

## Vers une filière Langatate (LGT) pour des résonateurs Haute Performance

### Towards a production line of high performance resonators based on langatate

**Porteur(s) :** J.-J. Boy (FEMTO-ST)

**Partenaire(s) :** P. Jeandel (CRISTALINNOV)

#### Résumé du projet en Français :

Les matériaux sont une composante essentielle de la filière Temps Fréquence. FEMTO-ST s'est positionné sur cet axe de recherche des cristaux pour les résonateurs depuis de nombreuses années, à travers différentes équipes.

La maîtrise de ces matériaux est aussi importante pour la recherche que pour des projets collaboratifs avec les industriels. Or, les approvisionnements en cristaux piézoélectriques de haute qualité sont soumis aux aléas des producteurs, peu nombreux, limitant ainsi la reproductibilité de certains travaux et résultats.

FEMTO-ST a beaucoup travaillé sur les cristaux de la famille des LGx, avec de nombreuses publications et projets sur la Langatate (LGT). En dernier exemple, le projet ASTRID EclaTemps portant sur des études de LGT pour des applications Temps-Fréquence vient d'être accepté. Des initiatives visant à créer une unité de production de cristaux de la famille des LGx ont déjà été envisagées à Besançon, notamment en partenariat avec une des spécialistes mondiale de la croissance de monocristal de LGT : Christine Klemenz ; qui n'ont cependant pas abouti. En parallèle, s'est mise en place une plateforme technologique d'envergure nationale dédiée aux cristaux et procédés, portée par l'Université Claude Bernard Lyon 1 : Cristal Innov. Son conseil scientifique a défini 4 axes technologiques, dont les cristaux piézoélectriques pour des applications en Temps-Fréquence. Et ce, en étroite relation avec FEMTO-ST.

Ainsi, la plateforme Cristal innov souhaite développer 2 cristaux de cette famille, avec la perspective d'en assurer une production régulière en petit volume de très bonne qualité :

- La croissance de LGT par la méthode Czochralski
- Le quartz très haute qualité par hydrothermal

#### Abstract in English:

Materials are a key part of Time-Frequency domain. Many teams of FEMTO-ST are positioned for several years on this research axis: crystals for resonators.

Managing these materials is important for research and also for collaborative projects with industry. The supply in high quality piezoelectric crystals depends on the little number of producers, which limits reproductibility of some works and results.

FEMTO-ST has worked hard on crystals of the LGx family with numerous publications and projects related with Langatate (LGT). The ASTRID project "EclaTemps", dealing with studies of LGT for Time-Frequency domain applications, has just passed. At Besançon some initiatives were there but have failed for now. The idea was to create a production unit with Christine Klemenz, one of the world expert of LGT monocristal growth. In parallel, Cristal Innov, a national scale technological platform dedicated to crystals and process has been built under the aegis of Claude Bernard Lyon 1 University. Four technological axes were defined by its scientific comity, among which piezoelectric crystal for Time-Frequency domain applications, with close ties with FEMTO-ST.

In this way, Cristal Innov platform aims to develop 2 crystals of this family to ensure a recurring, small and high quality production:

- LGT growth by Czochralski method;
- very high quality quartz by hydrothermal process.

### Résultats marquants :

Femto ST, au sein de son département temps-fréquence, s'est intéressé au matériau langatate (LGT) et à son potentiel pour des résonateurs BAW et SAW. Dans ce cadre, Cristal Innov a développé avec l'institut Lumière Matière (ILM Lyon 1), d'une part, et le support technologique de Mme Christine Klemenz\*, d'autre part, la croissance de cristaux de LGT jusqu'à un diamètre de 50mm. Ces cristaux ont été utilisés par Femto ST pour la fabrication de résonateurs. Femto ST a démontré que la LGT développée à Cristal Innov permettait d'obtenir de façon répétable des facteurs de qualité de  $1.3 \times 10^6$  à 10 MHz, donc similaire à ceux du quartz de coupe SC. Il a également été démontré que la langatate issue du fabricant russe Fomos donnait des facteurs de qualité 4 à 5 fois inférieurs. L'étude fine des performances des résonateurs d'une part et des paramètres de croissance d'autre part a permis de dégager de nouvelles pistes d'amélioration du facteur de qualité (composition chimique, traitement post-croissance), et une cible de  $1.6$  à  $1.8 \times 10^6$  à 10 MHz paraît tout à fait atteignable.

### Highlights:

The Time and Frequency department of Femto ST has investigated the potential of Langatate (LGT) crystals for BAW and SAW resonators. In this framework, Cristal Innov developed with the Institut Lumière Matière (ILM Lyon 1) and Ms Christine Klemenz\* the growth of LGT crystals up to 50mm in diameter. These crystals were used by Femto ST for the fabrication of resonators. Femto ST showed that the LGT developed in Cristal Innov can give in a repeatable way quality factors of  $1.3 \times 10^6$  at 10 MHz, similar to SC cut quartz. It was also showed that the LGT produced by the Russian supplier Fomos give quality factors 4 or 5 times lower. The detailed study of the performances of the resonators in one hand, and of the growth parameters in the other hand raised new opportunities of improvement of the quality factor (chemical composition, post-growth treatments), and a target of  $1.6$  to  $1.8 \times 10^6$  MHz sounds realistic for a next step.

\* Christine Klemenz-Rivenbark is an expert on oxides growth, with a long experience on LGT growth, both in academic laboratories ([EPFL](#), [UCF](#)) and in industry.

### 2012 C.B. Sawyer Memorial Award

The C.B. Sawyer Memorial Award is to recognize outstanding contributions in the development, production or characterization of piezoelectric materials of interest to the Symposium Technical Program Committee, or to recognize entrepreneurship or leadership within profit or non-profit organizations in the frequency control community (including all parts of the community).

Citation: "For research and development of high quality crystal growth of emerging LGT and similar materials for the frequency control community, and establishment of a company for production of these materials."

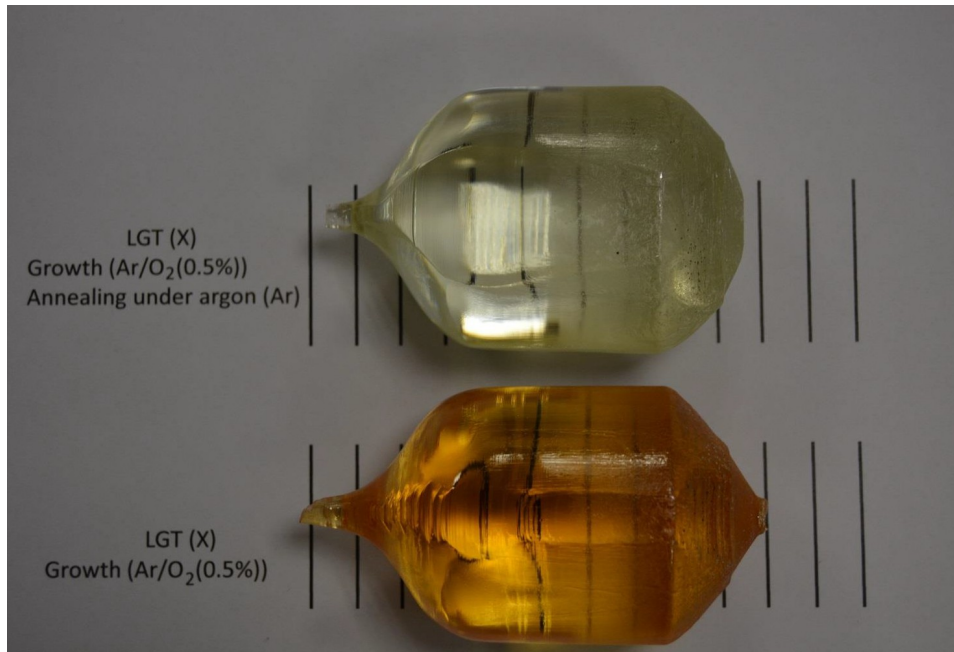
### Publications and communications linked with the funded project:

#### Peer-reviewed articles:

M. Allani et al., "Influence of the growth and annealing atmosphere on the electrical conductivity of LGT crystals", Optical Materials (2016) <http://dx.doi.org/10.1016/j.optmat.2016.09.072>, ELSEVIER Ed

B. Boutahraoui, M. Allani et al., "Langatate bulk crystal grown from the melt by Czochralski technique and characterization", Optical Materials (2016), <http://dx.doi.org/10.1016/j.optmat.2016.09.018>.

Pictures with captions (curve, photo, scheme ...):



*LGT ingots with different growth process conditions*