



ZESZYTY NAUKOWE WYDZIAŁU

ELEKTRONIKI I INFORMATYKI

POLITECHNIKI KOSZALIŃSKIEJ NR 4

● ● ● ●

0001011010101

POLITECHNIKA KOSZALIŃSKA

Zeszyty Naukowe
Wydziału Elektroniki i Informatyki

Nr 4

KOSZALIN 2012

Zeszyty Naukowe Wydziału Elektroniki i Informatyki, Nr 4
Wydział Elektroniki i Informatyki Politechniki Koszalińskiej

ISSN 1897*7421

Przewodniczący Uczelnianej Rady Wydawniczej
Miroslaw Maliński

Przewodniczący Komitetu Redakcyjnego
Aleksy Patryn

Komitet Redakcyjny
Miroslaw Maliński
Dariusz Gretkowski
Krzysztof Bzdya

Projekt okładki
Tadeusz Walczak

Skład, łamanie
Maciej Bączek

© Copyright by Wydawnictwo Uczelniane Politechniki Koszalińskiej
Koszalin 2012

Wydawnictwo Uczelniane Politechniki Koszalińskiej
75-620 Koszalin, ul. Raclawicka 15-17

Koszalin 2012, wyd. I, ark. wyd. 4,11, format B*5, nakład 150 egz.
INTRO-DRUK, Koszalin

Spis treści

Spis treści

Nr stron poniżej podano zgodnie z układem wydawniczym tomu

Nr of pages below are shown according to layout in the issue

<i>Mirosław Andrzej Maliński, Łukasz Bartłomiej Chrobak</i>	5 - 14
Identification of the Volume and Surface Type Absorption by the Nondestructive Photoacoustic Method	
<i>Irena Bach-Dąbrowska</i>	15 - 28
Recruitment and selection process for project team based on fuzzy model	
<i>Alexander Fedotov, Ivan Swito, Aleksy Patryn, Yury Kalinin, Alexander Sitnikov</i>	29 - 42
DC conductivity mechanisms in granular nanocomposite films $Cu_x(SiO_2)_{1-x}$, deposited in Ar gas atmosphere	
<i>Vadim Bayev, Julia Fedotova, Aleksei Maximenko, Eugenij Streltsov, Mikolai Malashchonak, Igor Azarko, Alexander Fedotov, Ivan Svito, Aleksy Patryn, Pavel Apel, Serguey Tyutyunnikov, Momir Milosavljević</i>	43 - 54
Electric and magnetic properties of nickel and nickel-pladium nanowires deposited in anodic aluminum oxide template	
<i>Dariusz Jakóbczak</i>	55 - 66
The Zero of Function and Interpolation by the Method of Hurwitz-Radon Matrices	
<i>Maciej Kubicki</i>	67 - 82
Przegląd metod pomiaru szczelności elementów elektronicznych	

Mirosław Andrzej Maliński

Łukasz Bartłomiej Chrobak

Department of Electronics and Computer Science

Technical University of Koszalin

2 Śniadeckich St.

75-453 Koszalin

Poland

Identification of the Volume and Surface Type Absorption by the Nondestructive Photoacoustic Method

Keywords: II-VI semiconductors, ZnBeMgSe, surface states, nondestructive photoacoustic techniques,

Introduction

The technology of production of semiconductor samples requires a series of surface processes. Surface of the samples is modified by several processes such as: cutting, grinding, polishing, etching, implantation, annealing, RF sputtering cleaning and others. After each of these processes the surface of the sample is strongly modified. For the analysis of the influence of these processes on the quality of the surface of the samples different measuring methods can be applied. One of them is the photoacoustic method. The photoacoustic method can be applied with the piezoelectric or the microphone method of detection. These methods have a strong advantage as the phase of the photoacoustic signal depends on the location of the absorbing region in the sample. The effect of surface states on the experimental piezoelectric photothermal spectra of silicon single crystals was presented in paper [1]. The influence of the surface preparation on the piezoelectric spectra of $Zn_{1-x-y}Be_xMn_ySe$ mixed crystals was presented in paper [2]. The piezoelectric theory of detection of surface states enabling computations of the piezoelectric amplitude and phase spectra in the presence of the surface absorption was presented in paper [3]. The photoacoustic spectra of ZnBeMgSe mixed crystals in the piezoelectric method of detection, exhibiting surface states, were presented in papers [4,5]. The photoacoustic spectra of surface defects states of semiconductor ZnBeSe mixed crystal samples, in a microphone detection, were presented in paper [6].

Theoretical Model

From the theoretical point of view the mathematical model of the photoacoustic signal of the sample with the surface states is a two layer model. In a general case, when both layers have different thickness and different thermal parameters, one of the existing models can be applied: A. Mandelis et al. [7], N. C. Fernelius [8] or N. Takabatake et al. [9]. The model of a photoacoustic signal of a thin semiconductor layer on a thermally thick semiconductor backing was presented in paper [10].

For the case of the surface absorption when the thickness of the surface layer is much smaller than the thickness of the sample and thermal parameters of both layers are similar the mathematical model describing the structure can be simplified.

The model of the photoacoustic signal, in the microphone detection, of the sample exhibiting both the surface and volume absorption applied for the computations of the theoretical spectra and performing the fitting of the spectra to the experimental characteristics is presented below.

$$PA(f, l, \alpha_1, \alpha_2, d, \beta_v(\lambda), \beta_s(\lambda), \lambda_1, \lambda_2) = \frac{D(f, l, \alpha_1, d, \beta_s(\lambda), \lambda_1) + C(f, l, \alpha_2, \beta_v(\lambda), \lambda_2) \cdot \exp(-\beta_s(\lambda) \cdot d)}{\sigma_1(f)} \quad (1)$$

$$\sigma_i = (1+i) \cdot \sqrt{\frac{\pi \cdot f}{\alpha_i}} \quad (2)$$

$$D(f, l, \alpha_1, d, \beta_s(\lambda)) = \frac{[1 - \exp[-\beta_s(\lambda) \cdot d] \cdot [1 + \exp[-2 \cdot \sigma_1(f) \cdot l]]]}{\lambda_1 \cdot \sigma_1(f) \cdot [1 - \exp[-2 \cdot \sigma_1(f) \cdot l]]} \quad (3)$$

$$C(f, l, \alpha_2, \beta_v(\lambda)) = \frac{\beta_v(\lambda) \cdot [A(f, l, \alpha_2, \beta_v(\lambda)) + B(f, l, \alpha_2, \beta_v(\lambda))]}{\lambda_2 \cdot 2 \cdot \sigma_2(f) \cdot [1 - \exp[-2 \cdot \sigma_2(f) \cdot l]]} \quad (4)$$

$$A(f, l, \alpha_2, \beta_v(\lambda)) = \frac{[1 - \exp[-(\sigma_2(f) - \beta_v(\lambda)) \cdot l]]}{\beta_v(\lambda) + \sigma_2(f)} \quad (5)$$

$$B(f, l, \alpha_2, \beta_v(\lambda)) = \frac{\exp[-2 \cdot \sigma_2(f) \cdot l] \cdot [1 - \exp[(\sigma_2(f) - \beta_v(\lambda)) \cdot l]]}{\beta_v(\lambda) - \sigma_2(f)} \quad (6)$$

$$Am(\lambda) = |PA(f, l, \alpha, d, \beta_s(\lambda), \beta_v(\lambda))| \quad (7)$$

$$Phase(\lambda) = \frac{180}{\pi} \cdot \arg [PA(f, l, \alpha, d, \beta_s(E), \beta_v(E))] \quad (8)$$

Where: f – is the frequency of modulation, λ is the wavelength of light, l is the thickness of the sample, α_1 is the thermal diffusivity of the surface layer, α_2 is the thermal diffusivity of the sample, λ_1 is the thermal conductivity of the surface layer, λ_2 is the thermal conductivity of the sample, d is the effective thickness of the surface layer, D denotes the temperature contribution to the total temperature of the illuminated side of the sample associated with the surface absorption in a damaged layer, while C denotes the temperature contribution associated with the volume absorption in the sample. $\exp(-\beta_s \cdot d)$ represents that part of the intensity of light transmitted past the surface layer and is absorbed in the volume of the sample. In the fittings it was assumed that: $\alpha_1 = \alpha_2$, $\lambda_1 = \lambda_2$ i.e. the thermal parameters of the surface layer and volume of the sample are the same.

Experimental Set Up

The experimental setup for spectral measurements consisted of 300 [W] xenon lamp, as a source of light, grating monochromator, mechanical modulator, PA chamber with the electret microphone, low-noise preamplifier, lock-in type amplifier and the computer which controlled the measuring process. The schematic diagram of experimental set up is shown in Fig.1. The PA spectra were measured at room temperature at the frequency of modulation $f=30$ [Hz] in the front experimental configuration with the conventional photoacoustic spectrometer described in papers [11-12].

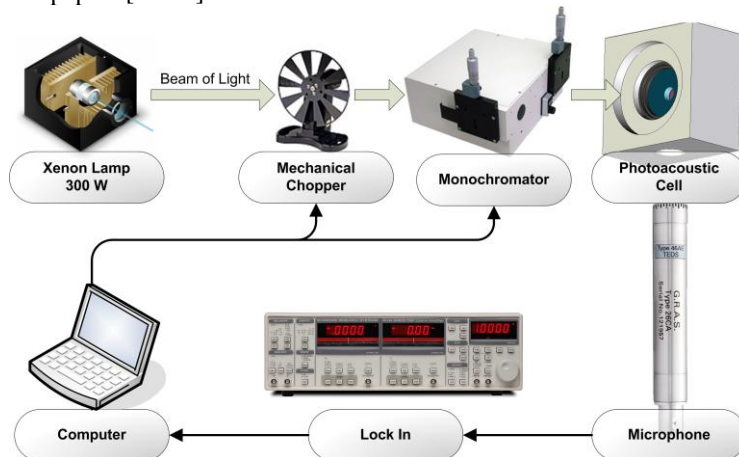


Fig. 1. The experimental photoacoustic set up used for the spectral experiments.

Sample Preparation

ZnBeMgSe crystals used for experiments were grown from the high purity powder using the high-pressure Bridgman method. The crystal rod was cut into 1mm thick samples which were first ground using the grinding powder (10 μm diameter), then polished with diamond paste (1 μm diameter) and finally chemically etched. A solution of H_2SO_4 (96 %), $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ and water was used for etching the samples. After etching, the samples were rinsed in distilled water and then immersed for a few seconds in boiling NaOH. Then the samples were rinsed again in cold water, next in boiling distilled water, and finally in ethyl alcohol. The value of the thermal diffusivity of the samples, necessary for computations of the optical absorption spectra, was determined from the independent frequency PA measurements as $\alpha=0.1 \text{ cm}^2/\text{s}$.

Experimental Results

The photoacoustic experimental and theoretical amplitude spectra of ZnBeMgSe sample are presented in Fig.2.

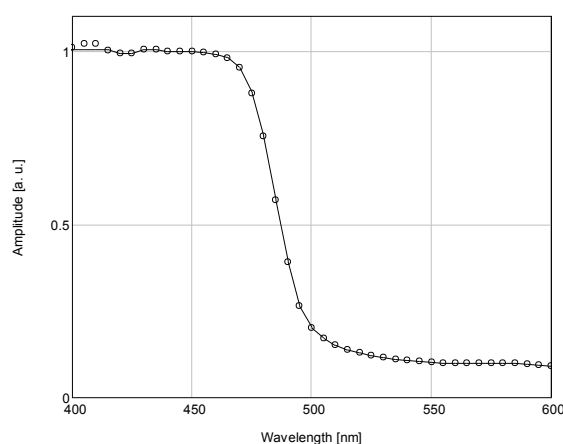


Fig. 2. Photoacoustic amplitude spectra of ZnBeMgSe sample. Circles – experimental data, solid line – a theoretical curve computed in a volume absorption model.

The fitting of the theoretical curve to the experimental amplitude spectrum was performed in a volume absorption model. From the amplitude PA spectrum the volume optical absorption coefficient spectrum was extracted $\beta_V(\lambda)$. The corresponding photoacoustic phase spectra of the same sample measured and computed in a volume absorption model for the optical absorption coefficient spectrum $\beta_V(\lambda)$ are shown in Fig.3.

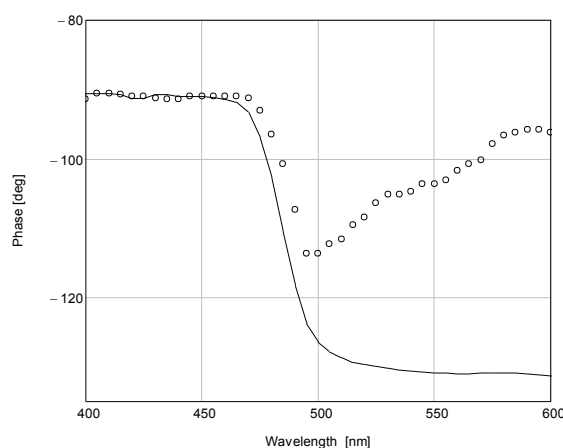


Fig.3. Photoacoustic phase spectra of ZnBeMgSe sample. Circles – experimental data, solid line – a theoretical curve computed in a volume absorption model.

The comparison of the experimental and theoretical phase spectra computed for the optical absorption spectrum $\beta_V(\lambda)$ presented in Fig.3 show that the volume absorption model is not appropriate for interpretation of the photoacoustic experimental spectra of the analyzed sample. In the other approach in the first step the fitting was performed for the phase spectrum. It is presented in Fig.4. From the fitting of the theoretical curve, computed in the volume absorption model, to the experimental phase spectrum the optical absorption spectrum $\beta_V(\lambda)$ was extracted. It is also possible to get the perfect fitting of theoretical and experimental phase spectra. Then the optical absorption spectrum $\beta_V(\lambda)$ was applied for the computations of the amplitude PA spectrum of the same sample. It is presented in Fig.5. It turned out that the model again is inappropriate for the interpretation of the experimental spectra.

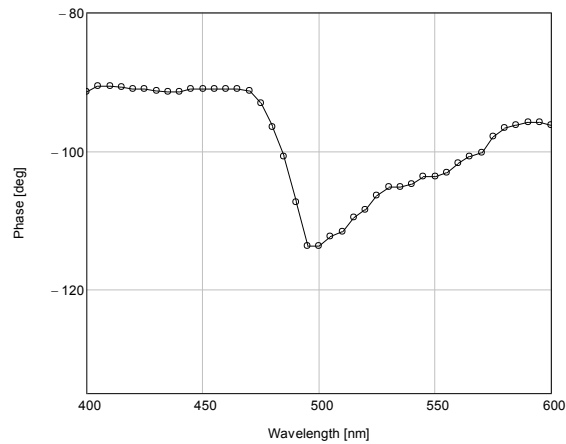


Fig. 4. Photoacoustic phase spectra of ZnBeMgSe sample. Circles – experimental data, solid line – a theoretical curve computed in a volume absorption model.

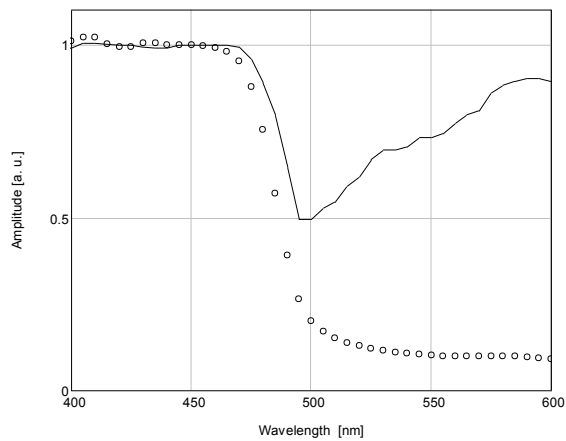


Fig. 5. Photoacoustic amplitude spectra of ZnBeMgSe sample. Circles – experimental data, solid line – a theoretical curve computed in a volume absorption model.

To explain the amplitude and phase PA spectra of the sample the volume and surface absorption model had to be applied. The results of the fittings performed in this model are shown in Figs.6 and 7.

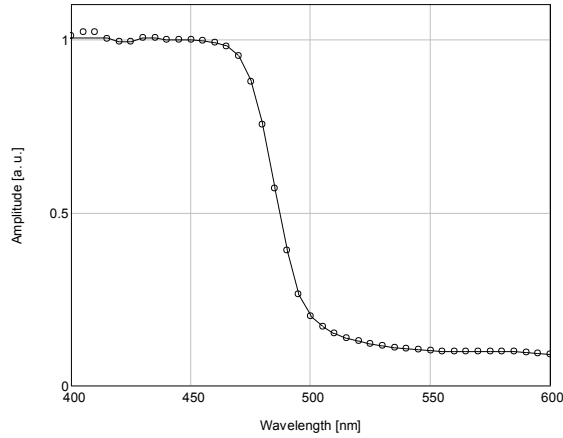


Fig. 6. Photoacoustic amplitude spectra of ZnBeMgSe sample. Circles – experimental data, solid line – a theoretical curve computed in a volume and surface absorption model.

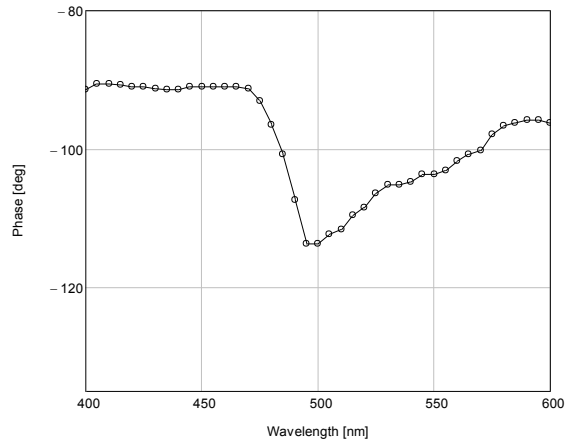


Fig. 7. Photoacoustic phase spectra of ZnBeMgSe sample. Circles – experimental data, solid line – a theoretical curve computed in a volume and surface absorption model.

The resulting volume and surface absorption spectra of the sample are shown in Figs.8 and 9. The volume and surface absorption coefficient spectra $\beta_v(\lambda)$ and $\beta_s(\lambda)$ were computed as the solution of the set of equations for each wavelength of the absorbed light. For computations the thickness of the damaged surface layer $d=10\ \mu\text{m}$ was assumed.

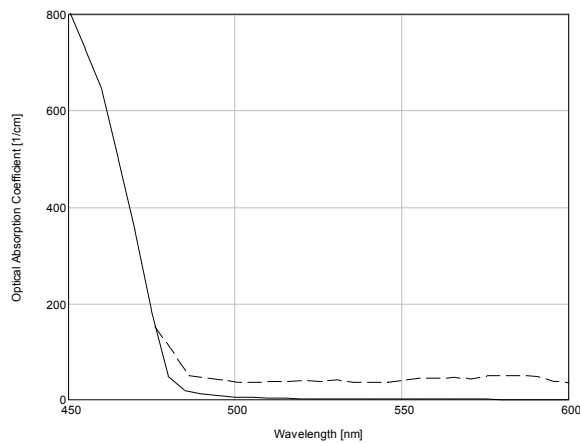


Fig. 8. Volume (solid line) and surface (dashed line) optical absorption spectra computed from the PA spectra in a volume and surface absorption model.

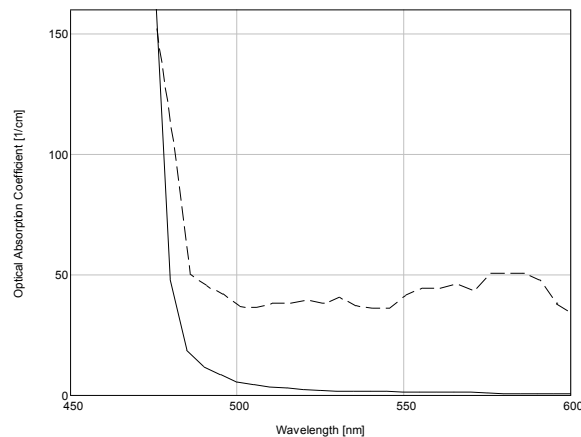


Fig. 9. Volume (solid line) and surface (dashed line) optical absorption spectra computed from the PA spectra in a volume and surface absorption model.

Conclusions

This paper shows that the character of the optical absorption i.e. a volume or a surface one can be identified only by the simultaneous fitting of the theoretical PA amplitude and phase spectra to the experimental ones. From the solution of the appropriate set of equations it is possible to determine the values of $\beta_s(\lambda) \cdot d$ as also $\beta_v(\lambda)$. The parameter $\beta_s(\lambda) \cdot d$ is suggested to be applied as describing the quality of the surface of semiconductor samples. Its value enables comparison of the quality of the surface of semiconductor samples after different surface treatments.

Acknowledgements

This research work was financed from the budget funds for science of the Ministry of Science and Higher Education in the years 2010-2012 as a research project No: N N515604339.

References

1. A. A. Memon, M. Maliński, A. Fukuyama, T. Ikari, *Jpn. J. of Appl. Physics* 43 (2004), 2397-2401.
2. J. Zakrzewski, M. Maliński, K. Strzałkowski, F. Firszt, S. Łęgowski, H. Męczyńska, A. Marasek, M. Pawlak, *J. de Physique IV France*, 137 (2006), 381-384.
3. M. Maliński, J. Zakrzewski, *European Physical Journal-Special Topics* 154 (2008), 345-349.
4. M. Maliński, J. Zakrzewski, K. Strzałkowski, S. Łęgowski, *Acta Acustica United with Acustica* 94 (2008), 250-253.
5. M. Maliński, J. Zakrzewski, K. Strzałkowski, S. Łęgowski, F. Firszt, H. Męczyńska, *Surface Science*, 603 (2009), 131-137.
6. M. Maliński, J. Zakrzewski, F. Firszt, *European Physical Journal-Special Topics* 153 (2008), 267- 270.
7. A. Mandelis, Y. C. Teng, B. S. H. Royce, *J. Appl. Phys.* 50 (1979), 7138-7146.
8. N. C. Ferneliuss, *J. Appl. Phys.* 51 (1980), 650 -654.
9. N. Takabatake, T. Kobayashi, Y. Show, T. Izumi, *Electronics and Communications in Japan*, 86 (2003), 1-6.
10. M. Maliński, L. Bychto, J. L. Nzodoum Fotsing, K. Junge, A. Patryn, *J. de Physique France* 117 (2004), 29-40.
11. Ł. Chrobak, M. Maliński, *Solid State Communications* 149, (2009), 1600 - 1602.
12. M. Maliński, Ł. Chrobak, L. Bychto, T. Okupski, *Thin Solid Films* 519 (2010), 417-421.

Abstract

This paper presents experimental and theoretical amplitude and phase photoacoustic spectra of the mixed crystal ZnBeMgSe. The experimental photoacoustic spectra with the microphone detection were analyzed in a surface and volume absorption model. This paper proves that it is not possible to draw conclusions about the character of the absorption i.e. volume or surface only from the amplitude or phase photoacoustic spectra. It is possible to identify the character of the absorption only from the amplitude and phase photoacoustic spectra together.

Streszczenie

W artykule przedstawiono eksperymentalne i teoretyczne fotoakustyczne widma amplitudowe i fazowe kryształu ZnBeMgSe. Eksperymentalne widma fotoakustyczne uzyskane przy zastosowaniu detekcji mikrofonowej zostały zinterpretowane w modelu absorpcji objętościowej i powierzchniowej. Artykuł dowodzi, że nie jest możliwe wyciągnięcie wniosków odnośnie optycznej absorpcji objętościowej i powierzchniowej tylko z charakteru fotoakustycznego widma amplitudowego lub fazowego. Możliwe jest to przy jednoczesnej interpretacji zarówno fotoakustycznego widma amplitudowego jak i fazowego.

Irena Bach-Dąbrowska

Katedra Podstaw Informatyki i Zarządzania
Wydział Elektroniki i Informatyki
Politechnika Koszalińska

Recruitment and selection process for project team based on fuzzy model

1. Introduction

Recruitment and selection refers to the chain and sequence of activities pertaining to recruitment and selection of employable candidates and job seekers for a project. Every enterprise, business, start-up and entrepreneurial firm has some well-defined employment and recruitment policies and hiring procedures [9]. Methods and soft tools implemented in hiring process can be categorized to one from four groups:

- Assessment of application forms: curriculum vitae, covering letter, personal questionnaire, certificates and diplomas, education rankings;
- Inspection of references: written references, verbal references;
- Interviews: formalized proceedings, informal/easy conversations;
- Tests: skills/competency tests, samples and simulations of work, medical tests, psychological tests.

Some of employers also use of Assessment Center/Development Center services that guarantee professional and complex performance of recruitment process.

All of mentioned methods apart from good points have also bad one that significantly affects on selecting quality. Main disadvantages of described methods are as follow:

- carry out and verify tests for all applicants require great cost of time and labor, thus in situation of large amount of applications there exist a suspicion of unconscientiously work performance,
- assessment of application forms and the review process carried out by human resource can be exposing on lack of impartiality.

The wide description of the recruitment and selection process, as well as tools, methods and methodologies based on psychological tests and standard procedures can be found in exemplary scientific publications [1], [2], [3], [4], [5], [6], [7], [8]. Although all of them presents proposition of the practical attitude to the problem, they don't present however general methodology, which can be implemented to any project team and they don't give the information how to asses the cohesion of the recruited team.

In the light of the aforementioned prerequisites it is easy to notice that there is a need to develop one general model and solving method of structuring project team process, implementation of which ensue:

- impartial and non emotional, thus a fair assessment of each candidate,
- uniform procedure of verification for all applicants.

Determine reference model will form ground for formulate and solve class of problems define in next paragraph.

2. Problem statement

Given is a project, characterized by its complexity, specific/required character of management and time window for its execution.

Given is a set of vacancies necessary to fill in a project team, characterized by required competency level, experience, availability, MBTI profile.

Given is a set of candidates for vacant posts, characterized by their competencies, work experience, psychological profile and availability.

Information about project, vacancies and candidates are formulated in linguistic way. Values of decision variables are define in both precise (crisp) and imprecise (fuzzy) way and can take a form of numbers as well as words.

The following questions are considered:

Does there exist a project team (set of alternative projects teams) allowing to achieve assumed project objectives?

If YES:

Which combination of candidates (alternative sets) allow to achieve assumed project objectives?

Does there exist a candidate, who fulfils given set of the basic criteria and is well adjusted to the project team?

If YES:

Which of candidates is best adjusted to vacant post and to project team?

This paper presents a proposition of general reference model based on fuzzy set theory, model that allows defining and resolving structuring project teams decision problems. Proposed model combine precise and imprecise values of decision variables.

3. Model of recruitment and selecting process

The structuring process of project team has been modeled in three stages.

Stage 1 – Defining of project requirements:

- determination of expected competency level for each post in project,
- determination of behavioral type for each post in project,
- project complexity,
- project character;

Project requirement reference model is multiply input – multiply output (MIMO) type, where project complexity and project character are input variables, while expected competency level for post and expected MBTI profile for post are output variables (Dig. 1).

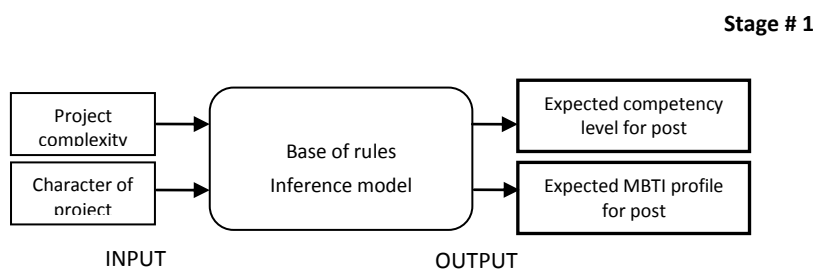


Diagram 1. Multiply input- Multiply output model for Stage 1 recruitment and selection process

The first stage allows identify the main requirements following from project specification.

Stage 2 – Preliminary verification process includes analyzing of application forms and selection of candidates. Following assessment criteria are taken in to consideration: set of basic criteria, set of required competency, adjustment to Myers-Briggs Type Indicator (MBTI) for chosen posts in project team, availability in given period of time;

Preliminary selection reference model is multiply input – single output (MISO) type. Implementation of this model is additionally divided into four steps (Dig. 2). First step includes all applicants and on every subsequent step the number of candidates is reduce to successful ones from previously stage, that mean candidates with

sufficient adjustment to the post without constraint of grade of membership level. On the last, fourth step of verification, the output list of successful candidates is sort according to grade of membership.

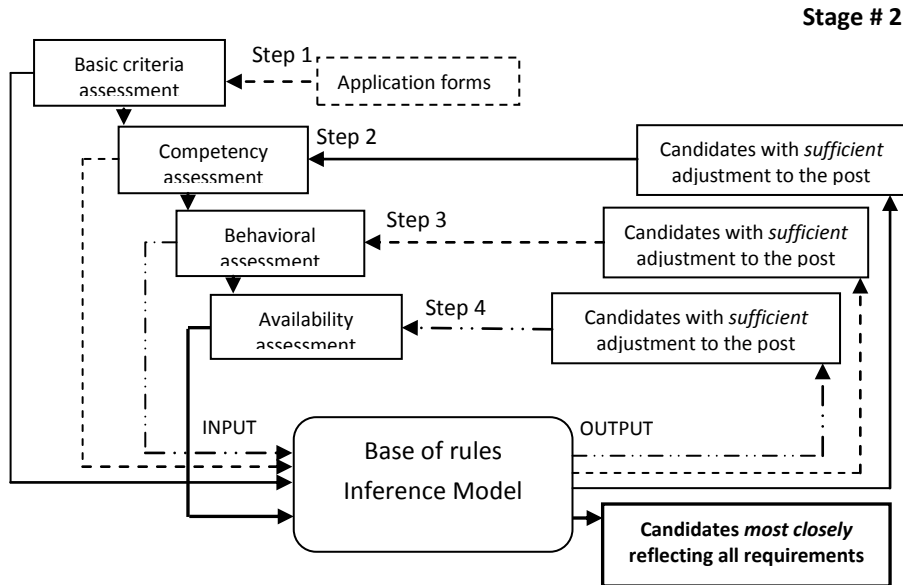


Diagram 2. Model of preliminary selection process

In that way the final set of verified candidates can be placed under final verification process on Stage 3.

Stage 3 – Final selection includes:

- determination of final set of candidates and reserve list, depending on output variables ranges obtained on previous stages,
- grouping chosen set of candidates into alternative project teams, according to psychological profile of group conformity.

Reference model based on fuzzy logic theory is divided according too above named three stages in to: project requirements reference model, preliminary verification reference model and final selection reference model.

4. Fuzzy reference model

Given is a set of linguistics variables $V_i = \{V_1, \dots, V_n\}$, $i \in N - \{0\}$, defining input and output criteria of candidates assessment in structuring process of project team. Linguistic variable V_i is characterized by a quadruple $[L_i, T_i(L), \Omega_i, M_i]$, where:

- $L_i = \{L_1, \dots, L_n\}$, $i \in N - \{0\}$ – set of names of linguistic variables;
- $T_i(L_i) = \{T_1(L_1), \dots, T_n(L_n)\}$, $i \in N - \{0\}$ – set of countable term set of labels or the linguistic values;
- $t_{ij} = \{t_{i1}, t_{i2}, \dots, t_{in}\}$, $i, j \in N - \{0\}$, $t_{ij} \subset T_i(L_i)$ – set of the linguistic values of linguistic variable;
- $\Omega_i = \{\Omega_1, \dots, \Omega_n\}$, $i \in N - \{0\}$ – set of a universes of discourse of linguistic variable V_i ;
- $M_i = \{M_1, \dots, M_n\}$, $i \in N - \{0\}$ – set of semantic rules;
- $m_{ij} = \{m_{i1}, m_{i2}, \dots, m_{in}\}$, $i, j \in N - \{0\}$, $m_{ij} \subset M_i$ – variability range for linguistic value t_{ij} with grade of membership equal 0 or 1.

Given are standard, piecewise linear shapes of membership functions (MBF) represents the degree to which the crisp value of linguistic variables V_i belong to a fuzzy set. In other words, MBF represents terms describing linguistic variables.

Although scientific publications have suggested many different types of MBF for fuzzy logic, standard MBF are used in most practical applications. Great value of piecewise linear type of MBF is the fact, that only

minimum information is necessary to define them. For example to define triangular MBF it is enough to define three values: most typical value as a middle of variability range also maximum and minimum values for that range.

Reference model assume using of following MBF shapes (Dig. 3):

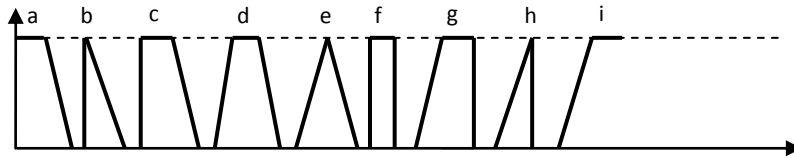


Diagram 3. Shapes of most common piecewise linear membership functions

a) Left external (**LE**); b, h) Triangular asymmetrical (**TA**); c, g) trapezoidal asymmetrical (**TRA**); d) trapezoidal symmetrical (**TRS**), e) triangular symmetrical (**TS**), f) rectangular (**R**), i) right external (**RE**).

Table 1. Project requirement reference model

PROJECT REQUIRMENTS REFERENCE MODEL						
V_i	L_i	$T_i(L_i)$	t_{ij}	Ω_i	M_i	m_{ij}
V_1	Project complexity level	$T_1(L_1)$	t_{11} (low) t_{12} (medium) t_{13} (high)	<i>expert knowledge</i>	M_1	<i>expert knowledge</i>
V_2	Project character	$T_2(L_2)$	t_{21} (technical) t_{22} (technical/soft) t_{23} (soft)	<i>expert knowledge</i>	M_2	<i>expert knowledge</i>
V_3	Expected competency level for post	$T_3(L_3)$	t_{31} (medium) t_{32} (medium high) t_{33} (high)	<i>expert knowledge</i>	M_3	<i>expert knowledge</i>
V_4	Expected MBTI profile for post	$T_4(L_4)$	t_{41} (ISTJ) t_{42} (ISTP) t_{43} (ESTP) t_{44} (ESTJ) t_{45} (ISFJ) t_{46} (ISFP) t_{47} (ESFP) t_{48} (ESFJ) t_{49} (INFP)	[1÷16] <i>u: points</i>	M_4	m_{41} [1:1] S m_{42} [2:1] S m_{43} [3:1] S m_{44} [4:1] S m_{45} [5:1] S m_{46} [6:1] S m_{47} [7:1] S m_{48} [8:1] S m_{49} [9:1] S

			t ₄₁₀ (ENFP)			m ₄₁₀ [10:1] S
			t ₄₁₁ (ENFJ)			m ₄₁₁ [11:1] S
			t ₄₁₂ (INTJ)			m ₄₁₂ [12:1] S
			t ₄₁₃ (INTP)			m ₄₁₃ [13:1] S
			t ₄₁₄ (ENTP)			m ₄₁₄ [14:1] S
			t ₄₁₅ (ENTJ)			m ₄₁₅ [15:1] S
			t ₄₁₆ (INFJ)			m ₄₁₆ [16:1] S

Table 2. Preliminary verification reference model

PRELIMINARY VERIFICATION REFERENCE MODEL						
V _i	L _i	T _i (L _i)	t _{ij}	Ω _i	M _i	m _{ij}
V ₅	Practice on independently post	T ₅ (L ₅)	t ₅₁ (low) t ₅₂ (medium low) t ₅₃ (medium high) t ₅₄ (high)	Expert knowledge	M ₅	Expert knowledge
V ₆	Participation in project teams	T ₆ (L ₆)	t ₆₁ (small) t ₆₂ (medium) t ₆₃ (high)	Expert knowledge	M ₆	Expert knowledge
V ₇	Candidate competency level	T ₇ (L ₇)	t ₇₁ (low) t ₇₂ (medium) t ₇₃ (high)	Expert knowledge	M ₇	Expert knowledge
V ₈	MBTI profile	T ₈ (L ₈)	t ₈₁ (ISTJ) t ₈₂ (ISTP) t ₈₃ (ESTP) t ₈₄ (ESTJ) t ₈₅ (ISFJ) t ₈₆ (ISFP) t ₈₇ (ESFP) t ₈₈ (ESFJ) t ₈₉ (INFP) t ₈₁₀ (ENFP) t ₈₁₁ (ENFJ) t ₈₁₂ (INTJ) t ₈₁₃ (INTP) t ₈₁₄ (ENTP) t ₈₁₅ (ENTJ) t ₈₁₆ (INFJ)	[1÷16] u: points	M ₈	m ₈₁ [1:1] S m ₈₂ [2:1] S m ₈₃ [3:1] S m ₈₄ [4:1] S m ₈₅ [5:1] S m ₈₆ [6:1] S m ₈₇ [7:1] S m ₈₈ [8:1] S m ₈₉ [9:1] S m ₈₁₀ [10:1] S m ₈₁₁ [11:1] S m ₈₁₂ [12:1] S m ₈₁₃ [13:1] S m ₈₁₄ [14:1] S m ₈₁₅ [15:1] S m ₈₁₆ [16:1] S
V ₉	Availability	T ₉ (L ₉)	t ₉₁ (consistent) t ₉₂ (inconsistent)	Expert knowledge	M ₉	Expert knowledge
V ₁₀	Post character	T ₁₀ (L ₁₀)	t ₁₀₁ (independent) t ₁₀₂ (dependent)	Expert knowledge	M ₁₀	Expert knowledge
V ₁₁	Post adjustment	T ₁₁ (L ₁₁)	t ₁₁₁ (sufficient) t ₁₁₂ (insufficient)	Expert knowledge	M ₁₁	Expert knowledge

Table 3. Input and output data for second stage of verification process

STEP	Input variables	Output variables
1	V_5, V_6, V_{10}	V_{11}
2	V_7, V_{10}	V_{11}
3	V_8, V_{10}	V_{11}
4	V_9, V_{10}	V_{11}

As the results of Stage 2 obtained is a set of candidates fulfill with at least 0.5 grade of membership all basic criteria. On this stage however candidates are not yet categorized according to their achieved results, and also are not ‘confront with each other’. That means the competencies of candidates are enough for the posts, but there is no guarantee of effective, peaceable cooperation with others team members. Those two important elements are obtained and verified on Stage 3.

The final selection process, as in the case of the second Stage, is divided into two steps. The first step allows categorizing selected on Stage 2 candidates according to the results achievements. That allows creating a list of basic candidates for project team, and two additional reserve lists.

The second step of final selection process allows checking adjustment of chosen candidates according to their MBTI profile, and ability to work in selected team. It is crucial stage, as it is known that even the best specialist, when are unable to work with each other, can bring undertaken project to failure.

The reference model for step one in final selection process is MISO type, where V_7, V_8, V_{11} , are input variables and V_{12} is output variable.

As the result of this process three lists of candidates are prepared: **basic list** includes candidates who assignment to the vacant post is not less than 0.8 grade of membership; **reserve A list** includes candidates who assignment to the vacant post is between 0.6 ÷ 0.8 grade of membership, **reserve B list** includes candidates who assignment to the vacant post is between 0.5 ÷ 0.6 grades of membership.

Table 4. Final selection reference model 1

FINAL SELECTION REFERENCE MODEL 1						
V_i	L_i	$T_i(L_i)$	t_{ij}	Ω_i	M_i	m_{ij}
V_7	Competency level	$T_7(L_7)$	t_{72} (medium) t_{73} (high)	<i>Expert knowledge</i>	M_7	<i>Expert knowledge</i>
V_8	MBTI profile	$T_8(L_8)$	t_{81} (ISTJ) t_{82} (ISTP) t_{83} (ESTP) t_{84} (ESTJ) t_{85} (ISFJ) t_{86} (ISFP) t_{87} (ESFP)	[1÷16] <i>u: points</i>	M_8	m_{81} [1:1] S m_{82} [2:1] S m_{83} [3:1] S m_{84} [4:1] S m_{85} [5:1] S m_{86} [6:1] S m_{87} [7:1] S

			t_{88} (ESFJ) t_{89} (INFP) t_{810} (ENFP) t_{811} (ENFJ) t_{812} (INTJ) t_{813} (INTP) t_{814} (ENTP) t_{815} (ENTJ) t_{816} (INFJ)			m_{88} [8:1] S m_{89} [9:1] S m_{810} [10:1] S m_{811} [11:1] S m_{812} [12:1] S m_{813} [13:1] S m_{814} [14:1] S m_{815} [15:1] S m_{816} [16:1] S
V_{11}	Post adjustment	$T_{11}(L_{11})$	t_{111} (sufficient) t_{112} (insufficient)	<i>Expert knowledge</i>	M_{11}	<i>Expert knowledge</i>
V_{12}	Assignment	$T_{20}(L_{20})$	T_{201} (basic) T_{202} (reserveA) T_{203} (reserveB)	<i>Expert knowledge</i>	M_{20}	<i>Expert knowledge</i>

The second step of the final selection process allows compare of chosen candidates according to the posts and relation occurring between those posts and to MBTI profile of candidates. The comparison results alternative sets of team, fulfilling given assessment criteria, are generated.

Table 5. Final selection reference model 2

TEAM ADJUSTMENT REFERENCE MODEL 2						
V_i	L_i	$T_i(L_i)$	t_{ij}	Ω_i	M_i	m_{ij}
V_{13}	Post A character	$T_{13}(L_{13})$	$t_{13,1}$ (executive) $t_{13,2}$ (subsidiary)	<i>Expert knowledge</i>	M_{13}	<i>Expert knowledge</i>
$V_{13'}$	Post B character	$T_{13'}(L_{13'})$	$t_{13',1}$ (executive) $t_{13',2}$ (subsidiary)	<i>Expert knowledge</i>	M_{14}	<i>Expert knowledge</i>
V_8	MBTI profile candidate A	$T_8(L_8)$	$t_{8,1}$ (ISTJ) $t_{8,2}$ (ISTP) $t_{8,3}$ (ESTP) $t_{8,4}$ (ESTJ) $t_{8,5}$ (ISFJ) $t_{8,6}$ (ISFP) $t_{8,7}$ (ESFP) $t_{8,8}$ (ESFJ) $t_{8,9}$ (INFP) $t_{8,10}$ (ENFP) $t_{8,11}$ (ENFJ) $t_{8,12}$ (INTJ) $t_{8,13}$ (INTP) $t_{8,14}$ (ENTP) $t_{8,15}$ (ENTJ) $t_{8,16}$ (INFJ)	$[1 \div 16]$ <i>u: points</i>	M_8	$m_{8,1}$ [1:1] S $m_{8,2}$ [2:1] S $m_{8,3}$ [3:1] S $m_{8,4}$ [4:1] S $m_{8,5}$ [5:1] S $m_{8,6}$ [6:1] S $m_{8,7}$ [7:1] S $m_{8,8}$ [8:1] S $m_{8,9}$ [9:1] S $m_{8,10}$ [10:1] S $m_{8,11}$ [11:1] S $m_{8,12}$ [12:1] S $m_{8,13}$ [13:1] S $m_{8,14}$ [14:1] S $m_{8,15}$ [15:1] S $m_{8,16}$ [16:1] S

V_8	MBTI profile candidate B	$T_8(L_8)$	$t_{8,1}$ (ISTJ) $t_{8,2}$ (ISTP) $t_{8,3}$ (ESTP) $t_{8,4}$ (ESTJ) $t_{8,5}$ (ISFJ) $t_{8,6}$ (ISFP) $t_{8,7}$ (ESFP) $t_{8,8}$ (ESFJ) $t_{8,9}$ (INFP) $t_{8,10}$ (ENFP) $t_{8,11}$ (ENFJ) $t_{8,12}$ (INTJ) $t_{8,13}$ (INTP) $t_{8,14}$ (ENTP) $t_{8,15}$ (ENTJ) $t_{8,16}$ (INFJ)	[1÷16] <i>u: points</i>	M_8	$m_{8,1}$ [1:1] S $m_{8,2}$ [2:1] S $m_{8,3}$ [3:1] S $m_{8,4}$ [4:1] S $m_{8,5}$ [5:1] S $m_{8,6}$ [6:1] S $m_{8,7}$ [7:1] S $m_{8,8}$ [8:1] S $m_{8,9}$ [9:1] S $m_{8,10}$ [10:1] S $m_{8,11}$ [11:1] S $m_{8,12}$ [12:1] S $m_{8,13}$ [13:1] S $m_{8,14}$ [14:1] S $m_{8,15}$ [15:1] S $m_{8,16}$ [16:1] S
V_{14}	Effectiveness of cooperation	$T_{14}(L_{14})$	t_{14} (low) t_{14} (medium) t_{14} (high)	<i>Expert knowledge</i>	M_{14}	<i>Expert knowledge</i>

Models shown in tabular presentations Tab1., Tab2., Tab4., Tab5., includes following symbols for MBTI profiles combination: E – Extraversion, I – Introversion, S – Sensing, N – Intuition, T – Thinking, F – Feeling, J – Judging, P – Perceiving.

To conduct the structuring process basing on presented reference models it is necessary to implement this model in fuzzy system.

5. Fuzzy system structure

Fuzzy system implementing proposed in chapter 4 reference model is presented on diagram 4. This system includes all divided reference models from Stage 1 to Stage 3.

It can be notice that designed system structure includes seven rule bases. This solution follows from two main reasons.

Process of candidates verification is divided on stages and steps, which means, that on each step different criteria's are checked; this allow on gradual selection of candidates; from this reason output values form one stage are implemented as an input values for next stage.

Divided rule bases allow to minimize number of rules taking part in inference process; for example if on stage 2 instead of four different rule blocks with total number of rules equal 66, only one rule block would be design, the number of rules would increase to 1536. Rule base with so many rules is difficult to design and to guarantee correctness of its implementation. Moreover computation of the results would require more time.

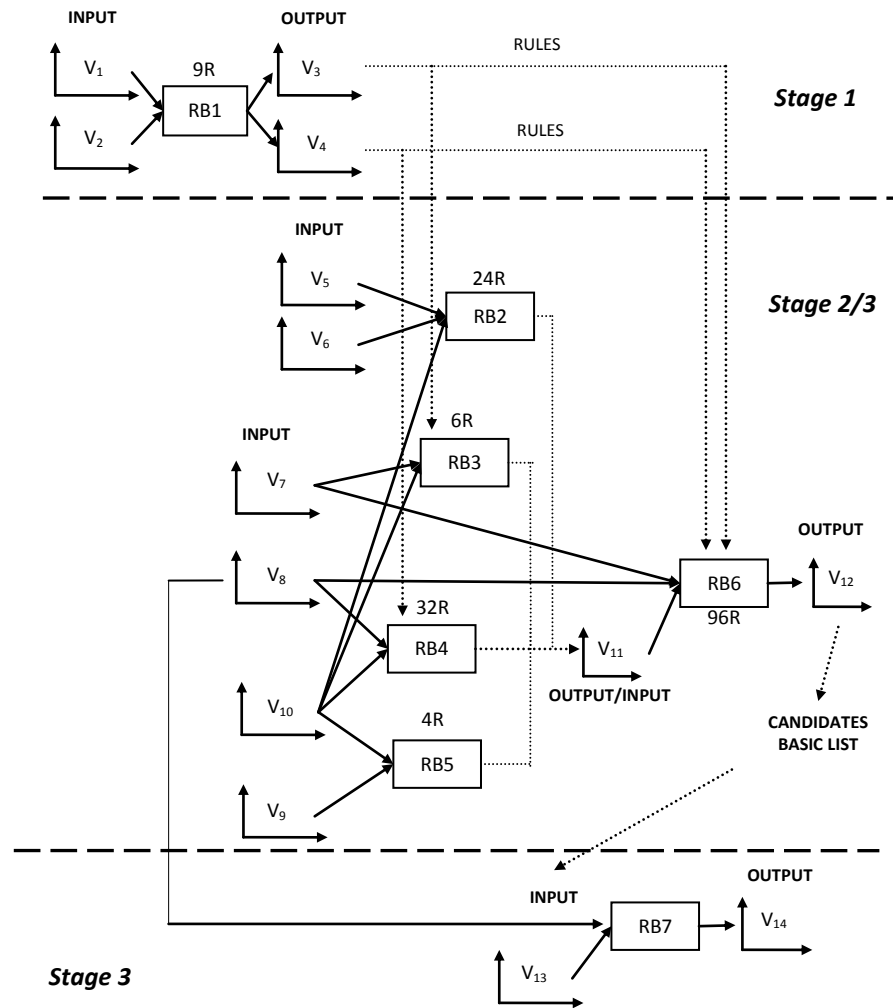


Diagram 4. Fuzzy system structure

According to presented diagram 4, rule base number 1 is applied on Stage 1 in project requirements specification. Output information from this stage constitutes input project criteria defined in rule base on Stage 2.

For Stage 2 four rule bases are defined – number 2, 3, 4 and 5. Output variable V_{11} from this Stage is apply as an input variable for Stage 3 with rule bases number 6 and 7.

As the result of the inference in rule base number 6 obtained is the basic list of best-adjusted candidates, and two additional reserve lists. The candidates form basic list are verify on next step (rule base number 7) according to their psychological profile and effectiveness of cooperation in given project team. That allow to group chosen candidates in project teams.

6. Conclusion remarks

The article present proposition of general reference model for recruitment and selection process, which is included to the multicriteria decision problems. Within the framework of proposed reference model supplementation of verify and determine membership function shapes implemented for describing linguistic variables variability ranges is necessary. Simultaneously tasks allowing defining and solving reverse decision problems in structuring team process are undertaken. The reverse problem allow answer to the exemplary question: Does there exist such a combination of qualification and competencies level for given project team, which guarantee successful implementation of project tasks? And if ‘yes’ What are the variability ranges of competencies, qualification and psychological profile for particular team members that guarantee undisturbed project execution and achievement of project objectives?

References

1. BELBIN M. R.: *Team Roles at Work*, Butterworth Heinemann, 2nd ed., 2010
2. BELBIN M. R.: *Management Teams: Why They Succeed or Fail*, Butterworth Heinemann, 3rd ed., 2010
3. DAVIDSON FRAME J.: *Managing Projects in Organisations*, Jossey-Bass Business & Management Series, San Francisco 2008, str. 51-54
4. GREENBERG J., BARON R.A.: *Behavior in Organizations: Understanding and Managing the Human Side of Work (4th Ed.)*, Needham Heights, Allyn and Bacon 1993, str. 216.
5. HAMMER A.L., SCHNELL E.R.: *FIRO-B Technical Guide*.
6. MYERS, BRIGGS I., MYERS, P. B.: *Gifts Differing: Understanding Personality Type*. Mountain View, CA: Davies-Black Publishing (1980, 1995).
7. MYERS BRIGGS I., McCAULLEY M. H.; QUENK N. L., HAMMER A. L.: *MBTI Manual (A guide to the development and use of the Myers Briggs type indicator)*, Consulting Psychologists Press; 3rd Edition, 1998, str. 131
8. PFEIFFER W.J., JONES J.E.: *A handbook of structured experiences for human relations training*, University Associates, 1985
9. www.ehow.com/about_5208890_definition-recruitment-selection.html

Abstract

This paper presents a proposition of general reference model based on fuzzy set theory, model that allows defining and resolving structuring project teams decision problems. Proposed model combine precise and imprecise values of decision variables. The model allows formalising in mathematical way linguistic, rough assessment of human behaviour, competency, and psychological profile according to vacant posts, project and team requirements.

Alexander Fedotov
Ivan Swito
Department of Energy Physics
Faculty of Physics
Belarusian State University
Minsk, Belarus

Yury Kalinin
Alexander Sitnikov
Department of Solid State Physics
Voronezh State Technical University
Voronezh, Russia

Aleksy Patryn
Katedra Podstaw Elektroniki
Wydział Elektroniki i Informatyki
Politechnika Koszalińska

DC conductivity mechanisms in granular nanocomposite films $\text{Cu}_x(\text{SiO}_2)_{1-x}$, deposited in Ar gas atmosphere

Keywords: DC conductivity, metal-insulator transition, nanocomposites, percolation

1. Introduction

Composite materials consisting of metallic or alloy ferromagnetic nanoparticles embedded into a dielectric matrix have occupied one of the center places in physics research at present time because of challenges thrown up by them both in theoretical understanding and practical applications [1]. One of reasons for this interest lies in the tendency to miniaturization and improvement of electronic magnetic devices performance and their aspiration to the field of higher frequencies [2]. The second reason is connected with the situation that up to now there is no complete understanding regarding the carrier transport mechanisms in many of metal-dielectric composites, when dimensions of metallic phase particles are approaching to nanometer scale. The third reason, that causes a large interest at present, is connected with the observed phenomena of the negative capacitance (inductive-like contribution into impedance) in some of nanocomposites and also possibilities to change their resistivity in wide region [3-5]. The last will allow to use such composites in future as electrotechnical elements with tunable resistance, capacitance and inductivity.

The character of DC/AC carrier transport in nanocomposites containing metallic nanoparticles randomly distributed in dielectric matrix should be strongly dependent on the composition of the material, and in particular, on the position of percolation threshold x_c . The latter is determined by atomic fraction of metallic phase x in composite, ratio of metallic and dielectric phases conductances σ_m/σ_d , phase composition of nanoparticles (the presence or lack of native oxides around them) and matrix and also some geometric parameters of metallic phases (dimensions and their scattering, shape and topology of distribution of nanoparticles, etc.) [6-9]. In accordance with the percolation theory for binary composites [10], at $x < x_c$ continuous current-conducting (or percolating) cluster can not be formed, so that carrier transport is mainly realized by their tunneling from particle to particle through dielectric strata. However beyond the percolation threshold $x > x_c$, these particles can contact electrically to each other and therefore form continuous current-conducting clusters (or even their net when far beyond x_c) that will shunt dielectric phase shifting composite on metallic side of metal-insulator transition (MIT). Besides, for correct interpretation of the behavior of electric properties in many real composite materials we should also take into consideration the influence of the rest oxygen in a gas mixture at their preparation: the last can result in the formation of oxide “shells” or precipitates at the interface between metallic particles and dielectric matrix. All this makes the structure of such composites more complicated then for binary ones and can strongly change their properties.

As was shown earlier in our works [3,11], in nanocomposite films containing FeCo-based nanoparticles embedded into dielectric matrix (alumina or PZT) maximal negative capacitance effect was observed when

nanocomposite is on dielectric side of MIT and its composition is close to the percolative configuration. Note that these effects were studied only for nanocomposites with magnetic metallic constituents (Fe, Co, Ni or their alloys) and never for the samples with non-magnetic highly-conductive metallic nanoparticles (like Cu or Al) in insulating matrix. So it was interesting to study electrical behavior of nanocomposites containing highly conductive nonmagnetic nanoparticles (like Cu) in dielectric matrixes compatible with silicon planar microelectronic technology (like SiO₂). Note that analysis of literature have shown only some papers concerning the study of electric properties in Cu-insulator nanocomposites [12-15].

So the goal of this work was to elucidate the influence of metal-to-dielectric component ration in the composite films, consisting of Cu-based nanoparticles embedded into dielectric (silica) matrix, on their structure and mechanisms of carrier transport basing on temperature dependences of DC conductivity.

2. Experimental procedures

The Cu_x(SiO₂)_{1-x} thin film samples with 0.36 < x < 0.70 in the range of 3 to 5 μm thick were fabricated by ion-beam sputtering of the compound target with argon onto the motionless glass ceramic substrate (5 cm × 25 cm). The deposition was carried out in a vacuum chamber (see, Fig. 1a) evacuate down to 1·10⁻⁴ Pa and then filled with pure argon up to total gas pressure of 9.6·10⁻² Pa. The original configuration of the compound target (see, Fig. 1b) enabled the presented work to have composite films with different metallic to dielectric fraction ratio in one technological process [9, 16].

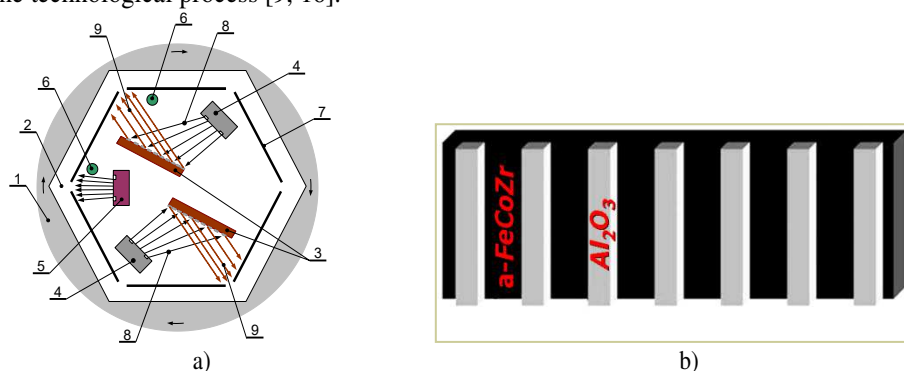


Fig. 1. The scheme of ion-beam sputtering set-up (a) and compound target (b) used for fabrication of nanocomposite films with the changing concentration of metallic phase. Sputtering deposition set-up (a): 1 – vacuum chamber; 2 – circling drum for substrates; 3 – sputtered targets; 4 – ion-beam source; 5 – source for ion-beam cleaning; 6 – compensators; 7 – dielectric substrates; 8 – ion beams; 9 – sputtered ions.

The as-deposited granular films were subjected to the study of structure by scanning electron microscopy (SEM) and X-ray diffraction (XRD). For XRD analysis Brucker powder diffractometer working with Cu K_α radiation, a graphite monochromator on the diffracted beam and a scintillation counter with pulse-height discriminator were used. Diffraction patterns were taken over a wide angular range from 2θ = 5° to 80°. For SEM images the LEO 1455VP microscope was used. It was also equipped with a special microprobe X-Ray analyzer with energy-dispersive Si:Li detector Rontec allowing to perform X-Ray microanalysis for checking the samples' stoichiometry with accuracy of ~ 1%. Thicknesses of the films was also measured on SEM with accuracy ~ 2-3% on cleavages of the samples studied.

The nanocomposite films sputtered onto glass-ceramic substrates were cut into rectangular strips of 10 mm long and 2 mm wide samples. These samples were used for DC conductivity measurements at low electric field intensities $E < 10^5$ V/m when I-V characteristics were practically linear. DC conductivity temperature dependences were measured in the temperature range 3 – 300 K using a closed-cycle cryogen-free cryostat system CFMS (Cryogenic Ltd., London), and PC based control system with Lakeshore Temperature Controller (Model 331), which allowed to scan the temperature with a rate of about 0.1-1 K/min and to stabilize it (if necessary) with accuracy 0.005 K. The relative error of conductance measurements was less than 0.1 %.

3. Structure characterization

SEM microscopy of the studied films with different concentration of metallic fraction is shown in Fig. 2. As is seen from images in Figs. 2a-2c, at $x < 0.60$ we observed their evolution from practically homogeneous to granular structure with x increase where the granules dimensions approached approximately 100 - 200 nm in the range of $0.50 < x < 0.58$.

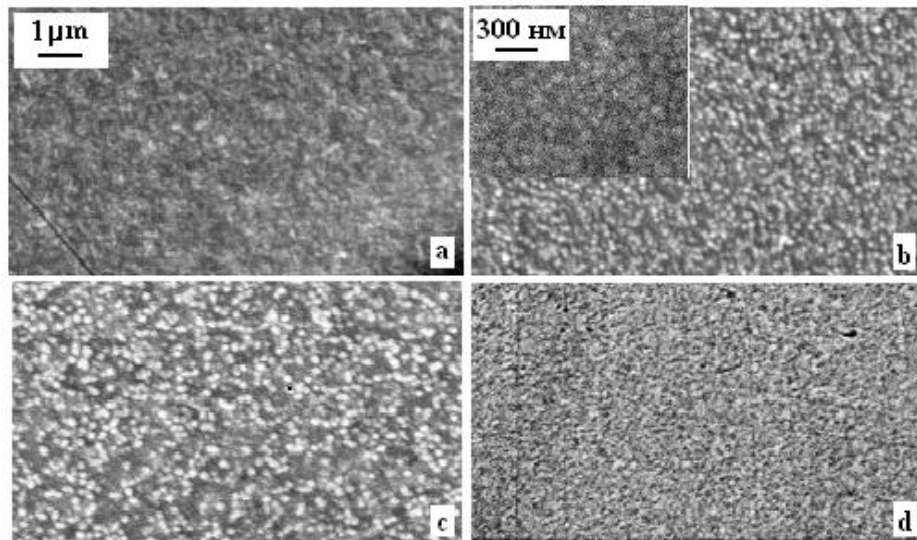


Fig. 2. SEM images of the surface of $\text{Cu}_x(\text{SiO}_2)_{1-x}$ films with $x = 0.32$ (a), 0.48 (b), 0.58 (c) and 0.69 (d). Light granules correspond to more high conductive phase. Insert in Fig. 2b corresponds to the film with $x = 0.48$ measured at 3 times greater magnification.

XRD in θ - 2θ scan was used to characterize the structure of the films on a diffractometer D8 Advance Bruker AXS with a $\text{Cu}_{K\alpha}$ (with wavelength 0.15418 nm) radiation. Comparing XRD data for different samples we can draw some conclusions. Firstly, in our experiments X-ray diffraction patterns for the samples with small content x of Cu-based nanoparticles (less than 0.60) we observed strongly tailed diffraction lines

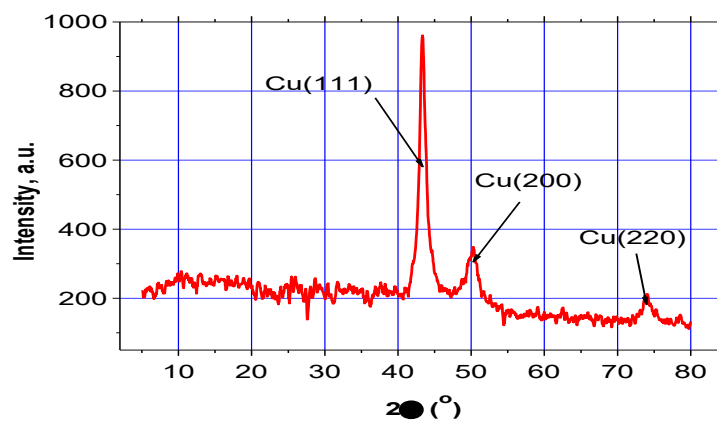


Fig. 3. X-ray diffraction pattern for the $\text{Cu}_x(\text{SiO}_2)_{1-x}$ film with $x = 0.68$.

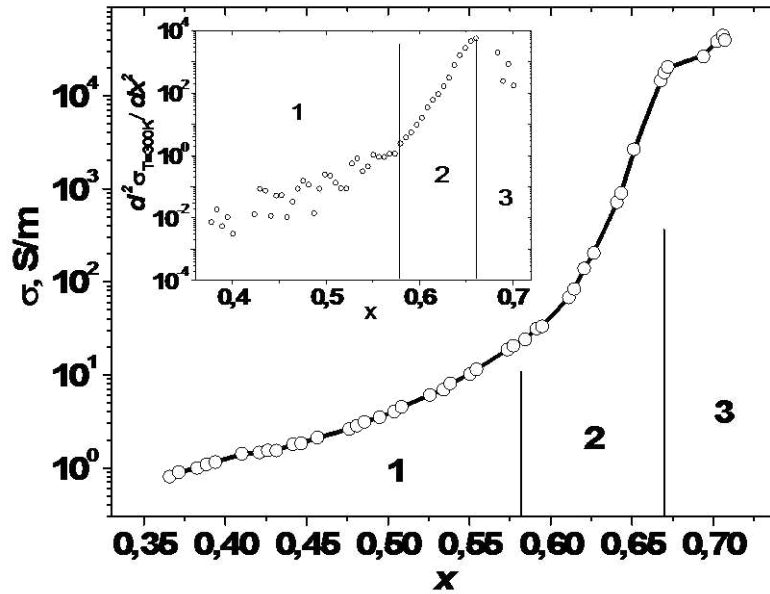


Fig. 4. Room temperature (300 K) conductivity σ vs atomic fraction x of Cu-based nanoparticles in the $\text{Cu}_x(\text{SiO}_2)_{1-x}$ film. Open circles are experimental points, continuous line is interpolating curve. Insert: Temperature dependences of second derivative of σ by x . Open circles are experimental points, continuous lines are interpolating curves.

which did not have clear peaks. Secondly, above this concentration of Cu-based fraction we observed 3 mostly pronounced diffraction lines (see, Fig. 3) in the range $40^\circ < 2\theta < 75^\circ$. Their positions allowed to attribute them, in accordance with the ASTM Charts, to metallic Cu. Note that we could not separate any extra CuO or CuO_2 lines. At the same time, as will be noted below, electric properties evidences possible limited oxidation of copper nanoparticles at least for $x < 0.6$ in the rest oxygen in vacuum chamber after its filling with Ar gas during deposition procedure.

4. DC conductivity

It is known that [2-10] composite properties are very sensitive to the position of percolation threshold x_c . So, the presented work studied the influence of composition on the position of percolation threshold and its influence on carrier transport mechanisms of the film nanocomposites.

The measured dependence of room temperature conductivity σ on concentration x of metallic fraction (Cu ions) in the studied films, shown in Fig. 4, display sigmoid-like behavior of $\sigma(x)$ curve which is characteristic for percolating systems. It is also seen that the increase of x in the studied range results in growth of conductivity on approx. 5 orders. However the character of $\sigma(x)$ curve have some peculiarities, one of which consists in that the mostly strong increase of σ with x (more than on 3 orders) occurs in the region $0.57 - 0.67$ of x . In the clearest form, it is seen in insert in Fig. 4, where 2nd derivative of σ by x is presented (this was derived by graphical differentiation).

Comparison of the $\sigma'' = d^2\sigma/dx^2$ dependence on x in Insert, derived by graphical differentiation of $\sigma(x)$ curve, and itself $\sigma(x)$ progress allows naturally to separate 3 characteristic parts of nanocomposites by metallic fraction concentration. As is seen, for region 1 we can see slow smooth increase of σ with x and nearly linear progress of $\sigma''(x)$ curve in Insert in Fig. 4. In the intermediate region 2 with $0.57 \text{ at.\%} < x < 0.67$ curve $\sigma(x)$ fits with the highest rate of σ growth with x and $\sigma''(x)$ has linear shape with more large slope than in region 1. Note also that this part 2 represents the range of compositions where composite samples had the pronounced granular-like SEM images (see, Fig. 2c). When x achieves the values of the order of 0.67, $\sigma(x)$ curve again goes to more slow increase (but σ'' falls down in Insert in Fig. 4). Note that just in this region 3 we observe again homogeneous SEM images for the samples (compare Fig. 2d and Fig. 4) and pronounced Cu peaks in XRD patterns (see, Fig. 3).

Analysis of temperature dependences of DC conductivity $\sigma(T)$, presented in Fig. 5, also shows their different behavior for the samples from the above mentioned 3 different regions of x values. As is seen from Fig. 5, all the samples studied can be divided on two parts by behavior of their $\sigma(T)$ curves. The samples from regions 1 and 2 in Fig. 4 displayed $\sigma(T)$ dependences with positive sign of $(d\sigma/dT)$ values that is characteristic for thermally activated carrier transport on insulating side of MIT. In doing so, the samples of region 1 were characterized more sharp slopes in the low-temperature range (see, curves 1-3 in Fig. 5) whereas positive values of $(d\sigma/dT)$ for the samples from region 2 was much less (curves 4 and 5).

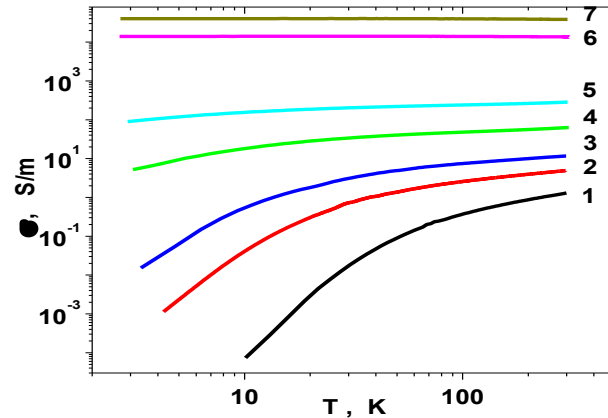


Fig. 5. Conductivity σ vs temperature T (in logarithmic scale) for $\text{Cu}_x(\text{SiO}_2)_{1-x}$ film nanocomposites with different content x of Cu ions in nanoparticles: 1- 0.397, 2 - 0.510, 3 - 0.558, 4 - 0.607, 5 - 0.628, 6 - 0.680 and 7 - 0.701.

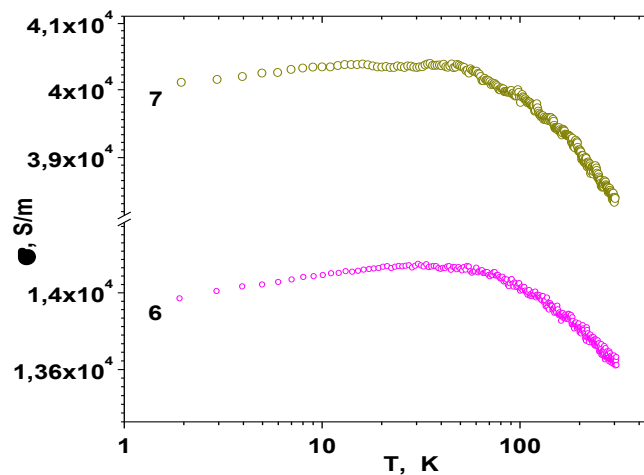


Fig. 6. Conductivity σ vs temperature T (in logarithmic scale) for $\text{Cu}_x(\text{SiO}_2)_{1-x}$ film nanocomposites with the same contents x of Cu ions in nanoparticles as for curves 6 and 7 in Fig. 5.

As follows from curves 6 and 7 with the lowest slopes in Fig. 5 for the films from region 3 in Fig. 4, they display positive values of $(d\sigma/dT)$ only at low temperatures (below 30 K), see Fig. 6. At temperatures $T > 40$ K this curves are characterized by $(d\sigma/dT) < 0$ with power-like character of $\sigma(T)$ that is characteristic for metallic side of MIT.

5. Discussion

As was mentioned in Introduction, electric properties of nanocomposite materials are very sensitive to the position of the samples relative to the percolation threshold x_c . So, it was interesting to study the influence of composition and structure of the samples belonging to different regions 1-3 in Fig. 4 on carrier transport mechanisms of the $\text{Cu}_x(\text{SiO}_2)_{1-x}$ nanocomposites. In particular, we try to reveal the nature of transition of $\sigma(T)$ dependences from activation (with $(d\sigma/dT) > 0$) to power-like (with $(d\sigma/dT) < 0$) when x increasing.

As was mentioned in Section 4 above, for composite films belonging to the region 3 in Fig. 4 power-like $\sigma(T)$ dependence in Fig. 6, which is observed at temperatures over 30 K, indicates the metallic-like character of carrier transport. Taking into account transition from strong to weak values of $\sigma(x)$ slopes and change of $\sigma'(x)$ sign from positive to negative at crossing the boundary between regions 2 and 3 in Fig. 4, we can attribute such behavior of $\sigma(T)$ in region 3 by carrier transport along the percolating net of Cu nanoparticles which is fully completed in this region of x . On the other side, we can consider the boundary $x_{c0} \approx 0.57-0.58$ between regions 1 and 2, where the positive value of $\sigma'(x)$ is strongly changed (decreased), as the concentration where Cu nanoparticles begin to touch to each other and to form metallic highly-conducting net in the composite system $\text{Cu}_x(\text{SiO}_2)_{1-x}$. Note that this value x_{c0} is much higher than the percolation threshold x_c which should be close to 0.5 in accordance with 3D percolating model [10]. Although XRD patterns (see, Fig. 2) do not show features of the presence of Cu-based oxides in the studied $\text{Cu}_x(\text{SiO}_2)_{1-x}$ nanocomposites, we can suppose that the intrinsic percolation threshold is not realized due to partial oxidation of Cu nanoparticles by the rest oxygen in vacuum chamber filled with argon gas. For benefit of this assumption, as we believe, says the observed conservation of activation law of $\sigma(T)$ far beyond the x value of 0.50. In our opinion, this evidences that at $x < 0.57-0.58$ (boundary between regions 2 and 3) oxide “shells”, which are mostly likelihood created around Cu nanoparticles, interlock the direct electrical contacts between Cu “cores” shifting the beginning of the Cu-“cores”-based percolating net formation to the x values close to 0.67-0.68. Beyond this concentration oxide “shells” becomes more spongiose due to deficiency of oxygen in vacuum chamber and can not totally prevent Cu-“cores” from their direct electric contact. Note that such behavior were observed in $\text{FeCoZr-Al}_2\text{O}_3$ and $\text{FeCoZr-(PbZrTi)O}_3$ composites [11,17] where metallic nanoparticles displayed “metallic core-oxide shell” nanostructure.

To understand the nature of activation law of $\sigma(T)$ dependences for the samples from regions 1 and 2 (insulating side of MIT) in Fig. 4, we re-plotted curves $\sigma(T)$ in Arrhenius scale. The rescaled curves in Fig. 7 are characterized by changing (“sliding”) energies of activation which are decreased with temperature lowering. Such behavior confirms predomination of the mentioned above thermally activated tunneling of carriers over Cu nanoparticles in Variable Range Hopping (VRH) regime. As is known,

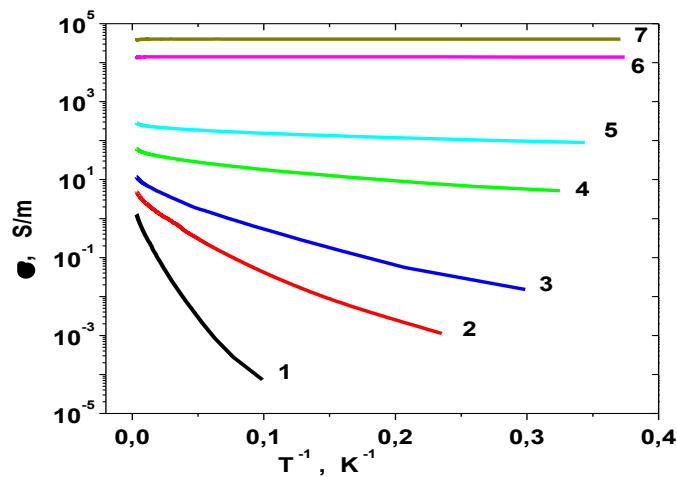


Fig. 7. Conductivity σ vs temperature T (in Arrhenius scale) for $\text{Cu}_x(\text{SiO}_2)_{1-x}$ film nanocomposites with different content x of Cu ions in nanoparticles: 1- 0.397, 2 – 0.510, 3 – 0.558, 4 – 0.607, 5 – 0.628, 6 – 0.680 and 7 – 0.701

temperature dependences of conductivity in hopping regime is usually described by the known relation [18]

$$\sigma(T) = \sigma_0 \exp[-(T_0/T)]^\lambda,$$

where σ_0 and T_0 are constants characterizing the material, and the exponent λ depends on particular VRH type. To reveal the likely type of VRH mechanism we presented $\sigma(T)$ for 3 mostly characteristic samples from dielectric side of MIT (regions 1 and 2) in Mott scale with two different exponent λ values equaled by 0.25 and 0.5 (see, Fig. 8). These dependences were imaged for comfort of presentation in the normalized form $\ln(\sigma/\sigma_{300}) \propto -(T_0/T)^\lambda$ due to strong difference in conductivities of the samples studied. Analysis of dependences, observed in Fig. 8, shows that for all studied samples of groups 1 and 2 linearisation of these curves is satisfied for $\lambda = 0.5$ in the mostly wide range of temperatures (see, Fig. 8a). This means that in the studied samples the observed VRH

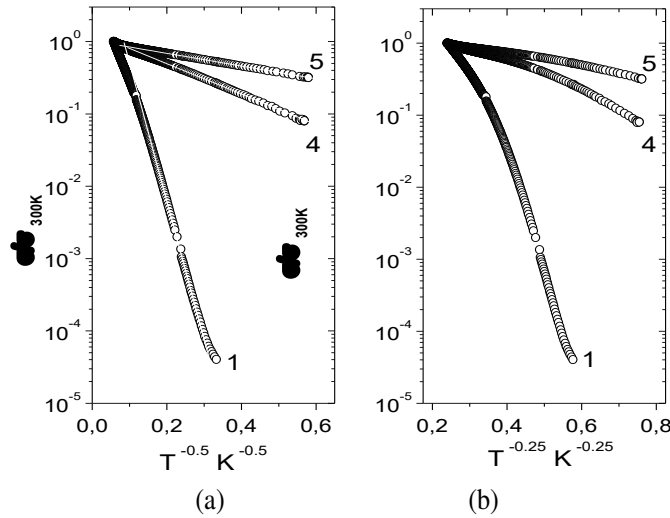


Fig. 8. Normalized conductivity (σ/σ_{300}) vs temperature T in Mott scale for $\text{Cu}_x(\text{SiO}_2)_{1-x}$ film nanocomposites with the same contents x of Cu ions in nanoparticles as for curves 1, 4 and 5 in Fig. 5.

mechanism corresponds with the known Shklovski-Efros model [19] which describes carrier hopping at the presence of Coulomb gap in density of localized states around Fermi level. The latter evidences that in the studied nanocomposites, being on insulating side of MIT, carrier transport is realized by jumps of electrons over the localized states in silica between Cu nanoparticles with “core-shell” nanostructure.

Resume

The presented work revealed that concentration of Cu fraction in $\text{Cu}_x(\text{SiO}_2)_{1-x}$ nanocomposites manufactured by ion-beam sputtering in Ar gas atmosphere have a very strong influence on structure (studied by SEM and XRD) and carrier transport (DC conductivity) of films containing Cu-based nanoparticles embedded into amorphous silica matrix.

1. SEM measurements evidences that the films shows apparent features of the formation of nanogranular structure at $0.45 < x < 0.60$ as compared to the samples with $x < 0.45$ or $x > 0.58$. for the samples deposited in pure Ar.
2. Composite films with $x < 0.68$ are on dielectric side of MIT and possess thermally activated carrier transport whereas the samples belonging to $x > 0.68$ indicate the metallic-like character of conductance along the percolating net of Cu nanoparticles inside of silica matrix.
3. In nanocomposites with $x < 0.68$ where dielectric regime of DC carrier transport is realized VRH mechanism described by Shklovski-Efros law is observed.

Acknowledgements

The authors would like to acknowledge the financial support from VISBY Program of the Swedish Institute.

Bibliography

1. Y. Imry. *Nanostructures and Mesoscopic Systems*, edited by W. P. Kirk and M. A. Reed (Academic, New York, 1992).
2. *Nanotechnology*, edited by G. Timp (Springer, New York, 1999).
3. P. Zhukowski, T.N. Koltunowicz, P. Wegierek, J.A. Fedotova, A.K. Fedotov and A.V. Larkin. *Formation of Noncoil-Like Inductance in Nanocomposites $(Fe_{0.45}Co_{0.45}Zr_{0.10})_x(Al_2O_3)_{1-x}$ Manufactured by Ion-Beam Sputtering of Complex Targets in Ar+O₂ Atmosphere*. Acta Physica Polonica. 120 (1), pp. 43-45. 2011.
4. A.M. Saad, A.K. Fedotov, J.A. Fedotova, I.A. Svito, B.V. Andrievsky, Yu.E. Kalinin, V.V. Fedotova, V. Maljutina-Bronskaya, A.A. Patryn, A.V. Mazanik, and A.V. Sitnikov. *Characterization of $(Co_{0.45}Fe_{0.45}Zr_{0.10})_x(Al_2O_3)_{1-x}$ nanocomposite films applicable as spintronic materials*. Phys. stat. sol. (c) 3 (5), pp. 1283–1290. 2006.
5. A.M. Saad, A.V. Mazanik, Yu.E. Kalinin, J.A. Fedotova, A.K. Fedotov, S. Wrotek, A.V. Sitnikov and I.A. Svito. *AC and DC carrier transport in $(FeCoZr)_x(Al_2O_3)_{1-x}$ nanocomposite films for spintronic applications*. SEMINANO 2005, Budapest, Hungary, September 10-12, pp. 321-324. 2005.
6. R. Wood. *Feasibility of Magnetic Recording at 1 Terabit per Square Inch*. IEEE Trans. Magn. 36, pp. 36–42. 2000.
7. C. Baker, S. K. Hasanain, S. Ismat Shaha. *The magnetic behavior of iron oxide passivated iron nanoparticles*. J. Appl. Phys. 96 (11) pp. 6657-6662. 2004.
8. Xianghui Huang and Zhenhua Chen. *Preparation of CoFe₂O₄/SiO₂ nanocomposites by sol–gel method*. Journal of Crystal Growth, 271(1-2), pp.287-293. 2004.
9. Yu.E. Kalinin, A.N. Remizov, and A.V. Sitnikov. *Electric properties of amorphous nanocomposites $(Co_{45}Fe_{45}Zr_{10})_x(Al_2O_3)_{100-x}$* . Bulletin of Voronezh State Technical University: Material Science, N113, pp. 43-49. 2003.
10. Grimmet G. *Percolation*. (Berlin: Springer-Verlag, 2nd ed., 1999).
11. J. V. Kasiuk, J. A. Fedotova, M. Marszalek, A. Karczmarzka, M. Mitura-Nowak, Yu. E. Kalininc, and A. V. Sitnikov. *Effect of Oxygen Pressure on Phase Composition and Magnetic Structure of FeCoZr–Pb(ZrTi)O₃ Nanocomposites*. Physics of the Solid State 54 (1), pp. 178–184. 2012.
12. W. Chen, J. J. Lin, X. X. Zhang, H. K. Shin, J. S. Dyck et al. *Electrical conductivity and thermopower of Cu–SiO₂ nanogranular films*. Appl. Phys. Letters 81 (3), pp. 523-525. 2002
13. X. X. Zhang, Chuncheng Wan, H. Liu, Z. Q. Li, and Ping Sheng J. J. Lin. *Giant Hall Effect in Nonmagnetic Granular Metal Films*. Phys. Rev. Letters 86 (24), pp. 5562-5565. 2001.
14. I.D. Kosobudski, A.S. Dzhumaliev, K.V. Zapsis, N.M.Ushakov. *Copper-containing nanocomposites. Synthesis and the composition study*. Letters to J. of Techn. Physics. 30 (11), pp. 94-98. 2004.
15. S. Banerjee and D. Chakravorty. *Electrical resistivity of copper-silica nanocomposites synthesized by electrodeposition*. J. Appl. Phys. **84**, pp. 1149-1151. 1998.
16. A.M. Saad, A.V. Mazanik, Yu.E. Kalinin, J.A. Fedotova, A.K. Fedotov, S. Wrotek, A.V. Sitnikov and I.A. Svito *Structure and electrical properties of CoFeZr-aluminium oxide nanocomposite films*. Reviews on Advanced Materials Science 8, pp. 152-157. 2004.
17. J. Fedotova, J. Przewoznik, C. Kapusta, M. Milosavljević, J.V. Kasiuk, P. Zukrowski, M. Sikora, A.A. Maximenko, D. Szepietowska, K.P. Homewood. *Magnetoresistance in FeCoZr–Al₂O₃ nanocomposite films containing “metal core-oxide shell” nanogranules*. J. Phys. D. 44, pp.1-12. 2011
18. N.F. Mott and E.A. Devis. *Electron processes in noncrystalline materials* (Clarendon Press, Oxford, 1979).
19. Efros A.L., Shklovski B.V. *Critical behaviour of conductivity and dielectric constant near the metal-nonmetal transition threshold*. Phys. Stat. Sol. (b) 76(2), pp. 475-485. 1986

Abstract

In the article are presented the results of the study of structure of $Cu_x(SiO_2)_{1-x}$ nanocomposites with a wide range of metallic fraction content and their DC conductivity measured in the temperature range between 3 and 300 K.

The $\text{Cu}_x(\text{SiO}_2)_{1-x}$ thin film samples with $0.36 < x < 1$ and thicknesses 3 to 5 μm were fabricated by ion-beam sputtering of the compound Cu/SiO₂ target with argon onto the glass ceramic substrate.

The as-deposited films displayed their evolution from practically homogeneous (at $x < 0.50$) to granular (in the range of $0.50 < x < 0.58$) structure with x increase where the granules dimensions approached approximately 100 - 200 nm.

The study of conductivity have shown that the studied nanocomposite films with $x < 0.68$ are on dielectric side of metal-insulator transition and possess thermally activated tunneling of electrons between Cu nanoparticles whereas the samples with $x > 0.68$ indicate the metallic-like character of conductance along the percolating net of Cu nanoparticles inside of silica matrix.

In dielectric regime (for nanocomposites with $x < 0.68$) DC carrier transport is realized by VRH mechanism described by Shklovski-Efros law, by jumps of electrons between Cu nanoparticles.

Streszczenie

W artykule przedstawiono rezultaty badań struktury nanokompozytów $\text{Cu}_x(\text{SiO}_2)_{1-x}$ w szerokim zakresie zawarcia fazy metalicznej and ich DC przewodnictwo zmierzone w zakresie temperatur od 3 do 300K. Cienkie warstwy $\text{Cu}_x(\text{SiO}_2)_{1-x}$ z $0.36 < x < 1$ i grubością 3 i 5 μm były przygotowane poprzez rozpylanie wiązką argonową jonową kompaunda Cu/SiO₂ tarczy na podłoże ze szklanej ceramiki. Wszystkie warstwy po napyłaniu wykazywały transformację struktury od praktycznie jednorodnej (dla $x < 0.50$) do granulowanej ($0.50 < x < 0.58$) gdzie, ze wzrostem x liniowe rozmiary granul osiągnęły 100-200 nm.

Badania przewodnictwa wykazało że nanokompozytowe filmy z $x < 0.68$ są po dielektrynej stronie przejścia metal-izolator i wykazują termiczne aktywowane tunelowanie elektronów pomiędzy Cu nanocząstkami, w tym czasie jak przy $x > 0.68$ zauważono przewodność podobną do metalicznej wzdłuż perkolacyjnej sieci nanocząstek Cu wewnątrz matrycy silicydu.

W trybie dielektrycznym (dla nanocząstek z $x < 0.68$) transport nośników jest realizowany wg VRH mechanizmu zgodnie z prawem Shklovskiego-Efrosa, poprzez skoki elektronów pomiędzy Cu nanocząstkami.

Vadim Bayev
Julia Fedotova
Aleksei Maximenko
NC PHEP Belarusian State University
Belarus, Minsk
Eugenij Streltsov
Mikolai Malashchonak
Igor Azarko
Alexander Fedotov
Ivan Svito
Belarusian State University, Minsk, Belarus,

Aleksy Patryn
Politechnika Koszalińska
Koszalin, Poland
Pavel Apel
Serguey Tyutyunnikov
Joint Institute for Nuclear Research,
Dubna, Russia
Momir Milosavljević
Vinča Institute of Nuclear Sciences,
Beograd, Serbia

Electric and magnetic properties of nickel and nickel-palladium nanowires deposited in anodic aluminum oxide template

Keywords: template-assisted electrodeposition, magnetic anisotropy, magnetoresistance, porous alumina templates

Introduction

New technological approaches to fabrication of template-based ordered nanoarrays of nanorods or nanowires is of great importance not only because of the fundamental new physics involved in such highly correlated systems, but also because of a diversity of applications. In the first place, nanoarray based structures are the object of particular interest for creation of nanoelectronic devices because modern electronic components are approaching the size limit of standard photo-lithography techniques. While self-assembled template-assisted nanostructures have the potential to circumvent such limitations and thus could be used as alternative future electronic components. Therefore they can be used in such applications as high density storage media, functional nanomaterials exhibiting quantum size effects, highly sensitive sensors to magnetic fields and temperature, nanoelectronic devices and functional bio-chemical sensors and membranes [1, 2].

Investigations of structure, electric and magnetic properties of such systems favor the development of nanosized semiconductor-metal junctions on different substrates like Si and GaAs with perpendicular magnetic anisotropy relatively to substrate and GMR/TMR effects that provides an opportunity to create perspective magnetically sensitive nanostructures for magnetoelectric devices of a new type. The important advantages of the proposed heterostructures are their compatibility with Si or GaAs planar technology, low production costs as well as reliable reproducible technology processing.

This paper is related to our recent achievements in template-assisted electrochemical deposition of nickel and nickel-palladium nanowires (nanorods) inside porous anodized alumina templates on Al and GaAs substrates.

1. Experimental

In this paper we used two types of anodized aluminum oxide (AAO) templates which were prepared by the double-anodization method [3]. For manufacturing of the first type of alumina template we used high purity (99.99 %) Al plates annealed at temperature 550 °C in the air for 5 h and chemically polished in mixture of mineral (H_3PO_4 , HNO_3) and acetic (CH_3COOH) acids. For the preparation of the second type of alumina template

we used total anodized Al film deposited on GaAs substrate. Regimes of anodization for both types of templates were very similar.

First stage of anodization was carried out in 0.3 M oxalic acid at 10 °C and applied voltage 40 V during 20 h with the following immersing in phosphoric (H₃PO₄, 6 %) and chromic (CrO₃, 1.8 %) acids mixture at 80 °C for 30 min. Second stage of anodization (to create ordered pores) was performed for 1 h at temperature 10 °C and 40 V. The formed pores were widened in 0.3 M oxalic acid solution at 35 °C during 2.5 h. Nanowire arrays of pure Ni or Ni(1-x)Pd(x) metal composition nanorods were synthesized via ac electrochemical deposition from nickel chloride (NiCl₂) and potassium tetrachloropallidate (K₂PdCl₄) in dimethyl sulfoxide (DMSO) solution into AAO/Al or AAO/GaAs templates with frequency of electric current of 50 Hz and voltage of 12±1 V for 20 min.

Microstructural characterization was performed using a field-emission scanning electron microscope (SEM) LEO1455VP (Carl Zeiss) with four-compartment reflected electron detector. More detailed structure investigation was performed by transmission electron microscope (TEM) Philips CM200 with accelerating potential 200 keV. Elemental composition of Ni(1-x)Pd(x) nanowires was analyzed by energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDX) with Ronteg analyzer.

Room temperature magnetisation loops and low-temperature (2 – 300 K) magnetoresistance R(T,B) were measured on cryogenic high field universal measuring system (CFHF Cryogenic Ltd) using special vibrating sample magnetometric (VSM) unit and magnetoresistance unit. Magnetic resonance spectrometry at room temperatures were performed with continuous wave X-band EPR spectrometer Varian E112.

The sample temperature at R(T,B) measurements was controlled with accuracy 0.001 K by special GaAs Lakeshore transistor thermometers and stabilized at constant value with accuracy 0.005 K when I-V measurements and sweeping of magnetic field using Lakeshore Temperature Controller Model 331. Keithley 345 voltmeter was used for measurement of operating current and voltage. Vector B was directed normally to nanostructure plane (along Ni nanorods) during electric measurements.

2. Results and discussion

2.1. Al/AAO/Ni-Pd nanostructures

Typical surface and cross section SEM micrographs of Al/AAO template with Ni(1-x)Pd(x) nanowire arrays are shown in fig. 1.

Cross sectional analyses of filled templates reveals a dispersion of wire length value from 1 to 5 μm. According to TEM (fig. 2a) nanowires consist of metal nanoparticles with 5 nm in diameter though extended structure of metal nanowires remains after the bleaching of AAO matrix with 0.1 M NaOH solution (fig. 2b). It should be noted that the minimal wire length was observed for sample Al/AAO/Ni(78)Pd(22). The pore diameter was determined to be $d = 70$ nm and pore center-to-center distance – $r = 120$ nm. Thus assuming the fact that wires conform to pore shape and are relatively uniform along their length the packing factor P for nanowire arrays was defined as $P = (\pi/2\sqrt{3})(d/r)^2 = 0.3$.

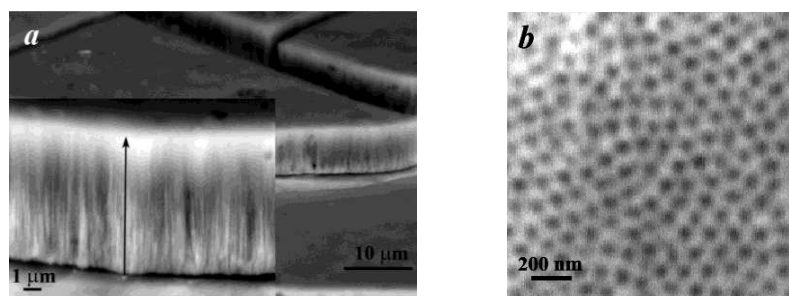


Fig. 1. Cross section (a) and surface (b) SEM images of Al/AAO template filled with Ni(50)Pd(50) metal composition

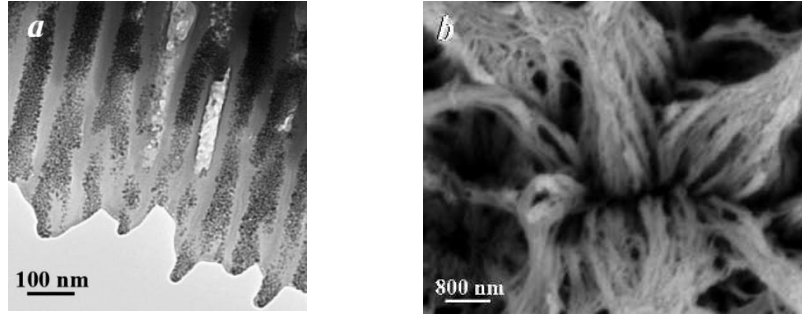


Fig. 2. Cross section TEM image (a), SEM image (b) of metal nanowires on aluminum substrate after the bleeding of AAO matrix of Al/AAO

In order to reveal palladium influence on magnetic anisotropy of Ni(1-x)Pd(x) nanowires magnetization data $M(H)$ (fig. 3) and magnetic resonance spectra (fig. 4) were obtained in perpendicular and parallel orientations of Al/AAO templates towards the induction vector of applied magnetic field. Determined magnetic parameters are presented in tabl. 1. The values of saturation magnetization M_S are normalized on the mass of whole template by the reason of difficult metal content determination in samples.

The shape of hysteresis loops shown on fig. 3 and values of coercivity (tabl. 1) indicate a magnetic anisotropy of “easy axis” type along growth direction of metal nanowires for samples Al/AOA/Ni and Al/AOA/Ni(78)Pd(22). Ratio $H_{C\perp}$ (the applied magnetic field is out of template plane) to $H_{C\parallel}$ (the applied magnetic field is in template plane) for nickel nanowires was determined as 4.5. For Ni(78)Pd(22) the ratio $H_{C\perp}/H_{C\parallel}$ upraises to 8 times while further increase of palladium content reduces this amount to 1.1. Observed perpendicular magnetic anisotropy is caused by stretched form anisotropy of nanowires.

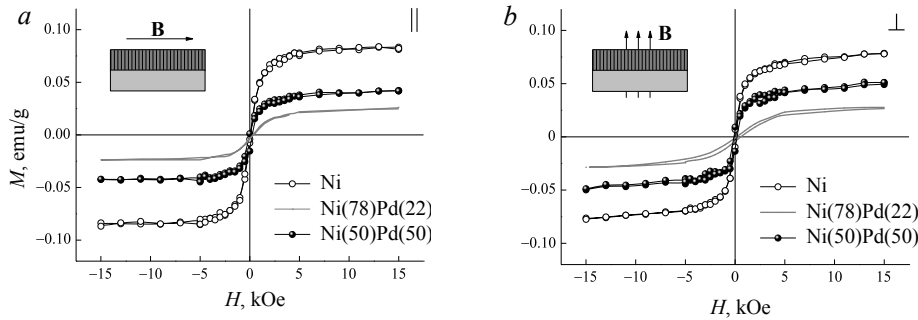


Fig. 3. Magnetization loops of anodized alumina templates filled with Ni(1-x)Pd(x) metal composition in perpendicular (a) and parallel (b) orientations of template towards the induction B vector of applied magnetic field

The increase of coercivity can be explained by a formation of multi quasi-layered structure Ni/Pd during the ac electrochemical deposition that reduces cluster size of nickel and as a consequence enlarges coercivity [4, 5]. Further increment of palladium content in Ni(1-x)Pd(x) nanowires reduces the magnetic exchange interaction between nickel clusters and suppresses magnetic anisotropy as a result of form anisotropy. This explanation also clarify the rise of $H_{C\parallel}$ with the increment of palladium content in Ni(1-x)Pd(x) nanowires.

Table 1. Magnetic parameters of Al/AAO templates filled with Ni(1-x)Pd(x) metal compositions

Sample	H_C , Oe		M_S , emu/g		g-factor	B_a , mT	N_{\perp}	N_{\parallel}
	\perp	\parallel	\perp	\parallel				
Al/AAO/ Ni	20	90	0.084	0.078	2.21	-28.4	0	0.50
Al/AAO/ Ni(78)Pd(22)	30	240	0.026	0.027	2.21	-7.3	0.14	0.43
Al/AAO/ Ni(50)Pd(50)	160	180	0.047	0.051	2.10	+24.8	0.26	0.37

Obtained magnetic resonance spectra of samples (fig. 4) denote a ferromagnetic character of resonance microwave absorption and distinctly reveals magnetic anisotropy of “easy axis” type along growth direction of metal nanowires for samples Al/AOA/Ni and Al/AOA/Ni(78)Pd(22) and of “easy plane” for Al/AOA/Ni(50)Pd(50).

The values of g-factor and induction of effective anisotropy magnetic field B_a were determined from following system of equations for magnetic resonance conditions given by the Landau – Lifshitz dynamical equation of motion for magnetization in perpendicular and parallel orientations of template plane towards induction of applied magnetic field:

$$\begin{aligned} h\nu &= g\mu_B(B_{\perp} - B_{an}), \\ (h\nu)^2 &= g\mu_B B_{\parallel}(B_{\parallel} + B_{an}), \end{aligned} \quad (1)$$

where h – Plank constant, ν – microwave frequency, μ_B – Bohr magneton, B_{\parallel} and B_{\perp} – induction values of resonance field in case of parallel and perpendicular sample orientation. Positive value of B_a corresponds to “easy plane” magnetic anisotropy type of the whole template filled with metal composition while negative value of B_a – to “easy axis” magnetic anisotropy type. The change of anisotropy type explains the behavior of coercivity in parallel and perpendicular directions of applied magnetic field observed by VSM.

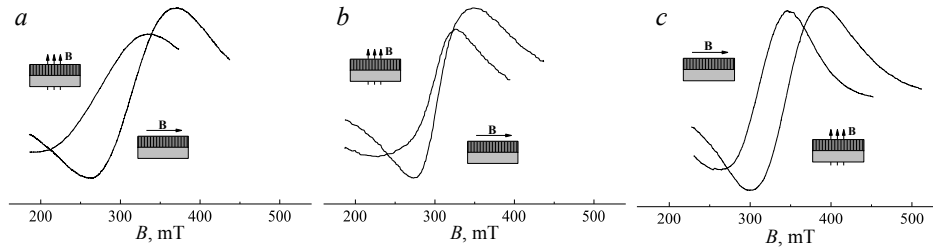


Fig. 4. First derivative of magnetic resonance absorption of anodized alumina templates filled with Ni (a), Ni(78)Pd(22) (b) and Ni(50)Pd(50) (c) metal compositions in perpendicular and parallel orientations of nanowires towards the induction vector of applied magnetic field

Calculated values of g-factor are in perfect agreement with those of nickel for samples Al/AOA/Ni and Al/AOA/Ni(78)Pd(22) [6]. On the other hand for Ni(50)Pd(50) nanowires g-factor appears to be lower ($g = 2.10$) that may be caused by small (less than 10 nm) thickness of nickel quasi-layers in Ni/Pd multi quasi-layered nanostructure [7].

The induction of effective magnetic anisotropy field B_a in assumption of homogeneously nanowire magnetization and the uniform length of nanowires can be represented as:

$$B_{an} = P'\mu_0 M - (1 - P')(N_{\parallel} - N_{\perp})\mu_0 M \quad (2)$$

where $(1-x)$ – nickel content, μ_0 – vacuum permeability, M – magnetization of Ni(1-x)Pd(x) nanowires, P' – volume nickel fraction determining as $V_{Ni}P/(V_{Ni} + V_{Pd})$, N_{\parallel} and N_{\perp} – demagnetizing factor of individual nanowire in parallel and perpendicular direction towards template plane. The first term of B_a corresponds to “easy plane” type of magnetic anisotropy due to magnetic interaction between nanowires, while the second one – to “easy axes” type due to magnetic anisotropy of nanowires provided by its form. Thus positive meaning of

The values of demagnetizing factors were obtained using equation for B_a . As one can see from tabl. 1 the increase of palladium content in samples reduces the perpendicular magnetic anisotropy provided by the form anisotropy of Ni(1-x)Pd(x) nanowires in Al/AAO templates. It confirms assumption made previously of multi quasi-layered structure Ni/Pd formation during the ac electrochemical deposition that causes a cluster size decrease of nickel and reduction of form factor role in anisotropy origin.

2.2. AAO/Ni/GaAs nanostructures

The samples of AAO/Ni/GaAs nanostructures were prepared on substrates containing semi-insulating (100) GaAs plates of n-type covered with 2 μm low-ohmic epitaxial Si-doped GaAs layer with electron concentration $1 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ at 300 K. The samples with dimensions 10×2 mm, cut from nanostructures, were supplied by 2 electric

probes prepared on front of the sample (1 and 2 in Insert in Fig. 5) using

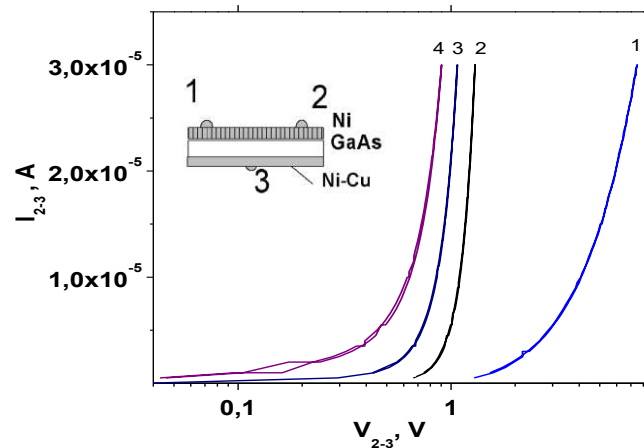


Fig. 5. Transversal I-Vs of AOA/Ni/GaAs nanostructured sample at different temperatures: 1 – 77 K, 2 – 150 K, 3– 250 K, 4 - 293 K. Insert: schematic view of electric probes in the sample.

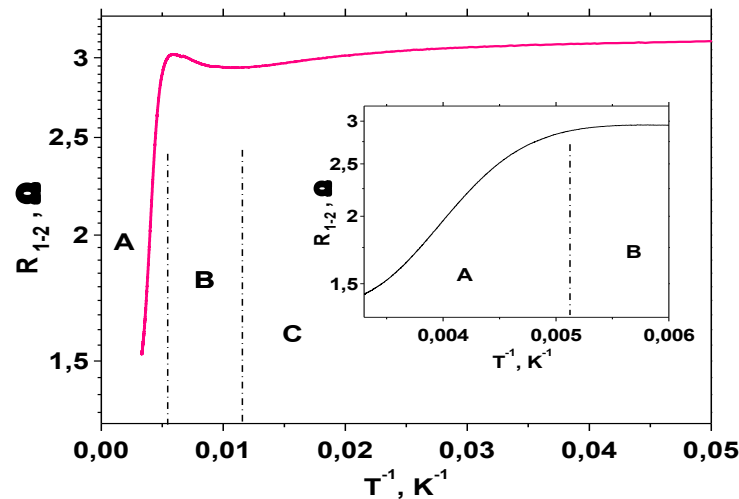


Fig. 6. Temperature dependences of resistance $R(T)$ in $B = 0$ for AAO/Ni/GaAs nanostructure measured between 1 and 2 probes at operating current $I = 10$ mA. The induction B vector of applied magnetic field is normal to the template plane. Insert: High-temperature part of $R(T)$ curve.

ultrasound In soldering and one backside Cu-Ni electrode thermally deposited on GaAs substrate (3 in Insert in Fig. 5). Quality of these probes checked by linearity of longitudinal (measured between contacts 1 and 2 in Insert) and transversal (between 2 and 3 probes) I-V characteristics at room temperatures. As was shown, the longitudinal I-Vs were linear at the whole temperature range 2 – 300 K whereas the transversal I-Vs became non-linear below 70 K (see, Fig. 6). The mentioned means that for longitudinal geometry of electric measurements the AAO/Ni/GaAs nanostructure, shown in Insert in Fig. 6, does not lead itself as a double Schottky barrier neither at high temperatures (due to strong doping of epitaxial GaAs layer) nor at low temperatures (probably due to high-doped epitaxial GaAs layer). Non-linearity of I-Vs at $T < 70$ K is probably connected with the influence of semi-insulating GaAs substrate.

$R(T)$ dependence in Fig. 6, measured in regime of constant I , have shown that in the studied samples impurity conductance by GaAs epitaxial layer dominates in the temperature range 200-300 K (curve in region A). When lowering of temperature, in part B, we probably observe a “depletion” of impurities where $R(T)$ depends only on mobility of electrons in doped GaAs layer. Below 200 K (region C) continuous decreasing of slope of $\lg R(1/T)$ curve in Arrhenius scale is observed that can be attributed to variable range hopping (VRH) of electrons by impurities [8].

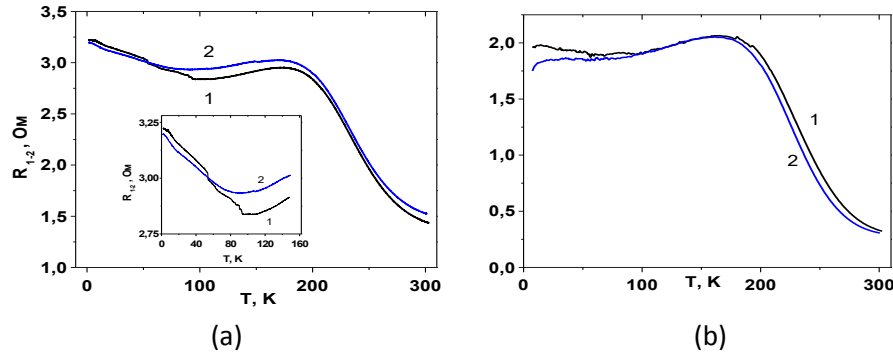


Fig. 7. Temperature dependences of resistance $R(T)$ in $B = 0$ (curve 1) and $B = 8$ T (curve 2) for AAO/Ni/GaAs nanostructure measured between 1 and 2 (a) and 2 and 3 (b) probes at operating current $I = 10$ mA. The induction B vector of applied magnetic field is normal to the template plane. Insert: Low-temperature part of curves in (a)

As follows from Fig. 7, application of magnetic field $B = 8$ T normally to the substrate plane results in change of $R(T)$ progress, i.e. magnetoresistive effect. Comparison of curves 1 and 2 in these figures shows that the value and sign of $MR = MR(B) = [R(B) - R(0)]/R(0)$ was dependent on temperature and measurement geometry. As is seen, in both longitudinal (MR_{1-2}) and transversal (MR_{2-3}) geometry of measurements (Figs. 7a and 7b) the sign of is changed from positive (PMR effect) to negative (NMR effect) when lowering the temperature below 70 K. The presence of NMR confirms the above mentioned assumption concerning VRH conductance by localized states (impurities) in highly doped epitaxial GaAs layer at $T < 70$ K and it can be considered as tunneling (TMR) effect [9]. Note that the value of TMR effect increases with temperature lowering and approaches maximal values at 2 K (up to 25 % for MR_{2-3} and 1 % for MR_{1-2}). Reasons of more high values of MR_{23} , measured in transversal regime, as compared with MR_{1-2} , requires an additional detailed study. However, it is not excluded that the mechanism of impurity avalanche in GaAs substrate is convenient in this case as was observed for similar template-based $\text{SiO}_2/\text{Ni}/\text{Si}$ nanostructures with Ni nanorods embedded into porous SiO_2 matrix (see, our paper [10]).

The highest MR_{1-2} values for longitudinal geometry (up to 5%) are observed at transition of $R(T)$ in Fig. 6 to the region of impurity “depletion” (region B in Fig. 7) when concentration of electrons ceases to change when cooling. The observed behavior of PMR effect in regions B and A, including its decrease with increasing temperature, probably indicates its Lorence-like nature.

Summary

Presented results indicate a possibility of forming magnetic ordered nanostructured arrays with perpendicular magnetic anisotropy relatively to substrate in AAO templates using ac electrochemical deposition of magnetic (Ni) / non-magnetic (Pd) metal composition. According to TEM metal nanowires consist of nanoparticles of 5 nm in diameter. Structure of metal nanowires becomes extended even after the bleeding of AAO matrix.

Analysis of the observed PMR and NMR effects in arrays of Ni nanorods in $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}$ templates display their strong difference for longitudinal and transversal (Schottky barrier regime) configurations of measurements and also on temperature range. Negative sign of MR is observed for both geometries of measurements at $T < 50$ K and can be attributed to TMR effect due to VRH carrier transport, i.e. tunneling of electrons by the localized centers (impurities). PMR effect observed at $T > 100$ K we explain by Lorence-like mechanism.

Results of magnetometry and magnetic resonance spectroscopy reveal magnetic anisotropy of “easy axis” type along wire axis for individual $\text{Ni}(1-x)\text{Pd}(x)$ nanowire with palladium content up to $x = 50$. However magnetic interaction between nanowires results in the formation of magnetic anisotropy of “easy plane” type for the whole array of nanowires with $\text{Ni}(50)\text{Pd}(50)$ composition.

As our experiments show, the used template-assisted electrodeposition technique of coercivity and magnetoresistivity increment can be successfully used in fabrication of magnetically sensitive nickel and nickel-palladium nanowires (nanorods) arrays inside porous anodized alumina templates on Al and GaAs substrates which are convenient for manufacturing of magnetoelectric devices of a new type.

Bibliography

1. *Electrodeposited Nanowires and Their Applications*. Ed. By N.Lupu. InTech, 2010.
2. U.Yogeswaran, S.-M.Chen. *A Review on the Electrochemical Sensors and Biosensors Composed of Nanowires as Sensing Material*. Sensors. 8, pp. 290-313. 2008.
3. H.Masuda, K.Fukuda. *Ordered metal nanohole arrays made by a two-step Replication of honeycomb structures of anodic alumina*. Science. 268, pp.1466-1468. 1995.
4. *Magnetic Nanoparticles*. Ed. by S.P.Gubin. Wiley-VCH, 2009.
5. V.M.Fedosyuk. *Multilayer nanowires of spin-valve type*. Journal of Advanced Materials. 9, pp.416-421. 2005.
6. B.D.Cullity, C.D.Graham. *Introduction to Magnetic Materials*. Wiley, 2009.
7. J.P.Nibarger, R.Lopusnik, Z.Celinski, T.J.Silva. *Variation of magnetization and the Landé g factor with thickness in Ni-Fe films*. Appl. Phys. Lett. 83, pp.93-95. 2003.
8. A.L. Efros, B.V. Shklovski. *Critical behaviour of conductivity and dielectric constant near the metal-nonmetal transition threshold*. Phys. Stat. Sol. (b) 76(2), pp. 475-485. 1986
9. Y. Imry. *Nanostructures and Mesoscopic Systems*, edited by W. P. Kirk and M. A. Reed (Academic, New York, 1992).
10. J. Fedotova, A. Saad, D. Ivanou, Yu. Ivanova, A. Fedotov, A. Mazanik, I. Svito, E. Streltsov, T. N. Koltunowicz, S. Tyutyunnikov. *Gigantic magnetoresistive effect in n-si/sio₂/ni nanostructures fabricated by the template-assisted electrochemical deposition*. Przegląd Elektrotechniczny (Electrical Review), 88 (7a), pp. 305-308. 2012

Acknowledgments

The work was supported by VISBY Program of the Swedish Institute, the State Program of Scientific Researches «Functional and engineering materials, nanomaterials», Belarusian State Research Foundation (Grant Ф11Д-005) and the State Committee for Science and Technology of the Republic of Belarus (BRFFR project F11SRB-006).

Abstract

Structure, electric and magnetic properties of ordered Ni and Ni-Pd nanostructures synthesized by means of electrochemical deposition in porous anodic aluminum oxide templates were investigated. Templates were filled with nickel and nickel-palladium compositions using the alternative current. Matrix parameters (pores diameter and depth) determine the sizes and morphology of the formed metal nanowires. Negative sign of magnetoresistance was observed at $T < 50$ K and attributed to TMR effect due to variable range hopping carrier transport mechanism. Positive magnetoresistance was observed at $T > 100$ K and explained by Lorence-like mechanism. The presence of magnetic perpendicular anisotropy towards template plane in synthesized nanostructures was revealed. Demagnetizing factors of individual nanowire in parallel and perpendicular direction towards template plane were determined by magnetic resonance spectroscopy. Revealed increase of coercivity in nanowires containing palladium was explained by the formation of quasi- multilayered structure of Ni/Pd nanowires during the ac electrochemical deposition.

Streszczenie

Struktura, właściwości elektryczne i magnetyczne uporządkowanych Ni Ni-Pd nanostruktur syntezowanych metodą elektrochemicznego nanoszenia w porowatej matrycy z utlenionego aluminiowego anodu. Matryca została wypełniona Ni lub Ni-Pd mieszką z wykorzystaniem prądu zmiennego. Parametry matrycy (średnica i głębokość pór) wpływały na rozmiary i morfologię tworzących się metalicznych nanodrutów.

Ujemna magnetorezystancja była obserwowana w temperaturze $T < 50$ K i mogła być opisana w ramach mechanizmu skokowej przewodności. Pozytywna magnetorezystancja została obserwowana dla $T > 100$ K i odpowiada mechanizmowi typu Lorence. Obecność magnetycznej prostopadłej anizotropii w stosunku do płaszczyzny matrycy była zanotowana. Demagnezujący czynnik pojedynczych nanodrutów w kierunkach równoległych i prostopadłych do płaszczyzny matrycy był wyznaczony z badań metodą magnetycznej

spektroskopii rezonansowej. Zaobserwowany wzrost komercyjności w nanodrutach zawierających palladium może być związany z formowaniem kwasi-wielowarstwowej struktury w Ni/Pd nanodrutach w trakcie elektrochemicznego osadzenia.

Dariusz Jakóbczak

Katedra Podstaw Informatyki i Zarządzania
Wydział Elektroniki i Informatyki
Politechnika Koszalińska

The Zero of Function and Interpolation by the Method of Hurwitz-Radon Matrices

1. Introduction

A significant problem in mathematics and computer sciences [1] is to solve any nonlinear equation $g(x) = h(x)$. This means the issue of approximation x in equation $f(x)=0$ where $f=g-h$. Two-dimensional data can be treated as points on the curve. Many numerical methods for nonlinear equations are known as iterative methods: bisection, *regula falsi*, Newton's method (also called as the Newton-Raphson method), Steffensen's method, Brent's method, Broyden's method, fixed-point iterations, inverse interpolation, the secant method [2]. These methods can be used for any function, but sometimes there are troubles. For example in Newton's method we may find difficulties in calculating derivative of a function or troubles with bad starting point of iteration. Generally iterative methods need many assumptions about function (monotonicity, convexity, derivative, starting point). Some methods are used only for polynomials (Muller's, Laguerre's, Bairstow's, Jenkins-Traub's methods). Nonlinear systems are still opened for researchers [3].

This paper is dealing with novel method of root's approximation by using a family of Hurwitz-Radon matrices. Method of Hurwitz-Radon Matrices (MHR) does not need any assumptions about function. The only information about curve is the set of at least five interpolation nodes and a zero of the function between them. Proposed method of Hurwitz-Radon Matrices (MHR) is used in data interpolation and then calculations to solve the nonlinear equation are introduced. MHR connects two significant problems in mathematics: interpolation of the function and the solution of nonlinear equation [4]. MHR method uses two-dimensional data for knowledge representation [5] and computational foundations [6]. Also medicine [7], industry and manufacturing are looking for the methods connected with geometry of the curves [8]. So suitable data representation and precise solving of any equation [9] are key factors in many applications of artificial intelligence and numerical methods [10].

2. Information about Function

Each nonlinear equation is represented by $f(x) = 0$ and succeeding points $(x_i, y_i) \in \mathbf{R}^2$ of function f (interpolation nodes) as follows in proposed MHR method:

1. first node (x_1, y_1) and last node (x_L, y_L) must fulfill a condition $y_1 \cdot y_L < 0$;
2. at least three nodes (x_2, y_2) , (x_3, y_3) , (x_4, y_4) , for example equidistant between first and last node, have to be calculated ($L = 5$) if MHR method is used with matrices of dimension $N = 2$.

Condition 1 is well known in numerical methods for existing a zero of the function. Condition 2 is connected with important features of MHR method: MHR version with matrices of dimension $N = 2$ (as MHR-2) requires at least five nodes ($L = 5$), MHR version with matrices of dimension $N = 4$ (as MHR-4) requires at least nine nodes ($L=9$) and MHR version with matrices of dimension $N = 8$ (as MHR-8) requires at least 17 nodes ($L = 17$).

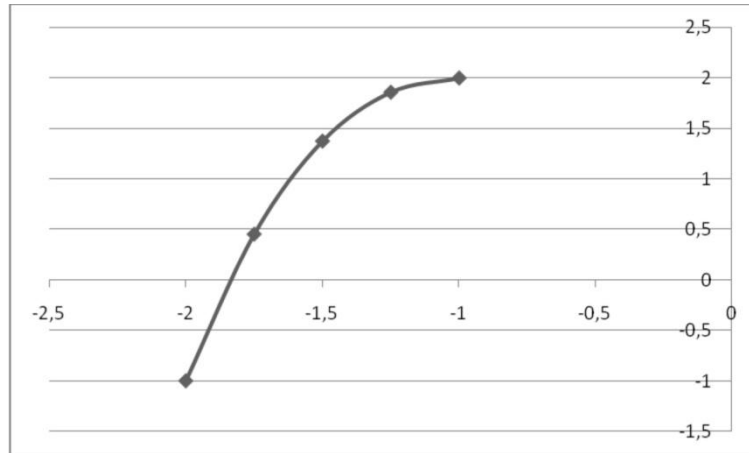


Fig. 1. Five nodes of function and a root between first and second node (MS Excel graph).

Fig.1 presents the graph of function $f(x) = x^3 + x^2 - x + 1$ with nodes: first (-2;-1), (-1.75; 0.453125), (-1.5;1.375), (-1.25;1.859375) and last (-1;2). All five nodes will be applied in MHR calculations, but we will search a root of function only between nodes (-2;-1) and (-1.75;0.453125). The approximation of a zero point of the function is possible using novel MHR method.

3. Interpolation of the Points

The key question exists in many branches of science: is it possible to find a method of nonlinear equation solution without iterations of numerical methods [11]? This paper aims at giving the positive answer to this question. Method of Hurwitz – Radon Matrices (MHR), described in this paper, is computing points between two successive nodes for searching a root of the function. The curve or function in MHR method is parameterized for real number $\alpha \in [0;1]$ in the range of two successive interpolation nodes.

3.1. The Operator of Hurwitz-Radon

Adolf Hurwitz (1859-1919) and Johann Radon (1887-1956) published the papers about specific class of matrices in 1923, working on the problem of quadratic forms. Matrices $A_i, i = 1, 2, \dots, m$ satisfying

$$A_i A_k + A_k A_i = 0, A_i^2 = -I \text{ for } j \neq k; j, k = 1, 2, \dots, m$$

are called a family of Hurwitz - Radon matrices. A family of Hurwitz - Radon (HR) matrices has important features [12]: HR matrices are skew-symmetric ($A_i^T = -A_i$) and reverse matrices are easy to find ($A_i^{-1} = -A_i$). Only for dimension $N = 2, 4$ or 8 the family of HR matrices consists of $N - 1$ matrices. For $N = 2$ there is one matrix:

$$A_1 = \begin{bmatrix} 0 & 1 \\ -1 & 0 \end{bmatrix}.$$

For $N = 4$ there are three HR matrices with integer entries:

$$A_1 = \begin{bmatrix} 0 & 1 & 0 & 0 \\ -1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & -1 \\ 0 & 0 & 1 & 0 \end{bmatrix}, \quad A_2 = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1 \\ -1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & -1 & 0 & 0 \end{bmatrix}, \quad A_3 = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 & 1 \\ 0 & 0 & -1 & 0 \\ 0 & 1 & 0 & 0 \\ -1 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}.$$

For $N = 8$ we have seven HR matrices with elements $0, \pm 1$. So far HR matrices are applied in electronics [13]: in Space-Time Block Coding (STBC) and orthogonal design [14], also in signal processing [15] and Hamiltonian Neural Nets [16].

If one curve is described by a set of following points $\{(x_i, y_i), i = 1, 2, \dots, n\}$ then HR matrices combined with the identity matrix I_N are used to build the orthogonal and discrete Hurwitz - Radon Operator (OHR). For nodes (x_1, y_1) and (x_2, y_2) OHR M of dimension $N = 2$ is constructed:

$$M = \frac{1}{x_1^2 + x_2^2} \begin{bmatrix} x_1 y_1 + x_2 y_2 & x_2 y_1 - x_1 y_2 \\ x_1 y_2 - x_2 y_1 & x_1 y_1 + x_2 y_2 \end{bmatrix}. \quad (1)$$

For nodes $(x_1, y_1), (x_2, y_2), (x_3, y_3)$ and (x_4, y_4) OHR of dimension $N = 4$ is constructed:

$$M = \frac{1}{x_1^2 + x_2^2 + x_3^2 + x_4^2} \begin{bmatrix} u_0 & u_1 & u_2 & u_3 \\ -u_1 & u_0 & -u_3 & u_2 \\ -u_2 & u_3 & u_0 & -u_1 \\ -u_3 & -u_2 & u_1 & u_0 \end{bmatrix} \quad (2)$$

where

$$u_0 = x_1y_1 + x_2y_2 + x_3y_3 + x_4y_4, \quad u_1 = -x_1y_2 + x_2y_1 + x_3y_4 - x_4y_3, \\ u_2 = -x_1y_3 - x_2y_4 + x_3y_1 + x_4y_2, \quad u_3 = -x_1y_4 + x_2y_3 - x_3y_2 + x_4y_1.$$

For nodes $(x_1, y_1), (x_2, y_2), \dots$ and (x_8, y_8) OHR of dimension $N = 8$ is built [17] similarly as (1) and (2):

$$M = \frac{1}{\sum_{i=1}^8 x_i^2} \begin{bmatrix} u_0 & u_1 & u_2 & u_3 & u_4 & u_5 & u_6 & u_7 \\ -u_1 & u_0 & u_3 & -u_2 & u_5 & -u_4 & -u_7 & u_6 \\ -u_2 & -u_3 & u_0 & u_1 & u_6 & u_7 & -u_4 & -u_5 \\ -u_3 & u_2 & -u_1 & u_0 & u_7 & -u_6 & u_5 & -u_4 \\ -u_4 & -u_5 & -u_6 & -u_7 & u_0 & u_1 & u_2 & u_3 \\ -u_5 & u_4 & -u_7 & u_6 & -u_1 & u_0 & -u_3 & u_2 \\ -u_6 & u_7 & u_4 & -u_5 & -u_2 & u_3 & u_0 & -u_1 \\ -u_7 & -u_6 & u_5 & u_4 & -u_3 & -u_2 & u_1 & u_0 \end{bmatrix} \quad (3)$$

where

$$u = \begin{bmatrix} y_1 & y_2 & y_3 & y_4 & y_5 & y_6 & y_7 & y_8 \\ -y_2 & y_1 & -y_4 & y_3 & -y_6 & y_5 & y_8 & -y_7 \\ -y_3 & y_4 & y_1 & -y_2 & -y_7 & -y_8 & y_5 & y_6 \\ -y_4 & -y_3 & y_2 & y_1 & -y_8 & y_7 & -y_6 & y_5 \\ -y_5 & y_6 & y_7 & y_8 & y_1 & -y_2 & -y_3 & -y_4 \\ -y_6 & -y_5 & y_8 & -y_7 & y_2 & y_1 & y_4 & -y_3 \\ -y_7 & -y_8 & -y_5 & y_6 & y_3 & -y_4 & y_1 & y_2 \\ -y_8 & y_7 & -y_6 & -y_5 & y_4 & y_3 & -y_2 & y_1 \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \\ x_4 \\ x_5 \\ x_6 \\ x_7 \\ x_8 \end{bmatrix}. \quad (4)$$

The components of the vector $\mathbf{u} = (u_0, u_1, \dots, u_7)^T$, appearing in the matrix M (3), are defined by (4) in the similar way to (1)-(2) but in terms of the coordinates of the above 8 nodes. Note that OHR operators M (1)-(3) satisfy the condition of interpolation

$$M \cdot \mathbf{x} = \mathbf{y} \quad (5)$$

for $\mathbf{x} = (x_1, x_2, \dots, x_N)^T \in \mathbf{R}^N$, $\mathbf{x} \neq \mathbf{0}$, $\mathbf{y} = (y_1, y_2, \dots, y_N)^T \in \mathbf{R}^N$, $N = 2, 4$ or 8 .

3.2. The Method of Hurwitz-Radon Matrices

Key question looks as follows: how can we compute coordinates of points settled between the interpolation nodes [18]? The answer is connected with novel MHR method [19]. On a segment of a line every number “ c ” situated between “ a ” and “ b ” is described by a linear (convex) combination $c = \alpha \cdot a + (1 - \alpha) \cdot b$ for

$$\alpha = \frac{b - c}{b - a} \in [0; 1]. \quad (6)$$

The average OHR operator M_2 of dimension $N = 2, 4$ or 8 is constructed as follows:

$$M_2 = \alpha \cdot M_0 + (1 - \alpha) \cdot M_1 \quad (7)$$

with the operator M_0 built (1)-(3) by “odd” nodes $(x_1=a, y_1), (x_3, y_3), \dots, (x_{2N-1}, y_{2N-1})$ and M_1 built (1)-(3) by “even” nodes $(x_2=b, y_2), (x_4, y_4), \dots, (x_{2N}, y_{2N})$. Having the operator M_2 it is possible to reconstruct the second coordinates of points (x, y) in terms of the vector C defined with

$$c_i = \alpha \cdot x_{2i-1} + (1 - \alpha) \cdot x_{2i} \quad , \quad i = 1, 2, \dots, N \quad (8)$$

as $C = [c_1, c_2, \dots, c_N]^T$. The required formula is similar to (5):

$$Y(C) = M_2 \cdot C \quad (9)$$

in which components of vector $Y(C)$ give the second coordinate of the points (x,y) corresponding to the first coordinate, given in terms of components of the vector C .

Calculations of unknown coordinates for curve points using (6)-(9) are called by author the method of Hurwitz - Radon Matrices (MHR) [20]. Here is the application of MHR method (Fig.2) for function $f(x) = x^3 + x^2 - x + 1$ with nodes as Fig.1 and computed 99 points between each pair of nodes ($\alpha = 0.01, 0.02, \dots, 0.99$). MHR-2 means MHR version with matrices of dimension $N = 2$.

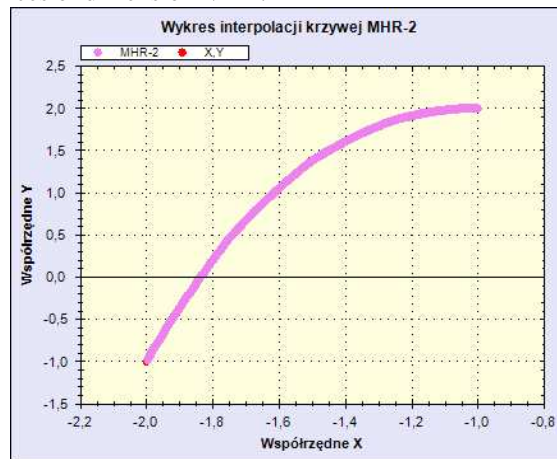


Fig. 2. Function $f(x) = x^3 + x^2 - x + 1$ with 396 interpolated points using MHR-2 method with 5 nodes.

Solving the equation $x^3 + x^2 - x + 1 = 0$ via MHR interpolation, as it was said under Fig.1, we will search a root of the function only between nodes $(-2;-1)$ and $(-1.75;0.453125)$. Points calculated between other pairs of nodes are useless in the process of root approximation and they do not have to be computed. Considering points between nodes $(-2;-1)$ and $(-1.75;0.453125)$, coordinate y is near zero at $(-1.835;0.00184)$. Solution of equation $x^3 + x^2 - x + 1 = 0$ via MHR-2 method is approximated by $x = -1.835$. True value is $x = -1.839$.

The same equation for nodes $(-2;-1)$, $(-1.95;-0.662)$, $(-1.9;-0.349)$, $(-1.85;-0.059)$ and $(-1.8;0.208)$, solved by MHR-2 method, gives better result $x = -1.839$. So shorter distance between first and last node is of course very significant.

4. The Zero of Function via MHR method

Example 1

MHR calculations are done for function $f(x) = x^3 + \ln(7-x)$ with nodes: $(-2;-5.803)$, $(-1.75; -3.190)$, $(-1.5;-1.235)$, $(-1.25;0.1571)$ and $(-1;1.0794)$. So a root of this function is situated between 3rd and 4th node. MHR-2 interpolation gives the graph of function (Fig.3):

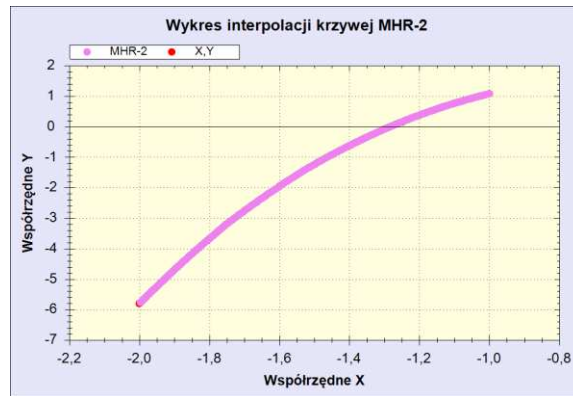


Fig. 3. Function $f(x) = x^3 + \ln(7-x)$ with 396 interpolated points using MHR-2 method with 5 nodes.

Considering points between nodes (-1.5;-1.235) and (-1.25;0.1571), coordinate y is near zero at (-1.2825;0.00194). Solution of equation $x^3 + \ln(7-x) = 0$ via MHR method is approximated by $x = -1.2825$. True value is hardly approximated (even for MathCad) by $x = -1.28347$.

Example 2

MHR calculations are done for function $f(x) = x^3 + 2x - 1$ with nodes: (0;-1), (0.25;-0.484), (0.5;0.125), (0.75;0.9219) and (1;2). So a zero of this function is situated between 2nd and 3rd node. MHR-2 interpolation gives the graph of function (Fig.4):

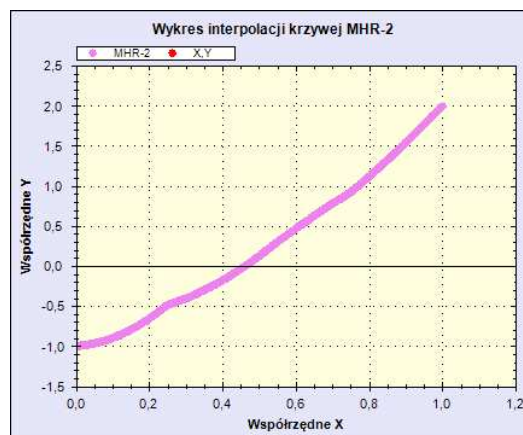


Fig. 4. Function $f(x) = x^3 + 2x - 1$ with 396 interpolated points using MHR-2 method with 5 nodes.

Considering points between nodes (0.25;-0.484) and (0.5;0.125), coordinate y is near zero at (0.4625;0.00219). Solution of equation $x^3 + 2x - 1 = 0$ via MHR-2 method is approximated by $x = 0.4625$. The only one real solution of this equation is $x = 0.453$.

Now MHR calculations are done for the same equation $x^3 + 2x - 1 = 0$ with seven nodes between (0;-1) and (1;2) for $x_i = 0; 0.125; 0.25; 0.375; 0.5; 0.625; 0.75; 0.875$ and 1. The solution is approximated by MHR-4 method with nine nodes. MHR-4 interpolation gives the graph of function (Fig.5):

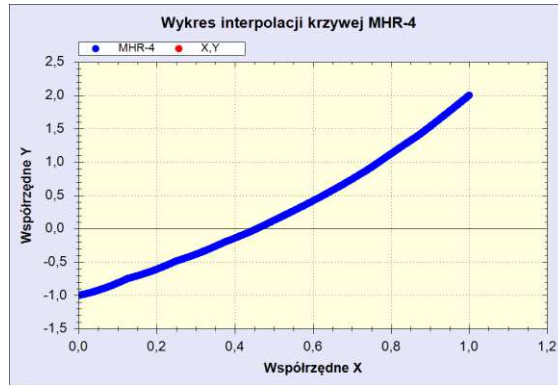


Fig. 5. Function $f(x) = x^3 + 2x - 1$ with interpolated points using MHR-4 method with 9 nodes.

Considering points between nodes (0.375;-0.197) and (0.5;0.125), coordinate y is near zero at (0.45625;0.00018). Solution of equation $x^3 + 2x - 1 = 0$ via MHR-4 method is approximated by $x = 0.45625$. This is better result than MHR-2: greater number of nodes (with the same distance between first and last) means better approximation. And seventeen nodes in MHR-8 guarantee more precise results than MHR-4.

Example 3

MHR calculations are done for equation $3 - 2^x = 0$ with nodes: (1;1), (1.2;0.7026), (1.4;0.361), (1.6;-0.031) and (1.8;-0.482). MHR-2 interpolation gives the graph of function (Fig.6):

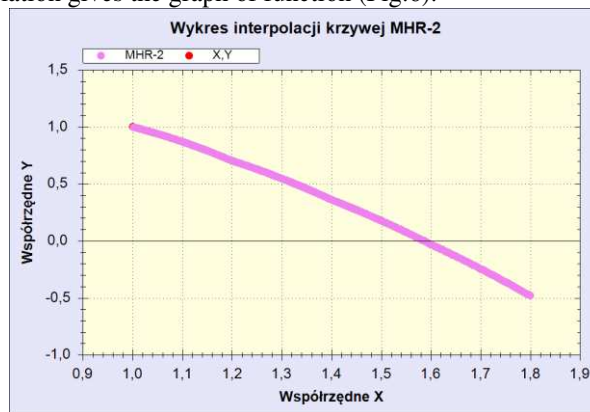


Fig. 6. Function $f(x) = 3 - 2^x$ with 396 interpolated points using MHR-2 method with 5 nodes.

Considering points between nodes (1.4;0.361) and (1.6;-0.031), second coordinate is near zero at (1.586;-0.000311). Solution of equation $3 - 2^x = 0$ via MHR-2 method is approximated by $x = 1.586$. Precise solution $x = \log_2 3$ is approximated by 1.585.

Interpolated values, calculated by MHR method, are applied in the process of solving the nonlinear equations. Shorter distance between first and last node or greater number of nodes guarantee better approximation. Approximated solutions of nonlinear equations are used in many branches of science. MHR joins two important problems in computer sciences: interpolation of the function with the solution of nonlinear equation.

5. Conclusions

The method of Hurwitz-Radon Matrices leads to curve interpolation [21] and approximation of nonlinear equation solution depending on the number and location of nodes. No characteristic features of function are important in MHR method: polynomial or not, monotonicity, convexity, derivative, starting point. These features are very significant for iterative numerical methods. MHR method gives the possibility of reconstruction a curve and searching for a root of the function. The only condition is to have a set of nodes according to assumptions in MHR method. Main features of MHR method are: accuracy of the equation solution depends on the number of nodes and the distance between first and last node (MHR-4 is more precise than MHR-2 and MHR-8 is more

precise than MHR-4); interpolation of a curve consists of L points is connected with the computational cost of rank $O(L)$; MHR is well-conditioned method (orthogonal matrices); MHR is dealing with local operators: average OHR operators are built by successive 4, 8 or 16 data points, what means smaller computational costs then using all nodes; MHR is not an affine interpolation [22].

Future works are connected with: possibility to apply MHR method to three-dimensional curves (3D data), computing the interpolation error, implementation of MHR in object recognition [23], MHR extrapolation method [24] and curve parameterization [25].

References

1. Brachman, R.J., Levesque, H.J.: Knowledge Representation and Reasoning. Morgan Kaufman, San Francisco (2004)
2. Yang, W.Y., Cao, W., Chung, T.-S., Morris, J.: Applied Numerical Methods Using MATLAB®. John Wiley & Sons, New York (2005)
3. Khalil, H.K.: Nonlinear Systems. Prentice Hall, New York (2001)
4. Kelley, C.T.: Iterative Methods for Linear and Nonlinear Equations. Society for Industrial and Applied Mathematics, Philadelphia (1995)
5. Markman, A.B.: Knowledge Representation. Lawrence Erlbaum Associates (1998)
6. Sowa, J.F.: Knowledge Representation: Logical, Philosophical and Computational Foundations. Brooks/Cole, New York (2000)
7. Soussen, C., Mohammad-Djafari, A.: Polygonal and Polyhedral Contour Reconstruction in Computed Tomography. IEEE Transactions on Image Processing 11(13), 1507-1523 (2004)
8. Tang, K.: Geometric Optimization Algorithms in Manufacturing. Computer – Aided Design & Applications 2(6), 747-757 (2005)
9. Kozera, R.: Curve Modeling via Interpolation Based on Multidimensional Reduced Data. Silesian University of Technology Press, Gliwice (2004)
10. Dahlquist, G., Björck, A.: Numerical Methods. Prentice Hall, New York (1974)
11. Ralston, A.: A First Course in Numerical Analysis. McGraw-Hill Book Company, New York (1965)
12. Eckmann, B.: Topology, Algebra, Analysis- Relations and Missing Links. Notices of the American Mathematical Society 5(46), 520-527 (1999)
13. Citko, W., Jakóbczak, D., Sieńko, W.: On Hurwitz - Radon Matrices Based Signal Processing. Workshop Signal Processing at Poznan University of Technology (2005)
14. Tarokh, V., Jafarkhani, H., Calderbank, R.: Space-Time Block Codes from Orthogonal Designs. IEEE Transactions on Information Theory 5(45), 1456-1467 (1999)
15. Sieńko, W., Citko, W., Wilamowski, B.: Hamiltonian Neural Nets as a Universal Signal Processor. 28th Annual Conference of the IEEE Industrial Electronics Society IECON (2002)
16. Sieńko, W., Citko, W.: Hamiltonian Neural Net Based Signal Processing. The International Conference on Signal and Electronic System ICSES (2002)
17. Jakóbczak, D.: 2D and 3D Image Modeling Using Hurwitz-Radon Matrices. Polish Journal of Environmental Studies 4A(16), 104-107 (2007)
18. Jakóbczak, D.: Shape Representation and Shape Coefficients via Method of Hurwitz-Radon Matrices. Lecture Notes in Computer Science 6374 (Computer Vision and Graphics: Proc. ICCVG 2010, Part I), Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 411-419 (2010)
19. Jakóbczak, D.: Curve Interpolation Using Hurwitz-Radon Matrices. Polish Journal of Environmental Studies 3B(18), 126-130 (2009)
20. Jakóbczak, D.: Application of Hurwitz-Radon Matrices in Shape Representation. In: Banaszak, Z., Świć, A. (eds.) Applied Computer Science: Modelling of Production Processes 1(6), pp. 63-74. Lublin University of Technology Press, Lublin (2010)
21. Jakóbczak, D.: Object Modeling Using Method of Hurwitz-Radon Matrices of Rank k . In: Wolski, W., Borawski, M. (eds.) Computer Graphics: Selected Issues, pp. 79-90. University of Szczecin Press, Szczecin (2010)

22. Jakóbczak, D.: Implementation of Hurwitz-Radon Matrices in Shape Representation. In: Choraś, R.S. (ed.) *Advances in Intelligent and Soft Computing 84, Image Processing and Communications: Challenges 2*, pp. 39-50. Springer-Verlag, Berlin Heidelberg (2010)
23. Jakóbczak, D.: Object Recognition via Contour Points Reconstruction Using Hurwitz-Radon Matrices. In: Józefczyk, J., Orski, D. (eds.) *Knowledge-Based Intelligent System Advancements: Systemic and Cybernetic Approaches*, pp. 87-107. IGI Global, Hershey PA, USA (2011)
24. Jakóbczak, D.: Data Extrapolation and Decision Making via Method of Hurwitz-Radon Matrices. *Lecture Notes in Computer Science/LNAI 6922 (Computational Collective Intelligence, Technologies and Applications: Proc. ICCCI 2011, Part 1)*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 173-182 (2011)
25. Jakóbczak, D.: Curve Parameterization and Curvature via Method of Hurwitz-Radon Matrices. *Image Processing & Communications- An International Journal* 1-2(16), 49-56 (2011)

Abstract

Mathematics need suitable methods to approximate a zero of the function. Coordinate x for $f(x)=0$ is crucial in a large number of calculations because each equation can be transformed into $f(x)=0$. A novel method of Hurwitz-Radon Matrices (MHR) can be used in approximation of a root of function in the plane. The paper contains a way of data approximation via MHR method to solve any equation. Proposed method is based on the family of Hurwitz-Radon (HR) matrices. The matrices are skew-symmetric and possess columns composed of orthogonal vectors. The operator of Hurwitz-Radon (OHR), built from these matrices, is described. Two-dimensional data are represented by discrete set of curve f points. It is shown how to create the orthogonal OHR operator and how to use it in a process of data interpolation. MHR method is interpolating the curve point by point without using any formula or function.

Streszczenie

Matematyka wymaga odpowiednich metod przybliżania miejsca zerowego funkcji. Współrzędna x w równaniu $f(x)=0$ jest kluczowa w wielu przypadkach, ponieważ dowolne równanie nieliniowe może zostać przedstawione jako $f(x)=0$. Nowa metoda Macierzy Hurwitza-Radona (MHR) może zostać użyta w rozwiązywaniu dowolnego równania z jedną niewiadomą. Artykuł zawiera sposób przybliżania pierwiastka funkcji. Metoda ta jest oparta na rodzinie macierzy Hurwitza-Radona (HR). Macierze HR są skośnie-symetryczne i składają się z kolumn tworzących ortogonalne wektory. W pracy pokazano jak konstruować Operator Hurwitza-Radona (OHR) oraz jak wykorzystać go w procesie rozwiązywania równania. Krzywa płaska opisana jest za pomocą punktów węzłowych. Metoda MHR interpoluje funkcję punkt po punkcie bez użycia wzoru opisującego krzywą.

Maciej Kubicki

Katedra Podstaw Elektroniki
Wydział Elektroniki i Informatyki
Politechnika Koszalińska
ul. Śniadeckich 2, 74-453 Koszalin

Przegląd metod pomiaru szczelności elementów elektronicznych

1. Wstęp

Szczelność elementów elektronicznych jest istotnym, a w wielu przypadkach krytycznym parametrem decydującym o niezawodności. Tyczy się to przede wszystkim zastosowań, w których układy elektroniczne pracują w warunkach ekstremalnych (duża wilgotność, wysokie ciśnienie), a od ich niezawodności zależy życie ludzkie (np. awiacja, medycyna). Zgodnie z [1] szczelność w odniesieniu do elementów elektronicznych oznacza takie zabezpieczenie elementu, które uniemożliwia przedostanie się do jego wnętrza wilgoci, powietrza oraz innych gazów, gwarantując niezawodną pracę elementu przez wiele lat. Obudowy hermetyczne wykonywane są z takich materiałów jak metal, szkło oraz materiały ceramiczne. Powszechnie wykorzystywane w układach elektronicznych codziennego użytku obudowy plastikowe (np.: PDIP) zgodnie z [1] oraz [2] nie mogą być już rozpatrywane jako obudowy hermetyczne. Nie oznacza to, iż obudowy takie w standardowych warunkach pracy nie zapewniają wystarczającej niezawodności, nie są one jednak poddawane tak rygorystycznym testom jak układy i elementy elektroniczne umieszczone w obudowach z definicji hermetycznych. Istotne pole zainteresowania w odniesieniu do metod badania szczelności stanowią obecnie układy mikroelektromechaniczne MEMS. Charakterystyka układów MEMS sprawia, iż tradycyjne metody pomiaru szczelności wymienione w standardach [3-8] nie zawsze mogą być zastosowane w przypadku tego typu układów głównie ze względu na możliwość ich uszkodzenia w trakcie testów. W artykule przybliżone zostaną metody badania szczelności zamieszczone w standardach przemysłowych oraz metody alternatywne opisywane w literaturze. Jako jedna z metod alternatywnych przedstawiona zostanie metoda termoakustyczna, proponowana przez autora niniejszego opracowania.

1. Metody zawarte w standardach przemysłowych

Niniejsza część opracowania zostanie poświęcona metodom pomiaru szczelności elementów elektronicznych uwzględnionych w normach i standardach przemysłowych. Rozważone zostaną następujące normy i standardy:

- amerykański standard militarny MIL-STD-202G [3]
- amerykański standard militarny MIL-STD-750D [4]
- amerykański standard militarny MIL-STD-883H [5]
- Polska Norma/Standard Europejski PN-EN-60068-2-17 [6]
- standard JEDEC JESD22-A109-A [7]

Amerykańskie standardy militarne [3-5] dzielą metody pomiaru szczelności na zgrubne (*gross leak detection*) oraz dokładne (*fine leak detection*). Celem metod zgrubnych jest wykrycie dużych nieszczelności jakie mogą wystąpić w procesie produkcji elementów elektronicznych. Metody dokładne mają za zadanie wykrycie drobnych nieszczelności niemożliwych do wykrycia przez metody zgrubne i charakteryzują się zazwyczaj wyższym stopniem skomplikowania oraz koniecznością stosowania specjalistycznej aparatury. Większości metod pomiaru zarówno zgrubnych jak i dokładnych, bazuje na wykrywaniu substancji (cieczy, gazu) która poprzez

nieszczelność w obudowie elementu dostaje się do jego wnętrza. W tabeli 1 przedstawiono ogólną charakterystykę metod pomiaru szczelności wymienionych w rozpatrywanych standardach.

Tabela 1. Zestawienie metod pomiaru szczelności elementów elektronicznych zawartych w standardach

Nazwa standardu	Zastosowanie	Metody
MIL-STD-202G, Metoda 1012.13	Ocena szczelności elementów półprzewodnikowych i mikroelektronicznych	Metoda bąbelkowa (olej mineralny lub roślinny, olej silikonowy, fluorowęglowodór, fluorowęglowodór oraz ciecz nasycająca; zgrubne), metoda z wykorzystaniem gazu wskaźnikowego (hel, argon lub inny gaz szlachetny, gaz radioaktywny krypton-85; dokładne)
MIL-STD-750D, Metoda 1071.6	Ocena szczelności elementów półprzewodnikowych z wewnętrznymi pustymi wnękami	Metoda radioizotopowa (zgrubna i dokładna), metoda bąbelkowa (fluorowęglowodór, fluorowęglowodór oraz ciecz nasycająca; zgrubne), metoda pary fluorowęglowodorowej (zgrubna), metoda barwnikowa (zgrubna), metoda wzrostu wagi (zgrubna), metoda optyczna (zgrubna)

Nazwa standardu	Zastosowanie	Metody
MIL-STD-883H, Metoda 1012.13	Ocena szczelności elementów półprzewodnikowych i mikroelektronicznych z wewnętrznymi pustymi wnękami	Metoda helowa (dokładna), metoda radioizotopowa (zgrubna i dokładna), metoda bąbelkowa (perfluorowęglowodór oraz ciecz nasycająca; zgrubna), metoda pary perfluorowęglowodorowej (zgrubna), metoda barwnikowa (zgrubna), metoda wzrostu wagi (zgrubna), metoda optyczna (zgrubna i dokładna)
PN-EN-60068-2-17, Próba Q: Szczelność	Szereg prób środowiskowych o różnych stopniach narażenia odpowiednich dla różnych zastosowań (w tym do oceny szczelności elementów elektronicznych)	Metoda z wykorzystaniem gazu wskaźnikowego, metoda bąbelkowa (ciecz wskaźnikowa, ciecz wskaźnikowa i nasycająca; zgrubne), bomba ciśnieniowa, próba szczelności metodą wzrostu ciśnienia
JESD22-A109-A	Ocena szczelności hermetycznych układów półprzewodnikowych	Metoda helowa (dokładna), metoda radioizotopowa (zgrubna i dokładna), metoda bąbelkowa (fluorowęglowodór i płyn nasycający; zgrubna)

W dalszej części przedstawiony zostanie skrócony opis metod zawartych w przytoczonych standardach

– metody bąbelkowe

Metoda bąbelkowa jest powszechnie stosowaną metodą zgrubnej oceny nieszczelności. W metodzie tej wskaźnikiem nieszczelności są bąbelki wydobywające się z wnętrza elementu pod wpływem wysokiej temperatury bądź zewnętrznej próżni. W odniesieniu do metod bąbelkowych można wyróżnić testy wykorzystujące w trakcie testu jedynie kąpiel w cieczy wskaźnikowej oraz testy, w którym element badany zostaje poddawany uprzednio nasycaniu w dodatkowej cieczy o temperaturze wrzenia niższej od temperatury stosowanej w trakcie kąpeli w cieczy wskaźnikowej.

Metody bazujące na pojedynczej kąpeli w cieczy wskaźnikowej zawarto w standardach MIL-STD-202G, MIL-STD-750D, PN-EN 60068-2-17, przy czym jako ciecz wskaźnikowa stosowane są różne substancje takie jak olej mineralny lub olej roślinny z orzechów ziemnych (MIL-STD-202G),

olej silikonowy (MIL-STD-202G), fluorowęglowodory (MIL-STD-202G, MIL-STD-750D), perfluorowęglowodory (MIL-STD-883H). W rozważanej metodzie pomiaru badany element zostaje całkowicie zanurzony w kąpeli z cieczy wskaźnikowej o wysokiej temperaturze (typowo 125°C) przez określony czas (20-60 sekund). W trakcie pomiaru element jest obserwowany (często w powiększeniu) pod kątem wykrycia pojedynczych bąbelków bądź też strumienia bąbelków wydobywających się z wnętrza elementu wskazujących na jego nieszczelność. W metodzie uwzględnionej w standardzie PN-EN 60068-2-17 jako alternatywny czynnik wymuszający wpływ pęcherzyków uwzględnia się próżnię.

W metodach z wykorzystaniem 2 rodzajów cieczy testowych element badany umieszczony jest w pierwszej fazie testu w komorze próżniowo-ciśnieniowej, w której na powierzchnię elementu aplikowana jest ciecz nasycająca o temperaturze wrzenia niższej od temperatury cieczy wskaźnikowej stosowanego w kąpeli przeprowadzanej podczas drugiej fazy testu. W początkowej fazie testu (30-60 minut) w komorze pomiarowej zawierającej element badany wytwarzana jest próżnia. Następnie do komory przy utrzymaniu warunków próżni wprowadzana jest porcja cieczy nasycającej pokrywająca badany element. Po określonym czasie (typowo 30 minut) ciśnienie w komorze jest zwiększane, a następnie utrzymywane (typowo przez kilka godzin), po czym element jest wyjmowany z komory ciśnieniowo-próżniowej, suszony i umieszczany w kąpeli z płynu wskaźnikowego o wysokiej temperaturze (typowo 125°C). W trakcie kąpeli element jest obserwowany (często w powiększeniu) przez określony czas (20 sekund) pod kątem wykrycia pojedynczych bąbelków lub strumienia bąbelków, wskazujących na nieszczelność elementu. Pomiar szczelności z wykorzystaniem powyższej metody uwzględniają standardy MIL-STD-202G, MIL-STD-750D, MIL-STD-818H, JEDEC JESD-A109-A oraz PN-EN60068-2-17.

– metoda detekcji pary perfluorowęglowodorowej lub fluorowęglowodorowej

Metodę pomiaru uwzględniono w standardach militarnych MIL-STD-202G, MIL-STD-750D oraz MIL-STD-883H. Podobnie jak w niektórych metodach bąbelkowych test przeprowadzany jest z wykorzystaniem 2 cieczy testowych, a element badany umieszczony jest w komorze próżniowo-ciśnieniowej. Również pierwsza faza testu przebiega w identyczny sposób jak we wspomnianych metodach bąbelkowych: do komory z zachowaniem warunków próżni wprowadzana jest ciecz nasycająca pokrywająca element badany, próżnia jest utrzymywana przez określony czas po czym ciśnienie w komorze jest zwiększane, przez określony czas element poddawany jest działaniu ciśnienia. Jednakże w porównaniu z metodami bąbelkowymi sama detekcja wtargnięcia cieczy nasycającej przeprowadzana jest w inny sposób. W przytaczanej metodzie element zostaje umieszczony w komorze detektora pary perfluorowęglowodorowej lub fluorowęglowodorowej, a nieszczelność elementu badanego wskazywana jest przez parującą pod wpływem temperatury (125°C ±5°C lub 150°C ±5°C) ciecz nasycającą wydobywającą się z wnętrza elementu.

– metoda barwnikowa

Metoda barwnikowa została uwzględniona w standardach militarnych MIL-STD-750D, MIL-STD-883H i stanowi przykład prostej metody zgrubnej opierającej się na wizualnej inspekcji elementu pod kątem wtargnięcia do jego wnętrza substancji barwiącej. Element badany umieszczony jest w komorze ciśnieniowej wypełnionej barwnikiem pod ciśnieniem 105psi przez 3 godziny lub 60psi przez 10 godzin, po upływie którego element powinien zostać dokładnie umyty w rozpuszczalniku oraz oczyszczony sprężonym powietrzem. Element badany poddawany jest następnie ocenie wizualnej pod szkłem powiększającym w świetle ultrafioletowym, przy czym nieszczelność jest wskazywana przez wszelkie widoczne ślady penetracji barwnika.

– metoda przyrostu masy

Metoda pomiaru została wymieniona w standardach militarnych MIL-STD-750D oraz MIL-STD-883H. W pierwszej fazie badane elementy zostają dokładnie oczyszczone w rozpuszczalniku, wysuszone, po czym są ważone. Następnie elementy badane umieszcza się w komorze próżniowo-ciśnieniowej w której początkowo panuje próżnia. Bez naruszania warunków próżni elementy pokrywane są płynem nasycającym. Po upływie 1 godziny ciśnienie w komorze jest zwiększane do 75psi i utrzymywane przez kolejne 2 godziny. Po zakończeniu tej fazy testu elementy są czyszczone, suszone, a następnie poddawane kolejnemu ważeniu, przy czym nieszczelność wskazywana jest przez przyrost masy

elementów poddanych badaniu. Zgodnie z wytycznymi standardów nieszczelność jest definiowana jako wzrost masy elementu o 1mg (dla elementów o objętości wewnętrznej poniżej $0,01\text{cm}^3$) lub 2mg (dla elementów o objętości wewnętrznej powyżej $0,01\text{cm}^3$).

– metoda przyrostu ciśnienia

Metoda pomiaru została uwzględniona w normie PN-EN 60068-2-17. W metodzie tej element badany, wypełniony gazem w fazie produkcji umieszczany jest w komorze, w której wytwarzane jest podciśnienie. Po zakończeniu procesu opróżniania komory testowej obserwowany jest wzrost ciśnienia w komorze spowodowany wypływem gazu z wnętrza elementu badanego.

– metoda bomby ciśnieniowej

Metoda pomiaru została uwzględniona w normie PN-EN 60068-2-17. Metoda opiera się na badaniu zmian właściwości elektrycznych elementów elektronicznych na skutek poddania elementu badanego działaniu cieczy testowej pod dużym ciśnieniem. W trakcie pomiaru elementy badane zostają umieszczone w zbiorniku ciśnieniowym wypełnionym cieczą testową po czym zwiększane jest ciśnienie w zbiorniku. Po upływie określonego czasu elementy są wyjmowane ze zbiornika, czyszczone, suszone, a następnie poddawane oględzinom pod kątem zmian właściwości elektrycznych i mechanicznych. Nieszczelność stwierdzana jest na podstawie zmian parametrów elektrycznych pod wpływem wnikięcia cieczy testowej do wnętrza elementu. Dodanie pigmentu do cieczy testowej umożliwia po otwarciu elementu określenie miejsca w którym nastąpiła nieszczelność.

– metody helowe

Metody uwzględniające zastosowanie detekcji helu z użyciem spektrometru masowego zostały zawarte w standardach MIL-STD-202G, MIL-STD-883H, JEDEC JESD-A109-A oraz PN-EN 60068-2-17. Przytaczane metody występują w dwóch wariantach w zależności od tego czy wnętrze elementu zostało wypełnione helem w fazie produkcji. W swojej podstawowej postaci metoda dotyczy elementów których wnętrze nie jest wypełnione helem. W rozpatrywanej metodzie element badany zostaje umieszczony przez określony czas w komorze pomiarowej wypełnionej helem pod określonym ciśnieniem. W następnej kolejności komora zostaje opróżniona z helu, po czym z wykorzystaniem spektrometru masowego wykrywane są śladowe ilości helu wydobywające się z wnętrza elementu wskazujące na jego nieszczelność. Standardy w odniesieniu do samej procedury testowej definiują 2 typy testów. W teście pierwszego typu określanym mianem metody ustalonej wartości ciśnienia helu w komorze pomiarowej oraz czasu przez jaki element badany jest poddawany jego działaniu zadane są z góry przez specyfikację zawartą w normie w zależności o objętości wewnętrznej elementu. W przypadku testu określanego mianem metody elastycznej, czas testu oraz ciśnienie helu w trakcie testu dobiera się tak aby ilość gazu resztkowego wydobywającego się z elementu traktowanego jako nieszczelny była wyższa od czułości użytego spektrometru masowego. Standardy PN-EN 60068-2-17 oraz MIL-STD-202G opisują ponadto wariant metody oceny szczelności odnoszący się do elementów, których wewnętrzna objętość została wypełniona helem w fazie produkcji. W rozważanym przypadku w trakcie testu pomijana jest faza nasycania elementu badanego helem w komorze ciśnieniowej, a pomiar opiera się na detekcji helu wydostającego się z wnętrza elementu pod wpływem próżni wytworzonej w komorze pomiarowej.

– metoda radioizotopowa

Metoda uwzględniona została w standardach MIL-STD-202G, MIL-STD-750D, MIL-STD-883H oraz JEDEC JESD-A109-A. Opisywana metoda występuje w 2 wariantach: dokładnego oraz zgrubnego pomiaru szczelności. W obu wariantach element badany zostaje umieszczony w komorze pomiarowej, po czym komora zostaje opróżniona z powietrza. W dalszej kolejności do komory pomiarowej zostaje wtłoczona mieszanina kryptonu-85 oraz azotu lub powietrza. W trakcie testu element badany zostaje poddany działaniu mieszaniny zawierającej radioizotop o ciśnieniu minimum 2 atmosfer przez określony przedział czasu (kilka/kilkanaście minut). Następnie komora pomiarowa jest opróżniana z mieszaniny zawierającej radioizotop i ponownie wypełniana powietrzem, przy czym czas opróżniania komory nie powinien przekroczyć 3 minut. Element badany jest wyjmowany z komory i po upływie określonego czasu (typowo 1 godziny) poddawany badaniu promieniowania przy użyciu licznika scyntylacyjnego. W przypadku metody zgrubnej przekroczenie określonej liczby zliczeń licznika oznacza nieszczelność elementu. W przypadku metody

dokładnej wynik zliczania przekłada się bezpośrednio na poziom wycieku i stanowi podstawę do bardziej precyzyjnej do oceny stopnia nieszczelności badanego elementu.

– metody optyczne

Metody optyczne zawarto w standardach militarnych MIL-STD-750D oraz MIL-STD-883H. Metody mogą być rozpatrywane zarówno jako metody zgrubne jak i dokładne. U podstawy metody optycznej leży pomiar odkształcenia obudowy elementu pod wpływem zewnętrznego ciśnienia. Metody optyczne stosuje się w odniesieniu do elementów o stosunkowo niedużej grubości ścianki obudowy. W trakcie testu element badany umieszczany są w szczelnej komorze pomiarowej. W przypadku metody zgrubnej komora pomiarowa jest opróżniania lub wypełniania powietrzem celem obserwacji zmian odkształcenia obudowy przy użyciu interferometru optycznego. W przypadku pomiaru dokładnego komora pomiarowa jest wypełniania jest helem, po czym ciśnienie wewnątrz komórki jest zwiększane lub zmniejszane, a odkształcenie obudowy spowodowane przyrostem ciśnienia w czasie mierzone jest podobnie jak w poprzednim przypadku z użyciem interferometru optycznego. W rozważanych metodach pomiaru nieszczelność elementu wskazywana jest przez brak proporcjonalnego odkształcenia obudowy wraz z przyrostem ciśnienia lub też odkształcenie obudowy pojawiające się po ustaleniu się ciśnienia w komorze pomiarowej. Zaletą metody optycznej jest możliwość poddania testom zarówno pojedynczych elementów jak i elementów zmontowanych na obwodzie drukowanym.

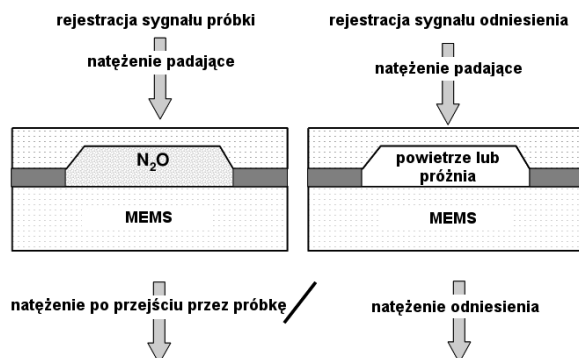
2. Metody alternatywne

Szereg publikacji [8-23] podaje przykłady metod pomiaru szczelności stanowiących alternatywę dla metod specyfikowanych przez standardy. Proponowane metody opierają się bądź na detekcji obecności określonej substancji wewnątrz elementu z wykorzystaniem zewnętrznych technik pomiarowych (spektroskopia, elektroliza, przewodność termiczna) bądź też na pomiarze zmian ciśnienia lub wilgotności wewnątrz elementu z wykorzystaniem dedykowanych struktur pomiarowych umieszczonych w elemencie w fazie produkcyjnej. W odniesieniu do metod prezentowanych w publikacjach [8-23] zostanie również przedstawiona proponowana przez autora niniejszego opracowania metoda termoakustyczna [24-26].

– metody spektroskopii

Metody spektroskopii przedstawione w [8-12] stanowią ciekawą alternatywę dla dokładnych metod pomiaru wymienionych w standardach, jednakże wymagają one z reguły specjalistycznej aparatury oraz charakteryzuje je długi czas pomiaru. Z uwagi na to, iż w metodach tych wykorzystuje się procedurę wtłaczania pod wysokim ciśnieniem określonej substancji (gazu), można poddać dyskusji to, iż są to metody nieniszczące. Mechanizm pomiaru opiera się na tych samych przesłankach, co w metodach standardowych (narażanie elementu na działanie gazu wskaźnikowego pod ciśnieniem) jedynie sama detekcja odbywa się inny sposób. Omawiane metody bazują na analizie koncentracji gazu w badanej obudowie z wykorzystaniem spektroskopii fourierowskiej w podczerwieni (FTIR – *Fourier Transform Infrared Spectroscopy*) opierającej się badaniu absorpcji cząsteczek gazu w paśmie podczerwonym. Metoda ta jest odpowiednia dla obudów wykonanych z krzemu lub szkła, ze względu na przezroczystość tych materiałów dla promieniowania podczerwonego. Badany element w trakcie pomiaru zostaje wystawiony na działanie gazu wskaźnikowego. Bazując na zakumulowana koncentracji gazu oraz zmianie koncentracji w czasie możliwe jest określenie stopnia nieszczelności wnek krzemowych. Stosowany gaz musi charakteryzować się małymi cząsteczkami aby umożliwić łatwą penetrację obudowy oraz wysoką absorpcją w paśmie podczerwieni. Źródła [8-11] proponują zastosowanie jako gazu wskaźnikowego N_2O . Zgodnie z [8] głównym ograniczeniem metody może być silna absorpcja w podczerwieni przez warstwy metaliczne występujące wewnątrz obudowy, fałszująca wynik pomiaru widma. Przebieg pomiaru szczelności z wykorzystaniem omawianej metody przedstawia opracowanie [8]. W pierwszej fazie badania wykonywany jest pomiar widma elementu dla obudowy nie zawierającej gazu wskaźnikowego (próżnia lub powietrze) w celu zarejestrowania widma początkowego. Następnie element poddawany jest procedurze bombardowania gazem wskaźnikowym przez określony czas. Po zakończeniu bombardowania wykonywany jest kolejny pomiar w podczerwieni celem zaobserwowania zmian wynikających z przedostania się gazu do wnętrza obudowy. Poprzez bezpośrednie odjęcie obu widm otrzymanywane jest widmo wynikowe będące obrazem absorpcji cząstek gazu,

który wniknął do wnętrza obudowy na skutek nieszczelności. Schemat pomiaru szczelności z wykorzystaniem spektrometrii w podczerwieni przedstawia rysunek 1.



Rys. 1. Schemat pomiaru szczelności z wykorzystaniem fourierowskiej spektroskopii w podczerwieni [8].

Inne warianty metody wykorzystującej techniki spektroskopii podają opracowania [11] oraz [12]. W opracowaniu [11] poza wspomnianą już fourierowską spektroskopią w podczerwieni przedstawiana jest idea wykorzystania spektroskopii Ramana do pomiaru szczelności układów MEMS. W przeciwieństwie do spektroskopii w podczerwieni proponowana metoda nie wymaga stosowania gazów wskaźnikowych, jednakże mogą być one stosowane w celu przyspieszenia pomiaru. W rozpatrywanej metodzie badany element oświetlany jest źródłem światła, którego strumień oddziałując z fononami powoduje przesunięcie energii fotonów, dając informację na temat struktury cząsteczkowej badanej próbki. Jak podano w [11] z uwagi na brak konieczności wykorzystania gazu wskaźnikowego rozpatrywana metoda może być wykorzystana do badania szczelności obudów zawierających bardzo małe wnęki. Obudowa poddana testowi z wykorzystaniem metody powinna posiadać płaszczyznę górną przezroczystą dla światła próbkującego, z kolei płaszczyzna dolna powinna być odbijająca. Ze względu na długi czas pomiaru metoda nie nadaje się do przeprowadzania testów na linii produkcyjnej, może być jednak cennym narzędziem w ocenie mechanizmów uszkodzeń układów MEMS.

Z kolei opisana w [12] metoda uwzględnia przeprowadzanie badania w bliskiej podczerwieni z wykorzystaniem zjawiska zmiany właściwości optycznych cienkich warstw miedzianych w wyniku procesów utleniania. Jednocześnie autorzy publikacji [12] wskazują wady metod fourierowskiej spektroskopii w podczerwieni z wykorzystaniem N₂O takie jak brak możliwości detekcji dużych nieszczelności oraz skomplikowaną implementację sprzętową. Zgodnie z [12] proponowana metoda umożliwia wykrywanie zarówno dużych i drobnych nieszczelności z zastosowaniem powszechnie dostępnych komponentów takich jak dioda podczerwona oraz matryca CCD pozbawiona filtra podczerwieni. Rozpatrywana metoda przewiduje zaimplementowanie w układzie podlegającym badaniu cienkich warstw miedzianych spełniających rolę warstwy aktywnej, której utlenianie poddawane jest analizie z wykorzystaniem metod spektrometrii w bliskiej podczerwieni. Autorzy opracowania jako przykład podają pomiar szczelności miniaturowego przełącznika magnetostatycznego wykonanego w technologii MEMS z umieszczoną wewnątrz miedzianą warstwą testową. W trakcie pomiaru element badany poddawany jest działaniu tlenu pod odpowiednim ciśnieniem. Dodatkowo w celu przyspieszenia procesów utleniania pomiar wykonywany jest w temperaturze z zakresu 125-150°C. Zgodnie z [12] proponowana metoda umożliwia wykrywanie nieszczelności 4 razy mniejszych niż z wykorzystaniem tradycyjnych metod detekcji helu z użyciem spektrometru masowego.

Przedstawione metody spektrometrii są odpowiednie w szczególności dla struktur mikroelektromechanicznych (MEMS). Jak wskazano w [9] tradycyjne metody z wykorzystaniem gazu wskaźnikowego i spektrometru masowego uniemożliwiają detekcję nieszczelności mikro-wnęk krzemowych, jakie występują w mikroelektromechanicznych strukturach czujnikowych, skąd wynika konieczność poszukiwania metod alternatywnych. Dodatkowo jak podano w [9] oraz [13] wykorzystywany w metodach tradycyjnych hel może mieć negatywny wpływ na materiały z jakich wykonywane są obudowy układów MEMS (szkło, polimery) ze względu na możliwość dyfuzji.

– zastosowanie struktur wewnętrznych

Przykłady wykorzystania dedykowanych struktur do pomiaru szczelności umieszczonych wewnątrz elementu elektronicznego przytaczają publikacje [13-21]. W odniesieniu do proponowanych rozwiązań można wyróżnić struktury reagujące bezpośrednio na zmiany ciśnienia wewnątrz elementu [13-17] lub wilgotności [18-20] oraz wskazujące na wystąpienie procesów utleniania wewnątrz elementu jako wyniku nieszczelności [21]

Monitorowanie ciśnienia wewnątrz elementu może być przeprowadzone za pośrednictwem szeregu struktur, z czego opracowanie [13] przedstawia 3 rozwiązania. Pierwszą z nich jest wskaźnik mikro-Pirani, zbudowany w formie rezystywnego meandra, którego rezystancja zależy silnie od ciśnienia występującego w obudowie. Zmiany rezystancji struktury, a co za tym idzie ciśnienia wewnątrz obudowy rejestrowane są przy użyciu układu mostka Wheatston'a, którego jedną z gałęzi stanowi rozważana struktura. Kolejnym proponowanym przez autorów rozwiązaniem jest termiczna struktura van der Pauw'a w kształcie krzyża, którego przewodność cieplna pomiędzy sąsiednimi ramionami ściśle zależy od ciśnienia wewnątrz obudowy. Zmiany ciśnienia określane są w tym przypadku poprzez pomiar temperatury na końcach sąsiednich ramion elektrycznie grzanej struktury. Ostatnią strukturą proponowaną przez autorów jest membrana piezoelektryczna złożona z 4 piezorezystorów, której odkształcenie na skutek zmian ciśnienia może być mierzone elektrycznie. Podobne rozwiązanie wykorzystujące piezoelektryczną membranę przedstawia publikacja [14], z kolei opracowanie [15] odwołuje się do wspomnianego już wskaźnika mikro-Pirani. Kolejny sposób pomiaru ciśnienia wewnątrz obudowy prezentują publikacje [16] i [17] opisujące zastosowanie w tym celu rezonatora o dobroci ściśle zależnej od ciśnienia, przy czym w pierwszym przypadku jest to klasyczny rezonator ceramiczny, natomiast w drugim rezonator mikroelektromechaniczny (MEMS). Jak wskazuje opracowanie [21] wykorzystanie rezonatora MEMS niesie za sobą ograniczenie metody pomiaru jedynie do elementów wewnątrz których panuje próżnia.

Kolejna grupa metod wykorzystuje struktury wewnętrzne do monitorowania wilgotności wewnątrz obudowy zamiast ciśnienia. Nieszczelność elementu będzie bowiem prowadzić nie tylko do zmian ciśnienia wewnątrz obudowy, ale co bardziej istotne z punktu widzenia niezawodności, do wzrostu wilgotności wewnątrz elementu, będącej główną przyczyną korozji struktur wewnętrznych elementu. Opracowanie [18] proponuje zastosowanie w tym celu struktury zbudowanej z szeregu palczastych elektrod, której pojemność wykazuje dużą wrażliwość na wzrost wilgotności. Publikacje [19] i [20] również proponują zastosowanie wewnętrznych czujników wilgotności, dodatkowo, przedstawiając procedurę pomiarową w którym pomiar szczelności wykonywany jest w przyspieszonym sposobie poprzez wymuszenie wzrostu wilgotności przez umieszczenie badanego elementu w autoklawie. Czujnikiem wilgotności wykorzystywanym przez autorów opracowania [19] jest palczasta struktura składająca blisko rozłożonych elektrod podobna do tej przedstawionej w opracowaniu [18]. Wraz ze wzrostem wilgotności impedancja całej struktury obniży się na skutek wzrostu względnej przenikalności dielektrycznej ośrodka od wartości $\epsilon_r=1$ (suche powietrze) do $\epsilon_r=80$ (woda) (wzrost pojemności pomiędzy elektrodami) oraz przewodności ośrodka (wzrost upływności pomiędzy elektrodami). Strukturę o podobnym kształcie zastosowano również w przypadku opracowania [20], przy czym sama struktura została wykorzystana nie jako typowy czujnik wilgotności a czujnik kondensacji, wykrywający samo skraplanie się pary wodnej na powierzchni czujnika.

Publikacja [21] prezentuje jeszcze inne podejście do problemu zastosowania dedykowanych struktur wewnętrznych do pomiaru szczelności. Zastosowana w rozważanym przypadku struktura zbudowana została o odpowiednio ukształtowany odcinek drutu oporowego. Utrata szczelności elementu umożliwia przedostanie się do wnętrza obudowy powietrza oraz wody powodując utlenianie drutu oporowego, prowadząc do wzrostu jego rezystancji. Wzrost rezystancji drutu oporowego może być łatwo zmierzony i stanowić podstawę do wykrycia nieszczelności.

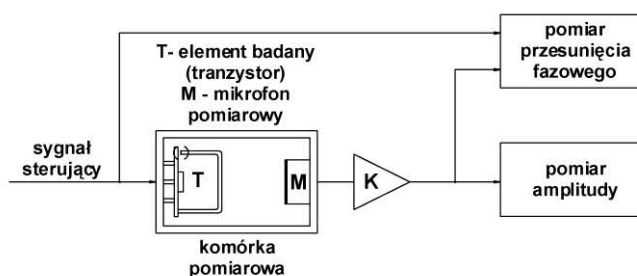
Metody wykorzystujące wewnętrzne struktury pomiarowe poza określeniem szczelności w fazie produkcyjnej umożliwiają monitorowanie szczelności w trakcie pracy elementu lub układu. Zastosowanie wewnętrznych struktur niesie za sobą wzrost kosztów produkcji, jednakże może być rozważone w odniesieniu do zastosowań specjalistycznych gdzie niezawodność stanowi priorytet w stosunku do ceny jednostkowej.

– metoda termoakustyczna

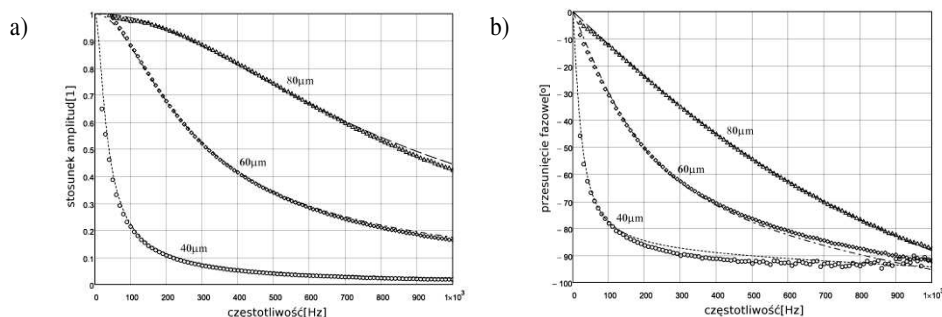
Proponowana przez autora niniejszego opracowania metoda termoakustyczna [24-26] na obecnym etapie badań może być rozważana jako alternatywa dla zgrubnych testów szczelności wymienionych w standardach [3-8]. Główną przewagą metody termoakustycznej polega na tym, iż jest to metoda z założenia nieniszcząca, która może być łatwo zaimplementowana bez konieczności wykorzystania specjalistycznej aparatury jednocześnie przy

zachowaniu krótkiego czasu pomiaru. Podstawowym ograniczeniem metody jest jej zastosowanie jedynie do elementów mocy lub w ogólności do elementów w których moc może być wydzielana w kontrolowany sposób.

W metodzie termoakustycznej sygnał akustyczny powstaje na skutek periodycznego wydzielania mocy w badanym elemencie umieszczonym w szczelnej komórce pomiarowej. Wydzielanie mocy następuje poprzez odpowiednie wysterowanie elementu, na przykład tranzystora bipolarnego. Zmiany ciśnienia w komórce pomiarowej rejestrowane są poprzez umieszczony w niej mikrofon pomiarowy. Sygnał mikrofonowy po wzmocnieniu w układzie przedwzmacniacza podlega dalszemu przetwarzaniu (np. detekcji fazowej) w celu określenia amplitudy sygnału wyjściowego oraz przesunięcia fazowego w stosunku do sygnału sterującego. Przeprowadzając w ten sposób pomiar dla częstotliwości z zakresu pasma akustycznego możliwe jest wyznaczenie częstotliwościowych charakterystyk amplitudowych oraz fazowych, których kształt zgodnie [24-26] zależy bezpośrednio od rozmiaru nieszczelności w badanym elemencie. Omawianą metodę pomiaru przedstawiono w sposób schematyczny na rysunku 2. Z kolei rysunek 3 przedstawia przykładowe częstotliwościowe charakterystyki nieszczelności wraz z dopasowaniami krzywych teoretycznych uzyskane z wykorzystaniem metody termoakustycznej.



Rys. 2. Schemat pomiaru szczelności z wykorzystaniem metody termoakustycznej



Rys. 3. Częstotliwościowe charakterystyki nieszczelności wraz z dopasowaniami krzywych teoretycznych wyznaczone w odniesieniu do obudowy całkowicie otwartej uzyskane przy użyciu metody termoakustycznej dla 3 egzemplarzy tranzystorów BC-141-16 w obudowie TO39 ze spreparowanymi nieszczelnościami o promieniu 40, 60 i 80 μm

– inne metody

Metoda pomiaru przedstawiona w publikacji [22] bazuje na pomiarze przewodności cieplnej obudowy elementu elektronicznego (tranzystora) nagrzewanego i oziębianego poprzez skokowe zmiany wydzielanej w elemencie mocy. Podstawą metody jest zależność przewodności cieplnej od wzrostu wilgotności wewnątrz elementu, w wyniku wystąpienia nieszczelności. Jednakże jak pokazują sami autorzy ze względu na słabą zależność przewodności cieplnej powietrza od wilgotności, metody tej nie można zastosować w odniesieniu do standardowych elementów. W celu uzyskania wymiernych wyników wymagane jest umieszczenie wewnątrz obudowy elementu elektrycznego porowatej warstwy zatrzymującej cząsteczkę wody, której przewodność cieplna będzie silnie zależać od wilgotności.

Kolejny przykład alternatywnej metody określania szczelności przedstawia publikacja [23] dotycząca wykorzystania w celu pomiaru mechanizmu elektrolizy. Elektroliza to elektrochemiczny proces, w którym energia elektryczna wykorzystywana jest do pobudzenia reakcji chemicznych jakie zachodzą na elektrodach. Innymi słowy jest to rozkład elektrolitu (wody) poprzez przepuszczenie przez niego prądu elektrycznego. W przypadku zastosowania chemicznie obojętnych elektrod, rozkład prowadzi do wydzielania wodoru oraz tlenu. Autorzy opracowania [23] zakładają wykorzystanie elektrolizy do pomiaru szczelności poprzez przeprowadzenie procesu

elektrolizy w odniesieniu do badanego elementu, w którym jako elektrody wykorzystywane są wyprowadzenia elementu. Zgodnie z [23] brak wystąpienia oznak elektrolizy przez minimum 15 minut oznacza szczelność warstw pasywacyjnych, a co za tym idzie szczelność samego elementu. Natomiast zajście procesów elektrolizy objawiających się poprzez pojawienie się pęcherzyków gazu oznaczać będzie nieszczelność obudowy.

– porównanie wybranych metod

W tabeli 3 przedstawiono porównanie wybranych alternatywnych metod pomiaru szczelności elementów elektronicznych przedstawionych w niniejszym opracowaniu.

Tabela 3. Porównanie alternatywnych metod pomiaru szczelności elementów elektronicznych

Metoda	Zasada działania	Zastosowanie
Termoakustyczna	Detekcja zmian ciśnienia w szczelnej komórce pomiarowej powstających w wyniku periodycznego wydzielenia mocy badanym elemencie	Elementy mocy
Struktury	Detekcja zmian ciśnienia lub wilgotności wewnątrz elementu z wykorzystaniem wbudowanych struktur wewnętrznych	Układy MEMS
Spektroskopia IR	Detekcja substancji przedostającej się do wnętrza obudowy przy użyciu spektroskopii w podczerwieni	Układy MEMS wykonane w całości z krzemu/szkła zawierające wewnętrzne wnęki

4. Podsumowanie

W artykule przedstawiono szereg metod pomiaru szczelności elementów elektronicznych, zarówno tych wymienianych w standardach jak i proponowanych w literaturze jako metody alternatywne. Rozpiętość materiału może świadczyć o tym jak istotne jest określanie szczelności elementów elektronicznych, szczególnie w przypadkach gdy wysoka niezawodność pracy układów elektronicznych stanowi priorytet. Część z opisywanych metod można rozpatrywać jako metody niszczące (bomba ciśnieniowa, metody bąbelkowe), inne wymagają stosowania specjalistycznej aparatury (np.: spektrometr masowy w metodzie helowej), niebezpiecznych substancji (radioizotopy) lub specjalnej konstrukcji elementów (struktury wewnętrzne do pomiaru szczelności). Proponowana przez autora niniejszego opracowania metoda termoakustyczna na obecnym etapie prowadzonych badań może być rozważona jako nieniszcząca metoda alternatywna dla niszczących zgrubnych testów szczelności takich jak bomba ciśnieniowa czy metody bąbelkowe. Podstawową zaletą metody termoakustycznej jest łatwość implementacji oraz możliwość wykonywania testów szczelności na masową skalę w miejsce prób statystycznych. Głównym wadą metody termoakustycznej jest ograniczenie zastosowania metody do badania elementów mocy.

Bibliografia

1. Green T.J., *Hermetic vs. „Near Hermetic” Packaging – a Technical Review*, TJ Green Associates, 2011
2. Wong C.P., Fang T., *Fundamentals of Microsystems Packaging, Chapter 15: Fundamentals of Sealing and Encapsulation*, McGraw-Hill, 2004
3. *Military Standard MIL-STD-202G, Method 112E, Seal*, U.S. Department of Defense, 2003
4. *Military Standard MIL-STD-750D, Method 1071.6, Hermetic Seal*, U.S. Department of Defense, 1995
5. *Military Standard MIL-STD-883H, Method 1014.13, Seal*, U.S. Department of Defense, 2010
6. *Polska norma PN-EN 60068-2-17, Badania Środowiskowe, Próby. Próba Q: Szczelność*, Polski Komitet Normalizacyjny, 2001
7. *JEDEC Standard, JESD22-A1-9-A, Hermeticity*, JEDEC Solid State Technology Association, 2001

8. Lellouchi D., Dhennin J., Lafontan X., Veyrie D., Le Neal J. F., Pressecq F., *A new method for the hermeticity testing of wafer-level packaging*, Journal of Micromechanics and Microengineering Vol. 20, No. 2, 2010
9. Veyrie D., Roux J., Pressecq F., Tetelin A., Pellet C., *A new method to assess the hermeticity of mems micro-packages*, Proceedings of the 5th ESA Round table on micro/nano technologies for space, Noordwijk, Netherlands, 2005
10. Nese M., Bernstein R.W., Johansen I., Spooen R., *New Method For Testing Hermeticity Of Silicon Sensor Structures*, The 8th International Conference on Solid-State Sensors and Actuators, Stockholm, Sweden, 1995
11. Millar S., Desmulliez M.P.Y., McCracken S., *Leak detection methods for glass capped and polymer sealed MEMS packages*, 2010 Symposium on Design Test Integration and Packaging of MEMS/MOEMS (DTIP), Seville, Spain, 2010
12. Gueissaz F., *Ultra low leak detection method for MEMS devices*, 18th IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems, Miami, USA, 2005
13. Millar S., Desmulliez M.P.Y., Cargill S., McCracken S., *In-situ Test Structures for Ultra Low Leak Detection*, Electronic System-Integration Technology Conference (ESTC), Edinburgh, UK, 2010
14. Costello S., Desmulliez, M.P.Y., McCracken S., Lowrie, C., Cargill S., Walton, A.J. *Piezoresistive membrane deflection test structure for the evaluation of hermeticity in low cavity volume MEMS and microelectronic packages*, IEEE International Conference on Microelectronic Test Structures (ICMTS), Edinburgh, UK, 2012
15. Bin Xiao, Elfving A., Zhaochu Yang, Tran-Minh N., Halvorsen E., Hoivik N., *Pirani gauge based hermeticity monitoring for un-cooled micro bolometer array*, 16th IEEE International Symposium on the Physical and Failure Analysis of Integrated Circuits, Tonsberg, Norway, 2009
16. Zhiyin Gan, Dexiu Huang, Xuefang Wang, Dong Lin, Sheng Liu, *Measurement of Leak Rate for MEMS Vacuum Packaging*, Electronics Packaging Technology Conference, Wuhan, China, 2008.
17. Rank H., Müller-Fiedler R., Wittler, O., Reichl H., *Hermeticity of eutectic bond layers for sensor packages on wafer-level*, Electronic System-Integration Technology Conference (ESTC), Berlin, Germany, 2010
18. Grange H., Danel J.S., Feldis H., Desloges B., Jousseau V., Licitra C., Manquat P.B., Grosgeorges P., Fassi, B., Sbiaa Z., Robert P., *A new method for hermeticity measurements using porous ultra low k dielectrics for sub-ppm moisture detection*, Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems Conference, Denver, USA, 2009
19. Cheng, Y.T., Liwei Lin, Najafi, K., *Fabrication and hermeticity testing of a glass-silicon package formed using localized aluminum/silicon-to-glass bonding*, The Thirteenth Annual International Conference on Micro Electro Mechanical Systems, Miyazaki, Japan, 2000
20. Margomenos A., Katehi L.P.B., *Fabrication and accelerated hermeticity testing of an on-wafer package for RF MEMS*, IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, Vol. 52, Issue 6, 2004
21. Seigneur F., Maeder T, J. Jacot J., *Laser soldered packaging hermeticity measurement using metallic conductor resistance*, XXX International Conference of IMAPS Poland Chapter, Kraków, 2005
22. Vass-Varnai A., Rencz, M., *Package hermeticity testing with thermal transient measurements*, Symposium on Design, Test, Integration and Packaging of MEMS/MOEMS, Nice, France, 2008
23. Roesch W.J., Peterson S., Poe A., Brockett S., Mahon S., Bruckner J., *Assessing Circuit Hermeticity by Electrolysis*, GaAs Mantech Conference, Washington DC, USA, 2000
24. Maliński M., *Determination of air-tightness of the packagings of electronic devices by the thermoacoustic method*, Archives of Acoustics, Vol. 30, No. 3, 2005
25. Maliński M., *Application of a Thermoacoustic Method for the Determination of Air-Tightness of the Packagings of Electronic Devices*, Acta Acustica United with Acustica, Vol. 91, No. 2, 2005
26. Bychto L., M. Maliński M., *Thermoacoustic Investigations of Air Tightness of Electronic Devices*, Acta Acustica United with Acustica, Vol. 92, No. 3, 2006

Streszczenie

Artykuł przedstawia przegląd metod pomiaru szczelności elementów elektronicznych zawartych w standardach przemysłowych oraz przedstawianych w literaturze alternatywnych metod pomiaru.

Summary

The article present review of methods for hermeticity testing of electronic components included in the industrial standards and alternative methods presented in the literature.