УДК 681.785.35, 537.86.029.65/.79, 535.55 DOI: 10.17586/0021-3454-2023-66-6-489-500

ЭЛЛИПСОМЕТРИЯ МИЛЛИМЕТРОВОГО ДИАПАЗОНА В ЗАДАЧАХ ДИАГНОСТИКИ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ

В. Н. Федоринин 1* , С. А. Кузнецов 1,2 , В. А. Швец 3 , А. В. Аржанников 2,4 , А. В. Гельфанд 1 , А. Ю. Горшков 1

¹Филиал Института физики полупроводников СО РАН им. А.В. Ржанова "Конструкторско-технологический институт прикладной микроэлектроники" Новосибирск, Россия fedorinin55@mail.ru

²Новосибирский государственный университет, Новосибирск, Россия

 3 Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН, Новосибирск, Россия.

⁴ Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН, Новосибирск, Россия

Аннотация. Представлен действующего макета эллипсометра миллиметрового диапазона, оптимизированного на частоту 140 ГГц. При создании эллипсометра миллиметрового диапазона использованы разработанные оригинальные квазиоптические элементы — линейные и круговые поляризаторы, выполненные в виде тонкопленочных метаповерхностей на полимерной основе. Экспериментально исследованы характеристики квазиоптических элементов, методических погрешностей, обусловленных "несовершенством" элементов. Представлены результаты измерений оптических констант композиционных материалов на основе углеродных волокон. Выполнен эллипсометрический эксперимент по обнаружению внутренних дефектов в композитных изделиях. Результаты исследования позволяют сделать вывод, что эллипсометрия миллиметрового диапазона может успешно применяться в решении задач поверхностной инженерии при изучении микрогетерогенных дисперсионных систем.

Ключевые слова: эллипсометрия, квазиоптические элементы, метаповерхность, композиционный материал, микродисперсная среда

Благодарности: Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (проект № 075-15-2020-797). Авторы признательны коллективу подразделения сектора композиционных материалов СибНИА им. С. А. Чаплыгина за помощь в изготовлении тестовых образцов из слоистого углепластика и их предоставлении для проведения исследований. Авторы выражают также благодарность Центру коллективного пользования "ВТАН" НГУ за предоставленное оборудование для измерений в миллиметровом диапазоне спектра.

Ссылка для цитирования: Федоринин В. Н., Кузнецов С. А., Швец В. А., Аржанников А. В., Гельфанд А. В., Горшков А. Ю. Эллипсометрия миллиметрового диапазона в задачах диагностики композиционных материалов // Изв. вузов. Приборостроение. 2023. Т. 66, № 6. С. 489—500. DOI: 10.17586/0021-3454-2023-66-6-489-500.

MILLIMETER-RANGE ELLIPSOMETRY IN PROBLEMS OF COMPOSITE MATERIALS DIAGNOSTICS

V. N. Fedorinin¹, S. A. Kuznetsov^{1,2}, V. A. Shvets³, A. V. Arzhannikov^{2,4}, A. V. Gelfand¹, A. Yu. Gorshkov¹

¹ Rzhanov Institute of Semiconductor Physics of the SB RAS, Design and Technology Institute of Applied Microelectronics, Novosibirsk, Russia fedorinin55@mail.ru ² Novosibirsk State University, Novosibirsk, Russia

³Rzhanov Institute of Semiconductor Physics of the SB RAS, Novosibirsk, Russia

⁴ Budker Institute of Nuclear Physics of the SB RAS, Novosibirsk, Russia

Abstract. Ellipsometry is an effective tool for measuring the optical constants and structural parameters of the surface – the interface between media, studying the physical and chemical processes occurring on the surface. The purpose of the work is to create a working layout of a millimeter-range ellipsometer optimized for a frequency of 140 GHz. In

© Федоринин В. Н., Кузнецов С. А., Швец В. А., Аржанников А. В., Гельфанд А. В., Горшков А. Ю., 2023

creation of the millimeter-wave ellipsometer, original quasi-optical elements developed earlier are used - linear and circular polarizers, made in the form of thin-film polymer-based metasurfaces. Experimental studies of quasi-optical elements characteristics and methodological errors due to the "imperfection" of the elements are carried out. The results of measurements of the optical constants of composite materials based on carbon fibers in the range of 140 GHz are presented. An ellipsometric experiment is performed to detect internal defects in composite products. The results of the study make it possible to conclude that millimeter-range ellipsometry may be used successfully in solving problems of surface engineering in the study of micro-heterogeneous dispersion systems.

Keywords: ellipsometry, quasi-optical elements, metasurface, composite material, microdispersion medium

Acknowledments: The work was supported by the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation (Project No. 075-15-2020-797). The authors are grateful to the Composite Materials Division of the S. A. Chaplygin Siberian Research Institute of Aviation for their help in preparing test specimens from laminated carbon fiber and providing them for research. The authors also express their gratitude to the Center for Collective Use "VTAN" of Novosibirsk State University for providing equipment for measurements in the millimeter range of the spectrum.

For citation: Fedorinin V. N., Kuznetsov S. A., Shvets V. A., Arzhannikov A. V., Gelfand A. V., Gorshkov A. Yu. Millimeter-range ellipsometry in problems of composite materials diagnostics. *Journal of Instrument Engineering*. 2023. Vol. 66, N 6. P. 489—500 (in Russian). DOI: 10.17586/0021-3454-2023-66-6-489-500.

Введение. Эллипсометрия — неразрушающий метод регистрации характеристик приповерхностного слоя материала, основанный на измерении характеристик изменения состояния поляризации электромагнитного излучения при отражении от исследуемой поверхности [1, 2].

Основным уравнением эллипсометрии является

$$tg\Psi e^{i\Delta} = \frac{r_p}{r_s} , \qquad (1)$$

оно связывает базовые экспериментальные параметры — поляризационные углы Ψ и Δ (эллипсометрические параметры) с комплексными амплитудными коэффициентами отражения от поверхности r_s , r_p для s- и p-поляризации соответственно.

Коэффициенты r_s , r_p зависят от структуры и оптических свойств приповерхностных слоев, в которые проникает зондирующая электромагнитная волна. Простейшей моделью структуры поверхности является граница раздела двух "полубесконечных" изотропных сред с показателями преломления n_1 и n_2 .

Эллипсометрия видимого диапазона спектра зарекомендовала себя как эффективный инструмент, который обеспечивает с высокой точностью измерение оптических постоянных и структурных параметров исследуемой поверхности, изучение в реальном масштабе времени физико-химических процессов, протекающих на поверхности [1, 2]. Вместе с тем по причине сильного рассеяния излучения на микрочастицах среды оптические длины волн не позволяют исследовать поверхности микродисперсных материалов и микрогетерогенных дисперсионных систем. К таким системам относятся композиционные материалы, где объемным сочетанием компонент, различающихся по химическим и механическим характеристикам, формируется структура с заданными механическими и электромагнитными свойствами [3, 4].

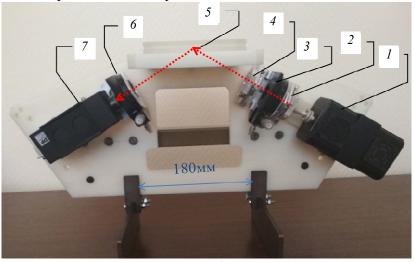
Исследование композиционных материалов оказывается эффективным при многократном увеличении длины волны зондирующего излучения, в частности, при переходе из видимого диапазона в миллиметровую область спектра, соответствующую субтерагерцовым частотам. Это позволяет значительно увеличить глубину проникновения излучения в среду в сочетании с приемлемым (порядка нескольких миллиметров) латеральным пространственным разрешением изучаемого объекта. Эллипсометрия миллиметрового диапазона может служить эффективным инструментом контроля формирования структуры композиционных материалов как на этапе их изготовления, так и в процессе эксплуатации. Являясь бесконтактным методом, эллипсометрия миллиметрового диапазона выступает альтернативой акустическим

методам неразрушающего контроля, широко используемым в технологиях композиционных материалов, или дополняет их [5, 6].

Использование эллипсометрических методик в терагерцовой области спектра продемонстрировано в ряде научных работ [7—12]. В связи со сложностью аппаратной реализации метода субтерагерцовая/терагерцовая эллипсометрия пока остается в стенах научных лабораторий.

Цели настоящей работы состояли в: 1) создании экспериментального прототипа компактного эллипсометра, где применены специально разработанные тонкопленочные поляризационные квазиоптические элементы — линейные и круговые поляризаторы, реализованные в виде металлических метаповерхностей на полимерной основе; 2) проведении экспериментальных исследований: эллипсометрии известных материалов и определении методической погрешности; демонстрации применимости миллиметровой эллипсометрии к диагностике композиционных материалов на основе углеродных волокон.

Описание эллипсометра и алгоритма проведения измерений. В настоящей работе реализована модель эллипсометра, работающего на длине волны излучения 2,14 мм (частота 140 ГГц). Фотография эллипсометра представлена на рис. 1. Конструкция эллипсометра построена по схеме PCSA [2] (нуль-схема), где P и A — линейные поляризатор 3 и анализатор 6 соответственно; С — компенсатор 4 на основе кругового поляризатора ("четвертьволновой пластинки"); S — измеряемый образец 5, детектор излучения — 7. Источником излучения 1 служит лавинно-пролетный диод (ЛПД) производства Terasense [13]. Круговой поляризатор 2 предназначен для формирования круговой поляризации из линейно-поляризованного излучения источника перед входом в измерительный тракт PCSA. Интенсивность излучения, прошедшего через все элементы эллипсометра и отраженного от образца, регистрировалась пироэлектрическим детектором на основе кристалла ниобата лития.

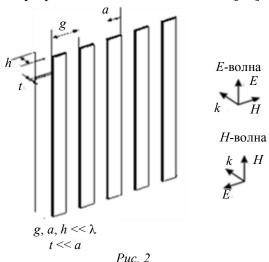


Puc. 1

Измерение эллипсометрических параметров в такой схеме осуществляется за счет установки азимутов ориентации поляризатора Р и анализатора А в положение, при котором наблюдается минимальное значение сигнала. Азимуты ориентации элементов относительно плоскости падения определяют эллипсометрические параметры исследуемой поверхности [1, 2].

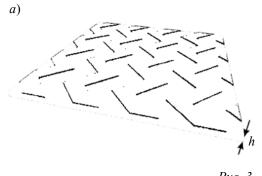
Поляризация излучения в эллипсометре преобразуется с помощью плоских тонкопленочных квазиоптических элементов 2, 3, 4, 6, которые реализованы на основе метаповерхностей — субволновых однослойных металлических микроструктур специального дизайна, изготовленных методом фотолитографии [14] на поверхности несущих полипропиленовых пленок толщиной h=20 мкм, натянутых на кольцевые алюминиевые оправы. Так, для поляризатора 3 и анализатора 6 метаповерхности представляют собой одномерные решетки, сформированные из линейных алюминиевых полос шириной a=4 мкм и толщиной

t = 0.4 мкм с латеральным периодом расположения g = 8 мкм [15] (рис. 2; темным цветом показаны металлические проводники). При малости периода g, по сравнению с рабочей длиной волны λ, такая решетка эффективно отражает электромагнитную волну, поляризованную параллельно металлическим полоскам (Е-волна), в то время как ортогональная поляризация (Нволна) проходит сквозь решетку практически без ослабления [16].

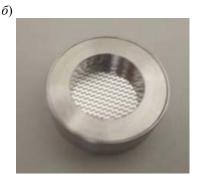


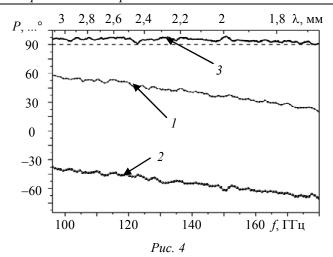
В дизайне четвертьволновой пластинки 2 и компенсатора 4 применены анизотропные метаповерхности самокомплементарного типа с зигзагообразными металлическими полосами шириной a = 380 мкм, расположенными с периодом g = 1077 мкм. На рис. 3 представлена структура метаповерхности, работающей в режиме формирования круговой поляризации (а), и фото кругового поляризатора на ее основе (δ). Самокомплементарность предполагает, что геометрия структуры переходит сама в себя при замещении участков полимерной пленки, покрытых металлическим проводником, на участки без такого покрытия. Важным электродинамическим свойством самокомплементарной метаповерхности при условии малости ее толщины $([h+t] << \lambda)$ является спектрально независимый сдвиг по фазе $\Delta_{\rm c} \approx 90^{\circ}$ между ортогонально поляризованными компонентами прошедшего излучения, что позволяет эффективно использовать такие метаструктуры для преобразования линейной поляризации в круговую [17, 18].

Фазовые характеристики рассматриваемой метаповерхности, измеренные в диапазоне 95—180 ГГц посредством квазиоптического субмиллиметрового спектрометра на основе ламп обратной волны (ЛОВ), работающего по фазочувствительной интерферометрической схеме Маха—Цандера [18, 19], показаны на рис. 4. Здесь кривые 1 и 2 — фазовые спектры коэффициента пропускания для ортогонально поляризованных (вдоль направляющей полос и поперек ей) х- и у-компонент излучения соответственно; 3 — разность фаз между х- и у-компонентами. В частности, на рабочей частоте эллипсометра 140 ГГц величина последней составила $\Delta_{\rm c} \approx 93,6^{\circ}$ при отношении амплитудных коэффициентов пропускания $\tau_x / \tau_y \approx 1,167$.



Puc. 3





Результаты экспериментальных исследований. Целями проводимых экспериментальных исследований, в частности, являлись оценка величины и характера методической погрешности, вносимых собственно эллипсометром, а также оценка возможности применения миллиметрового эллипсометра для измерений оптических характеристик микрогетерогенной дисперсионной среды на примере композитных материалов на основе углеродного волокна.

Взаимодействие миллиметрового излучения с поверхностным слоем материала анализировалось в рамках оптико-геометрического подхода, описывающего отражение и преломление падающей волны с помощью уравнений Френеля [1].

В качестве тестовых образцов нами использовались объекты, изготовленные из материалов с известными характеристиками в миллиметровом диапазоне, к которым относятся кремний и кварц. В табл. 1 представлены результаты измерений эллипсометрических параметров тестовых образцов и значения этих параметров, полученные расчетным путем на основе данных из обзора [20].

 Таблица 1

 Объект измерения
 Результаты измерения
 Рассчитанные значения

 Ψ, ...°
 Δ, ...°
 Ψ, ...°
 Δ, ...°

 Пластина кремния, толщина 460 мкм
 32,7
 195,8
 33,0
 186,8

 Пластина кварца, толщина 1090 мкм
 12,4
 151,7
 12,64
 166,1

Эллипсометрические параметры определялись с использованием эллипсометра, конфигурация которого выполнена по фотометрической схеме PSA (поляризатор—образец—анализатор) (см. рис. 1) путем измерения интенсивности излучения I(P,A) при ориентациях поляризатора $P(\pm 45) \equiv P_0 \pm 45^\circ$ и анализатора $A=0,\pm 45,\,90^\circ$. Значения эллипсометрических параметров Ψ и Δ определялись путем вычислений:

$$\Psi = \arctan^{-1} \sqrt{\frac{I(45,0)}{I(45,90)}},$$
(2)

$$\sin 2\Psi \cos \Delta = \frac{I(45,45) - I(-45,45)}{I(45,45) + I(-45,45)}.$$
 (3)

Величина методической погрешности при измерении эллипсометрических параметров в фотометрическом варианте, обусловленная отклонением поляризационных характеристик элементов эллипсометра от их "идеальных" значений, определялась путем измерения значений Ψ и Δ в отсутствие объекта при работе "на просвет" и с тест-объектом при работе "на отражение". Вычисления параметра Δ вблизи углов 0 и 180° связаны с погрешностью, обусловленной свойством обратного тригонометрического преобразования, поэтому в табл. 2 указаны значения не самих углов Δ , а их косинусов. В таблице представлены результаты измере-

ний эллипсометрических параметров оптически однородных объектов в виде плоскопараллельных пластин кремния и кварца. Расчетные значения Ψ и Δ находились с использованием однослойной модели "воздух—слой материала—воздух".

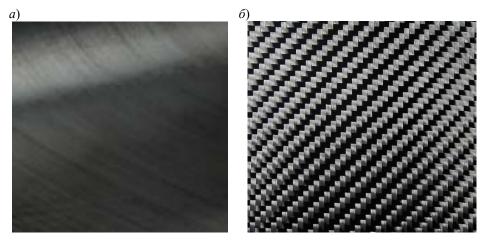
Таблица 2

Объект измерения	Результать	ы измерения	Референсные значения		
	Ψ,°	$\cos\!\Delta$	Ψ,°	cosΔ	
Измерения на просвет (без объекта)	46,29	0,96	45	1	
Кремний объемный	25,98	-0,98	26,45	-1	

В качестве тестового образца использовался высокоомный кремний прозрачный в окрестности $140~\Gamma\Gamma$ ц; его показатель преломления, по данным [20], равен n=3,417. Тестовый образец был изготовлен в виде клина с углом 15° , что позволяло исключить влияние на результаты измерения излучения, отраженного от второй грани. Такая геометрия тестового образца позволила проводить интерпретацию результатов измерений в рамках простейшей модели границы раздела сред "воздух—кремний".

Измеренные микрометром значения толщины пластин использовались в рамках расчетной модели. Сравнение расчетных значений эллипсометрических параметров с измеренными (см. табл. 1) показывает, что экспериментальные значения Ψ совпадают с расчетными с точностью до десятых долей градуса, в то время как для параметра Δ наблюдается значительное расхождение значений.

Результаты измерения эллипсометрических параметров объектов с микрогетерогенной дисперсионной средой представлены в табл. 3. В качестве объектов измерения использовались материалы из углеродного волокна: препрег "Тогауса Т800" и углеродная ткань "Твилл". На рис. 5 представлены фотографии структуры поверхности этих материалов.



Puc. 5

Структура образца из препрега "Тогауса Т800" (рис. 5, a) имеет ярко выраженную анизотропную структуру, для которой существует выделенное направление, обусловленное укладкой углеродных волокон в одном пространственном направлении. В свою очередь, углеродная ткань "Твилл" (рис. 5, δ) сформирована углеродными волокнами, переплетенными под углом 90°. В этих условиях в эллипсометрических измерениях такая структура должна по свойствам выглядеть близкой к изотропной. Результаты измерения параметров Ψ и Δ образцов и результаты вычисления компонент комплексного показателя преломления ($n+i\cdot k$), приведенные в табл. 3, показывают, что для образца из препрега "Тогауса Т800" наблюдается сильная зависимость Ψ от азимутальной ориентации образца относительно поляризации излучения, в то время как для углеродной ткани такой зависимости практически нет. Для интерпретации результатов измерений использовалась модель "воздух—анизотропный слой—воздух".

Таблица 3

						Тиолици 5
	результаты измерения		Значения, рассчитанные по данным			
Off are volvenoving			эллипсометрии		ЛОВ-спектроскопии	
Объект измерения			(отражение)		(пропускание)	
	Ψ,°	Δ,°	n	k	n	k
"Тогауса Т800" (волокна	43,1	165,6				
вдоль плоскости падения)						
"Тогауса Т800" (волокна						
перпендикулярно плоскости	31,0	165,9				
падения			$n_0 = 5,4$	$k_{0}=1,1$	$n_0 = 3.7$	$k_{0} = 0.8$
			$n_{\rm e} = 3.6$	$k_{\rm e} = 5.7$	$n_{\rm e} = 3.0$	$k_{\rm e} = 6.5$
"Твилл"	32,8	150,7	1,82	2,22	1,7	5,5
	32,7	151,6	1,90	2,21		

Наблюдается заметное различие показателей поглощения для обыкновенной и необыкновенной волн. Для необыкновенной волны (вектор электрического поля параллелен направлению волокон) значение показателя поглощения $k_{\rm e}$ значительно больше, чем $k_{\rm o}$ для обыкновенной волны (см. значения этих параметров в табл. 3). Это подтверждается также результатами ЛОВ-спектроскопии для случаев поляризации перпендикулярно волокнам и вдоль них: T=0,16 и 0,0002 соответственно. Рассчитанные по этим значениям коэффициентов пропускания величины параметров $k_{\rm o}$ и $k_{\rm e}$ с учетом фазового сдвига различаются на порядок. В противоположность этому для углеродной ткани "Твилл" измерения при двух взаимно перпендикулярных ориентациях образца (см. табл. 3) по отношению к плоскости падения дают практически одинаковые значения показателя поглощения, что означает изотропию свойств материала этого тестового образца.

Необходимо отметить, что между данными эллипсометрии и ЛОВ-спектроскопии наблюдается разница значений измеряемых параметров. Предполагаемые причины расхождения могут быть связаны с приборными ошибками, а также с неточностью эллипсометрической модели. Используемая при расчетах однослойная модель предполагает гладкую границу слоев, в то время как в действительности граница имеет выраженный рельеф в масштабах длины волны.

Изделия, изготовленные с использованием препрега "Тогауса Т800", представляют собой двухкомпонентную среду, состоящую из последовательно нанесенных друг на друга слоев армирующих углеродных волокон, залитых компаундом. Механическая прочность изделия из этого материала обеспечивается за счет изменения ориентации волокон в каждом последуюшем слое.

Исследования, представленные в работах [21, 22], показывают, что наибольшим механическим нагрузкам и наибольшему воздействию агрессивных сред подвержены ближайшие к поверхности слои. Начальный этап разрушения изделий из композиционных материалов проявляется в расслоении многослойной структуры и появлении межслоевой полости, вызывающей снижение механической прочности.

Образцы, рассматриваемые нами в рамках электрофизической модели, представляют собой многослойную структуру, состоящую из набора анизотропных слоев с различными направлениями ориентации оптических осей. Расчеты, выполненные с использованием полученных значений оптических постоянных для слоев препрега на основе углеродного волокна, показывают, что при существующей чувствительности эллипсометрических измерений предельно обнаружимая толщина межслоевой полости для такой структуры может составлять 20 мкм.

В экспериментальном исследовании возможности обнаружения расслоения в структуре изделия из композиционного материала использовался тестовый образец, в котором была создана область со встроенным дефектом в виде вложенной фторопластовой пленки, замещающей внутренний слой препрега. Область с дефектом внутренней межслоевой структуры выявлялась путем измерения распределения значений эллипсометрического параметра Δ по

поверхности и нахождения области с аномальным отклонением его величины. Для повышения чувствительности прибора в ходе измерений для образцов, параметр Δ которых находится вблизи угла 180° , в систему вводился компенсатор, обеспечивающий дополнительный сдвиг фазы на угол $\approx 90^{\circ}$, а сам процесс измерения осуществлялся по схеме эллипсометра PCSA.

Значение интенсивности излучения на выходе в эллипсометре в схеме PCSA определяется соотношением [1]:

$$I = I_0 \left(\sin^2 A + \operatorname{tg}^2 \Psi \cos^2 A + \operatorname{tg} \Psi \sin(2A) \sin(2P + \Delta) \right). \tag{4}$$

Минимальное значение интенсивности $I_{\min} = 0$ устанавливается при ориентациях поляризационных элементов в положениях, удовлетворяющих условиям

$$A_{1,2} = \pm \Psi, \quad \sin(2P_{1,2} + \Delta) = \mp 1.$$
 (5)

Индексы 1, 2 в уравнении (5) соответствуют номеру измерительной зоны. Таким образом, по результатам измерений азимутальных углов поляризационных элементов определяются эллипсометрические параметры поверхности. Обычно для нахождения Ψ и Δ проводят усреднение по зонам. Это повышает точность, однако нахождение минимума сигнала по двум переменным в двух зонах делает процедуру измерения трудоемкой и длительной, поэтому нами был использован фотометрический вариант регистрации сигнала. Методика основана на измерениях интенсивности отраженного излучения при ориентации азимута анализатора в положениях $A_1 = +45$ и $A_2 = -45$.

Из (4) следует, что

$$I(45) = I_0 (0.5 + 0.5 tg^2 \Psi + tg \Psi \sin(2P + \Delta)),$$

$$I(-45) = I_0 (0.5 + 0.5 tg^2 \Psi - tg \Psi \sin(2P + \Delta)).$$
 (6)

Для исключения зависимости результатов измерения от величины интенсивности падающего излучения I_0 вычислялся параметр G, определяемый соотношением:

$$G = \frac{I(45) - I(-45)}{I(45) + I(-45)} = \sin(2\Psi)\sin(2P + \Delta), \tag{7}$$

откуда следует, что вариация δG этого параметра связана с вариациями эллипсометрических параметров $\delta \Psi$ и $\delta \Delta$ уравнением:

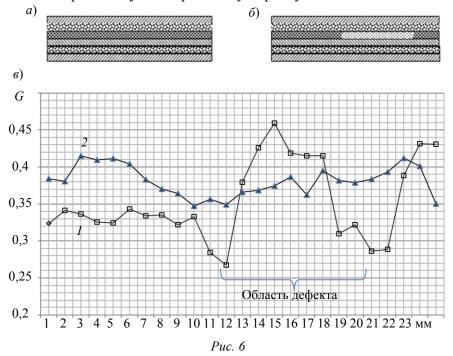
$$\delta G = \cos(2\Psi)\sin(2P + \Delta)2\delta\Psi + \sin(2\Psi)\cos(2P + \Delta)\delta\Delta. \tag{8}$$

Уравнение (8) показывает, что при ориентации поляризатора в положение, удовлетворяющее условию $\sin(2P + \Delta) \approx 0$, изменение параметра δG пропорционально изменению $\delta \Delta$:

$$\delta G = \sin(2\Psi)\delta\Delta. \tag{9}$$

Структура двух исследованных образцов — контрольного (однородного) и тестового с дефектом слоя — представлена на рис. 6: a — сечение образца, в котором приповерхностные слои не имеют дефектов; δ — сечение образца, в котором удален фрагмент одного из приповерхностных слоев; ϵ — результат измерения параметра G при сканировании вдоль поверхности этих двух различающихся тестовых образцов. Кривая I — результат измерения указан-

ного параметра для образца со встроенным дефектом в слое под поверхностью; 2 — результат, относящийся к контрольному бездефектному образцу.



Результат, характеризующий возможность выявления дефекта, получен путем сканирования эллипсометром поверхности образца по линии, проходящей через область локализации заранее приготовленного дефекта. Шаг сканирования составлял 5 мм. В ходе сканирования измерялась интенсивность отраженного излучения при различных положениях (I(45) и I(-45)) анализатора, а затем вычислялись значения параметра G по формуле (7). Распределение интенсивности в поперечном сечении зондирующего пятна имело характер распределения Гаусса, при этом ширина пятна на уровне $0.9I_{\rm max}$ (в направлении сканирования) составляла 25 мм.

Из представленного на рис. 6 результата сканирования видно, что на локальной области поверхности образца, имеющего дефект в приповерхностном слое, величина параметра G заметно отличается от значений в бездефектной области. Это демонстрирует перспективы использования эллипсометрии миллиметрового диапазона для диагностики нарушений структуры приповерхностных слоев композиционных изделий на основе углеродных волокон.

Заключение. Представлен действующий макет эллипсометра, работающий на частоте 140 ГГц, основными функциональными элементами которого служат линейные и круговые поляризаторы, выполненные на основе тонкопленочных метаповерхностей. Применение тонкопленочных поляризационных элементов позволяет минимизировать габариты эллипсометра. Так, в макете длина рабочего хода излучения составила 250 мм при рабочей апертуре на оптическом пути 13 мм.

Результаты измерений по схеме PSA показали, что при значении фазы поляризации в интервале $160-200^{\circ}$ измерения эллипсометрических параметров характеризуются значительной погрешностью. Внесение в схему проводимых измерений компенсатора (регистрация по схеме PCSA) позволяет сместить измеряемый интервал на $\pm 90^{\circ}$ и значительно снизить погрешность.

Результаты проведенных тестовых экспериментов показывают, что эллипсометры миллиметрового диапазона перспективны для обнаружения скрытых механических дефектов в приповерхностных слоях оптически непрозрачных материалов. Методика проведения измерений, апробированная на модели миллиметрового эллипсометра, может быть использована для ре-

гистрации изменений эллипсометрических параметров во времени и в пространстве, что важно для решения практических задач поверхностной инженерии.

Авторы полагают, что метод эллипсометрии миллиметрового диапазона, являясь бесконтактным и неразрушающим, найдет практическое применение в исследованиях поверхности микрогетерогенных дисперсионных систем, кинетики каталитических процессов, в задачах диагностики процессов разрушения слоистых углепластиков.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- 1. *Аззам Р.*, *Башара Н*. Эллипсометрия и поляризованный свет / Пер. с англ. под ред. чл.-корр. АН СССР *А. В. Ржанова* и *К. К. Свиташева*. М.: Мир, 1981. 580 с.
- 2. Свиташев К. К., Семененко А. И., Семененко Л. И., Соколов В. К. Основы эллипсометрии / Под ред. А. В. Ржанова. Новосибирск: Наука, 1979. 422 с.
- 3. Васильев В. В., Протасов В. Д., Болотин В. В. и др. Композиционные материалы. М.: Машиностроение, 1990. 512 с.
- 4. *Батаев А. А., Батаев В. А.* Композиционные материалы: строение, получение, применение. Новосибирск: Изд-во НГТУ, 2002. 384 с.
- 5. Далин М. А., Генералов А. С., Бойчук А. С., Ложкова Д. С. Основные тенденции развития акустических методов неразрушающего контроля // Авиационные материалы и технологии. 2013. № 1. С. 64—69.
- 6. *Dalin M. A., Lozhkova D. S.* Measurement of the Thickness of U-30MES-5NT and VGM-L Sealing Compound Layers in Aircraft Products Using the Ultrasonic Nondestructive Testing Method // Polymer Science. Series D. Glues and Sealing Materials. 2012. N 5. P. 305—308.
- 7. Hofmann T. C., Herzinger A., Boosalis T., Tiwald J., Woollam A., and Schubert M. Variable-wavelength frequency-domain terahertz ellipsometry // Rev. Sci. Instrum. 2010. Vol. 81, N 2. P. 023101.
- 8. *Matsumoto N., Hosokura T., Nagashima T., Hangyo M.* Measurement of the dielectric constant of thin films by terahertz time-domain spectroscopic ellipsometry // Optics Letters. 2011. Vol. 36, N 2. P. 265—267.
- 9. *Neshat M., Armitage N. P.* Terahertz time-domain spectroscopic ellipsometry: instrumentation and calibration // Optics Express. 2012. Vol. 20, N 27. P. 29063—29075.
- 10. *Азаров И. А., Швец В. А., Прокопьев В. Ю.* и др. Эллипсометр терагерцового диапазона // Приборы и техника эксперимента. 2015. № 3. С. 71—78.
- 11. Kühne P., Armakavicius N., Stanishev V., Herzinger C. M., Schubert M., and DarakchievaV. Advanced Terahertz Frequency-Domain Ellipsometry Instrumentation for *In Situ* and *Ex Situ* Applications // IEEE Transactions on Terahertz Science and Technology. 2018. Vol. 8, N 3. P. 257—270.
- 12. Azarov I. A., Choporova Y. Yu., Shvets V. A., Knyazev B. A. An Ellipsometric Technique with an ATR Module and a Monochromatic Source of Radiation for Measurement of Optical Constants of Liquids in the Terahertz Range // Journal of Infrared, Millimeter, and Terahertz Waves. 2019. Vol. 40, N 2. P. 200—209.
- 13. THz sources of TeraSense Group, Inc. [Электронный ресурс]: https://terasense.com/products/terahertz-sources/>.
- 14. Kuznetsov S. A., Arzhannikov A. V., Kubarev V. V., Kalinin P. V., Sorolla M., Navarro-Cia M., Aznabet M., Beruete M., Falcone F., Goncharov Yu. G., Gorshunov B. P., Gelfand A. V., Fedorinina N. I. Development and Characterization of Quasi-Optical Mesh Filters and Metastructures for Subterahertz and Terahertz Applications // Key Eng. Mat. 2010. Vol. 437. P. 276—280.
- 15. Mamrashev A. A., Nikolaev N. A., Kuznetsov S. A., Gelfand A. V. Broadband metal-grid polarizers on polymeric films for terahertz applications // Proc. V Intern. Conf. on Metamaterials and Nanophotonics (METANANO-2020). St. Petersburg, Russia, 14–18 September 2020, AIP Conf. Proc. Vol. 2300. Art. no. 020083.
- 16. *Kostenko A. A.* Engineering characteristics of one-dimensional small-period diffraction gratings in millimeter-and submillimeter-wave ranges // Microwave Opt. Technol. Lett. 1998. Vol. 19, N 6. P. 438–444.
- 17. Baena J. D., del Risco J. P., Slobozhanyuk A. P., Glybovski S. B., and Belov P. A. Self-complementary metasurfaces for linear-to-circular polarization conversion // Phys. Rev. B. Condens. Matter. 2015. Vol. 92. Art. no. 245413.

- 18. Savanskiv A., Kuznetsov S. A., Tanvgina D. S., del Risco J. P., Glybovski S., Baena J. D. Frequency-Controllable Polarization Rotation of THz Waves With an SCMS // IEEE Transactions on Antennas and Propagation. 2020. Vol. 68, N 3. P. 1491—1502.
- 19. Kozlov G. V., Volkov V. V. Coherent Source Submillimeter Wave Spectroscopy // Millimeter and Submillimeter Wave Spectroscopy of Solids. Berlin; Heidelberg: Springer-Verlag, 1998. Topics in Applied Physics. Vol. 74. P. 51—109.
- 20. Lamb J. W. Miscellaneous data on materials for millimetre and submillimetre optics // Intern. Journal of Infrared and Millimeter Waves. 1996. Vol. 17, N 12. P. 1997—2034.
- 21. Коваленко Н. А., Олегин И. П., Гоцелюк Т. Б., Чаплыгин В. Н., Петров П. М. Численно-экспериментальное исследование прочности элементов конструкций из слоистых углепластиков // Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты, материаловедение). 2014. № 1(62). С. 69—75.
- 22. Беспалов В. А., Глебова М. А., Гоцелюк Т. Б., Гришин В. И. Исследование критериев разрушения композиционных образцов с концентраторами напряжений при сжатии // Механика композиционных материалов и конструкций. 2014. Т. 20, № 1. С. 58—86.

		Сведения об авторах
Виктор Николаевич Федоринин	—	канд. техн. наук; Филиал Института физики полупроводников им.
		А. В. Ржанова СО РАН "Конструкторско-технологический институт
		прикладной микроэлектроники", отдел фотохимических технологий;
		ведущий инженер; E-mail: fedorinin55@mail.ru
Сергей Александрович Кузнецов	_	Филиал Института физики полупроводников им. А. В. Ржанова СО
The state of the s		РАН "Конструкторско-технологический институт прикладной мик-
		роэлектроники", отдел фотохимических технологий; научный со-
		трудник; E-mail: sakuznetsov@nsu.ru
Василий Александрович Швец		д-р физмат. наук; Институт физики полупроводников им.
- Висилии Алексинорович Швец		
		А. В. Ржанова Сибирского отделения Российской академии наук,
		лаборатория эллипсометрии полупроводниковых материалов и
		структур; ведущий научный сотрудник; E-mail: basil5353@mail.ru
Андрей Васильевич Аржанников		д-р физмат. наук, профессор; Новосибирский государственный
		университет, кафедра физики плазмы; главный научный сотрудник;
		E-mail: arzhan1@ngs.ru
Александр Витальевич Гельфанд -		Филиал Института физики полупроводников им. А. В. Ржанова СО
		РАН "Конструкторско-технологический институт прикладной мик-
		роэлектроники", отдел фотохимических технологий; заведующий
		отделом; E-mail: oos@oesd.ru
Александр Юрьевич Горшков		Филиал Института физики полупроводников им. А. В. Ржанова СО
1 1 1		РАН "Конструкторско-технологический институт прикладной мик-
		роэлектроники"; ведущий инженер-конструктор;
		E-mail: oos@oesd.ru
		11 111411. 005(4)0054.14

Поступила в редакцию 07.02.2023; одобрена после рецензирования 18.04.2023; принята к публикации 27.04.2023.

REFERENCES

- 1. Azzam R.M.A., Bashara N.M. Ellipsometry and Polarized Light, North-Holland Publishing Company, 1977, 529 p.
- Svitashev K.K., Semenenko A.I., Semenenko L.I., Sokolov V.K. Osnovy ellipsometrii (Fundamentals of Ellipsometry), Novosibirsk, 1979, 422 p. (in Russ.)
- Vasil'yev V.V., Protasov V.D., Bolotin V.V. et al. Kompozitsionnyye materialy (Composite Materials), Moscow, 1990, 512 p. (in Russ.)
- Bataev A.A., Bataev V.A. Kompozitsionnyye materialy: stroyeniye, polucheniye, primeneniye (Composite Materials: Structure, Production, Application), Novosibirsk, 2002, 384 p. (in Russ.)
- Dalin M.A., Generalov A.S., Boychuk A.S., Lozhkova D.S. Aviation Materials and Technologies, 2013, no. 1, pp. 64-69.
- Dalin M.A., Lozhkova D.S. Polymer Science. Series D. Glues and Sealing Materials, 2012, no. 5, pp. 305–308.
- Hofmann T.C., Herzinger A., Boosalis T., Tiwald J.A. *Rev. Sci. Instrum.*, 2010, no. 2(81), pp. 023101. Matsumoto N., Hosokura T., Nagashima T., Hangyo M. *Optics Letters*, 2011, no. 2(36), pp. 265–267.
- Neshat M., Armitage N.P. Optics Express, 2012, no. 27(20), pp. 29063-29075.
- 10. Azarov I.A., Shvets V.A., Prokopiev V.Y., Dulin S.A., Rykhlitskii S.V., Kruchinin V.N., Choporova Y.Y., Knyazev B.A., Kruchinina M.V. Instruments and Experimental Techniques, 2015, no. 3(58), pp. 381-388.
- 11. Kühne P., Armakavicius N., Stanishev V., Herzinger C.M., Schubert M. and Darakchieva V. IEEE Transactions on

- Terahertz Science and Technology, 2018, no. 3(8), pp. 257–270.
- 12. Azarov I.A., Choporova Y.Yu., Shvets V.A., Knyazev B.A. *Journal of Infrared, Millimeter, and Terahertz Waves*, 2019, no. 2(40), pp. 200–209.
- 13. THz sources of TeraSense Group, Inc., https://terasense.com/products/terahertz-sources/.
- 14. Kuznetsov S.A., Arzhannikov A.V., Kubarev V.V., Kalinin P.V., Sorolla M., Navarro-Cia M., Aznabet M., Beruete M., Falcone F., Goncharov Yu.G., Gorshunov B.P., Gelfand A.V., Fedorinina N.I. *Key Eng. Mat.*, 2010, vol. 437, pp. 276–280.
- 15. Mamrashev A.A., Nikolaev N.A., Kuznetsov S.A., Gelfand A.V. *Proc. V Intern. Conf. on Metamaterials and Nanophotonics (METANANO-2020)*, St. Petersburg, Russia, September 14–18, 2020, AIP Conf. Proc., vol. 2300, art. no. 020083.
- 16. Kostenko A.A. Microwave Opt. Technol. Lett., 1998, no. 6(19), pp. 438-444.
- 17. Baena J.D., del Risco J.P., Slobozhanyuk A.P., Glybovski S.B., and Belov P.A. *Phys. Rev. B, Condens. Matter.*, 2015, vol. 92, pp. 245413.
- 18. Sayanskiy A., Kuznetsov S.A., Tanygina D.S., del Risco J.P., Glybovski S., Baena J.D. *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, 2020, no. 3(68), pp. 1491–1502.
- 19. Kozlov G.V., Volkov V.V. *Millimeter and Submillimeter Wave Spectroscopy of Solids*, Berlin; Heidelberg, Springer-Verlag, 1998, Topics in Applied Physics, vol. 74, pp. 51–109.
- 20. Lamb J.W. Intern. Journal of Infrared and Millimeter Waves, 1996, no. 12(17), pp. 1997–2034.
- 21. Kovalenko N.A., Olegin I.P., Gotselyuk T.B., Chaplygin V.N., Petrov P.M. *Obrabotka metallov (tekhnologiya, oborudovaniye, instrumenty, materialovedeniye)*, 2014, no. 1(62), pp. 69–75. (in Russ.)
- 22. Bespalov V.A., Glebova M.A., Gotselyuk T.B., Grishin V.I. *Mekhanika kompozitsionnykh materialov i konstruktsii*, 2014, no. 1(20), pp. 58–86. (in Russ.)

Victor N. Fedorinin -	Data on authors PhD; Rzhanov Institute of Semiconductor Physics of the SB RAS, Design and Technology Institute of Applied Microelectronics, Department of Photo-
Sergei A. Kuznetsov -	chemical Technologies; Leading Engineer; E-mail: fedorinin55@mail.ru Rzhanov Institute of Semiconductor Physics of the SB RAS, Design and Technology Institute of Applied Microelectronics, Department of Photochemical Technologies; Researcher; E-mail: sakuznetsov@nsu.ru
Vasily A. Shvets -	Dr. Sci.; Rzhanov Institute of Semiconductor Physics of the SB RAS, Laboratory of Ellipsometry of Semiconductor Materials and Structures; Leading Researcher; E-mail: basil5353@mail.ru
Andrey V. Arzhannikov -	Dr. Sci. Professor; npoфeccop; Novosibirsk State University, Department of Plasma Physics; Chief Researcher; E-mail: arzhan1@ngs.ru
Alexander V. Gelfand	Rzhanov Institute of Semiconductor Physics of the SB RAS, Design and Technology Institute of Applied Microelectronics, Department of Photochemical Technologies; Head of the Department; E-mail: oos@oesd.ru
Alexander Yu. Gorshkov	Rzhanov Institute of Semiconductor Physics of the SB RAS, Design and Technology Institute of Applied Microelectronics; Leading Design Engineer; E-mail: oos@oesd.ru

Received 07.02.2023; approved after reviewing 18.04.2023; accepted for publication 27.04.2023.