen wurden die beiden folgenden Zwillingsarten identifiziert:

## a) Elektrische Zwillingskristalle

Ein Quarzkristall, in dem Bereiche mit gemeinsamer Z-Achse vorhanden sind, die eine Polaritätsumkehr der elektrischen X-Achse aufweisen

## b) Optische Zwillingskristalle

Ein Quarzkristall, in dem Bereiche mit gemeinsamer Z-Achse vorhanden sind, die eine Umkehrung des Drehsinns der optischen Z-Achse zeigen

**3.20****Infrarot-Absorptionskoeffizient,  $\alpha$ -Wert**

Koeffizient (als  $\alpha$ -Wert bezeichnet), der durch Bestimmung des Zusammenhanges der Absorption zweier Wellenlängen festgelegt wird

ANMERKUNG 1 Eine Wellenlänge mit der kleinsten Absorption aufgrund der OH-Verunreinigung, die andere Wellenlänge mit starker Absorption aufgrund der Anwesenheit von OH-Verunreinigungen im Kristallgitter. Die OH-Verunreinigung erzeugt in den Resonatoren einen Verlust der mechanischen Energie, und deren Anwesenheit steht im Zusammenhang mit weiteren verlusterzeugenden Verunreinigungen. Der  $\alpha$ -Wert ist ein Maß für die OH-Konzentration und steht in Wechselbeziehung zu den erwarteten Verlusten mechanischer Energie, die durch Materialverunreinigungen verursacht werden.

ANMERKUNG 2 Der Infrarot-Absorptionskoeffizient,  $\alpha$ -Wert, wird mit der folgenden Gleichung bestimmt:

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

Dabei ist

$\alpha$  der Infrarot-Absorptionskoeffizient;

$t$  die Dicke des Y-Schnitt-Probekörpers, in cm;

$T_1$  die Transmission, in Prozent, bei einer Wellenzahl von 3 800 cm<sup>-1</sup> oder 3 979 cm<sup>-1</sup>;

$T_2$  die Transmission, in Prozent, bei einer Wellenzahl von 3 410 cm<sup>-1</sup>, 3 500 cm<sup>-1</sup> oder 3 585 cm<sup>-1</sup>.

**3.21****vorbearbeiteter synthetischer Quarzkristall**

ein synthetischer Quarzkristall, dessen X-, Z- oder Z'-Oberflächen, wie sie sich durch Züchten ergeben haben, durch Sägen, Schleifen, Läppen usw. flach und parallel bearbeitet worden sind, um besonderen Maß- und Orientierungsanforderungen zu genügen

### 3.21.1

#### **vorbearbeiteter Y-Quarzbarren**

Quarzbarren, der aus einem Y-Barren, wie er sich durch Züchten ergeben hat, vorbearbeitet worden ist

### 3.21.2

#### **vorbearbeiteter Z-Quarzbarren**

Quarzbarren, der aus einem Z-Barren, wie er sich durch Züchten ergeben hat, vorbearbeitet worden ist

### 3.22

#### **Bezugsoberfläche**

eine Oberfläche des vorbearbeiteten Quarzbarrens, die hinsichtlich einer kristallografischen Richtung (üblicherweise der X-Richtung) mit einer spezifischen Ebenheit und Orientierung vorbereitet worden ist

## **4 Spezifikation für synthetischen Quarzkristall „wie gezüchtet“**

### **4.1 Normwerte**

#### **4.1.1 Orientierung des Kristallkeims**

Normwerte für die Orientierung des Kristallkeims sind Z-Schnitte, gedrehte X-Schnitte, Schnitte parallel zur kleinen Rhomboederfläche (z-Achse) und um 1° 30', 2°, 5° und 8° 30' gedrehte Z-Schnitte, wobei die Z'-Achse der drei letztgenannten Kristallkeime entsprechend der Darstellung im Bild 2 gedreht ist.

#### **4.1.2 Konzentration der Einschlüsse**

Die Konzentration der Einschlüsse (gemessen nach 4.2.5.3) darf für jede Klasse und in jedem geforderten Größenbereich die Angaben in Tabelle 1 nicht überschreiten.

**Tabelle 1 – Konzentration der Einschlüsse für die Klassen**

| Klasse /<br>Größenbereich<br><br>µm | Konzentration je cm <sup>3</sup> |           |            |       |
|-------------------------------------|----------------------------------|-----------|------------|-------|
|                                     | 10 bis 30                        | 30 bis 70 | 70 bis 100 | > 100 |
| Ia                                  | 2                                | 1         | 0          | 0     |
| Ib                                  | 3                                | 2         | 1          | 1     |
| I                                   | 6                                | 4         | 2          | 2     |
| II                                  | 9                                | 5         | 4          | 3     |
| III                                 | 12                               | 8         | 6          | 4     |

Wenn Anwender eine Klasse mit nur einem oder mehreren Größenbereichen benötigen, dürfen sie ihre Festlegungen durch die Klasse und den entsprechenden Größenbereich angeben.

#### **4.1.3 Angabe der Infrarot-Güte, $\alpha_{3\ 500}$ und $\alpha_{3\ 585}$**

Jeder Wert des Infrarot-Absorptionskoeffizienten ( $\alpha$ -Wert) eines synthetischen Quarzkristalls (gemessen nach 4.2.6) muss die in Tabelle 2 in den Spalten für  $\alpha_{3\ 500}$  und  $\alpha_{3\ 585}$  angegebenen Werte für die einzelnen Klassen einhalten.

Tabelle 2 – Angabe der Infrarot-Güte für die Klassen

| Klasse | Höchstwerte       |                   | vor 1987 <sup>a</sup><br>$Q \times 10^6$ Einheiten |
|--------|-------------------|-------------------|----------------------------------------------------|
|        | $\alpha_{3\,500}$ | $\alpha_{3\,585}$ |                                                    |
| Aa     | 0,026             | 0,015             | 3,8                                                |
| A      | 0,033             | 0,024             | 3,0                                                |
| B      | 0,045             | 0,050             | 2,4                                                |
| C      | 0,060             | 0,069             | 1,8                                                |
| D      | 0,080             | 0,100             | 1,4                                                |
| E      | 0,120             | 0,160             | 1,0                                                |

<sup>a</sup> Diese  $Q$ -Werte wurden aus  $\alpha$ -Messungen und empirischer Korrelation bestimmt und wurden vor 1987 allgemein angewendet. Zur Kontinuität nach dem Wechsel auf die  $\alpha$ -Werte werden sie hier angegeben.  $\alpha$  ist das physikalische Maß, welches jetzt angewendet wird, um die Güte von synthetischen Quarzen zu kontrollieren und festzulegen.

Die vorstehend angegebenen Prüfgrenzwerte entsprechen oder sind gleich mit den  $\alpha_{3\,500}$ -Grenzwerten entsprechender Güteklassen, die in der ersten Ausgabe von IEC 60758 angegeben sind (Ausnahme: Grenzwerte der Klassen B und D). Diese frühere Veröffentlichung hat einige gleiche Klassen hinsichtlich der Angaben für die kleinste Güte in  $10^6$  Einheiten wie folgt bezeichnet:

A = 3,0;

B = 2,2 (hier verwendete Basis), geändert von 2,4 in der früheren Ausgabe;

C = 1,8;

D = 1,4 (überarbeitet);

E = 1,0 (wie die frühere Klasse D).

#### 4.1.4 Temperaturgang der Frequenz (Bild 4 und 4.2.7)

Der Temperaturgang der Frequenz von Schwingquarzen aus synthetischem Quarz muss durch Bestimmung der relativen Abweichungen der Messungen bei 15 °C und 35 °C von der Serienresonanzfrequenz bei 25 °C bestimmt werden. Die relativen Abweichungen müssen folgende Bedingungen erfüllen:

- relative Frequenzabweichung bei 15 °C:  $+0,5 \times 10^{-6}$  bis  $+1,5 \times 10^{-6}$ ;
- relative Frequenzabweichung bei 35 °C:  $-0,5 \times 10^{-6}$  bis  $-1,5 \times 10^{-6}$ .

Die Messungen sind nach IEC 60122-1, 4.7.3, durchzuführen.

#### 4.1.5 Flächendichte der Ätzkanäle, $\rho$

Wenn gefordert, muss die Flächendichte der Ätzkanäle,  $\rho$ , je  $\text{cm}^2$  (gemessen nach 4.2.8) für jede Klasse die Werte in Tabelle 3 einhalten.

Tabelle 3 – Flächendichte der Ätzkanäle für die Klassen

| Klasse | Höchstwert $\rho$ je $\text{cm}^2$ |
|--------|------------------------------------|
| 1aa    | 2                                  |
| 1a     | 5                                  |
| 1      | 10                                 |
| 2      | 30                                 |
| 3      | 100                                |
| 4      | 300                                |

## 4.2 Anforderungen und Messverfahren

### 4.2.1 Orientierung

Für die Orientierung des Kristallkeims in den festgelegten Richtungen ist eine Abweichung vom Nennwert von weniger als 30 Minuten zulässig.

### 4.2.2 Drehsinn

Der Drehsinn des Kristallkeims muss festgelegt sein, entweder rechtsdrehend oder linksdrehend (siehe Bild 2).

### 4.2.3 Maße synthetischer Quarzkristalle

Die Maße müssen mit Messschiebern oder Messschiebern mit Messspitzen gemessen werden, mit denen die Messung der dünnsten Stelle des synthetischen Quarzkristalls möglich ist (siehe Anhang D).

#### 4.2.3.1 Maß in Richtung der Y- oder Y'-Achse

Das Maß muss dem festgelegten Maß entsprechen (siehe Bild 1d).

#### 4.2.3.2 Maß in Richtung der Z- oder Z'-Achse ist mit einem Hals-Messschieber zu messen

Das Maß in Richtung der Z- oder Z'-Achse muss als Größtmaß in Richtung der Z- oder Z'-Achse in der größeren X-Zone festgelegt sein (siehe Bild 1c).

#### 4.2.3.3 Maß $Z_{\text{eff}}$ oder $Z'_{\text{eff}}$

Das Maß  $Z_{\text{eff}}$  oder  $Z'_{\text{eff}}$  muss als Kleinstmaß in Richtung der Z- oder Z'-Achse festgelegt sein (siehe Bild 1c).

#### 4.2.3.4 Maß $Z_{\text{min}}$ oder $Z'_{\text{min}}$

Das Maß muss dem festgelegten Maß entsprechen (siehe Bild 1c und Bild 1d).

#### 4.2.3.5 Maß in Richtung der X-Achse

Das Grobmaß in Richtung der X-Achse muss dem festgelegten Maß entsprechen (siehe Bild 1c).

#### 4.2.4 Maße des Kristallkeims

##### 4.2.4.1 Maß $Z$ oder $Z'$

Das Maß  $Z$  oder  $Z'$  (d. h. die Dicke) des  $Z$ -Schnitt- oder des gedrehten  $Z'$ -Schnitt-Kristallkeims muss kleiner als 3 mm sein, sofern nicht anders angegeben.

##### 4.2.4.2 Maß $X$

Das Maß  $X$  des Kristallkeims muss dem festgelegten Maß entsprechen.

#### 4.2.5 Fehlstellen

##### 4.2.5.1 Zwillingsbildung

Im nutzbaren Bereich darf weder elektrische noch optische Zwillingsbildung auftreten. Zwillingsbildung muss durch Sichtprüfung kontrolliert werden.

##### 4.2.5.2 Sprünge und Brüche

Im nutzbaren Bereich dürfen keine Sprünge oder Brüche vorhanden sein. Sprünge und Brüche müssen durch Sichtprüfung kontrolliert werden.

##### 4.2.5.3 Konzentration von Einschlüssen

Die folgenden beiden Messverfahren werden angewendet, von denen ein Verfahren ausgewählt werden darf.

###### Verfahren 1

Einschlüsse in den festgelegten Größenbereichen werden bei der Sichtprüfung in Stichprobenvolumina je  $\text{cm}^3$  in einem Kristall mit einem Stereomikroskop bei 30- bis 40-facher Vergrößerung gezählt, das mit einer Zählmöglichkeit innerhalb eines kreisförmigen oder quadratischen Sichtfeldes und einem kalibrierten Gitterraster zur Bestimmung von Partikelgrößen, einer intensiven seitlichen Beleuchtung (z. B. mit einer Halogenlampe) über einem vertieft liegenden matten schwarzen Hintergrund, einer Flüssigkeit mit angepasstem Brechungsindex ( $n \approx 1,55$ ) für die Transparenz und Einrichtungen für die Messung der Maße der ausgezählten Stichprobenvolumina ausgestattet ist.

###### Verfahren 2

Treten Schwierigkeiten bei der Anwendung des Verfahrens 1 auf, werden die Kristalle mit Bezugsmustern verglichen, die etwa jeden Größenbereich repräsentieren, indem sie in eine Flüssigkeit mit angepasstem Brechungsindex ( $n \approx 1,55$ ) für die Transparenz eingetaucht werden oder indem eine derartige Flüssigkeit auf der Oberfläche angewendet wird. Die Bezugsmuster müssen zwischen Lieferant und Anwender abgestimmt worden sein. Ein Beispiel für das Auswahlverfahren für Bezugsmuster wird in Anhang C aufgeführt.

##### 4.2.5.3.1 Probenahme

Aufgrund des beträchtlichen Aufwandes an Zeit, Arbeit und Kosten wird üblicherweise ein Stichprobenplan zwischen Lieferant und Käufer vereinbart, der sowohl für Barren als auch für die Bereiche gilt, wenn eine Qualitätskontrolle hinsichtlich der Konzentration der Einschlüsse oder der Flächendichte der Ätzkanäle gefordert ist.

Zweifelsohne ist die bevorzugte kostengünstige Prüfsituation gegeben, wenn die Konzentrationen der Einschlüsse oder die Flächendichte der Ätzkanäle deutlich unter den Grenzwerten liegen und weniger häufige Stichproben begründet werden können. Weil dies nicht immer erreicht werden kann, sind mitunter strengere Prüfverfahren für die Konzentration bzw. Flächendichte erforderlich und müssen von Lieferant und Anwender erarbeitet, eingeführt und vereinbart werden.

Für entsprechend vereinbarte Prüfungen des Qualitätsniveaus und zur Sicherstellung, dass die Quarzkristalle und die auszuzählenden Volumina ausreichend repräsentativ sind, werden zuverlässige statistische Verfahren gefordert. Da Stichprobenverfahren und statistische Zuverlässigkeitsprüfungen in der Fachliteratur beschrieben sind, werden ihre Grundsätze hier nicht wiederholt.

#### 4.2.5.3.2 Stichproben von Losen

Bei den meisten Stichproben von Losen wird ein geeigneter Stichprobenbarren oder eine Gruppe von Barren für die Gesamtheit des Loses als repräsentativ ausgewählt. Die Anzahl der Barren hängt von der gesamten Losgröße, dem Kristalltyp, der vorgesehenen Anwendung, dem Abstand zwischen Mittel- und Zielwerten der Konzentration der Einschlüsse sowie den Anforderungen an die geforderte AQL-Vertrauensgrenze ab, um ausreichend sicherzustellen, dass die Konzentration der Einschlüsse des Loses in jedem Größenbereich unter dem Grenzwert der jeweiligen Klasse liegt. Die Gruppe der Stichprobenbarren sollte das Los hinsichtlich der Konzentration der Einschlüsse ausreichend repräsentieren. Auftretende Abweichungen sind zulässig und müssen zur größeren Sicherheit in Richtung höherer und nicht niedriger Konzentration der Einschlüsse liegen.

#### 4.2.5.3.3 Volumina in einem Barren

Für das Zählen der Einschlüsse wird zunächst eine Gruppe von Volumina in jedem Stichprobenbarren ausgewählt. Die Grenzen der Volumina ergeben sich aus der Größe des Gesichtsfeldes des Mikroskops (oder aus den Umrissmaßen des quadratischen Gitterrasters) und entweder aus der Barrenhöhe oder aus dem Bereich der Schärfentiefe des eingesetzten Mikroskops. Es ist notwendig, die Volumina und ihre Anzahl festzulegen, in denen die Zählungen aufsummiert werden. Die für die Zählung ausgewählten Volumina sollten vor allem Bereiche einschließen (üblicherweise Z-Wachstumszonen nach Bild 3), deren Material in den Bauelementen verwendet werden soll und aktiv ist, und Volumina mit hohen Konzentrationen der Einschlüsse innerhalb dieser Bereiche nicht ausschließen. Für einen guten statistischen Vertrauensbereich muss die Anzahl der Volumina je Barren mindestens sechs betragen.

Die Orte der Stichprobenvolumina innerhalb eines Barrens müssen in Richtung der X-, Y- und Z-Achsen geeignet verteilt sein, um die Verteilung der Konzentration der Einschlüsse in diesen Richtungen zu erhalten. Übliche synthetische Quarzkristallbarren (siehe Bild 3a) haben große Maße in der Y-Richtung und kleine in den X- und Z-Richtungen. Die Konzentration der Einschlüsse verändert sich üblicherweise am stärksten in der Richtung des Zonenwachstums, d. h. in Richtung der Z-Achse bei der Z-Zone (siehe Bilder 1a und 3). Deshalb sollten sich bei großen Z-Kristallen die Stichprobengebiete in unterschiedlichen Z-Abständen vom Kristallkeim befinden, um sicherzustellen, dass die Gruppe der Stichprobenvolumina den Barrenbereich von Z gut repräsentiert. In ähnlicher Art sollten die Stichproben in X- oder Y-Richtung gebildet werden, wenn solche Verteilungen festgestellt werden.

Um die Stichprobenvolumina eines üblichen Barrens geeignet zu verteilen, wird die kleinere X-Oberfläche durch transversale Z'-Striche senkrecht zum Kristallkeim in gleichmäßigen 10-mm-Abständen entlang der Y-Richtung markiert. Die Stichprobenvolumina zur Zählung der Einschlüsse werden anschließend nach Bedarf innerhalb jeden Quaders aus den Markierungen und den Kristalloberflächen ausgewählt. Zur Festlegung der Stichprobenvolumina mit unterschiedlichen Abständen vom Kristallkeim sollten bei kleinen Kristallen (bei denen die Z-Zone kleiner ist als der doppelte Durchmesser der Gesichtsfeldfläche des Mikroskops) die Volumina abwechselnd in der Nähe und in großer Entfernung vom Kristallkeim gewählt werden. Bei größeren Kristallen sollten die Volumina in Z-Richtung je nach Maß aufeinander folgend gewählt werden, um sicherzustellen, dass jedes Gebiet der Einschlüsse durch die Stichprobenvolumina repräsentiert wird. Einige häufig angewendete Stichprobenpläne werden in Anhang A erläutert.

#### 4.2.5.3.4 Zählung der Einschlüsse

Das ausgewählte runde oder quadratische Gesichtsfeld für das Zählen innerhalb des gekennzeichneten Rechtecks wird senkrecht zur gewählten Höhe  $X$  innerhalb der Anpassung der Schärfentiefe des Mikroskops wie folgt abgesucht.

Wenn der Prüfling ein Y-Barren mit relativ kleiner Höhe  $X$  ist, werden in einer Reihe verschiedene Stellen in der Z-Richtung entlang deren Länge abgesucht (bei seitlicher Beleuchtung, kleinere X-Oberfläche oben). Zu Beginn wird ein Rechteck an einem Ende des nutzbaren Bereiches ausgewählt, und die Zählung erfolgt in

einem Volumen des X-Zylinders (oder X-Quaders). Beginnend leicht unterhalb der kleineren X-Oberfläche (um kein Material an der Oberfläche auszuzählen) werden alle in der Brennebene sichtbaren Einschlüsse in Klassen eingeteilt und in jedem vom Anwender geforderten Größenbereich gezählt: 10 µm bis 30 µm, 30 µm bis 70 µm, 70 µm bis 100 µm und größer als 100 µm. Das Mikroskop wird anschließend abgesenkt und die sich jetzt in der Brennebene befindlichen Einschlüsse werden gezählt und zu ihren Größenbereichen addiert. Dieser Prozess wird über die gewählte X-Höhe fortgesetzt und bei der nächsten Stichprobe wiederholt und so weiter.

Die gezählten Einschlüsse in jeder der vier Größenklassen der Barren-Stichproben werden aufsummiert und durch das gesamte Stichprobenvolumen dividiert, um für jede Größenklasse eine durchschnittliche Anzahl je  $\text{cm}^3$  in einem Barren zu ermitteln. Die Mittelwerte in jeder Größenklasse werden über alle Stichprobenbarren eines Loses gemittelt und wie gefordert als repräsentative Größenklassenverteilung des Loses aufgezeichnet. Die größten und kleinsten Mittelwerte der Barren können ebenfalls auf Wunsch oder Anforderung protokolliert werden. Ein Zahlenbeispiel ist in Anhang B angegeben.

#### 4.2.6 Bewertung der Infrarot-Güte durch $\alpha$ -Messungen

Die Infrarot-Absorption je Zentimeter bei einer der Wellenzahlen  $3\,500\text{ cm}^{-1}$  oder  $3\,585\text{ cm}^{-1}$  wird an einer Y-Schnitt-Platte abgetastet und als die Differenz der Absorptionen bei der ausgewählten Wellenzahl und dem Hintergrund außerhalb der Bande mit einem Einstrahlgerät bei den Wellenzahlen  $3\,800\text{ cm}^{-1}$  oder  $3\,979\text{ cm}^{-1}$  gemessen. Weil sich die  $\alpha$ -Werte direkt mit der gesamten Z-Wachstum-Größenverteilung der Kristalle in einem Los ändern, darf der Anwender seine bevorzugte Losverteilung für die Stichprobenprüfung angeben. Oft wird entweder ein durchschnittlicher oder ein größter Z-Kristall (zur Bestimmung des höchsten  $\alpha$ -Wertes) ausgewählt.

Die folgenden beiden Messverfahren werden angewendet, von denen beim Einsatz eines dispersiven Infrarotspektrometers ein Verfahren ausgewählt werden darf, während im Fall eines FT-IR-Spektrometers nur das Verfahren 2 angewendet werden kann.

##### Verfahren 1

Die Wellenzahl wird nicht verändert und die positionsabhängigen Transmissionsdaten werden durch Abtasten des Prüflings gemessen.

##### Verfahren 2

Der Prüfling wird nicht verändert und die Transmissionsdaten werden bei ausgewählten Wellenzahlen an mehreren Punkten des Prüflings gemessen.

#### 4.2.6.1 Vorbereitung der Y-Schnitt-Platte

Die Stichprobe eines synthetischen Quarzkristalls wird auf ein Substrat montiert und anschließend mit einer Quarzsäge in Platten geschnitten, von denen mindestens eine Y-Schnitt-Platte nach dem Lappen und Polieren eine Dicke von 5 mm bis 10 mm haben sollte. Die Dicke von 5 mm ist geeignet für die Auflösung der  $\alpha$ -Änderungen von Material mit hohem  $\alpha$ -Wert, mittlere Dicken für mittlere  $\alpha$ -Werte, und die Dicke von 10 mm ist für die Messung der geringen Absorption von Material mit niedrigstem  $\alpha$ -Wert geeignet.

Nach dem Sägen werden die beiden Hauptflächen der Platte geläppt, zuerst mit einer homogenen Mischung aus 25-µm-Läppmittel und anschließend mit einer homogenen Mischung aus 3-µm-Läppmittel. Ein weiteres Lappen bis zum Polieren ist freigestellt und ist bei niedrigen  $\alpha$ -Werten vorzugsweise anzuwenden.

#### 4.2.6.2 Kalibrierung einer Y-Schnitt-Normalplatte mit einem Infrarot-Spektralfotometer

Das Infrarot-Spektralfotometer wird eingeschaltet, und nach dem Warmlaufen und der Stabilisierung wird kalibriert. Die tägliche Kalibrierung umfasst die Einstellung der Grenzwerte der Transmission (0 % bis 100 %) oder der Absorption ( $\log T = 1,0$  bis 0) und die Anpassung des Papiervorschubs zum synchronen Abtasten der Platte. Für die Bewertung und den normalen Einsatz wird eine Blende mit einer Öffnungsbreite von 1,5 mm in den Messstrahlengang eingesetzt. Für die Messung sehr niedriger  $\alpha$ -Werte kann eine Blende mit einer Öffnungsbreite von 5 mm notwendig werden. Die Blende sollte nicht höher sein als das X-Maß des

Kristallkeims oder 5,0 mm. Zunächst wird eine polierte Y-Schnitt-Normalbezugsplatte im Plattenhalter aufgenommen, die anschließend in der Abtastvorrichtung befestigt wird.

Die Anzeige der Wellenzahl wird auf einen Hintergrundwert eingestellt, üblicherweise auf  $(3\,800 \pm 3) \text{ cm}^{-1}$  (außerhalb, aber in der Nähe der OH-Absorptionsbande), und die Platte wird bei der fest eingestellten Wellenzahl und bei synchronem Papiervorschub durch den Strahl geführt. Dieses Abtasten und Messen wird nur in den Z-Wachstumszonen der Y-Schnitt-Platte durchgeführt (in den Bildern 1 und 3 dargestellt). In bestimmten Fällen kann das Hintergrundrauschen ein Problem darstellen, wenn beispielsweise nur mit einem Strahl gearbeitet wird, sodass dann eine höhere Hintergrundwellenzahl von  $(3\,979 \pm 3) \text{ cm}^{-1}$  mit kleinerem Hintergrundrauschen angewendet werden kann. Wenn die Kurve der Hintergrundmessung außerhalb des Kristallkeims nicht ausreichend flach ist, muss ein dünner Film von Fluorolube-Fett auf die beiden Hauptflächen der anpolierten Y-Schnitt-Platte aufgetragen werden. Bei einer Hintergrundmessung dürfen die Änderungen der Basislinie 0,02 Absorptionseinheiten nicht überschreiten. Nachdem die Hintergrundmessung der Platte erfolgreich abgeschlossen wurde, wird die Wellenzahl auf den ausgewählten Wert von  $(3\,500 \pm 3) \text{ cm}^{-1}$  oder  $(3\,585 \pm 3) \text{ cm}^{-1}$  eingestellt. Die Platte wird wieder in die Ausgangsstellung gebracht und das Papier in die Position zurückgerollt, an der die Messung begonnen wurde. Die Platte wird dann abgetastet, um die Infrarot-Absorption in der Absorptionsbande dieser Wellenzahl aufzuzeichnen.

Die  $\alpha$ -Werte (höchster und niedrigster Wert) der Kalibrierung werden aus dieser Bezugsmessung mit der folgenden Gleichung berechnet:

$$\alpha = \frac{A^{**} - A^*}{\text{Dicke der Y-Schnitt-Platte in cm}}$$

Dabei ist

$A^*$  die Absorption bei der gewählten Wellenzahl 3 800 und 3 979

$A^{**}$  die Absorption bei der gewählten Wellenzahl 3 410, 3 500 und 3 585

ANMERKUNG „ $A$ “ ist der Logarithmus (zur Basis 10) des Anteils des Eingangsstrahls, der von der Platte bei der angegebenen Wellenzahl absorbiert wurde.

Das Spektralfotometer wird als richtig kalibriert bewertet, wenn die  $\alpha_{\max}$ - und  $\alpha_{\min}$ -Werte innerhalb von  $\pm 0,004$  Einheiten der zugehörigen Nennwerte reproduzierbar sind. Eine Korrektur der Kalibrierung darf errechnet und für den weiteren Einsatz verwendet werden, um die Anzeige des Messgerätes auf den richtigen Wert des Normals zu bringen.

#### 4.2.6.3 Prüfung einer Y-Schnitt-Platte

Nach erfolgreicher Kalibrierung wird jede vorbereitete (und möglichst polierte) unbekannte Platte bei den Wellenzahlen des Hintergrundes und der ausgewählten OH-Absorptionsbande abgetastet, wobei bei nur anpolierten Platten gegebenenfalls ein dünner Ölfilm aufgetragen wird. Die zugehörigen  $\alpha$ -Werte werden mit der vorstehend angegebenen Gleichung berechnet. Bei dieser Bestimmung werden Bereiche, die innerhalb eines Abstandes von  $\pm 2,0$  mm von der Mitte des Kristallkeims liegen, sowie die Wachstumszonen außerhalb der vorgegebenen Maße des Barrens ausgeschlossen.

#### 4.2.6.4 Kompensation des $\alpha$ -Wertes durch einen Normalprobekörper

Die Korrelation zwischen den Prüfeinrichtungen aller Hersteller kann nicht allein durch Vereinheitlichung der Messbedingungen und -verfahren sichergestellt werden. Deshalb ist es notwendig, einen Kompensationswert für den  $\alpha$ -Wert aufzustellen. Der empfohlene Kompensationswert wird von jedem Hersteller nach dem im Anhang E beschriebenen Verfahren bestimmt.

#### 4.2.7 Temperaturgang der Frequenz

Die Spezifikationen der Schwingquarze für die Bewertung des Temperaturgangs der Frequenz werden im Folgenden angegeben, wobei die Messungen nach IEC 60122-1 durchzuführen sind:

- Frequenz: 10 MHz  $\pm$  10 kHz (Grundwelle);
- Bereich des Prüflings: Z-Zone;
- Orientierung der Platte: AT-Schnitt,  $35^\circ 15' \pm 30''$ ;
- Form der Platte: flache quadratische und parallele Platte mit einer Kante in X-Richtung;
- Seitenmaße der Platte: 8 mm  $\times$  8 mm;
- Durchmesser der Elektroden:  $(4 \pm 0,1)$  mm;
- Frequenzänderung durch Elektrodenbeschichtung: 70 +20/-0 kHz;
- Elektrodenmaterial: Silber oder Gold;
- Halterungspunkte: an zwei entgegengesetzten Ecken;
- Endbearbeitung: Oberflächen geläppt (durchschnittliches Korn des Läppmittels kleiner als 3  $\mu$ m), anschließend geätzt auf 200 kHz;
- Ebenheit der Oberfläche: bei Beleuchtung mit monochromatischem Licht durch eine optisch plane Glasplatte darf innerhalb des zu prüfenden Kreises mit einem Durchmesser von 6 mm das Produkt aus Interferenzstreifenkrümmung und Frequenz in MHz bei Messung mit gelbem Licht nicht 5 und bei Messung mit grünem Licht nicht 6 überschreiten;
- Parallelität: beide Oberflächen der Platte müssen innerhalb von 10" parallel sein;
- Verschluss: hermetisch dichtes Gehäuse mit trockener Stickstoffatmosphäre bei Normalklimabedingungen für Temperatur und Druck (siehe IEC 60068-1:1988, 5.1).

Die Spezifikation muss die kleinste und größte Steigung des Temperaturgangs der Frequenz angeben (siehe Bild 4).

#### 4.2.8 Flächendichte der Ätzkanäle

Die Flächendichte der Ätzkanäle wird gemessen, indem die Kanäle einer geätzten AT-Schnitt-Platte einer Quarzkristall-Stichprobe unter einem Stereomikroskop mit bis zu 35-facher Vergrößerung gezählt werden.

##### 4.2.8.1 Stichproben der Kristalle eines Loses

Um einen geforderten statistischen Vertrauensbereich bei der Bildung von Stichproben eines Loses zu erhalten, ist die Anwendung von Methoden zur Bestimmung geeigneter AQL-Werte und Vertrauensbereiche für die Flächendichte der Ätzkanäle erforderlich, weil die Verteilung der Ätzkanäle sowohl von den Ätzkanälen in den Kristallkeimen als auch von den Verfahren abhängt, nach denen das Material auf den Kristallkeimen gezüchtet wird. Es wird empfohlen, die Kristallkeime hinsichtlich ihrer Flächendichte der Ätzkanäle vorzusortieren und zu gruppieren und ihre Positionen in den Autoklaven festzuhalten oder sicherzustellen, dass passende Stichproben sowohl bezüglich der Kristallkeime als auch hinsichtlich des auf ihnen gezüchteten Materials erhalten werden, weil die Möglichkeit besteht, dass einige Kristallkeime stark von den anderen abweichen, wenn der Züchtungsvorgang diesbezüglich nicht kontrolliert wird.

##### 4.2.8.2 Vorbereitung der AT-Schnitt-Platte zum Ätzen

Die Stichprobe eines synthetischen Quarzkristalls wird gesägt, um eine AT-Schnitt-Platte (bei  $35,25^\circ \pm 3^\circ$  zur Y-Fläche) mit einer Enddicke von 10 mm herzustellen. Die Platte sollte vorzugsweise die gesamte Höhe des Kristallkeims enthalten, obwohl in Sonderfällen auch dünnere Platten und kleinere Höhen des Kristallkeims unter der Voraussetzung verwendet werden dürfen, dass der festgelegte Materialabtrag beim Läppen erfolgt. Die Platte sollte mit einem Diamantstift vorzugsweise auf der kleinen X-Oberfläche mit geeigneter Tiefe gekennzeichnet werden, damit die Kennzeichnung beim Läppen oder Ätzen erhalten bleibt.

Nach dem Sägen und Kennzeichnen werden die beiden großen Hauptflächen der Platte geläppt; zuerst mit einer homogenen Mischung eines Läppmittels der Korngröße 25  $\mu\text{m}$  und anschließend auf einer gereinigten Läppscheibe mit einer homogenen Mischung eines Läppmittels der Korngröße 11,5  $\mu\text{m}$ . In der ersten Läppstufe beträgt der Abtrag mindestens 0,25 mm und in der zweiten Stufe 0,10 mm der Gesamtdicke des Quarzes. Die Platte ist anschließend zu reinigen, um eine einheitliche Ätzrate der Oberfläche sicherzustellen, die durch ihr einheitliches mattes Aussehen nach dem Ätzen nachgewiesen wird.

#### 4.2.8.3 Ätzverfahren für die geläppte AT-Schnitt-Platte

Unter Anwendung ausreichender Sicherheitsausrüstungen (einschließlich Schürze, Handschuhen, Schutzbrille und Splitterschutz) wird unter einer Abzugshaube in einem geeigneten Behälter eine gesättigte Lösung bei  $(75 \pm 2)^\circ\text{C}$  aus einem Überschuss von Ammoniumbifluorid und deionisiertem Wasser hergestellt. Mit einem Wasserbad konstanter Temperatur wird die Ammoniumbifluorid-Lösung bei  $(75 \pm 2)^\circ\text{C}$  konstant gehalten. Zur Überwachung der Temperatur in der Lösung wird ein PTFE-beschichtetes Thermometer verwendet. Werden andere Ätztemperaturen vorgezogen, muss die Ätzdauer entsprechend den nachfolgenden Anforderungen des Ätzabtrages angepasst werden.

Die geläppte und gereinigte AT-Schnitt-Platte wird mit einer PTFE-beschichteten Zange oder einem inerten Plattenhalter in die gesättigte Ammoniumbifluorid-Lösung getaucht. Dabei sollte die Lösung während des Ätzvorgangs umgerührt oder die Platte bewegt werden (etwa 25 mm/s). Eine Ätzdauer von etwa 4 h sollte ausreichend sein und ist von der Bewegung und der Anzahl der Platten abhängig, um nicht weniger als 0,10 mm (Minimum) und nicht mehr als 0,12 mm (Maximum) der Gesamtdicke abzutragen. Eine weitere Anforderung ist eine gleichmäßige Ätzrate. Die Quarzplatte muss hinsichtlich der Zeiteinhaltung und der Gleichmäßigkeit auf den Plattenflächen periodisch kontrolliert werden. Nach dem Abschluss des Ätzens wird die Platte mit den PTFE-beschichteten Zangen der Ätzlösung entnommen, mit heißem Wasser ( $85^\circ\text{C}$ ) abgespült und anschließend mit Aceton oder anderen Reinigungsmitteln gereinigt, sofern dies zur Vorbereitung der Stichprobe zur Sichtprüfung ohne Hilfsmittel erforderlich ist.

#### 4.2.8.4 Zählverfahren für Ätzkanäle

Wie im Bild 3a dargestellt, wird die AT-Schnitt-Platte innerhalb der Z-Wachstumszonen mit einem quadratischen Gitter mit bekannten Maßen im Bereich von  $0,25\text{ cm} \times 0,25\text{ cm}$  bis  $0,50\text{ cm} \times 0,50\text{ cm}$  gekennzeichnet. Wahlweise kann das Gitterraster nur in den rechteckigen Bereichen der Z-Zonen passend zur Höhe des Kristallkeims angebracht werden. Es sollten keine Gitterquadrate ausgezählt werden, die einen kleineren Abstand als  $\pm 2\text{ mm}$  von der Mitte des Kristallkeims haben.

Jede Platte wird unter einem Stereomikroskop bei 30-facher bis 40-facher Vergrößerung betrachtet, wobei eine starke Lichtquelle die Platte in Richtung der kleineren X-Fläche beleuchtet. Dabei ist zu beachten, dass die Brennebene des Mikroskops auf die obere Fläche der Platte eingestellt wird, um zu vermeiden, dass der Austritt der Ätzkanäle an der unteren Fläche der Stichprobe mitgezählt wird. Die Ätzkanäle werden in jedem einzelnen Gitterquadrat ausgezählt und protokolliert, wobei die Einstellung der Schärfentiefe des Mikroskops für die geeignete Vergrößerung erfolgt. Nach dem Auszählen aller vorgesehenen Gitterquadrate wird der Mittelwert berechnet und in einen Mittelwert je  $\text{cm}^2$ ,  $\rho$ , durch Multiplikation mit der Anzahl der Gitterquadrate je  $\text{cm}^2$  umgerechnet, z. B. 16 bei  $0,25\text{ cm} \times 0,25\text{ cm}$  oder 4 bei  $0,50\text{ cm} \times 0,50\text{ cm}$  usw.

### 4.3 Kennzeichnung

Jeder synthetische Quarzkristall muss wie nachstehend angegeben auf der größeren oder kleineren X-Oberfläche deutlich gekennzeichnet werden mit:

- a) Namen oder Warenzeichen des Herstellers;
- b) Orientierung des Materials;
- c) Drehsinn des Materials:
  - RH bei Rechtsquarz;
  - LH bei Linksquarz;

- d) weiteren Angaben, wenn festgelegt, z. B.:
- 1) Loskennzeichnung;
  - 2)  $\alpha$ -Klasse: Aa, A, B, C, D oder E;
  - 3) Konzentration der Einschlüsse: Ia, Ib, I, II oder III;
  - 4) Flächendichte der Ätzkanäle: 1aa, 1a, 1, 2, 3 oder 4.

#### 4.3.1 Lieferanforderungen

Diese Anforderungen müssen nach Vereinbarung zwischen Lieferant und Anwender festgelegt werden.

## 5 Spezifikation für vorbereiteten synthetischen Quarzkristall

### 5.1 Normwerte

#### 5.1.1 Grenzabweichungen der Maße

Die Grenzabweichungen von den festgelegten Maßen in Richtung der X- und Z- oder Z'-Achsen müssen kleiner als 0,2 mm sein (siehe Bild 8).

#### 5.1.2 Ebenheit der Bezugsoberflächen

Die Bezugsoberfläche darf nicht unebener als 0,2 mm oder wie festgelegt sein. Die Auswahl des Messverfahrens sollte sorgfältig erfolgen, um Messungen der Abweichungen der Bezugsoberfläche von denen der gegenüberliegenden Seite zu trennen (Parallelität).

#### 5.1.3 Grenzabweichung des Winkels der Bezugsoberfläche

Die Winkelabweichungen der Bezugsoberfläche müssen kleiner als 15' hinsichtlich der festgelegten kristallografischen Richtung sein (siehe Bild 9).

#### 5.1.4 Zentrität des Kristallkeims

Die Lage des Kristallkeims in einem vorbereiteten synthetischen Quarzkristall ist im Bild 10 dargestellt.

### 5.2 Anforderungen und Messverfahren

#### 5.2.1 Quarzbarren „wie gezüchtet“, die für vorbereitete synthetische Quarzkristalle verwendet werden

Die Rohmaterialien für vorbereitete synthetische Quarzkristalle müssen mit den Normwerten, betreffenden Anforderungen und Messverfahren nach Abschnitt 4 dieser Norm übereinstimmen.

#### 5.2.2 Maße von vorbereiteten synthetischen Quarzkristallen

Maße und Grenzabweichungen müssen mit Messschiebern oder Bügelmessschrauben durch Messung an mindestens drei Punkten, ein Punkt etwa in der Mitte der Y-Achse und die anderen symmetrisch entlang der Y-Achse verteilt, bestimmt werden.

#### 5.2.3 Kennzeichnung der Bezugsoberfläche

Die Kennzeichnung muss auf der Bezugsoberfläche angegeben sein und das Vorhandensein durch Sichtprüfung bestätigt werden. Inhalt der Kennzeichnung und Kennzeichnungsverfahren müssen zwischen Lieferant und Kunde vereinbart werden.

#### **5.2.4 Messung der Ebenheit der Bezugsoberfläche**

Die Ebenheit der Bezugsoberfläche muss mit einer Ebenheitsmesseinrichtung, wie zwischen Lieferant und Kunde vereinbart, gemessen werden.

#### **5.2.5 Messung der Grenzabweichung des Winkels der Bezugsoberfläche**

Abweichungen des Winkels der Bezugsoberfläche müssen mit einer Röntgen-Winkelmesseinrichtung gemessen werden.

#### **5.2.6 Zentrität des Kristallkeims**

Die Zentrität des Kristallkeims wird durch Messung des Abstands zwischen vorbearbeiteten Oberflächen und der nächsten Kante des Kristallkeims ermittelt. Zur Erleichterung der Messung kann auf die X-Oberfläche eine Flüssigkeit mit angepasstem Brechungsindex aufgebracht werden.

### **5.3 Lieferbedingungen**

Die Lieferbedingungen sind zwischen Hersteller und Anwender zu vereinbaren.

#### **5.3.1 Kennzeichnung**

In der Kennzeichnung der vorbearbeiteten synthetischen Quarzkristalle muss die Losnummer der Kristallzucht angegeben sein.

#### **5.3.2 Verpackung**

Der Anwender von Quarzkristallen muss in einer einzigen Verpackung die Menge vorbearbeiteter synthetischer Quarzkristalle erhalten, die ähnliche Maße in Richtung der X- und Z- oder Z'-Achsen aufweisen und von Kristallen eines einzigen Loses stammen.

#### **5.3.3 Herstellungslos**

Es wird empfohlen, dass bei der Lieferung vorbearbeiteter synthetischer Quarzkristalle in großen Mengen an einen Anwender diese Quarzkristalle vorzugsweise aus einem Los hergestellt sind.

## **6 Prüfung von synthetischen Quarzkristallen und vorbearbeiteten synthetischen Quarzkristallen**

### **6.1 Prüfung von synthetischen Quarzkristallen „wie gezüchtet“**

#### **6.1.1 Prüfung**

Die Prüfung synthetischer Quarzkristalle umfasst losweise Prüfungen.

#### **6.1.2 Losweise Prüfung**

Die losweise Prüfung besteht aus Prüfungen der Gruppe A und der Gruppe B.

##### **6.1.2.1 Prüfungen der Gruppe A**

Der Prüfplan für die Prüfungen der Gruppe A ist in Tabelle 4 angegeben.

Die statistische Stichprobennahme und die Prüfung müssen nach IEC 60410 oder nach Vereinbarung zwischen Käufer und Verkäufer durchgeführt werden.

Die Stichproben, die für die Prüfungen der Gruppe A verwendet werden, dürfen als Stichproben für die Prüfungen der Gruppe B verwendet werden.

**Tabelle 4 – Prüfbedingungen und Prüfanforderungen für die losweise Prüfung der Gruppe A**

| Prüfung                                                                                                                                 | Zerstörend oder zerstörungsfrei (D oder ND) | Prüfbedingungen | Prüfniveau (IL) | AQL % | Anforderungen an das Leistungsverhalten |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------|-----------------|-----------------|-------|-----------------------------------------|
| Festgelegte Kleinst- und Größtmaße des synthetischen Quarzkristalls                                                                     | ND                                          | 4.2.3           | II              | 0,1   | 4.2.3.1                                 |
| Zwillingsbildung                                                                                                                        |                                             | 4.2.5.1         |                 |       | 4.2.5.1                                 |
| Sprünge und Brüche                                                                                                                      |                                             | 4.2.5.2         |                 |       | 4.2.5.2                                 |
| Einschlüsse                                                                                                                             | ND                                          |                 | II              | 0,4   | 4.1.2                                   |
| ANMERKUNG Abschnittennummern für Prüfbedingungen und Anforderungen an das Leistungsverhalten beziehen sich auf Abschnitt 4 dieser Norm. |                                             |                 |                 |       |                                         |
| D zerstörend                                                                                                                            |                                             |                 |                 |       |                                         |
| ND zerstörungsfrei                                                                                                                      |                                             |                 |                 |       |                                         |
| IL Prüfniveau                                                                                                                           |                                             |                 |                 |       |                                         |
| AQL annehmbare Qualitätsgrenzlage                                                                                                       |                                             |                 |                 |       |                                         |

#### 6.1.2.2 Prüfungen der Gruppe B

Der Prüfplan für die Prüfungen der Gruppe B ist in Tabelle 5 angegeben oder zwischen Käufer und Verkäufer zu vereinbaren.

Die Stichproben für die Prüfungen der Gruppe B dürfen aus den in Gruppe A geprüften Stichproben ausgewählt werden.

**Tabelle 5 – Prüfbedingungen und Prüfanforderungen für die losweise Prüfung der Gruppe B**

| Prüfung                                                                                                                                 | Zerstörend oder zerstörungsfrei (D oder ND) | Prüfbedingungen | Stichprobengröße und Annahmekriterium                                                                                                                              |          | Anforderungen an das Leistungsverhalten |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------|-----------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------|-----------------------------------------|
|                                                                                                                                         |                                             |                 | <i>N</i>                                                                                                                                                           | <i>C</i> |                                         |
| Bewertung der Infrarot-Güte durch $\alpha$ -Messung                                                                                     | D                                           | 4.2.6           | Eine oder mehrere, wie zwischen Käufer und Verkäufer vereinbart, vorausgesetzt, dass eine Stichprobe eine für die Anwendung vorgesehene große Gruppe repräsentiert | 0        | 4.1.3                                   |
| Flächendichte der Ätzkanäle                                                                                                             | D                                           |                 | Eine oder mehrere, wie zwischen Käufer und Verkäufer vereinbart                                                                                                    | 0        | 4.1.5                                   |
| ANMERKUNG Abschnittennummern für Prüfbedingungen und Anforderungen an das Leistungsverhalten beziehen sich auf Abschnitt 4 dieser Norm. |                                             |                 |                                                                                                                                                                    |          |                                         |
| <i>N</i> Stichprobengröße (Z-Barren oder Y-Barren)                                                                                      |                                             |                 |                                                                                                                                                                    |          |                                         |
| <i>C</i> Annahmekriterium (zulässige Anzahl von Ausfällen)                                                                              |                                             |                 |                                                                                                                                                                    |          |                                         |
| D zerstörend                                                                                                                            |                                             |                 |                                                                                                                                                                    |          |                                         |
| ND zerstörungsfrei                                                                                                                      |                                             |                 |                                                                                                                                                                    |          |                                         |

Die Bestimmung der Flächendichte der Ätzkanäle und die Messung des  $\alpha$ -Wertes dürfen an denselben Stichproben durchgeführt werden.

## 6.2 Prüfvorschrift für vorbearbeitete synthetische Quarzkristalle

Die Prüfung von vorbearbeiteten synthetischen Quarzkristallen umfasst losweise Prüfungen.

### 6.2.1 Losweise Prüfungen

#### 6.2.1.1 Prüflos

Ein Prüflos muss aus allen vorbearbeiteten synthetischen Quarzkristallen bestehen, die zur gleichen Zeit hergestellt wurden und zur Prüfung vorgelegt werden.

Das Rohmaterial für vorbearbeitete synthetische Quarzkristalle muss mit den in dieser Norm angegebenen Normwerten, betreffenden Anforderungen und Messverfahren übereinstimmen.

#### 6.2.1.2 Prüfanforderungen

Der Prüfplan für die losweisen Prüfungen ist in Tabelle 6 angegeben.

Die statistische Stichprobennahme und die Prüfung müssen nach IEC 60410 oder nach Vereinbarung zwischen Käufer und Verkäufer durchgeführt werden.

**Tabelle 6 – Prüfbedingungen und Prüfanforderungen für die losweise Prüfung**

| Prüfung                                                                                                                                | Zerstörend oder zerstörungsfrei (D oder ND) | Prüfbedingungen | Prüfniveau (IL) | AQL % | Anforderungen an das Leistungsverhalten |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------|-----------------|-----------------|-------|-----------------------------------------|
| Maße und Grenzabweichungen                                                                                                             | ND                                          | 5.2.2           | II              | 0,4   | 5.1.1                                   |
| Ebenheit der Bezugsoberfläche                                                                                                          |                                             | 5.2.4           |                 |       | 5.1.2                                   |
| Grenzabweichung des Winkels der Bezugsoberfläche                                                                                       |                                             | 5.2.5           |                 |       | 5.1.3                                   |
| Zentrität des Kristallkeims                                                                                                            |                                             | 5.2.6           |                 |       | 5.1.4                                   |
| Bestätigung für die Kennzeichnung auf der Bezugsoberfläche                                                                             |                                             | 5.2.3           | II              | 0,1   | 5.2.3                                   |
| ANMERKUNG Abschnittsnummern für Prüfbedingungen und Anforderungen an das Leistungsverhalten beziehen sich auf Abschnitt 5 dieser Norm. |                                             |                 |                 |       |                                         |
| D zerstörend                                                                                                                           |                                             |                 |                 |       |                                         |
| ND zerstörungsfrei                                                                                                                     |                                             |                 |                 |       |                                         |
| IL Prüfniveau                                                                                                                          |                                             |                 |                 |       |                                         |
| AQL annehmbare Qualitätsgrenzlage                                                                                                      |                                             |                 |                 |       |                                         |

## 7 Leitfaden für die Anwendung von synthetischen Quarzkristallen

### 7.1 Allgemeines

#### 7.1.1 Einführung

Dieser Leitfaden ist auf allgemeinen Wunsch der Anwender und Hersteller erarbeitet worden, um synthetischen Quarzkristall mit allen seinen Vorzügen so gut wie möglich anzuwenden. Dieser Leitfaden hat nicht die Aufgabe, die angewendeten Techniken der Herstellung von Schwingquarzen aus Quarzkristallen zu erläutern, noch zu versuchen, sämtliche Eigenschaften von synthetischem Quarzkristall zu beschreiben.

### 7.1.2 Synthetischer Quarzkristall

Synthetische Quarzkristalle werden nach dem Verfahren des hydrothermischen Temperaturgradienten gezüchtet.

Bei Raumtemperatur wird eine Druckkammer (Autoklav) teilweise mit einer alkalischen Zuchtlösung (z. B.  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  oder  $\text{NaOH}$ ) gefüllt. In den oberen Teil werden Kristallkeime eingebracht und nährnde Quarzbruchstücke auf dem Boden des Autoklavs, der dann verschlossen und erhitzt wird. Die Temperatur im oberen Teil wird niedriger gehalten als im unteren Teil. Dadurch wird das gelöste Nährmaterial mithilfe der Konvektionsströme transportiert und auf den Kristallkeimen abgelagert.

Die Formen, Maße und physikalischen Eigenschaften der gezüchteten Kristalle hängen von der Orientierung, den Maßen der Kristallkeime und den Wachstumsbedingungen ab. Durch eine gute Kontrolle des Züchtungsprozesses werden einheitliche Formen und Maße sowie die Homogenität der Qualität gesichert.

## 7.2 Form und Größe von synthetischem Quarzkristall

### 7.2.1 Bezeichnung von Kristallachsen und -flächen

In Handbüchern und nationalen Normen bestehen Unterschiede bei der Beschreibung von Quarzkristallen hinsichtlich der Auswahl der Achsen, des Drehsinns und des Achsensystems. Im Bild 5a ist ein Quarzkristall mit allen seinen natürlichen Flächen dargestellt. Diese Flächen sind bei einem synthetischen Quarzkristall nicht immer vorhanden. Im Bild 5b sind die entsprechenden Flächen eines synthetischen Quarzkristalls dargestellt, und weil diese Kristalle an besonders orientierten Kristallkeimen gezüchtet wurden, unterscheiden sich die in den Bildern 5a und 5b dargestellten Formen wesentlich.

### 7.2.2 Kristallkeim

Es werden einige Standard-Orientierungen der Kristallkeime angewendet, damit die am häufigsten verwendeten Schwingquarze wirtschaftlich hergestellt werden können. Kristalle mit Kristallkeimen des Z-Schnittes und des kleinen Rhomboederschnittes (z-Schnitt) dienen hauptsächlich der Herstellung von Schwingquarzen hoher Frequenz, die im Dickenschermode schwingen, und von Schwingquarzen mittlerer Frequenz, die im Flächenschermode schwingen. Kristalle mit Kristallkeimen des Z'-Schnittes eignen sich zur Herstellung von Schwingquarzen niedriger Frequenz, die im Längsdehnungsmodus oder im Biegemodus schwingen. In einem gezüchteten Kristall ist der Kristallkeim häufig von einem dünnen Schleier aus Blasen und Einschlüssen umgeben.

### 7.2.3 Formen und Maße

Synthetische Quarzkristalle „wie gezüchtet“ werden von charakteristischen Wachstumsflächen umgeben. Im Bild 6 ist die übliche Form eines gezüchteten Kristalls mit einem Z-Schnitt-Kristallkeim mit kleinem  $X$ -Maß dargestellt. Kristalle mit anderen Formen entstehen, wenn der Z-Schnitt-Kristallkeim andere Proportionen aufweist oder wenn Kristallkeime mit anderen Schnitten verwendet werden.

Die Größe synthetischer Quarzkristalle ist durch die drei Nennmaße  $X$ ,  $Y$  (oder  $Y'$ ) und  $Z$  (oder  $Z'$ ) festgelegt. Diese Maße liegen in den Richtungen der  $X$ -,  $Y$ - (oder  $Y'$ -) bzw.  $Z$ - (oder  $Z'$ -) Achsen, wie im Bild 6 dargestellt. Diese Maße werden so gewählt, dass eine wirtschaftliche Ausbeute sowohl bei der Züchtung als auch bei der Fertigung der Quarzbaulemente erreicht werden kann, wobei jedoch betont werden muss, dass die Maße Gegenstand der Vereinbarung zwischen Hersteller und Anwender sind.

Weil die Kristalle „wie gezüchtet“ auch derartige Wachstumsflächen wie  $m$ -Flächen oder  $z$ -Flächen an den Enden der  $Y$ - oder  $Y'$ -Achse zeigen, ist die nutzbare Länge für die Herstellung von Quarzbaulementen kleiner als das Nennmaß.

Die genaue Messung des Kleinstmaßes  $Z'$  kann in der Praxis Probleme bereiten, wenn die  $Z$ -Oberflächen nicht eben und möglicherweise nicht parallel sind. Ebenso ist es schwierig, kleine Grenzabweichungen der Maße einzuhalten. Aus diesen Gründen muss die Anwendung von teilweise bearbeitetem Material in Betracht gezogen werden, wenn die vom Anwender gewünschten Grenzabweichungen der Maße kleiner sind als die, die der Hersteller liefern kann (dies wird manchmal als vorvermaßt oder vorbearbeitet angegeben).

#### 7.2.4 Wachstumszonen

Die Anlagerung des gelösten Materials auf jeder Wachstumsoberfläche erfolgt kontinuierlich und manchmal im Wesentlichen gleichförmig, jedoch unterscheidet sich die Art der Anlagerung von Zone zu Zone. Deshalb entstehen durch das Wachstum in den verschiedenen Richtungen Bereiche mit unterschiedlichen Eigenschaften. Von denen in dieser Norm aufgeführten üblichen Wachstumszonen ergibt die Z-Zone die höchste Güte, dann folgen die größere X-Zone und die S-Zonen. Empfohlen wird deshalb, Dicken- und Flächenschwing-Quarzbauelemente gänzlich oder größtenteils aus der Z-Zone herzustellen und für den Elektrodenbereich des fertigen Schwingquarzes ausschließlich Z-Zonen-Material auszuwählen. Die kleinere X-Zone weist die niedrigste Güte auf und wird bei der Herstellung von Schwingquarzen für hohe Frequenzen üblicherweise verworfen.

In den Bildern 3a und 3b sind typische Beispiele gesägter Scheiben für AT-Schnitt- und X-Schnitt-Platten aus geeigneten Wachstumszonen dargestellt.

### 7.3 Standardverfahren zur Bewertung der Qualität von synthetischen Quarzkristallen

Der Umfang struktureller und chemischer Fehlstellen in einem synthetischen Quarzkristall hängt von den Wachstumsbedingungen, den verwendeten Dotierungen und besonders von der Wachstumsgeschwindigkeit ab, die in der Praxis zwei wichtige Konsequenzen haben. Erstens kann dies den  $\alpha$ -Wert des Kristalls verschlechtern (zu höheren Werten). Zweitens kann der Schnittwinkel für einen bestimmten Temperaturgang der Frequenz nicht einheitlich sein.

Die Güte ( $Q$ -Wert) eines Schwingquarzes wurde früher als Maß für die Qualität des Materials herangezogen. Bei einem Schwingquarz, hergestellt als Standard-Quarzresonator für 5 MHz im 5. Oberton, ist sichergestellt, dass der  $Q$ -Wert zwar die inneren Verluste wiedergibt, nicht aber die Montageverluste und die geringen Unterschiede in den Fertigungsverfahren verschiedener Hersteller berücksichtigt. Derartige Schwingquarze sind groß und können mitunter nicht nur aus der Z-Zone geschnitten werden.

Als die Absorptionskoeffizienten ( $\alpha$ -Werte) als Gütekriterien akzeptiert und angewendet wurden, ersetzen sie aufgrund ihrer Vorteile und Möglichkeiten schon bald nahezu vollständig direkte Gütemessungen als Mittel zur Beurteilung. Kleine Wachstumszonen können gemessen und Einzelheiten der Strukturen in den Wachstumszonen geklärt werden; die Prüfungen sind nahezu zerstörungsfrei, billiger und viel schneller.

Die Streuung des optimalen Schnittwinkels wird sehr klein und vergleichbar mit der von Naturquarz, wenn der  $\alpha_{3\,500}$ -Wert kleiner als  $0,06\text{ cm}^{-1}$  ist (Klasse C). Deshalb werden diese Kristalle für die Herstellung von Schwingquarzen hoher Frequenz mit engem Temperaturgang empfohlen.

Die Einheitlichkeit der  $\alpha$ -Werte in einem Herstellungslos wird durch eine gute Kontrolle des Zuchtprozesses sichergestellt. Die Stichprobe eines Herstellungsloses muss einen synthetischen Quarzkristall mit höchster Dicke in Richtung der Z- oder Z'-Achse enthalten. Eine Auswahl dieser Stichprobe bezieht sich auf die Tatsache, dass sich die  $\alpha$ -Werte proportional zur Wachstumsgeschwindigkeit verhalten. Deshalb weisen die Kristalle größter Dicke den höchsten  $\alpha$ -Wert in einem Los auf. Damit ist für die meisten Anwendungen die Stichprobenprüfung ausreichend.

Als zusätzliches Mittel zur Beurteilung von synthetischem Quarz wird in der Norm ein Schwingquarz zur Prüfung des Temperaturgangs der Frequenz festgelegt. Die Festlegung des Schnittwinkels ist so gewählt, dass der Temperaturgang der Frequenz eine lineare Steigung aufweist und empfindlich vom Schnittwinkel abhängt. Die festgelegte Form und die festgelegten Maße des Prüflings sind für die genaue Bestimmung des Schnittwinkels geeignet. Die Güte ( $Q$ -Wert) dieses Schwingquarzes hängt stark vom Montage- und Fertigungsverfahren ab und sollte deshalb nicht für die Beurteilung der Güte des Kristallmaterials herangezogen werden.

### 7.4 Weitere Verfahren zur Prüfung der Qualität von synthetischem Quarzkristall

Es gibt verschiedene Verfahren zur Prüfung struktureller Fehlstellen von synthetischem Quarzkristall, jedoch wurden die quantitativen Korrelationen zu elektrischen Eigenschaften von Schwingquarzen nicht vollständig untersucht. Eine Ausnahme stellt das vorstehend beschriebene Verfahren der Infrarot-Absorption dar, welches für die Beurteilung der Qualität nützlich ist.

#### 7.4.1 Sichtprüfung

In Quarzelementen sollte eine übermäßige Anzahl von Einschlüssen vermieden werden.

#### 7.4.2 Verfahren mit Absorption von Infrarot-Strahlung

Einige Radikale, die im Kristallgitter eingeschlossen sind, absorbieren Infrarot-Strahlung bei bestimmten Wellenzahlen. Das häufigste Radikal durch Verunreinigung in synthetischem Quarz ist durch Wasserstoffbrücken gebundenes OH, dessen Menge durch die Absorptionskoeffizienten bei bestimmten Wellenzahlen im Bereich zwischen  $3\,400\text{ cm}^{-1}$  und  $3\,600\text{ cm}^{-1}$  bestimmt werden kann.

Die Verluste von mechanischer Energie in einem Schwingquarz hängen von der Konzentration der OH-Radikale ab, und es besteht deshalb ein Zusammenhang zwischen dem Absorptions- und dem Gütewert. Im Bild 7 sind eine typische Kalibrierkurve und zugehörige Messpunkte dargestellt. Im Bericht einer neueren Nachkalibrierung [26]<sup>1)</sup> wird angegeben, dass eine Verschiebung der  $\alpha$ -Koordinate um  $-0,01$  diese Kurve an die wirkliche Güte  $Q_s$  von 5-MHz-Resonatoren anpasst.

Üblicherweise wird die Infrarot-Absorption in der Z-Zone des Kristalls gemessen, in der kleineren X-Zone weicht sie davon ab.

Es sollte weiterhin beachtet werden, dass die Messung der Infrarot-Absorption noch abhängen kann von

- den Maßen der Blende im Infrarot-Strahlengang;
- dem Ort der Messung relativ zum Ort des Kristallkeims;
- der Polarisationssebene;
- der Luftfeuchte und Temperatur in der Umgebung der Messeinrichtung;
- dem individuellen Anzeigefehler des Infrarot-Spektrometers.

Ein internationaler Ringversuch zur Messung des Infrarot-Absorptionskoeffizienten  $\alpha$  von synthetischem Quarzkristall<sup>2)</sup> zeigte deutlich, dass die jeweiligen Infrarotspektrometer charakteristische Abweichungen aufweisen, die durch Anwendung genormter  $\alpha$ -Quarzscheiben<sup>3)</sup> korrigiert werden können. Es wird empfohlen, eine Korrelationsmessung zwischen den Quarz-Herstellern und -Anwendern hinsichtlich der Kalibrierscheiben des Ringversuches durchzuführen.

#### 7.4.3 Verschiedenes

Das weit verbreitete Verfahren des chemischen Ätzens zur Prüfung auf Zwillingsbildung bei Naturquarz ist bei synthetischem Quarz nicht notwendig, weil die Zwillingsbildung hier sehr selten auftritt. Das Verfahren kann zur Erkennung von Ätzgruben und -kanälen als ein Maß für die Anzahl von Versetzungen angewendet werden. Zur Beobachtung der Gesamtverteilung von Verunreinigungen wird Gamma- oder Röntgenstrahlung angewendet. Die Schwärzung durch Bestrahlung hängt von der Konzentration der Verunreinigungen und den Wachstumszonen ab.

Beugungsbilder der Röntgenstrahlung liefern nützliche Aussagen über die Perfektion von Kristallen. Durch den niedrigen  $\alpha$ -Wert erhält man mit einem divergenten Röntgenstrahl schärfere Laue-Muster. Röntgen-Topographie nach dem Lang-Verfahren ist gut für den Nachweis der Verteilung von Strukturdefekten anwendbar.

---

<sup>1)</sup> Die Zahlenwerte in eckigen Klammern beziehen sich auf die Literaturhinweise.

<sup>2)</sup> Dieser Ringversuch wurde zwischen 1990 und 1992 vom Technischen Komitee 49 (Arbeitsgruppe 5) der IEC durchgeführt.

<sup>3)</sup> Weitere Angaben über dieses Verfahren und zur Verfügbarkeit genormter  $\alpha$ -Scheiben sind beim Technischen Komitee 49 (Arbeitsgruppe 5) der IEC oder bei einem beteiligten nationalen Komitee erhältlich.

Es sollte jedoch beachtet werden, dass alle diese Verfahren keine quantitative Korrelation zu den elektrischen Eigenschaften des fertigen Schwingquarzes liefern.

## 7.5 $\alpha$ -Klasse

Sechs Klassen sind festgelegt. Die Klassen Aa, A und B sind für Schwingquarze höchster Güte erforderlich. Die Klasse C ist am besten geeignet für Schwingquarze hoher Frequenz, die sowohl gute Temperatureigenschaften als auch niedrige  $\alpha$ -Werte erfordern. Die Klassen D und E werden meist für Schwingquarze tiefer Frequenz verwendet, wobei es hauptsächlich um große Kristalle zu einem niedrigen Preis geht.

## 7.6 Zusätzliche Klassifizierung (nur nach Bestellung) für Einschlüsse, Ätzkanäle und Aluminiumgehalt

### 7.6.1 Einschlüsse

Fünf Klassen sind festgelegt. Die Klassen Ia, Ib und I sind notwendig für besondere optische Anwendungen hoher Güte, wie VCR-Kameras, oder bei der Anwendung photolithographischer Verfahren.

Die Klasse II ist im Allgemeinen erforderlich für Volumen- oder Oberflächen-(OFW-)Resonatoren hoher Frequenz oder Güte.

Die Klasse III gilt für die meisten professionellen und technischen Anwendungen von Schwingquarzen.

### 7.6.2 Ätzkanäle

Sechs Klassen sind festgelegt. Die Klasse 1aa oder 1a wird benötigt für dicke Quarzsensorelemente, bei denen ein chemischer Ätzprozess von langer Dauer erforderlich ist. Für dreidimensionale Ätzprozesse kann vor allem die Klasse 1aa angewendet werden. Die Klassen 1 und 2 sind notwendig für Schwingquarze bestimmter hoher Güte, wie Grundtonquarze hoher Frequenz, für OFW-Bauelemente hoher Frequenz oder bei besonderen Herstellungsverfahren, wie dem chemischen Ätzen. Die Klasse 3 ist für die meisten technischen Anwendungen von Schwingquarzen geeignet. Die Klasse 4 eignet sich für die meisten allgemeinen Anwendungen von Schwingquarzen.

### 7.6.3 Aluminiumgehalt

Eine niedrige  $\text{Al}^{3+}$ -Konzentration (eine Austauschverunreinigung, die einen  $\text{Si}^{4+}$ -Platz besetzt) verringert auch ladungsausgleichende einwertige Ionen, die Aluminium begleiten (hauptsächlich  $\text{Na}^+$  und  $\text{Li}^+$ ). Die Prüfung ist deshalb manchmal erforderlich, wenn eine Beständigkeit gegen Schwärzung oder Frequenzänderung durch Strahlung gefordert ist.

Das Maß für die Konzentration von Aluminium im Quarzmaterial ist die Anzahl der Aluminiumatome je Million Siliziumatome. Für das Reinigungsverfahren der Stichprobe dürfen keine Ätzmittel verwendet werden, um sicherzustellen, dass durch das Ätzen nicht schon vorher Verunreinigungen beseitigt werden.

Der Aluminiumgehalt von Quarz kann durch spektrochemische und physikalische Verfahren ausreichend genau bestimmt werden. Zu den spektrochemischen Verfahren gehören in der Reihenfolge ihrer Entwicklung: Verfahren mit Atomabsorption (AA), induktiv gekoppeltem Plasma (ICP) und direktem Stromplasma (DCP). Mit allen diesen Verfahren können Analysen durchgeführt werden, die neben Aluminium auch viele andere Metalle nachweisen. Sie erfordern jedoch für genaue Ergebnisse sorgfältige Laborarbeiten, besonders bei einem sehr niedrigen Aluminiumgehalt. Dabei lässt sich die Empfindlichkeit verbessern, wenn die  $\text{SiO}_2$ -Platten in HF-Lösungen getaucht werden (dadurch Beseitigung von Si durch Bildung von  $\text{SiF}$ -Gas) und wenn Blindversuche durchgeführt werden, um unerwünschte Verunreinigungen in der verwendeten Flusssäure zu bestimmen.

Die physikalischen Verfahren umfassen Elektronen-Spin-Resonanz (ESR), auch als paramagnetische Elektronenresonanz (EPR) bekannt, und Infrarot-Absorption einer elektrolytisch gereinigten Stichprobe bei

der Temperatur von flüssigem Stickstoff. Außerdem erhält man zumindest qualitative Aussagen, wenn die Schwärzung durch Bestrahlung in den Bereichen mit X-Wachstum verglichen wird.

Sowohl die spektrochemischen als auch die physikalischen Verfahren setzen den Einsatz spezialisierter Ausrüstungen mit derartigen Kosten voraus, dass sie üblicherweise nur in solchen Laboratorien zur Anwendung kommen, wo sie auch häufig genutzt werden. Für die Bestimmung des Aluminiums im Quarz muss der Anwender entweder ein gut ausgerüstetes spektrochemisches Labor mit gut ausgebildeten Technikern oder ein mit einer EPR-Ausrüstung ausgestattetes physikalisches Labor suchen. Brauchbare Ergebnisse sollte man von beiden erwarten können.

Bei der Vorbereitung von Stichproben für die Bestimmung von Aluminium ist zu beachten, dass kein Fremdmaterial einbezogen wird. Beispielsweise sind üblicherweise nur eine Wachstumszone und kein Kristallkeimmateriale erwünscht. Vorrangig besteht die erwünschte Zone aus Z-Wachstums-Material.

#### 7.6.4 Elektrolytisch gereinigter Quarz

Eine  $\text{Al}^{3+}\text{--M}^+$ -Fehlstelle (ein einwertiges Ion für den Ladungsausgleich) im Quarz wird in  $\text{Al}^{3+}\text{--OH}$  überführt, wenn das Alkaliion durch Strahlung dissoziiert vorliegt. Durch diese Überführung wird eine elastische Entspannung im  $\text{Al}^{3+}\text{--M}^+$ -Zentrum aufgehoben und die Elastizitätskonstante erhöht. Dies ist der Grund für die Frequenzverschiebung des Quarzes bei Bestrahlung. Jedoch kann die Frequenzdrift durch Bestrahlung verringert werden, wenn die Alkaliionen im Quarz im Voraus durch elektrolytische Reinigung (Diffusionsprozess im elektrischen Feld) entfernt werden, die zur Überführung von  $\text{Al}^{3+}\text{--M}^+$  in  $\text{Al}^{3+}\text{--OH}$  oder  $\text{Al}^{3+}\text{--e}^-$  führt. Mit elektrolytischer Reinigung behandelter Quarz wird als elektrolytisch gereinigter Quarz bezeichnet. Elektrolytisch gereinigter Quarz wird für Schwingquarze in Satelliten benutzt, die in der Strahlungsumgebung des Weltraums arbeiten und alterungsbedingter Frequenzdrift unterliegen. Durch das elektrolytische Reinigungsverfahren werden die Alkaliionen bei hoher Temperatur beseitigt, indem eine hohe Gleichspannung in Richtung der Z-Achse angelegt wird und die Alkaliionen entlang der Z-Achse aus dem Quarz entfernt werden.

### 7.7 Bestellangaben

Bei Bestellungen sind die folgenden Angaben erforderlich (es sind möglichst genormte Klassen und Normwerte zu verwenden):

- a) synthetischer Quarzkristall „wie gezüchtet“ oder vorbearbeiteter synthetischer Quarzkristall;
- b) Quarztyp (RH oder LH);
- c) Orientierung des Kristallkeims;
- d) Maße;
- e)  $\alpha$ -Klasse;
- f) zusätzliche Klassifizierung, nur wenn erforderlich.

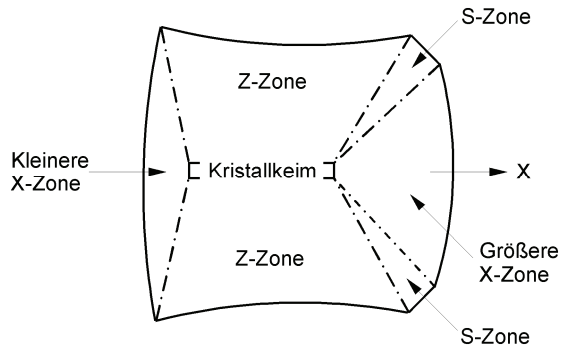


Bild 1a – Schnitt  $\perp$  zur Y-Achse

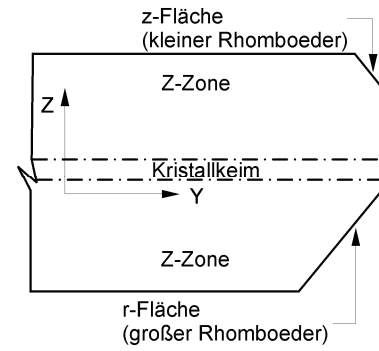


Bild 1b – Schnitt  $\perp$  zur X-Achse

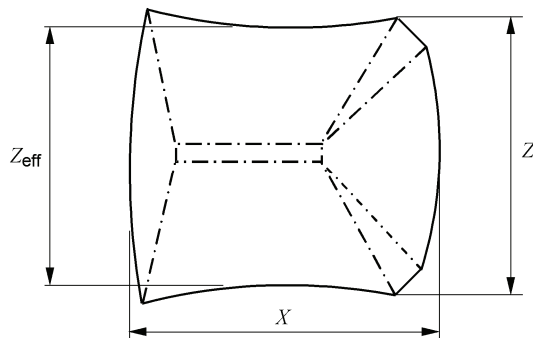


Bild 1c – Darstellung der Maße  $Z$  und  $Z_{\text{eff}}$

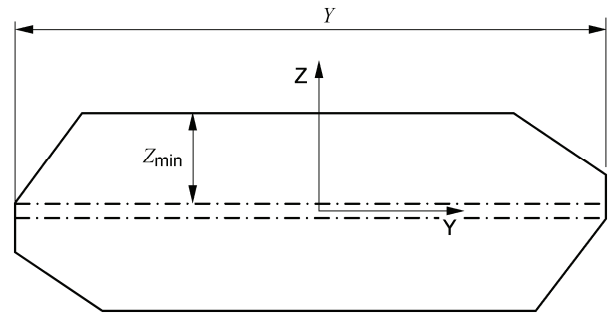
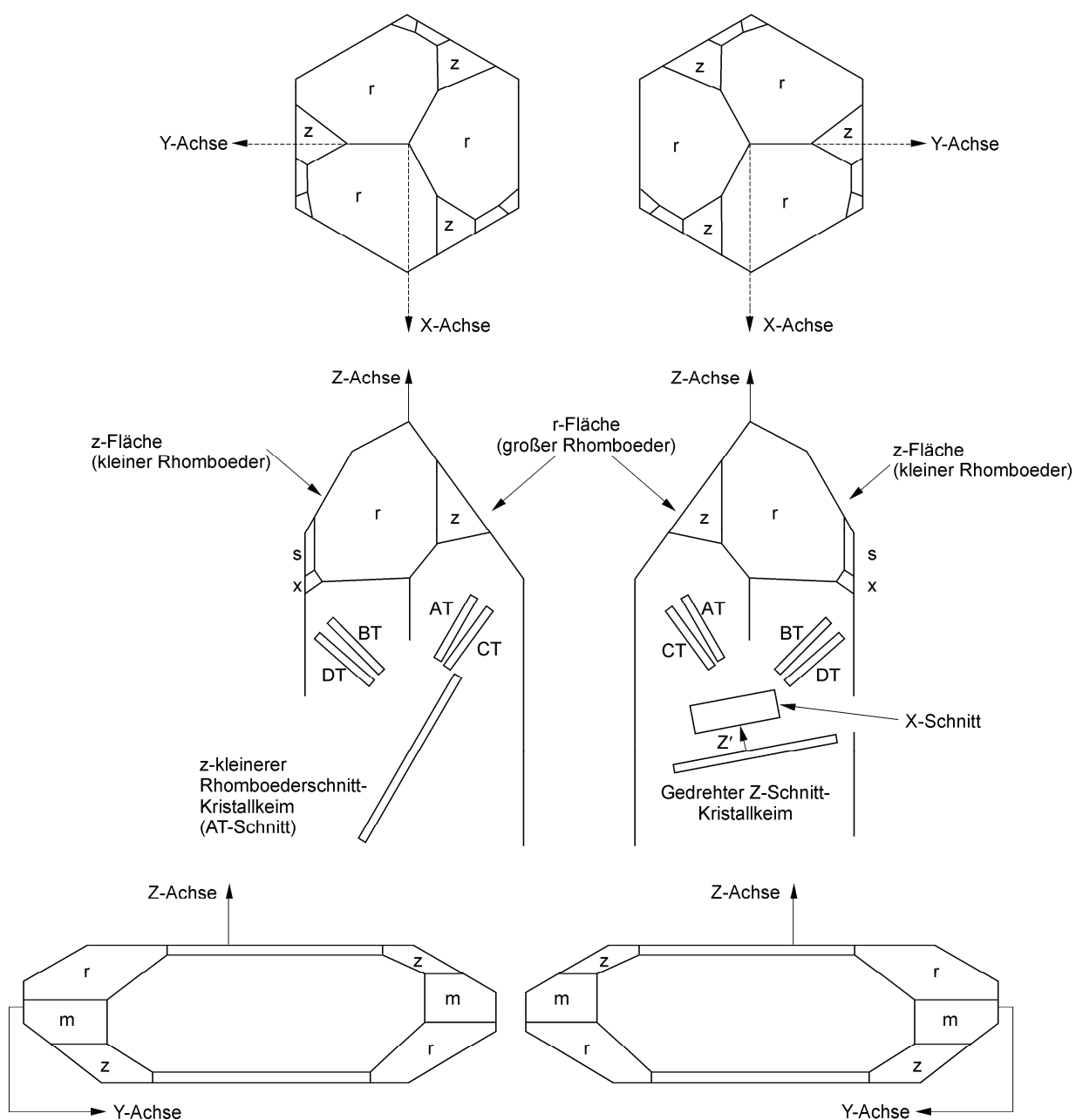


Bild 1d – Darstellung des Maßes  $Z_{\text{min}}$

Bild 1 – Schematische Schnitte eines synthetischen Quarzkristalls, der auf einem Z-Schnitt-Kristallkeim gezüchtet wurde

**Linksquarz**

Konoskop: Verkleinerung der Ringe  
(Drehung des Okulars im Uhrzeigersinn)

Polarimeter: Drehung des Analysators gegen den  
Uhrzeigersinn

**Rechtsquarz**

Vergrößerung der Ringe  
(Drehung des Okulars im Uhrzeigersinn)

Drehung des Analysators im Uhrzeigersinn

**Bild 2 – Bezeichnungen der Achsen und Flächen eines Quarzkristalls**

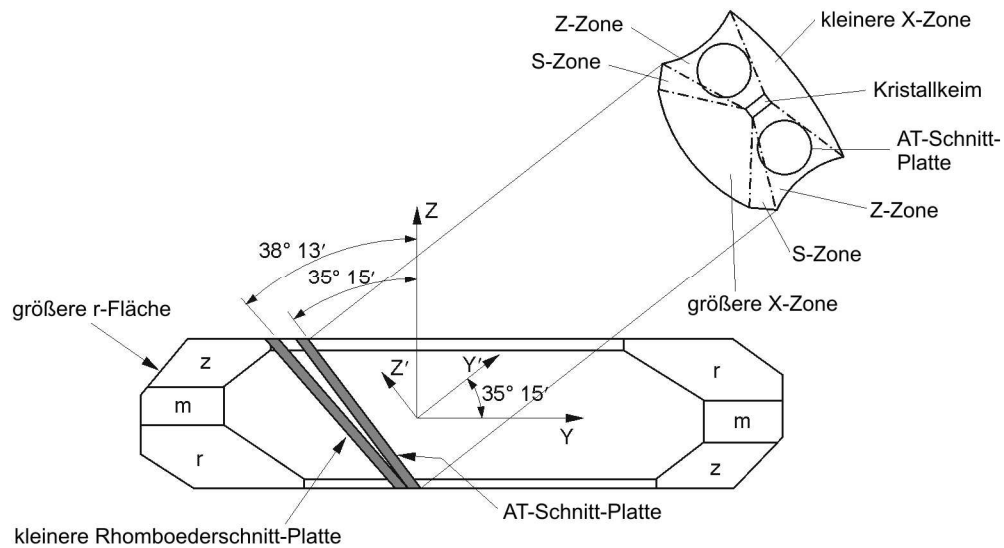


**Bild 3a – Lage von AT-Schnitt-Platten in einem rechtsdrehenden synthetischen Quarzkristall**

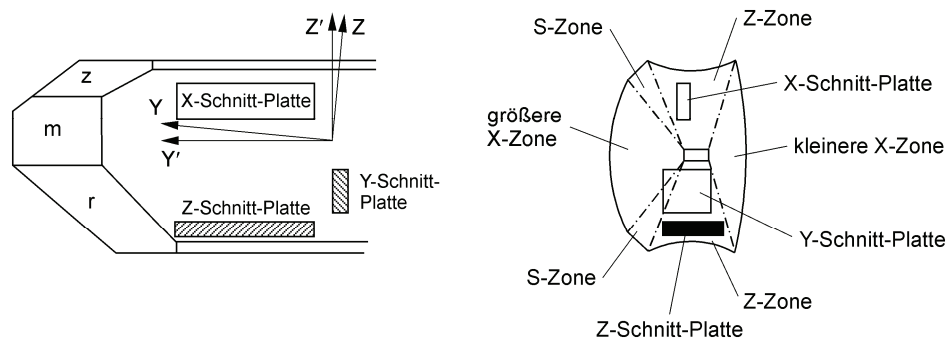


**Bild 3b – Lage von X-Schnitt-Platten, Y-Schnitt-Platten und Z-Schnitt-Platte**

**Bild 3 – Typische Beispiele von gesägten Scheiben für AT-Schnitt-Platten, kleiner Rhomboeder-Schnitt-Platte, X-Schnitt-Platte, Y-Schnitt-Platte und Z-Schnitt-Platte**

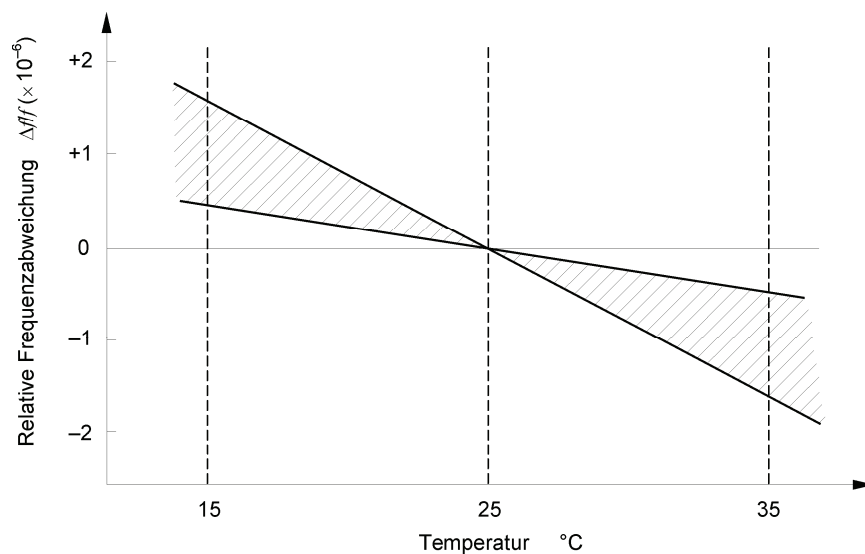


**Bild 4 – Temperaturgang der Frequenz für die Prüfung der Steigung**

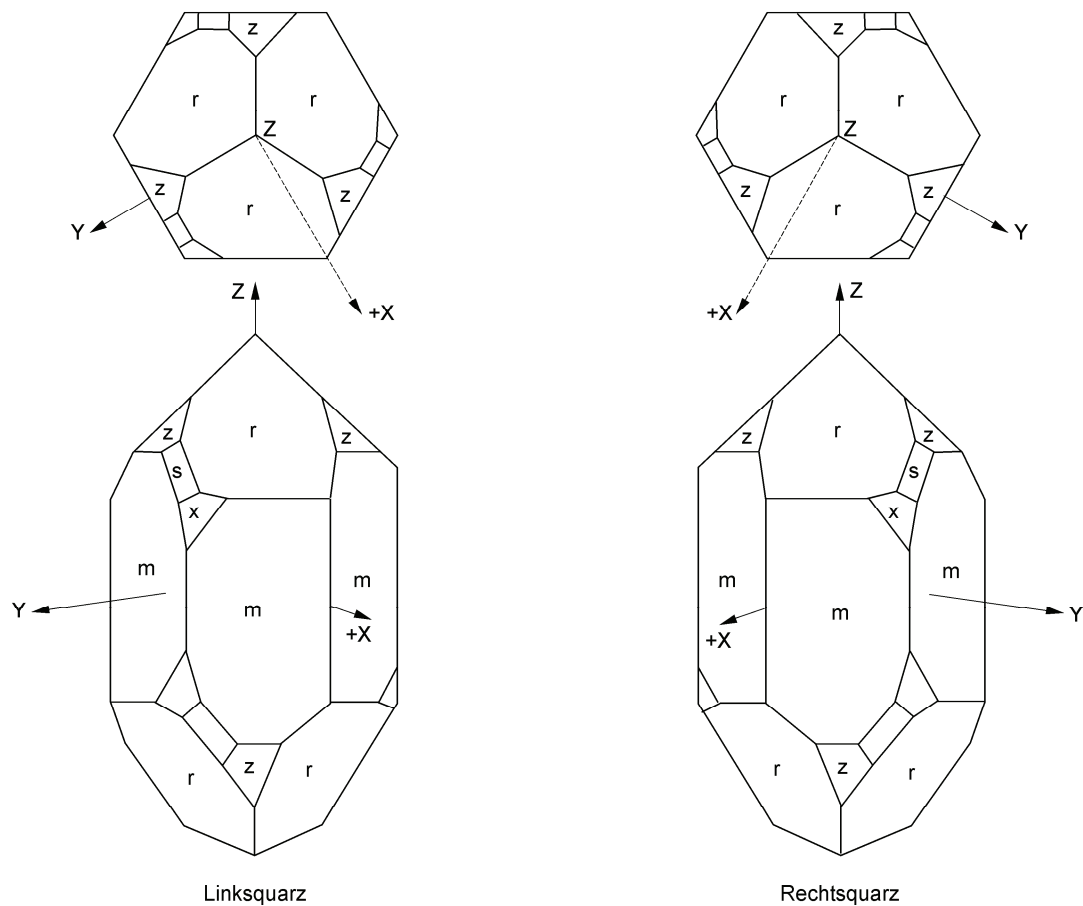


Bild 5a – Natürliche Quarzkristalle

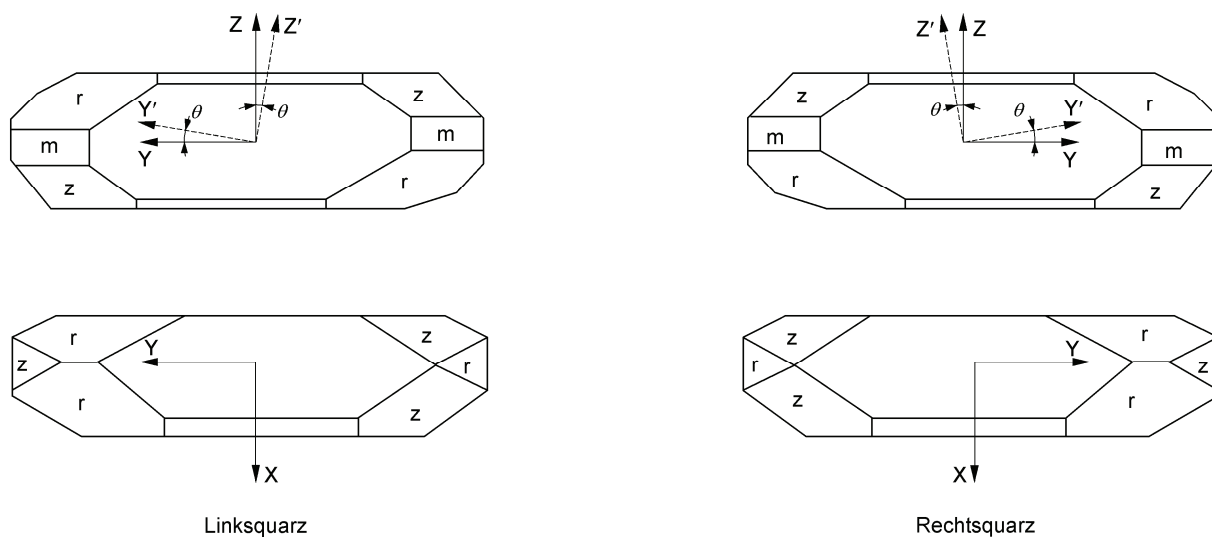


Bild 5b – Synthetische Quarzkristalle

Bild 5 – Bezeichnung der Achsen und Flächen eines Quarzkristalls

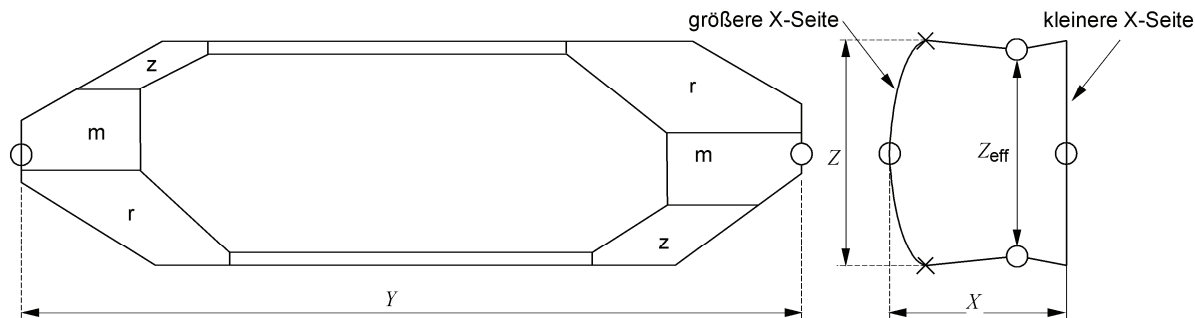


**Bild 6 – Synthetischer Quarzkristall, gezüchtet auf einem Z-Schnitt-Kristallkeim mit kleinen X-Maßen**

(Mit Z-Schnitt-Kristallkeimen anderer Proportionen oder Kristallkeimen anderer Schnitte werden weitere Kristallformen hergestellt.)

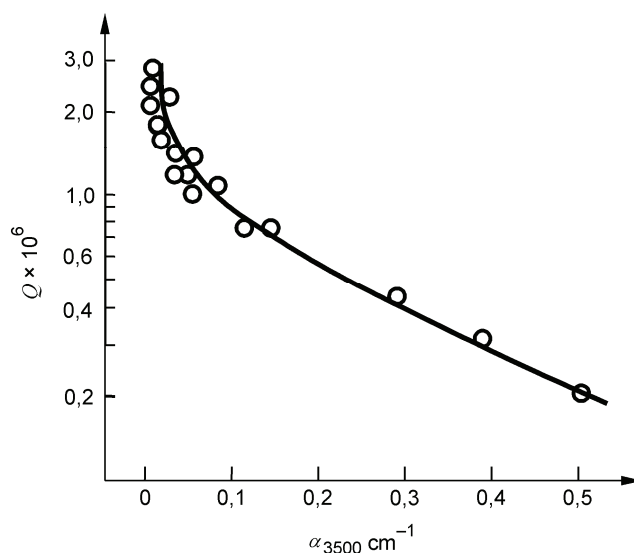


**Bild 7 – Beispiel einer früheren (1970) Beziehung zwischen dem Absorptionskoeffizienten von Infrarot-Strahlung und der Güte von synthetischem Quarzkristall**

(Eine neuere Kalibrierung der Abhängigkeit zwischen  $Q$  und  $\alpha_{3500}$  [26] ergibt für  $\alpha_{3500}$ , gemessen mit modernen Spektrophotometern ohne Strahlkondensor, eine gute Annäherung an realistische Güten der früheren, hier dargestellten Kurve, wenn man bei den gemessenen  $\alpha$ -Werten den  $\alpha_{3500}$ -Wert um 0,01 erhöht und die Güte für ihre Summe verwendet. Obwohl diese Korrektur von  $\alpha$  gering erscheint, wirkt sie sich beträchtlich auf die Güte im Bereich kleiner  $\alpha$ -Werte bzw. großer  $Q$ -Werte aus.)