

УДК 543. 548.3.062.

ИДЕНТИФИКАЦИЯ ИНДИВИДУАЛЬНЫХ ВЕЩЕСТВ И ФАЗОВЫЙ АНАЛИЗ СМЕСЕЙ МЕТОДОМ ЭЛЛИПСОМЕТРИИ

© 2016 Б. Г. Головкин¹, В. В. Сальников²

¹Институт химии твёрдого тела Уральского Отделения РАН, ул. Первомайская, 91,
620041 Екатеринбург, Россия
e-mail: bgg1940@mail.ru

²Институт высокотемпературной электрохимии Уральского Отделения РАН, ул. Академическая, 20,
620137, Екатеринбург, Россия

Поступила в редакцию 25.02.2016 г.

Аннотация. Предложен метод идентификации индивидуальных веществ и фазового анализа смесей, основанный на измерении состояний поляризации падающей, отражённой или преломлённой линейно-поляризованной световой волны от поверхности поликристаллического порошка. Результаты представимы в форме соответствующих спектров смесей и чистых веществ — эллипсограмм. Сравнение их между собой даёт возможность определять фазовый состав образцов.

Ключевые слова: фазовый анализ, эллипсометрический метод, эллипсограмма.

ВВЕДЕНИЕ

Несмотря на сравнительно большое количество различных методов фазового анализа, не всегда удаётся с достаточной степенью надёжности определить фазовый состав искусственных и природных смесей. Обычно это связано с частичным совпадением соответствующих характеристик ингредиентов смесей или индифферентностью применяемых методов по отношению к конкретным исследуемым образцам. Кроме того, некоторые методы фазового анализа требуют для своей реализации относительно громоздких и дорогостоящих приборов, а также создания соответствующей системы техники безопасности (защиты от рентгеновского излучения, радиоактивной защиты и др.). Известно, что эллипсометрия является не разрушающим методом контроля поверхности вещества. В этой связи представляется перспективным использование эллипсометрии для тестирования и определения фазового состава индивидуальных веществ и смесей. Данных о применении эллипсометрии для фазового анализа смесей в литературе отсутствуют.

Цель настоящей работы — разработка и тестирование метода определения фазового состава твердофазных смесей по их эллипсограммам.

ТЕОРИЯ МЕТОДА

Эллипсометрический фазовый анализ проводили на основе определения условных показателей преломления и коэффициентов поглощения света веществом. Физика метода эллипсометрии заключается в изменениях характеристик светового пучка в результате взаимодействия с исследуемой поверхностью: в изменениях степени поляризации (эллиптичности) и повороте плоскости поляризации (ориентации эллипса). По этим изменениям определяют отражательные свойства поверхности, которые однозначно зависят от коэффициента преломления вещества, от наличия отражающих центров в приповерхностном слое или наличия второй плоскости отражения, то есть прозрачной пленки на поверхности. Метод отражательной эллипсометрии требует измерения состояний поляризации падающей и отражённой линейно-поляризованных световых волн [1—4]. Это позволяет определять отношение ρ комплексных коэффициентов отражения ρ_p и ρ_s для p - и s -поляризаций (параллельно и перпендикулярно плоскости падения соответственно):

$$\rho = \frac{\rho_p}{\rho_s} = e^{i\Delta} \operatorname{tg}\psi. \quad (1)$$

Величины Ψ и Δ характеризуют относительные изменения амплитуды и фазы, испытываемые при отражении p - и s -компонентами колебаний электрического вектора световой волны, и измеряются с помощью эллипсометра. Комплексный показатель преломления N , зависящий от длины волны падающего света, вычисляют по формуле [1]:

$$N = N_0 \sin \varphi [1 + (\frac{1-p}{1+p})^2 \operatorname{tg}^2 \varphi]^{1/2}, \quad (2)$$

где N_0 — показатель преломления среды, а φ — угол падения световой волны относительно нормали к грани кристалла исследуемого вещества. Действительная часть находимого таким путём комплексного показателя преломления характеризует преломление света веществом, а мнимая — его поглощение.

Поляризация света при отражении от поверхностного слоя зависит от коэффициента преломления и от толщины пленки в пределах от единиц микрон до долей монокристаллического слоя. Поскольку объектами исследования являются поликристаллические порошки, то углы падения светового луча по отношению к поверхности соответствующего микрокристалла могут быть самыми разными. Следовательно, отражательные свойства таких микрокристаллов могут отличаться. Это также может служить одной из причин изменения значений измеряемых эллипсометрических параметров. Оптические параметры, определяемые по формуле (2), такие как показатель преломления и коэффициент поглощения, можно представить как некие математические объекты. Свойства математических объектов будут отражать природу вещества и структурные особенности поверхностного слоя. По этой причине эти математические объекты имеет смысл называть условными показателями преломления $\eta(\varphi)$ и условными коэффициентами поглощения $\kappa(\varphi)$ соответственно. Методика исследования сводится к тому, что измеряются величины $\eta(\varphi)$ или $\kappa(\varphi)$ в различных точках поверхности образца. После математической обработки полученного статистического набора данных строятся эллипсограммы, представляющие собой кривые распределения значений $\eta(\varphi)$ или $\kappa(\varphi)$. Сопоставление эллипсограмм для чистых веществ и исследуемых смесей позволяет выяснить, присутствуют ли данные вещества в анализируемых смесях. Обнаружение на эллипсограмме максимумов, положения которых не соответствуют ни одному из известных веществ, позволяет делать вывод о наличии в смеси одной или нескольких фаз неизвестного состава. Фазовый состав таких смесей, в ко-

торые входят неизвестные компоненты, исследуется также как и при использовании метода рентгенофазового анализа.

ТЕХНОЛОГИЯ МЕТОДА

Важным условием успеха метода является идентичность способов получения исследуемых смесей и их возможных ингредиентов. Если это механические мелкокристаллические смеси из тех же самых ингредиентов, которые в данный момент имеются в распоряжении, то предыстория ингредиентов не имеет значения. Если же ингредиенты и смеси состоят из очень крупных кристаллов, агломератов или оплавленных кусков, то те и другие перед началом анализа следует подвергнуть измельчению в одинаковых условиях. Если же смеси получены в процессе какого-либо химического процесса, например, вследствие химической реакции между некоторыми компонентами системы, то возможные ингредиенты образующейся при этом смеси желательно выдержать в условиях этого химического процесса для приобретения соответствующей текстуры.

Образцы для исследований необходимо сформировать в виде прессованной таблетки. Давление прессования можно подбирать экспериментально в зависимости от твёрдости ингредиентов смеси (обычно порядка 50—100 кг/см²). Угол падения φ светового луча по отношению к поверхности образца можно выбирать (30°, 50°, 70°), и он остается постоянным во всей серии измерений. Образец устанавливается на предметный столик эллипсометра, который можно передвигать с помощью позиционера. Перемещая образец в плоскости предметного столика, можно производить измерения в любой выбранной точке поверхности образца. Следует отметить, что падающий пучок света хорошо сфокусирован, площадь его пятна составляет 0.5 мм². Эллипсометр Gaertner L-117 работает по схеме PKSA по названию оптических элементов, составляющих прибор (поляризатор P, компенсатор K, surface S — поверхность образца, анализатор A). Свет от лазера первоначально линейно поляризуется, проходя через поляризатор, который находится в одном из определённых регулируемых положений, а затем эллиптически поляризуется, проходя через компенсатор. Эллиптически поляризованный свет, отражаясь от поверхности образца, изменяет состояние поляризации в соответствии с природой вещества образца. Отражённый свет, проходит через анализатор и воспринимается фотодетектором. Для произвольной точки поверх-

ности образца прибор измеряет два параметра Δ и ψ , Описанную процедуру измерения повторяют для любой точки поверхности образца, что достигается перемещением предметного столика прибора. Для анализа результатов достаточно иметь данные (Δ и ψ) в 30—100 точках поверхности образца. С помощью соответствующих зонных соотношений параметры Δ и ψ пересчитываются в величины n и k с помощью программы [5]. Полученные значения n и k записывают в виде таблицы, проводят соответствующие математические расчёты, строят эллипсограммы, и затем принимают решение о фазовом составе исследуемого образца.

МАТЕМАТИЧЕСКАЯ ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Величины $\eta(\varphi)$ и $\kappa(\varphi)$ находят из условных комплексных показателей преломления:

$$N = \eta(\varphi) + i\kappa(\varphi), \quad (3)$$

определяемых по формуле (2) на основании измеренных с помощью эллипсометра значений Δ и Ψ , и, расположив последние в виде соответствующих каталогов по возрастанию их значений, обрабатывают как одномерную статистическую совокупность дискретных эмпирических данных по методу, описанному в работах [6—8], с небольшими нововведениями применительно к обсуждаемой проблеме. Суть этого метода заключается в разбиении упорядоченного ряда данных X_j , каковыми являются ряды $\eta_j(\varphi)$ или $\kappa_j(\varphi)$, представленные в каталогах, на K равных интервалов ΔX_k с шагом H :

$$\Delta X_k = X_{k+1} - X_k, \quad (4)$$

где X_k и X_{k+1} — граничные значения X этих интервалов. Затем подсчитывают в каждом k -интервале количества найденных значений X_j , называемые частотами:

$$\varpi_k = \sum_{X_k^{\min}}^{X_k^{\max}} (X_j)^0, \quad (5)$$

где X_k^{\min} и X_k^{\max} — минимальные и максимальные значения X_j в k -м интервале. После чего строится графическая зависимость $\varpi(0,5\Delta X_k)$ частоты $\varpi = (\varpi_k)$ от величин $0,5\Delta X_k$, равных значениям X в центре k -го интервала в виде полигона или гладкой кривой, называемой эллипсограммой.

Значения $X_j = X_k$, попадающие точно на границу соседствующих шагов, фактически входят в интервал каждого из этих шагов. Если придавать таким значениям половинные веса, то тогда нужно

придавать соответствующие веса и всем другим X_j . При таком подходе X_j , находящиеся в центре шага, будут иметь веса $p=1$, а на границах $p=0$. Но в этом случае граничные значения будут полностью игнорироваться, а все остальные станут оцениваться неравноправным образом, т. е. с разными весами. Поэтому имело бы смысл дополнительно оценить эти пики ещё и обратным образом, т. е. вес среднего пика принимать равным 0, а краевых — 1. Тогда за частоту естественно было бы принимать сумму этих значений. При таком подходе вес каждого пика в пределах суверенитета одного шага был бы равен 1. Однако в рамках всего интервала значений граничные пики учитывались бы дважды, т. е. с весом 2. Если мы им придадим значение $p = 0.5$, то сохраниться паритет по отношению к целому, но нарушиться по отношению к конкретному интервалу. Решением этого парадокса может быть компромисс: определить для границ шагов оба возможных значения их весов $p=0.5$ и $p=1$ и вычислить значения соответствующих частот. На графике, таким образом, в этом месте будет по две разные ординаты при одной абсциссе. Общую кривую графика можно либо соотносить со средним весом $p=0.75$, либо провести раздвоение частотной кривой, т. е. ввести соответствующую погрешность для частоты.

Особенностью данной методики является то, что количество пиков на эллипсограмме оказывается сильно зависящим от интервала шага. Чем больше интервал шага H , тем меньше количество шагов K уложилось в общем интервале ΔX наблюдаемых значений X :

$$\Delta X = \sum_1^k \Delta X_k = X_{\max} - X_{\min}, \quad (6)$$

где X_{\max} и X_{\min} — максимальное и минимальное значения в каталоге всех значений X_j , тем меньше будет пиков на эллипсограмме и, следовательно, тем грубее оказываются результаты проведённого анализа. Поскольку каждому шагу соответствует одна фигуративная точка на графике эллипсограммы, то общее количество фигуративных точек также оказывается равным K . Чем меньше шаг, тем большее будет количество фигуративных точек на эллипсограмме и, соответственно, большее количество пиков, но их абсолютные интенсивности, равные соответствующим частотам, будут пропорционально меньше. Некоторые из этих пиков могут носить случайный характер и создавать ложное впечатление о реальном фазовом составе смеси. Сравнительный анализ подобных эллипсограмм

менее надёжен. В пределе, при очень маленьких значениях H количество пиков на эллипсограмме становится равным общему количеству наблюдаемых значений, и такая эллипсограмма будет обладать минимальной информативностью. Формально, из этих рассуждений следует, что поставленная задача определения скрытых экстремумов в статистической совокупности дискретных эмпирических данных имеет очень большое количество решений. Нам следует выбрать такое или такие из них, которые бы лучше всего способствовали решению проблемы фазового анализа изучаемой системы. Критерий для подобных оптимальных значений H и K определим из следующих соображений. Если бы мы решали не проблему фазового анализа, а какую-то другую, в которой количество пиков n на эллипсограмме и численные значения их соответствовали бы вполне конкретной физической реальности, то очевидно, что величина n должна быть известна априорно. Тогда перебирая все возможные варианты H в некотором сравнительно небольшом диапазоне их значений, обнаружатся такие, при которых эллипсограмма будет содержать точно n пиков. Из этой информации легко вычислить среднее значение и соответствующую погрешность в определении искомым величин. В нашей же задаче фазового анализа, вообще говоря, не важно, сколько будет пиков на эллипсограмме, важно, чтобы они хорошо разрешались и позволяли дать однозначный ответ на предмет присутствия или отсутствия интересующей фазы в смеси. Однако если число пиков на эллипсограмме будет соответствовать должному количеству пиков и не содержать сателлитных пиков, появление которых объясняется случайными аномалиями данной конкретной статистической совокупности данных, либо особенностями соответствующей кривой распределения, то, очевидно, выводы о фазовом составе анализируемой смеси будут более надёжными. Поскольку каждый пик в среднем может быть зафиксирован m фигуративными точками, то общее количество их на эллипсограмме равно:

$$K = mn, \quad (7)$$

а длина шага, соответственно, равна:

$$H = \frac{\Delta X}{mn}. \quad (8)$$

Минимальное значение m может быть равно даже 2, если $X_j \neq X_{j+1}$. Более высокую гарантию экстремума дают значения m , равные от 3 до 7. При

$m \geq 6$ обычно уже наблюдается расщепление, и фиксируются сателлитные пики. Точки перегиба при увеличении m могут превратиться в максимумы, а точки прогиба, соответственно, в минимумы. Поэтому такие точки являются потенциальными экстремумами. Из этого, как раз, и следует необходимость одинаковых условий съёмки всей серии образцов. Зависимость вида эллипсограмм от количества выбранных экспериментальных точек обсуждается в работе [6].

Для чистых веществ величина n определяется сингонией кристаллов. Изотропные вещества характеризуются всего одним показателем преломления, кристаллы средних сингоний — двумя, низших сингоний — тремя. В соответствии с этим n для чистых веществ может быть равно 1; 2 или 3. Исходя из этих соображений и известных данных о самой анализируемой смеси, не сложно оценить, используя формулы (7, 8), круг оптимальных значений H и K применительно к конкретной системе. Из выявленных оптимальных значений H и K для чистых веществ, предположительно входящих в состав исследуемой смеси, для анализа самой смеси лучше всего выбрать такие, которые были бы оптимальными для всей группы возможных ингредиентов. Сравнение эллипсограмм чистых веществ и анализируемой смеси рациональнее производить при одинаковых значениях H . Но если это не представляется возможным, то можно использовать величины H , и не совпадающие с оптимальными значениями. В этом случае появление некоторых неидентифицируемых мелких пиков может не свидетельствовать о наличии в смеси какой-либо новой неизвестной фазы. Причина появления этих мелких пиков связана с различием выбранных значений H , так как вид эллипсограмм, количество экстремумов на них зависят от H .

ПРАКТИЧЕСКОЕ ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА

Эллипсометрический метод фазового анализа может с успехом заменять или дублировать другие широко применяемые методы фазового анализа, такие как рентгенофазовый, нейтронографический, оптико-иммерсионный и другие методы. Он может служить как для подтверждения индивидуальности отдельных веществ, их чистоты, так и для идентификации содержания их в различных смесях. Однако особые его преимущества могут проявиться в таких ситуациях, когда известные методы фазового анализа не позволяют дать однозначного ответа на поставленные вопросы. Это, прежде всего,

фазовый анализ смесей изоструктурных соединений, идентификация сверхструктурных фаз, идентификация соединений, дифракционные максимумы которых совпадают с набором таковых для совокупности веществ, совокупный химический состав которых такой же, как и у идентифицируемых соединений. Примером таких веществ являются перовскиты A_2BVO_6 , где A — Ca, Sr, Ba , а B — редкоземельные элементы [9]. Дифракционные максимумы этих веществ совпадают с таковыми для смесей AB_2O_4 и $A_3(VO_4)_2$.

ПРИМЕР. Покажем действие метода на образцах механических смесей А и В, состоящих из NaCl и MgO квалификации «х. ч.», в соотношении 1 : 1 и 2 : 1 соответственно. Смесей были приготовлены путём встряхивания стехиометрических количеств этих соединений в закрытой ёмкости при комнатной температуре. Образцы NaCl, MgO смесей А и В были спрессованы в таблетки под давлением 100 кг/см². В качестве источника света использовали Ne-He лазер с длиной волны $\lambda = 6328 \text{ \AA}$. Величины Δ и Ψ были измерены в 50 различных точках каждого образца при угле падения $\varphi = 70^\circ$. Используя эти данные, по формуле (4) были рассчитаны величины $\eta(\varphi)$. Поскольку оба исходные соединения имеют кубическую сингонию, то на эллипсограммах исходных веществ с оптимальным значением H должно быть всего по одному пику ($n=1$). Обсчёт данных эллипсограммы при $m = 3; 4; 5$, что соответствует $H = 0,0155; 0,0116; 0,0092$ для MgO и $H = 0,0466; 0,035; 0,028$ для NaCl это подтвердил. Эллипсограммы этих веществ с $m \geq 6$ действительно уже содержали сателлитные пики. Для построения эллипсограмм смесей было желательно выбрать единое значение H . Но найденные выше значения H для NaCl и MgO не перекрываются. Поэтому для того, чтобы использовать самое большое значение $H = 0,0155$ для MgO, необходимо было взять это же самое значение и для NaCl. Величина m , вычисленная по формуле (8) для хлорида натрия, оказывается равной 9.03, и, как следует ожидать, соответствующая эллипсограмма, изображённая на рис. 1, содержит сателлиты. Рис. 2 представляет собой эллипсограмму MgO с шагом $H = 0,0155$. Рис. 3 и 4 являются эллипсограммами смесей А и В, соответственно, с тем же шагом.

Легко заметить, что пики на этих эллипсограммах те же самые, что и у ингредиентов смесей, хотя их численные значения слегка отличаются, из чего можно заключить, что смеси А и В состоят из NaCl и MgO. Существенно отметить, что в эквимольной смеси А наиболее представительный пик MgO

выше аналогичного пика NaCl, а в смеси с большим содержанием NaCl, наоборот, меньше. Это говорит о том, что обсуждаемый эллипсометрический метод может давать информацию и об относительных количествах ингредиентов в смеси.

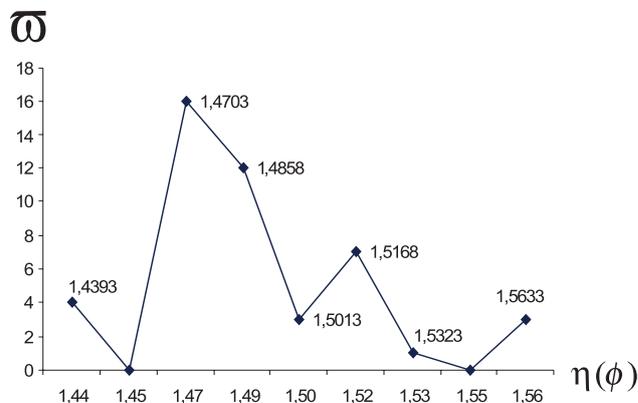


Рис. 1. Эллипсограмма NaCl ($H = 0,0155$)

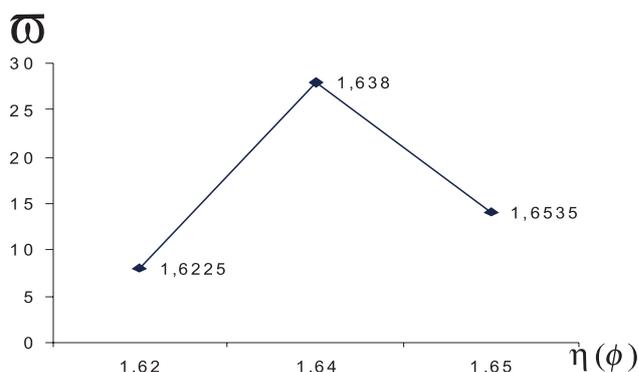


Рис. 2. Эллипсограмма MgO ($H = 0,0155$)

Точность эллипсометрического метода фазового анализа зависит от того, насколько велики различия в оптических характеристиках ингредиентов смеси и поэтому должны оцениваться для каждой исследуемой системы отдельно. Порог чувствительности метода χ (минимальное количество идентифицируемой фазы в смеси, которое ещё может быть зафиксировано) определяется на основании того, что в самом удачном случае, когда пик может быть обнаружен уже тремя фигуративными точками при общем количестве наблюдений, позволивших зафиксировать K фигуративных точек, может быть найден из пропорции:

$$K — 100 \text{ мол. \%}$$

$$3 — \chi \text{ мол. \%},$$

откуда

$$\chi = \frac{300}{K} \text{ мол. \%} \quad (9).$$

Из этой формулы видно, что, увеличивая число наблюдений K , порог чувствительности можно многократно повышать, если значение хотя бы одного из максимумов не совпадает с максимумом какого-либо другого ингредиента смеси. Для обычной практики бывает достаточно провести измерения

в 30—100 точках, что соответствует $\chi = 3-10$ мол. %. В прецизионных же случаях количество измерений можно увеличить в несколько раз, что в принципе позволит улучшить величину χ до 1 %, а может и более, и превзойти порог чувствительности рентгенофазового анализа, оцениваемого в 1—2 мол. % [10].

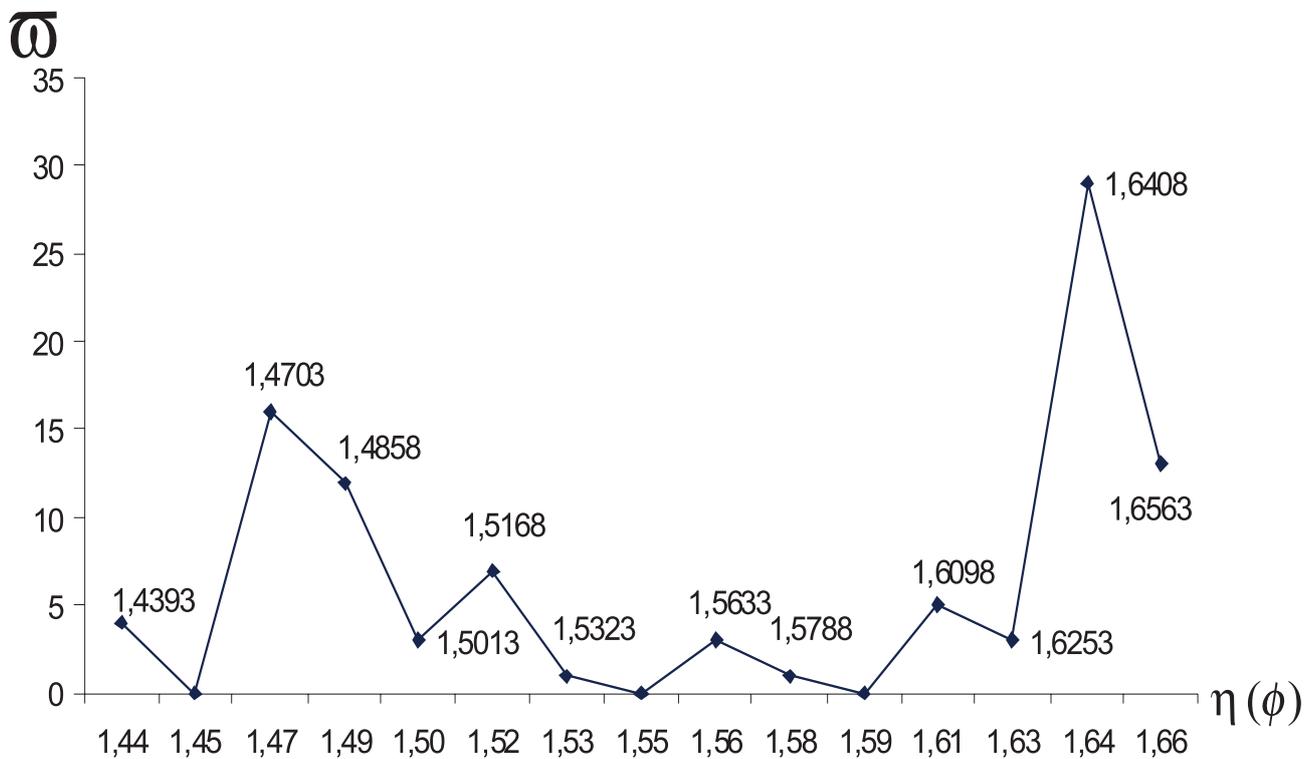


Рис. 3. Эллипсограмма смеси NaCl + MgO ($H = 0.0155$)

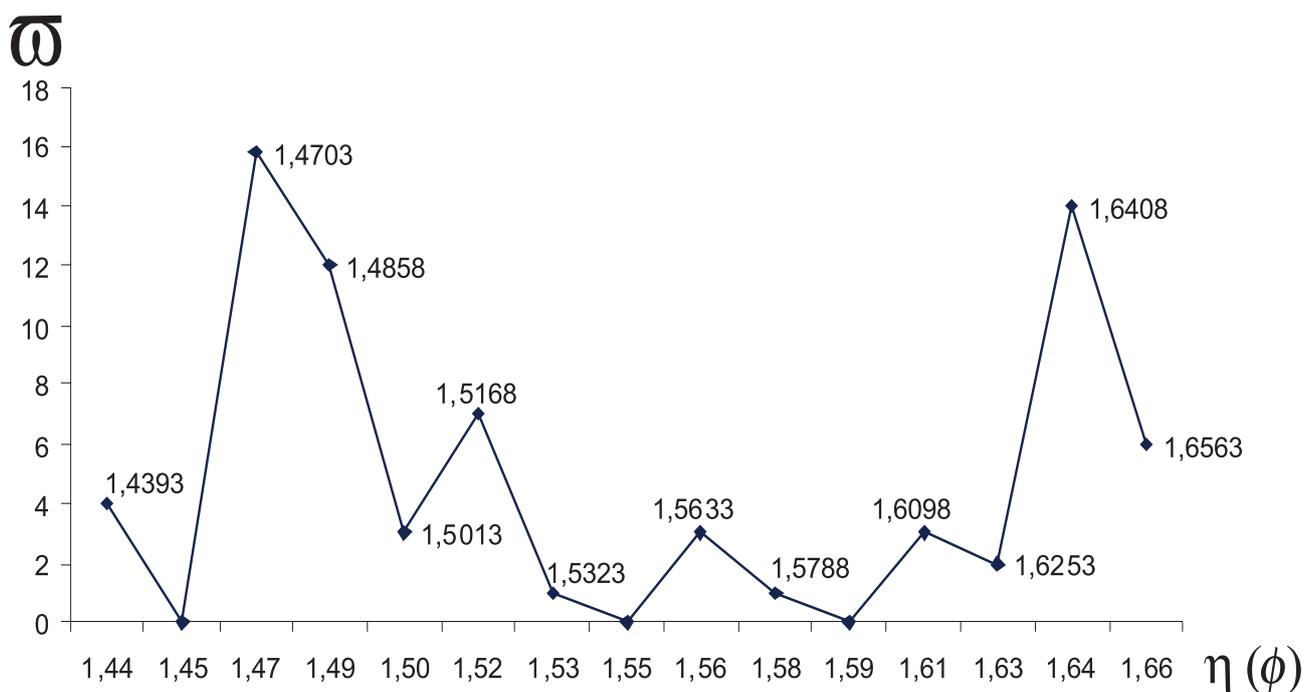


Рис. 4. Эллипсограмма смеси 2NaCl + MgO ($H = 0.0155$)

К преимуществу предлагаемого метода по сравнению с оптико-иммерсионным методом [11] можно отнести то, что эллипсометрический метод может быть использован при анализе смесей, включающих в себя непрозрачные вещества, различить которые оптико-иммерсионным методом невозможно, а по сравнению с рентгенофазовым методом появляется возможность анализа аморфных и микрокристаллических веществ и смесей.

Недостатком эллипсометрического метода является то, что места расположения пиков на эллипсограммах зависят от предыстории приготовления соответствующей смеси, величины шага, количества проведённых измерений и, самое существенное — очень сильно зависит от давления прессования таблеток образцов, взятых для анализа. В перспективе развития метода необходимо добиться либо повышения точности величины придаваемого таблеткам давления, либо найти способ приведения данных эллипсограмм к какому-то выбранному одному для данной серии образцов давлению. Существенным недостатком метода является возможность спутать экстремумы неизвестной фазы с ложными экстремумами, которые могут возникнуть даже из-за небольших различий в предыстории образцов, в особенности от давления прессования таблеток. По этой причине все предполагаемые ингредиенты смеси должны подвергаться перед съёмкой эллипсограмм тем же операциям (отжиг, перетираание, давление на образец и т. п.), что и сама смесь. Для получения более полной картины об исследуемом образце данный метод стоит применять в совокупности с другими методами фазового анализа исследования. Количественный фазовый анализ по данным эллипсограммам на данной стадии изученности метода можно проводить лишь на качественном уровне, основанном на том, что интенсивность экстремума приблизительно пропорциональна относительному содержанию соответствующей фазы в смеси.

ВЫВОДЫ

1. Предложена методика идентификации индивидуальных веществ и фазового состава смесей на их основе с помощью эллипсограмм этих веществ и смесей.

2. Выявлены преимущества и недостатки фазового анализа методом эллипсометрии.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Аззам Р., Башара Н. *Эллипсометрия и поляризованный свет*. Москва, «Мир», 1981, 584 с.
2. Сивухин Д. В. *Общий курс физики. Оптика*. Москва, «Наука», Издательство: Физматлит, 1980, с. 14.
3. Соколов А. В. *Оптические свойства металлов*. Москва, «Наука», Издательство: Физматлит, 1961, с. 50—57.
4. Бегунов А. А., Коваль А. А. *Методы и средства аналитических измерений*. С.-Петербург, 2012, с. 132.
5. Lozer R. W., Larson D. T. *A Fortran IV Program for Ellipsometer Measurements of Surface Films, RFT-1392 UC-32 Mathematic and Computer*. 1968, Dow Chemical.
6. Головкин Б. Г., Сальников В. В. *Метод обнаружения скрытых экстремумов в результатах измерений*. Режим доступа: https://www.researchgate.net/publication/296058590_Metod_obnaruzhenia_skrityh_ekstremumov_v_rezultatah_izmerenij. DOI: 10.13140/RG.2.1.2125.8009
7. Пикалова Е. Ю., Сальников В. В., Головкин Б. Г., Панкратов А. А., Береснев С. М. // *Перспективные материалы*, 2010, № 1, с. 76—86.
8. Головкин Б. Г., Сальников В. В. Способ определения эллипсометрических параметров. Патент РФ № 2350928. Заявка № 2007124252. Зарегистрирован 27.03.2009.
9. Abdulkarim G., Rao U. R.K., Kale G. G., Prasad Ram, Nagarajan R. // *J. Mater. Sci*, 1994, vol. 29, № 23, pp. 6335—6339.
10. Головкин Б. Г. // *Журнал аналитической химии*, 2002, т. 57, № 11, с. 1186—1188.
11. Головкин Б. Г. // *Журнал аналитической химии*, 2007, т. 62, № 7, с. 1—7.

IDENTIFICATION OF INDIVIDUAL SUBSTANCES AND PHASE ANALYSIS OF MIXTURES BY ELLIPSOMETRY

©2016 B. G. Golovkin¹, V. V. Salnikov²

¹*Institute of Solid State Chemistry, Ural Branch of Russian Academy of Sciences, Pervomayskaya, 91, 620041 Yekaterinburg, Russia
e-mail: gbg1940@mail.ru*

²*Institute of High-Temperature Electrochemistry, Ural Branch of Russian Academy of Sciences, Akademicheskaya, 20, 620137 Ekaterinburg, Russia*

Received 25.02.2016

Abstract. A method for phase analysis based on the measurement of the polarization states of the incident, reflected and refracted linearly polarized light wave from the surface of the polycrystalline powder is offered. Given the method of mathematical processing of measurement results allows to reveal hidden extremes in these results and present them in the form of the corresponding spectra of pure substances and mixtures — ellipsograms. Comparison of these spectra to each other makes it possible to determine the phase composition of the samples.

The main disadvantage of this method is the dependence of the appearance of the ellipsograms from the pressure on the sample in preparation for analysis.

Keywords: phase analysis, Ellipsometric method, ellipsogramm.

REFERENCES

1. Azzam R. M.A., Baschara N. M. *Ellipsometry and polarized light*. North-Holland Publishing Company, Amsterdam, New York Oxford, 1977, 539 p.
2. Sivukhin D. V. *Obshiy kurs phisiki. Optika*. Moscow, Nauka, Phis. Mat. Lit. Publ., 1980, p. 14.
3. Sokolov A. V. *Opticheskie svoistva metallov*. Moscow, Nauka, Gl. red. phis. mat. lit. Publ., 1961, pp. 50—57.
4. Begunov A. A., Koval A. A. *Metodi i sredstva analiticheskikh izmereni* [Methods and Means of Analytical Measurements]. St. Petersburg Publ., 2012, p. 132.
5. Lozer R. W., Larson D. T. *A Fortran IV Program for Ellipsometer Measurements of Surface Films*, RFT-1392 UC-32 Mathematic and Computer, Dow Chemical., 1968.
6. Golovkin B. G., Salnikov V. A. *Method of Hidden Extrema Detection in the Measurement Results*. Available

at: https://www.researchgate.net/publication/296058590_Metod_obnaruzhenia_skrytyh_ekstremumov_v_rezultatah_izmerenij. DOI: 10.13140/RG.2.1.2125.8009.

7. Pikalova E. Y., Salnikov V. V., Golovkin B. G., Pankratov A. A., Beresnev S. M. *J. Perspektivnie materialy*, 2010, no. 1, pp. 76—86.

8. Golovkin B. G., Salnikov V. A. Patent RF, no. 2350928. Application no. 2007124252. Registration date 27.03.2009.

9. Abdulkarim G., Rao U. R.K., Kale G. G., Prasad Ram, Nagarajan R. *J. Mater. Sci.* 1994, vol. 29, no. 23, pp. 6335—6339. DOI:10.1007/BF00354580

10. Golovkin B. G. *Zhurnal Analiticheskoi Khimii* [J. of Analytical Chemistry], 2002, vol. 57, no. 11, pp. 1186—1188.

11. Golovkin B. G. *Zhurnal Analiticheskoi Khimii* [J. of Analytical Chemistry], 2007, vol. 62, no. 7, pp. 1—7.

Головкин Борис Георгиевич — к. х. н., инженер, Институт химии твёрдого тела Уральского Отделения РАН; тел. +7(343) 3703561, e-mail: gbg1940@mail.ru

Golovkin Boris G. — Cand. Sci. (Chem.), Engineer, Institute of Solid State Chemistry Ural Branch of Russian Academy of Sciences; ph.: +7(343) 3703561, e-mail: gbg1940@mail.ru

Сальников Валентин Васильевич — к. х. н., старший научный сотрудник, Институт высокотемпературной электрохимии Уральского Отделения РАН; тел.: +7(343) 3624189, e-mail: V. Salnikov@ihite.uran.ru

Salnikov Valentin V. — Cand. Sci. (Chem.), Senior Researcher, Institute of High Temperature Electrochemistry, Ural Branch of Russian Academy of Sciences; ph.: +7(343) 3624189, e-mail: V. Salnikov@ihite.uran.ru