

玻璃纤维复合材料孔隙的太赫兹光谱特性研究

徐拓¹, 路星星¹, 沈雁³, 张金波⁴, 常天英^{1,2}, 崔洪亮^{1,2}, 张瑾^{1*}

(1. 吉林大学 仪器科学与电气工程学院, 吉林 长春 130061;

2. 中国科学院深圳先进技术研究院, 广东 深圳 518055;

3. 重庆国际复合材料有限公司, 重庆 400082;

4. 哈尔滨玻璃钢研究院, 黑龙江 哈尔滨 150036)

摘要: 探索太赫兹波和玻璃纤维复合材料孔隙缺陷的相互作用机理, 分析在 0.075 和 0.713 THz 频率点时, 孔隙率和太赫兹特征参数(折射率、消光系数和透射系数)之间的相互作用关系。实验结果表明: 随着孔隙率增加, 玻璃纤维复合材料密度降低, 折射率呈递减趋势。在频率为 0.075 THz 时, 基于瑞利散射理论, 随着孔隙率增加, 消光系数下降, 透射系数上升; 0.713 THz 时, 基于 Mie 散射理论, 随着孔隙率增加, 消光系数上升, 透射系数下降。此外, 孔隙形貌的复杂多变导致孔隙率与太赫兹特征参数之间存在非唯一对应关系, 具有相同孔隙率的不同样本的太赫兹特征参数并不相同。

关键词: 太赫兹时域光谱; 玻璃纤维复合材料; 孔隙率; 孔隙形貌

中图分类号: TH744 文献标识码: A

Study on terahertz spectral properties of pores in glass fiber composites

XU Tuo¹, LU Xing-Xing¹, SHEN Yan³, ZHANG Jin-Bo⁴, CHANG Tian-Ying^{1,2},
CUI Hong-Liang^{1,2}, ZHANG Jin^{1*}

(1. College of Instrumentation & Electrical Engineering, Jilin University, Changchun 130061, China;

2. Shenzhen Institute of Advanced Technology, Chinese Academy of Sciences, Shenzhen 518055, China;

3. Chongqing Polycomp International Corporation, Chongqing 400082, China;

4. Harbin FRP Institute, Harbin 150036, China)

Abstract: The interaction mechanism between terahertz waves and pore defect in glass fiber composites is explored, and the interaction relationship between porosity and terahertz characteristic parameters (refractive index, extinction coefficient and transmission coefficient) is analyzed at 0.075 and 0.713 THz frequency points. The experimental results show that the density and refractive index of glass fiber composites decrease with the increase in porosity. When the frequency is 0.075 THz, the extinction coefficient decreases and the transmission coefficient increases with the increase in porosity based on Rayleigh scattering theory. At 0.713 THz, based on Mie scattering theory, the extinction coefficient increases and the transmission coefficient decreases with the increase in porosity. In addition, the complex and changeable pore morphology results in a non-unique correspondence between porosity and terahertz characteristic parameters. When the different samples have the same porosity, the terahertz characteristic parameters are not the same.

Key words: terahertz time domain spectroscopy, glass fiber composites, porosity, pore morphology

引言

玻璃纤维复合材料具有可设计性强、介电性能好和机械强度高优良性能, 被广泛应用于航天航

空、石油化工和汽车工业等领域^[1-2]。但在玻璃纤维复合材料的生产和服役过程中, 由于各种因素的存在, 不可避免地会出现各种类型的损伤和缺陷, 降

收稿日期: 2022-08-30, 修回日期: 2022-12-24

Received date: 2022-08-30, revised date: 2022-12-24

基金项目: 中国科学院院级重大科研仪器研制项目(ZDKYYQ20220008), 吉林省教育厅科研规划项目(1658557217432)

Foundation items: Supported by the Major Instrumentation Development Program of the Chinese Academy of Sciences (ZDKYYQ20220008), Scientific Research Planning Program of Education Department of Jilin Province (1658557217432)

作者简介(Biography): 徐拓(1997-), 男, 黑龙江鸡东县人, 硕士, 主要从事复合材料太赫兹无损检测研究。E-mail: xutuo5535@163.com

*通讯作者(Corresponding author): E-mail: zhangjin0109@jlu.edu.cn

低材料的承载能力,埋下重大的安全隐患。孔隙是玻璃纤维复合材料最常见的微观缺陷,由于制备工艺自身的原因,完全不含孔隙的玻璃纤维复合材料是不存在的。评价孔隙含量的定量指标是孔隙率,即单位体积内所含孔隙的体积百分数。孔隙的存在会严重影响材料的性能,如层间剪切强度、横向和纵向的拉伸强度和弯曲强度等等^[3-4]。当孔隙率达到一定数值时,材料的强度开始急剧下降进而失效^[5]。因此,孔隙率检测是玻璃纤维复合材料性能保证亟待解决的关键问题之一。

目前比较常用的玻璃纤维复合材料孔隙率检测方法主要分为破坏性检测法和无损检测法。破坏性检测法主要包括:水吸收法^[6]、密度法^[7]和金相显微照相法^[8]等。水吸收法是通过测量树脂、复合材料吸水平衡后的吸水量以及复合材料中的树脂含量来计算孔隙率。密度法需要测量纤维、树脂、复合材料的密度以及纤维、树脂所占的重量百分比进而获取孔隙率。金相显微照相法通过统计复合材料多个截面的面孔隙率来表征体积孔隙率。无损检测法主要包括超声检测法^[9]和X射线检测法^[10]等。二者是通过超声波或X射线与复合材料内部结构的相互作用来获取隐藏的孔隙信息。但以上检测方法都存在着各自的局限性。破坏性检测法评估后玻璃纤维复合材料受到破坏,无法再投入使用;超声检测法在检测过程中需要在玻璃纤维复合材料表面涂抹耦合剂,且分辨率相对较低;X射线法则对人体伤害较大。因此,亟需发展一种新的玻璃纤维复合材料孔隙率无损检测方法。

太赫兹波是频率在0.1~10 THz之间的电磁波,在电磁波谱中位于微波和红外辐射之间,具有高透性、安全性和非接触性等优良特性,已经日益成为一种新型的无损检测手段^[11-12]。近年来,国内外研究学者利用太赫兹光谱和成像技术对玻璃纤维复合材料的宏观缺陷进行了检测,包括分层、脱粘、异物夹杂、纤维断裂和冲击损伤等^[13-14],但对玻璃纤维复合材料微观缺陷—孔隙的检测和定量研究仍然缺乏。

本文利用太赫兹时域光谱技术测量玻璃纤维复合材料的太赫兹特征参数,并通过密度法测量材料中各成分的体积百分比、重量百分比以及密度,进而计算孔隙率,同时借助金相显微照相法观察切割和剖光后的材料截面,并统计孔隙形貌。研究孔隙与太赫兹波的相互作用机理,分析在0.075和

0.713 THz频率点时,孔隙率和太赫兹特征参数(折射率、消光系数和透射系数)之间的相互作用关系,为将来太赫兹技术用于玻璃纤维复合材料孔隙率检测奠定基础。

1 实验方法

1.1 样本制备

实验所用样本是由哈尔滨玻璃钢研究院制作。样本采用湿法预浸料成型工艺加工,通过错层铺放短切的玻璃毡,并控制铺放位置和质量等参数来获取含有不同孔隙率的玻璃纤维复合材料板。考虑到样本检测所使用的太赫兹时域光谱系统的光斑直径约为11 mm,将样本切割成大小为20 mm×20 mm×3 mm的小块,如图1所示。利用太赫兹时域光谱系统对所有样本进行检测后,将样本随机分为两组,其中一组利用密度法进行孔隙率标定,另一组在切割和抛光处理后利用金相显微照相法进行孔隙形貌观察。

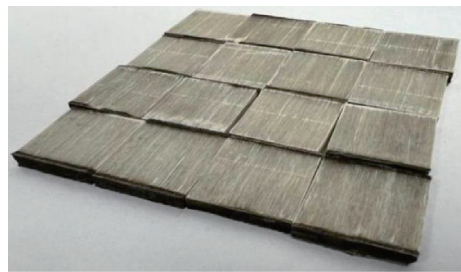


图1 玻璃纤维复合材料样本

Fig. 1 Samples of glass fiber composites

1.2 孔隙率标定及孔隙形貌特征统计

1.2.1 孔隙率标定

采用密度法对玻璃纤维复合材料样本进行孔隙率标定。密度法是传统的玻璃纤维复合材料孔隙率检测方法,属于破坏性检测法^[7]。该方法需要测出树脂和纤维的体积百分比、重量百分比以及密度,进而计算得到孔隙率 P_V 。

$$P_V = 1 - (V_R + V_f) = 1 - \left(\frac{G_R}{P_R} + \frac{G_f}{P_f} \right), \quad (1)$$

其中, V_R 和 V_f 分别为树脂和纤维所占体积百分比, G_R 和 G_f 分别为树脂和纤维所占重量百分比, P_R 和 P_f 分别为树脂和纤维的密度。

1.2.2 孔隙形貌特征统计

本文采用金相显微照相法对玻璃纤维复合材料样本进行孔隙形貌特征统计。金相显微照相法可以观察孔隙的大小、形状和分布,也是一种破坏

性检测法^[8]。在金相显微镜拍照前,需要对样本进行切割和抛光等预处理。本文采用KEYENCE公司生产的VHX-6000型超景深金相显微镜。将经过切割和抛光预处理后的样本置于电动载物台中心位置,设置镜头放大倍数为100倍,并采用对角线方法设置照相边界,随后利用控制台调节显微镜高度,设置上下限,并进行图片拼接。

在获取玻璃纤维复合材料板的金相显微图像后,需要对其进行孔隙分割以便提取孔隙形貌信息。基于金相显微图像孔隙的灰度特性分析,发现孔隙和基体之间的灰度差异较强,因此,选择阈值分割算法来进行孔隙分割。阈值分割算法适用于目标和背景有明显差异的图像,通过选取合适的阈值进行判定^[15]。若图像中某像素点灰度值大于或等于阈值,则其属于目标;否则,其属于背景。在将孔隙分割出来后,可统计孔隙长度、形貌和分布等信息。

1.3 太赫兹时域光谱测量

本文使用美国Advanced Photonix, Inc. (API)公司生产的太赫兹时域光谱探测系统T-Ray 5 000,其透射模式下的系统原理如图2所示。钛蓝宝石激光器产生的飞秒激光脉冲中心波长为1 064 nm,脉宽为80 fs,重复频率为100 MHz,输出功率为20 mW,利用光电导天线来产生和探测太赫兹脉冲。该系统的有效频率带宽为0.05~3.5 THz,快速扫描范围为80 ps,时间分辨率为0.1 ps。为了避免空气中水蒸汽对实验结果的影响,将太赫兹发射器、接收器和被测样本放置于充有氮气的密封罩内,罩内温度为21 ℃,空气湿度为5%左右。

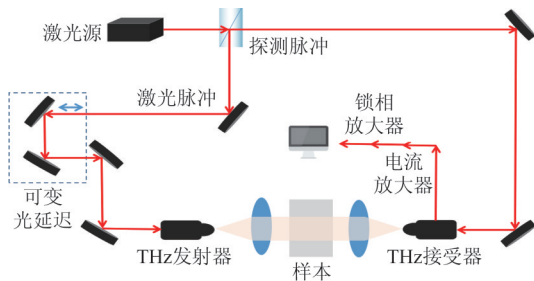


图2 透射模式下太赫兹时域光谱系统原理图

Fig. 2 Schematic diagram of terahertz transmission time domain spectral system

根据Dorney和Duvillaret提出的理论分别计算出样本的透射系数、折射率和消光系数^[16-17]。通过快速傅里叶变换,将透射模式下测得的样本时域信

号 $E_{sample}(t)$ 和参考时域信号 $E_{air}(t)$ 分别转换成频域信号 $E_{sample}(\omega)$ 和 $E_{air}(\omega)$,并利用参考信号将样本信号进行归一化处理,得到透射模式下的传递函数(即透射系数) $T_{sample}(\omega)$,该函数可以表示为复数形式,如公式(2)所示。参考信号为不经过样本、直接在空气中传输的太赫兹波。

$$T_{sample}(\omega) = \frac{E_{sample}(\omega)}{E_{air}(\omega)} = \rho(\omega) \cdot \exp\{-i\phi(\omega)\}, \quad (2)$$

其中振幅分量 $\rho(\omega)$ 为样本信号和参考信号的振幅之比,相位分量 $\phi(\omega)$ 为样本信号和参考信号的相位差。式(2)求得振幅分量 $\rho(\omega)$ 和相位分量 $\phi(\omega)$ 后,样本的折射率 $n_{sample}(\omega)$ 和消光系数 $k_{sample}(\omega)$ 如式(3)和(4)所示。

$$n_{sample}(\omega) = 1 + \frac{\phi(\omega)c}{\omega d}, \quad (3)$$

$$k_{sample}(\omega) = \ln \left\{ \frac{4n_{sample}(\omega)}{\rho(\omega)[n_{sample}(\omega) + 1]^2} \right\} \frac{c}{\omega d}, \quad (4)$$

其中, c 是光在真空中的传播速度, d 是样本厚度。

2 结果与讨论

2.1 样本孔隙率

利用密度法对样本进行孔隙率测试后的结果如表1所示,可以看出,样本的孔隙率呈随机分布,并无明显规律。

表1 密度法测试孔隙率结果

Table 1 The results of porosity measured by density method

编号	孔隙率	编号	孔隙率	编号	孔隙率
P1	6.83%	P10	8.05%	P19	7.80%
P2	7.20%	P11	6.87%	P20	8.39%
P3	6.79%	P12	8.51%	P21	7.33%
P4	6.89%	P13	7.50%	P22	7.29%
P5	7.41%	P14	7.58%	P23	7.99%
P6	7.46%	P15	8.93%	P24	6.86%
P7	6.96%	P16	7.26%	P25	7.35%
P8	7.64%	P17	8.04%	P26	8.52%
P9	8.68%	P18	7.96%		

2.2 样本孔隙形貌

利用阈值分割算法,对样本的金相显微图像进行孔隙分割后的部分结果如图3所示。图3(a)和(c)分别为随机选取的2幅金相显微图像,图3(b)和(d)分别为相对应的孔隙分割后的二值图像,黑色区域为玻璃纤维复合材料基底,白色区域为孔隙。其中,白色长条状区域为孔隙弥散性分布(如图3

(b)中红色长方形标记),孔隙形状呈扁长椭圆形,在其余区域中,面积较小的孔隙大多呈圆形,随着面积增大,孔隙逐渐呈椭圆形或不规则多边形。表2统计了随机选取的8幅金相显微图像中孔隙的最大长度,均小于1 300 μm ,其中孔隙长度是指孔隙沿其长轴方向的尺寸。图4是图3中2幅金相显微图像孔隙长度大于100 μm 的分布直方图,可看出有相当数量的孔隙长度分布在100~1 000 μm 之间。此外,孔隙长度较小时,孔隙数量较多,而随着孔隙长度增大,孔隙数量逐渐减少,二者基本服从参数 $\lambda=1$ 的泊松分布。

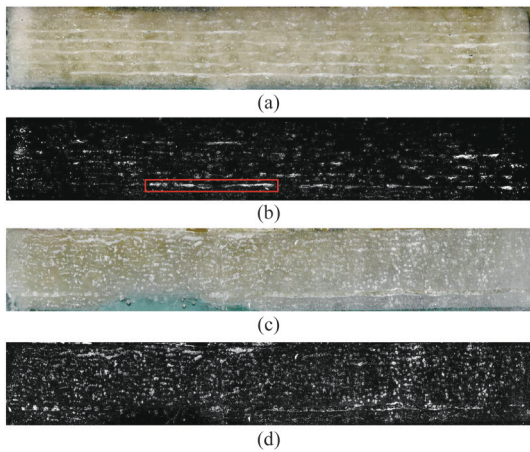


图3 孔隙形貌(a)和(c)分别为金相显微图像,(b)和(d)分别为(a)和(c)相对应的孔隙分割后的二值图像

Fig. 3 Pore morphology: (a) and (c) show the metallographic micrographs, (b) and (d) show the binary images after pore segmentation corresponding to (a) and (c)

表2 孔隙长度

Table 2 The pore length

编号	长度最大值	编号	长度最大值
Q1	1 276 μm	Q5	376 μm
Q2	720 μm	Q6	924 μm
Q3	414 μm	Q7	532 μm
Q4	964 μm	Q8	792 μm

2.3 孔隙与太赫兹波之间的相互作用关系

在利用太赫兹时域光谱系统测试完样本后,进行数据处理得到样本的折射率、透射系数和消光系数等太赫兹特征参数,并与利用密度法标定的样本孔隙率相关联,获取孔隙率与太赫兹特征参数之间的相互作用规律。

基于本文使用的太赫兹透射时域光谱系统,实验样本的太赫兹波功率在0.8 THz左右基本衰减到

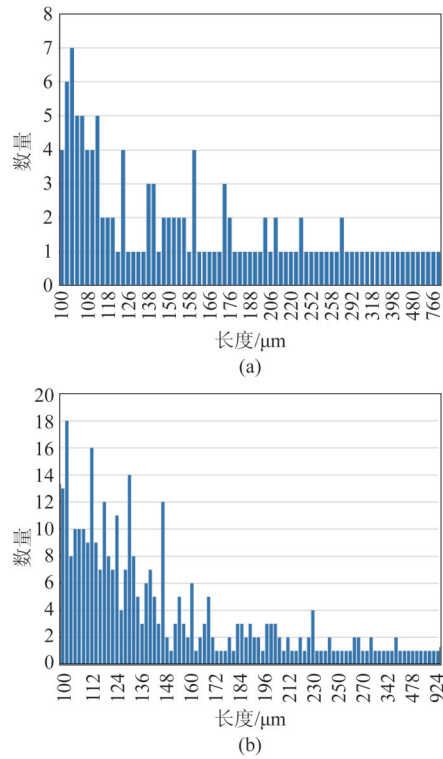


图4 孔隙长度分布直方图(a)对应图3(b),(b)对应图3(d)
Fig. 4 Histograms of pore length distribution (a) and (c) correspond to (b) and (d) in Fig.3 respectively

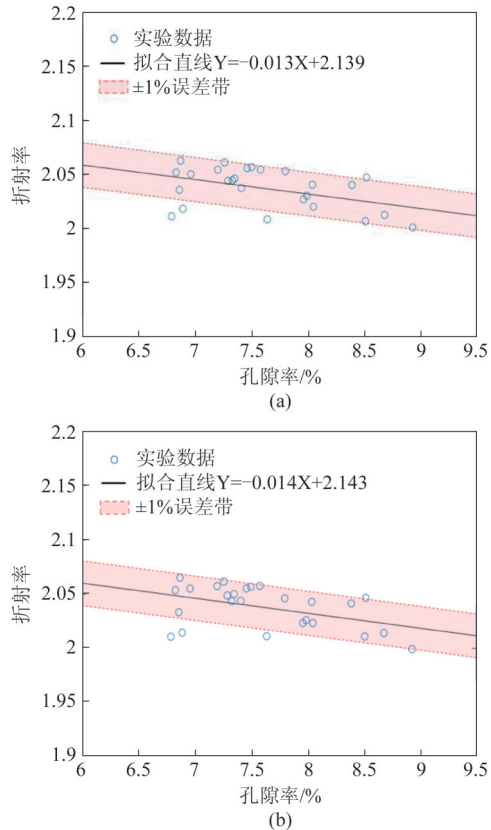


图5 孔隙率与折射率的关系图(a)0.075 THz,(b)0.713 THz
Fig. 5 The relationship between porosity and refractive index

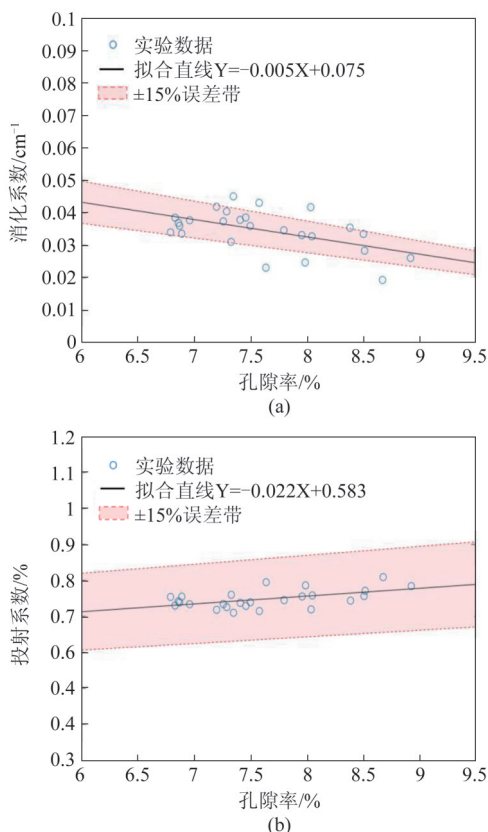


图6 在0.075 THz时(a)孔隙率与消光系数的关系图,(b)孔隙率与透射系数的关系图

Fig. 6 The relationship between porosity and (a) extinction coefficient, (b) transmission coefficient at 0.075 THz

0, 因此, 样本的有效太赫兹频段为0.05~0.8 THz。由于频谱分辨率为12.5 GHz, 因此可获取有效太赫兹频段内共计61个频率点的太赫兹特征参数, 本文选择0.075和0.713 THz两个频率点进行分析说明, 如图5~7所示, 相比其他频率点而言, 这两个频率点数据得出的结论具有普遍性。从图5(a)和(b)可以看出, 在 $\pm 1\%$ 误差带内, 随着孔隙率增大, 0.075和0.713 THz两处的样本折射率都整体呈递减趋势。这主要是因为折射率和样品密度有关, 随着孔隙率增大, 光密度较高介质(玻璃纤维复合材料)中掺杂更多光密度较低介质(空气), 降低样本整体密度, 从而导致折射率下降。

太赫兹波在玻璃纤维复合材料中传播时, 衰减主要来自以下两方面: 一是来自基体的衰减, 主要是树脂造成的吸收衰减; 另一方面源于孔隙引起的散射衰减。当频率为0.075 THz时, 太赫兹波的波长为4 mm。从表3可以看出, 孔隙长度最大值均小于0.075 THz频段太赫兹波波长的三分之一(1333 μm)。由光散射机理可知, 当孔隙直径小于太赫兹

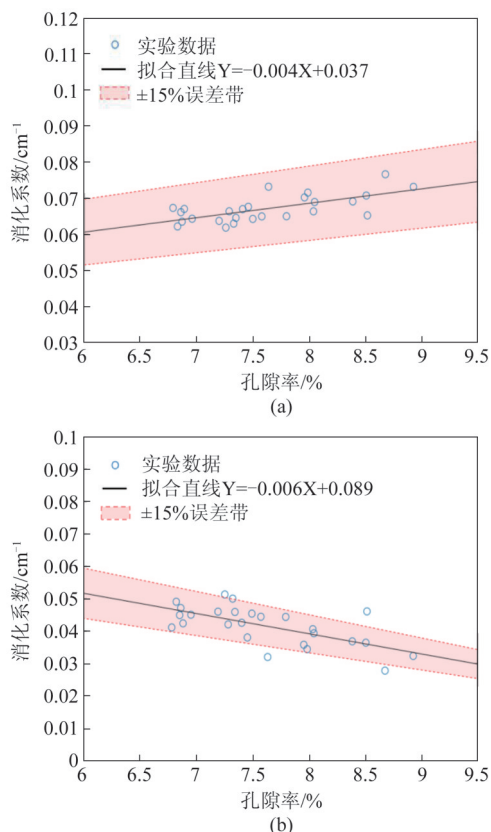


图7 在0.713 THz时(a)孔隙率与消光系数的关系图,(b)孔隙率与透射系数的关系图

Fig. 7 The relationship between porosity and (a) extinction coefficient, (b) transmission coefficient at 0.713 THz

波波长的三分之一时, 孔隙对太赫兹波的散射作用处于瑞利散射机制内^[18]。瑞利散射的光线在光线前进方向和反方向上的程度是相同的, 而在与入射光线垂直的方向上程度最低, 散射截面与入射波长的4次方成反比, 散射截面较小, 散射强度较低。因此, 孔隙对太赫兹波的阻碍作用很小, 被孔隙散射掉的太赫兹波能量可以忽略, 玻璃纤维复合材料对太赫兹波能量衰减的主因是基体的吸收而非孔隙的散射。随着孔隙率增大, 玻璃纤维复合材料的基体减少, 对太赫兹波的吸收也随之减少。因此, 在 $\pm 15\%$ 误差带内, 随着孔隙率增大, 0.075 THz处的样本消光系数整体呈递减趋势, 透射系数整体呈递增趋势, 如图6所示。当频率为0.713 THz时, 太赫兹波的波长为420 μm 。由图4可知, 有相当数量的孔隙长度接近0.713 THz频段的太赫兹波波长。当孔隙直径与太赫兹波波长相近时, 孔隙对太赫兹波的散射作用符合Mie散射机制^[19], Mie散射的光强在各方向是不对称的, 其中大部分入射光线沿着前进方向进行散射, 且随着波长的减小, 散射的前向趋

势愈发增大,散射截面较大,散射作用强烈,玻璃纤维复合材料对太赫兹波能量衰减的主因是散射而非吸收。因此,在 $\pm 15\%$ 误差带内,随着孔隙率增大,0.713 THz处的样本消光系数整体呈递增趋势,透射系数整体呈递减趋势,如图7所示。

此外,从图5~7可以看出,孔隙率十分接近的不同样本,太赫兹特征参数(折射率、消光系数和透射系数)却在一定范围内变化,即孔隙率十分接近的不同样本,太赫兹特征参数有时差异较大。这主要是由于孔隙率十分接近的不同样本,孔隙形貌可能差异较大,而孔隙形貌对太赫兹特征参数同样存在影响,导致具有相同孔隙率的不同样本的太赫兹特征参数不同,孔隙率和太赫兹特征参数之间存在非唯一对应关系。

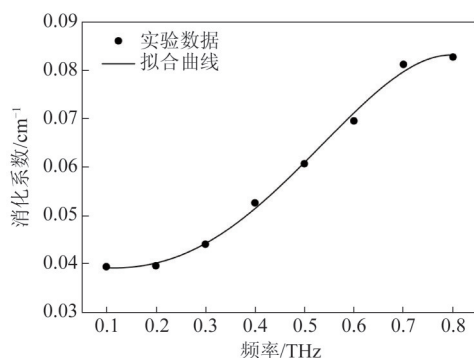


图8 消光系数与频率的关系图

Fig. 8 The relationship between extinction coefficient and frequency

图8是孔隙率为8.68%的样本消光系数随频率的变化关系,频率从0.1 THz增加到0.8 THz时,消光系数从0.04逐渐增大到0.085。这主要是因为随着频率的增大,太赫兹波长变短,孔隙对太赫兹波的散射类型从瑞利散射过渡到Mie散射,散射作用逐渐强烈,即对太赫兹波的衰减逐渐增强,因此消光系数增大。

3 结论

本文联合太赫兹时域光谱技术、密度法和金相显微照相法,探索玻璃纤维复合材料孔隙率和太赫兹特征参数之间的相互作用关系。首先对玻璃纤维复合材料进行太赫兹时域光谱测量以获取太赫兹特征参数。随后使用密度法标定孔隙率,并通过金相显微照相法统计孔隙形貌。最后将太赫兹特征参数和孔隙率相关联,获取孔隙率与太赫兹特征参数之间的规律,并结合孔隙形貌信息进行机理分

析。在0.075 THz时,玻璃纤维复合材料对太赫兹波能量衰减的主因是基体的吸收而非孔隙的散射,在0.713 THz时,玻璃纤维复合材料对太赫兹波能量衰减的主因变成孔隙的散射。因此,0.075和0.713 THz两个频率点的消光系数、透射系数和孔隙率的变化关系相反。折射率主要受材料密度影响,孔隙率增加导致材料密度降低,折射率呈下降趋势。此外,考虑到孔隙形貌影响,太赫兹特征参数和孔隙率呈带状分布关系。本文的研究成果为太赫兹时域光谱技术将来应用于玻璃纤维复合材料孔隙率检测提供了重要参考依据。

References

- [1] Gu X, Yu B, Wu M. Experimental study of the bond performance and mechanical response of GFRP reinforced concrete [J]. *Construction and Building Materials*, 2016, **114**: 407-415.
- [2] Zhang L Y, Qian X M, Zou C, et al. Research progress on glass fiber binder [J]. *New Chemical Materials*, 2021, **49** (10):228-230, 235.
- [3] Hagstrand P, Bonjour F, Manson J. The influence of void content on the structural flexural performance of unidirectional glass fibre reinforced polypropylene composites [J]. *Composites: Part A*, 2005, **36**(5):705-714.
- [4] Mehdikhani M, Gorbatikh L, Verpoest I, et al. Voids in fiber-reinforced polymer composites: A review on their formation, characteristics, and effects on mechanical performance [J]. *Journal of Composite materials*, 2019, **14**(6): 1579-1669.
- [5] Judd N C W, Wright W W. Voids and their effects on the mechanical properties of composites [J]. *Sample Journal*, 1978, **14**(1):10-14.
- [6] Swift H. Determination of the resin content of carbon fibre-resin composites [J]. *Chinese Journal of Health Laboratory Technology*, 1978, **103**(1230):990-993.
- [7] Elkolali M, Nogueira LP, Ronning PO, et al. Void content determination of carbon fiber reinforced polymers: A comparison between destructive and non-destructive methods [J]. *Polymers*, 2022, **14**(6):1212.
- [8] Meng X S, Li W S. Study on porosity measurement technology and distribution law of unidirectional composites [J]. *Hi-Tech Fiber and Application*, (孟祥妹, 李武胜. 单向复合材料孔隙率测试技术与分布规律研究. *高科技纤维与应用*), 2021, **46**(4):52-55.
- [9] Chen Y, Zhou X, Yang C, et al. The ultrasonic evaluation method for the porosity of variable-thickness curved CFRP workpiece: using a numerical wavelet transform [J]. *Non-destructive Testing and Evaluation*, 2014, **29**(3):195-207.
- [10] Madra A, El Hajj N, Benzeggagh M. X-ray microtomography applications for quantitative and qualitative analysis of porosity in woven glass fiber reinforced thermoplastic [J]. *Composites Science and Technology*, 2014, **14**: 50-58.
- [11] Dong J L, Locquet A, Citrin D S. Enhanced terahertz imaging of small forced delamination in woven glass fibre-re-

- inforced compo-sites with wavelet de-noising [J]. *Journal of Infrared, Millimeter, and Terahertz Waves*, 2016, **37**(3):289-301.
- [12] Stoik C, Bohn M, Blackshire J. Nondestructive evaluation of aircraft composites using reflective terahertz time domain spectroscopy [J]. *NDT & E International*, 2010, **43**(2):106-115.
- [13] Kim D-H, Ryu C-H, Park S-H, *et al.* Nondestructive evaluation of hidden damages in glass fiber reinforced plastic by using the terahertz spectroscopy [J]. *International Journal of Precision Engineering and Manufacturing-Green Technology*, 2017, **4**(2):211-219.
- [14] Ospald F, Zouaghi W, Beigang R, *et al.* Aeronautics composite material inspection with a terahertz time-domain spectroscopy system [J]. *Optical engineering*, 2014, **53**(3):031208.1-031208.14.
- [15] Wang Q G, Yang Q X, Jiang Y J, *et al.* Identification of pore structure of waterproof board in underground engineering based on thresholding method [J]. *Railway Standard Design*(王庆国, 杨其新, 蒋雅君, 等。基于阈值分割法的地下工程防水板孔隙结构识别。铁道标准设计), 2016, **60**(5): 6.
- [16] Dorney T D, Baraniuk R G, Mittleman D M. Material parameter estimation with terahertz time-domain spectroscopy [J]. *Journal of the Optical Society of America a-Optics Image Science and Vision*, 2001, **18**(7):1562-1571.
- [17] Duvillaret L, Garet F, Coutaz J L. Highly precise determination of optical constants and sample thickness in terahertz time-domain spectroscopy [J]. *Applied Optics*, 1999, **38**(2):409-415.
- [18] Smith R L. The effect of grain size distribution on the frequency dependence of the ultrasonic attenuation in polycrystalline materials [J]. *Ultrasonics*, 1982, **20**(5): 211-214.
- [19] Lin X, Ye C, Hao Z, *et al.* The numerical simulation and goniometric measurements of cells light scattering based on Mie theory [C]. In: *Applied Optics & Photonics China*, 2015.