

УДК 544.654.2

ЦИФРОВАЯ ОБРАБОТКА ИЗОБРАЖЕНИЙ НАНОРАЗМЕРНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ НА НАНОСТРУКТУРИРОВАННОЙ ПОВЕРХНОСТИ МАТЕРИАЛОВ С ПОМОЩЬЮ ПРОГРАММЫ IMAGEJ

Х.Т. ДИНЬ, Н.В. ЛУШПА, К.В. ЧЕРНЯКОВА, И.А. ВРУБЛЕВСКИЙ

Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники, Республика Беларусь

Поступила в редакцию 22 февраля 2019

Аннотация. В статье представлены методы повышения качества СЭМ-изображений поверхности нанопористого анодного оксида алюминия. Описан алгоритм определения размера пор с использованием программного обеспечения ImageJ. Предлагаемый алгоритм основан на анализе больших массивов данных, взятых с ограниченных площадей поверхности. Представлено распределение диаметра пор в зависимости от их количества. Параметры морфологии поверхности нанопористых пленок анодного оксида алюминия, полученные в настоящей работе, согласуются с литературными данными.

Ключевые слова: нанопористый оксид алюминия, морфология поверхности, микроструктура, СЭМ-изображения, ImageJ.

Abstract. The paper presents methods for improving the quality of SEM images of the surface of nanoporous anodic aluminum oxide. The algorithm of the pore size determination using ImageJ software was described. The proposed algorithm is based on the analysis of large data arrays taken from the limited surface areas. The distribution of pore diameter depending on their quantity is presented. The parameters of surface morphology of nanoporous anodic alumina films obtained in the present study agree with literature data.

Keywords: nanoporous materials, surface morphology, microstructure, SEM-images, ImageJ.

Doklady BGUIR. 2019, Vol. 122, No. 4, pp. 79-84
**Digital processing of images of nano-dimensional elements
on nanostructured material surface using the ImageJ software**
H.T. Dinh, N.V. Lushpa, K.V. Chernyakova, I.A. Vrublevsky

Введение

В настоящее время в мире интенсивно разрабатываются различные методы для получения наноструктур и наноструктурированных материалов и проводятся детальные исследования свойств таких материалов. Это, в первую очередь, обусловлено необходимостью улучшения технических характеристик устройств и приборов электроники, оптики и фотоники за счет применения наноструктурированных материалов с новыми свойствами.

В нанотехнологии при создании новых интеллектуальных датчиков и устройств для изделий опто-, микро- и наноэлектроники в качестве базовых слоев широкое применение находят диэлектрические пленки нанопористого анодного оксида алюминия. Анодный оксид алюминия обладает наноразмерной ячеисто-пористой структурой и характеризуется высокой степенью упорядоченности пор, незначительным разбросом пор по диаметру [1], высокой механической прочностью, а также уникальными диэлектрическими и оптическими свойствами [2, 3]. Важным свойством анодных пленок является возможность контроля в процессе анодирования таких параметров микроструктуры, как диаметр пор и межпористое расстояние. Это позволяет использовать пленки пористого оксида алюминия в качестве

неорганических мембран, матриц для осаждения частиц, двумерных фотонных кристаллов и применять их в газовых сенсорах [4–6].

Современный этап развития компьютерных технологий и автоматизации экспериментов характеризуется большими возможностями для анализа и обработки цифровых изображений. Это открывает новые возможности для оптимизации параметров получения высокоупорядоченных пленок нанопористого анодного оксида алюминия. Результаты исследований наноструктурированных поверхностей с помощью компьютерных технологий могут помочь повысить уровень контроля параметров структуры наноструктурированных материалов и нанопористого анодного оксида алюминия для получения заданных наноразмерных параметров.

Для выбора оптимальных режимов анодирования и получения пористых пленок с заданными свойствами необходимо научиться с высокой точностью определять геометрические параметры пористого оксида алюминия: диаметр пор, межпористое расстояние и толщину стенки ячейки. Однако, как правило, качество СЭМ-снимков не всегда позволяет это сделать. Поэтому целью настоящей работы является разработка методов улучшения качества СЭМ-изображений поверхности нанопористого анодного оксида алюминия и разработка алгоритма в программе ImageJ для определения размеров пор на основе анализа больших массивов экспериментальных данных.

Материалы и методы

Пленки пористого оксида алюминия получали на алюминиевой фольге методом анодирования. В качестве исходного материала использовали Al-фольгу толщиной 80 мкм марки А95 (содержание алюминия 99,95 %). Одностороннее анодирование алюминия проводили в двухэлектродной электрохимической ячейке в 0,3 М водном растворе щавелевой кислоты $(\text{COOH})_2$ в потенциостатическом режиме при напряжении 40 В. В качестве катода использовали платиновую пластину. Процесс анодирования протекал при поддержании постоянной температуры $(20 \pm 1)^\circ\text{C}$ и интенсивном перемешивании электролита. В качестве источника тока использовали потенциостат П5827М. Анодирование продолжалось до достижения анодной пленкой толщины 50,0 мкм. Полученные образцы с пленками пористого оксида алюминия прогревали на воздухе в интервале температур 100–500 °С в муфельной печи в течение 1 ч. Морфологию поверхности пленок пористого оксида алюминия исследовали с помощью сканирующего электронного микроскопа JOEL 840A (SEM).

Результаты и обсуждение

В настоящее время разработано большое количество программных продуктов для анализа изображений, таких как GIMP, ImageJ, Adobe Photoshop и др. Если взять бесплатную программу ImageJ, то она располагает широким набором разнообразных функций и фильтров, которые позволяют сделать практически любое СЭМ-изображение пригодным для автоматизированного анализа. На рис. 1 показан процесс превращения исходного СЭМ-изображения в подходящую для анализа картинку.

Для численного анализа геометрических параметров структуры пористых материалов необходимо провести ряд операций, чтобы отделить полезную информацию (сами поры) от остальных второстепенных данных (дефекты, примеси, частицы пыли). Одним из путей для определения размеров пор является проведение операций вручную, что обеспечивает высокую точность результатов. Однако при этом способе затрачивается огромное количество времени и имеется ограничение на массивы обрабатываемой информации.

Для отделения пор и последующего их анализа в программе ImageJ использовались следующие механизмы:

1. Перевод изображения в 8 бит (только черные и белые тона) для упрощения последующего анализа (рис. 1, *a*).
2. Наложение «Vandpass» фильтра для уточнения границы пор (рис. 2, *b*).

3. Отделение пор от фона (поверхность Al) с помощью функции «Threshold» (рис. 2, *c*).
4. Удаление дефектов структуры, затрудняющих проведение анализа, с помощью функции «Despeckle» (рис. 2, *d*).
5. Определение площади выделенных участков.

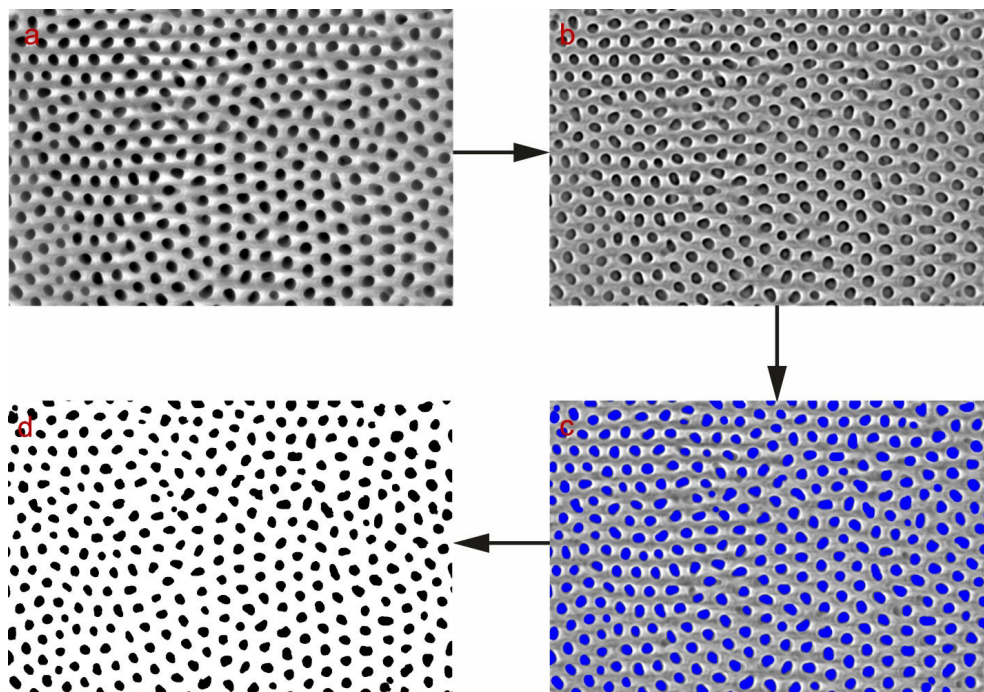


Рис. 1. Схематическое изображение отделения пор от фона с использованием программы ImageJ: *a* – перевод изображения в 8 бит; *b* – наложение «Bandpass» фильтра; (*c*) отделение пор от фона; *d* – удаление дефектов структуры с помощью функции «Despeckle»

Как показано на рис. 2, перевод изображения в 8 бит существенно облегчает процесс определения границ пор, так как работа происходит только с 2 цветами – черным и белым.

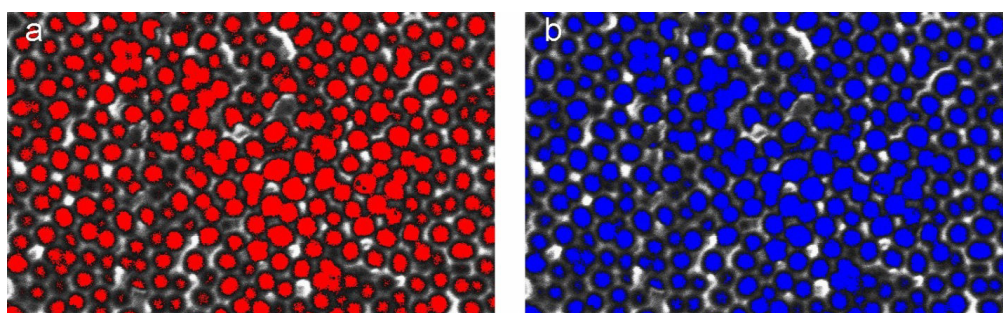


Рис. 2. Сравнение анализа исходного (*a*) изображения и изображения, переведенного в 8 бит (*b*)

Как видно из рис. 2, изображения *a* и *b* являются зернистыми и практически не отличаются друг от друга. Однако изображение *b* было получено без вмешательства человека, а для получения изображения *a* было необходимо вручную регулировать 3 параметра. Оба этих изображения непригодны для дальнейшего анализа. Чтобы решить эту проблему были использованы фильтры. Различные фильтры позволяют обрабатывать как затемненные, так и засветленные снимки и изображения с малой контрастностью. В данном случае «bandpass» фильтр сглаживает границы пикселей, что позволяет избавиться от зернистости изображения (рис. 3). Под каждый СЭМ-снимок можно подобрать конкретный фильтр, который можно выбрать из набора, имеющегося в программе ImageJ.

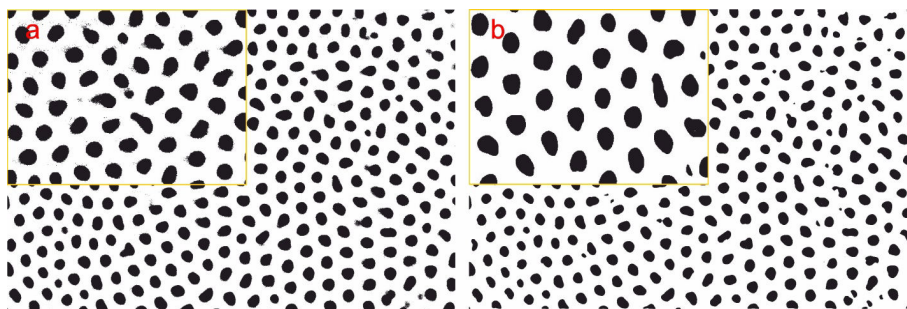


Рис. 3. Сравнение анализа исходного (а) изображения и изображения с наложенным фильтром (b)

Как видно из рис. 3, при применении фильтра зернистость изображения уходит, однако появляются небольшие дефекты (выделяются не поры). Чем лучше были подобраны фильтры на предыдущем этапе, тем лучше на последующих этапах программа автоматически выделяет поры. Однако в случае неточностей можно воспользоваться опцией корректировки пороговых значений цвета вручную. Поверхность наноструктурированной пленки может содержать разного рода дефекты, например, микротрещины, шероховатость поверхности, неразвившиеся поры и т. д. Обычно они имеют небольшой размер, однако наличие их может существенно повлиять на статистику. Для таких случаев в программе ImageJ предусмотрена функция «despeckle» (рис. 4).

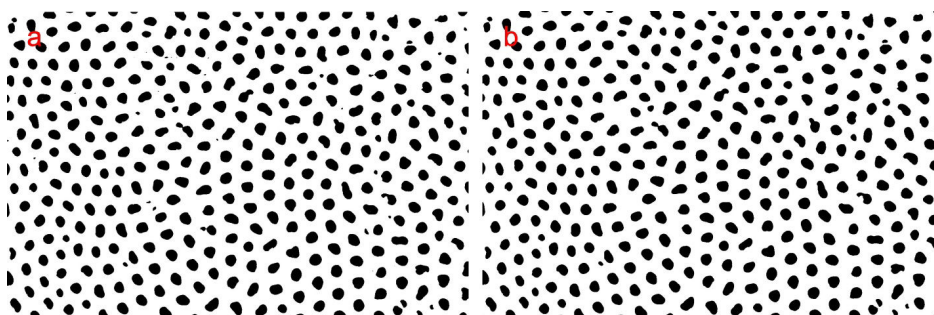


Рис. 4. Использование функции «despeckle» для удаления дефектов с изображения: а – исходное изображение; b – изображение после использования функции «despeckle»

В результате использования функции «despeckle» дефекты, полученные после наложения фильтра, уходят. В то же время эту функцию нужно использовать осторожно, так как могут нарушиться естественные размеры пор (т. е. программа уменьшит размер всех пор на изображении на незначительную величину). Конечным этапом обработки СЭМ-изображения является анализ размеров выделенных пор (рис. 5).

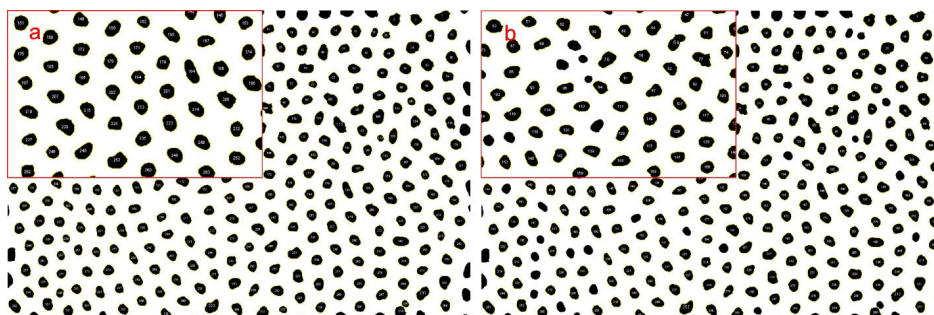


Рис. 5. Изображение структуры после анализа без использования настроек отбора (а) и с их применением (b)

Программа ImageJ делает это автоматически с занесением результатов в таблицу Excel. Также на этом этапе можно выбрать минимальный и максимальный размер структур, которые будут учитываться в подсчетах, а также их округлость, что, в свою очередь, может заменить

использование функции «despeckle». Как видно из рис. 5, *b*, не все поры были учтены при анализе. Это очень удобно, когда нужно заранее исключить из расчета дефекты или поры определенного размера.

Конечным результатом подобных исследований является статистический анализ полученных результатов с последующим построением графиков зависимостей для визуализации процесса анализа (рис. 6). Определенные с помощью цифровой обработки в программе ImageJ параметры нанопористой микроструктуры анодных пленок хорошо согласуются с данными в литературе [2].

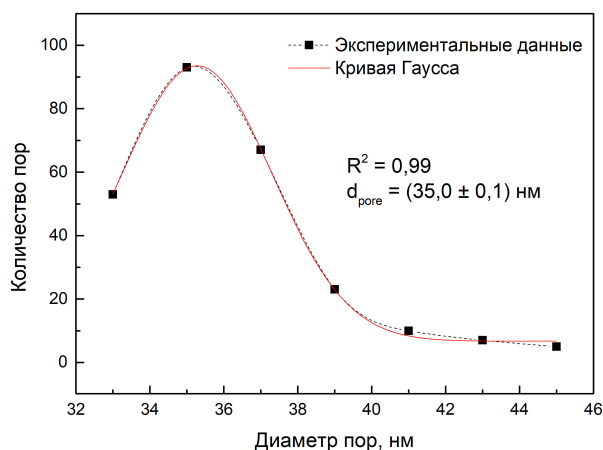


Рис. 6. График распределения пор по диаметрам для поверхности пленки пористого анодного оксида алюминия: электролит – 0,3 М водный раствор щавелевой кислоты, напряжение анодирования – 40 В

Заключение

В работе были предложены методы улучшения качества СЭМ-изображений поверхности нанопористого анодного оксида алюминия в программе ImageJ. Представлен алгоритм для определения размеров наноразмерных пор с наименьшей погрешностью. Полученные параметры нанопористой структуры анодных пленок хорошо согласуются с данными в литературе. На основании проведенных исследований можно заключить, что программа ImageJ обладает всеми необходимыми возможностями для определения геометрических параметров структуры нанопористых материалов. В перспективе, для исследования поверхности нанопористых материалов планируется полностью автоматизировать процесс определения диаметра пор и межпористого расстояния.

Работа выполнена при поддержке белорусско-сербского проекта № Ф18СРБГ-003.

Список литературы

1. Морфологический анализ нанопористой структуры пленок анодного оксида алюминия с помощью цифровой обработки СЭМ изображений / Н.В. Лушпа [и др.] // Материалы докл. Междунар. науч.-техн. конф. «Современные электрохимические технологии и оборудование». Минск, 2017. С. 126–129.
2. Lee W., Park S.-J. Porous anodic alumina oxide: anodization and template synthesis of functional nanostructures // Chem. Rev. 2014. Vol. 114. P. 7487–7556.
3. Оптические свойства поликристаллического анодного оксида алюминия в ИК области спектра / Е.Н. Муратова [и др.] // Материалы учеб.-практ. конф. с междунар. участием для студентов, аспирантов и молодых ученых «Наука настоящего и будущего». Санкт-Петербург, 22 марта 2018 г. С. 593–595.
4. Формирование мембран анодного оксида алюминия с нанопористой структурой для биофильтрации в медицине / И.А. Врублевский [и др.] // Сб. науч. ст. IX Междунар. науч.-техн. конф. «Медэлектроника-2015. Средства медицинской электроники и новые медицинские технологии». Минск, 2015. С. 261–263.
5. Тепловые режимы работы микронагревателя датчика скорости потока на алюминии с изолирующим слоем из нанопористого оксида алюминия / И.А. Врублевский [и др.] // Материалы 27-й Междунар.

Крымской конф. «СВЧ-техника и телекоммуникационные технологии» (КрыМиКо'2017). Севастополь, 10–16 сентября 2017 г. С. 1014–1017.

6. Самигуллин Р.Ш., Шиманова В. В. Формирование мембран на основе пористого оксида алюминия и основные области их применения // Молодой ученый. 2014. № 7. С. 10–14.

References

1. Morfoloģicheskiy analiz nanoporistoj struktury plenok anodnogo oksida aljuminija s pomoshh'ju cifrovoj obrabotki SJeM izobrazhenij / N.V. Lushpa [i dr.] // Materialy dokl. Mezhdunar. nauch.-tehn. konf. «Sovremennye jelektrohimičeskie tehnologii i oborudovanie». Minsk, 2017. S. 126–129. (in Russ.)
2. Lee W., Park S.-J. Porous anodic alumina oxide: anodization and template synthesis of functional nanostructures // Chem. Rev. 2014. Vol. 114. P. 7487–7556.
3. Optičeskie svojstva polikristallicheskogo anodnogo oksida aljuminija v IK oblasti spektra / E.N. Muratova [i dr.] // Materialy ucheb.-prakt. konf. s mezhdunar. uchastiem dlja studentov, aspirantov i molodyh učenyh «Nauka nastojashhego i budushhego». Sankt-Peterburg, 22 marta 2018 g. S. 593–595. (in Russ.)
4. Formirovanie membran anodnogo oksida aljuminija s nanoporistoj strukturoj dlja biofiltracii v medicine / I.A. Vrublevskij [i dr.] // Sb. nauch. st. IX Mezhdunar. nauch.-tehn. konf. «Medjelektronika-2015. Sredstva medicinskoj jelektroniki i novye medicinskie tehnologii». Minsk, 2015. S. 261–263. (in Russ.)
5. Teplovyje rezhimy raboty mikronagrevatelja datchika skorosti potoka na aljuminii s izolirujushhim sloem iz nanoporistogo oksida aljuminija / I.A. Vrublevskij [i dr.] // Materialy 27-j Mezhdunar. Krymskoj konf. «SVCh-tehnika i telekommunikacionnye tehnologii» (KryMiKo'2017). Sevastopol', 10–16 sentjabrja 2017 g. S. 1014–1017. (in Russ.)
6. Samigullin R.Sh., Shimanova V. V. Formirovanie membran na osnove poristogo oksida aljuminija i osnovnye oblasti ih primeneniya // Molodoy učenyy. 2014. № 7. S. 10–14. (in Russ.)

Сведения об авторах

Динь Х.Т., аспирант кафедры защиты информации Белорусского государственного университета информатики и радиоэлектроники.

Лушпа Н.В., магистрант кафедры микро- и нанoeлектроники Белорусского государственного университета информатики и радиоэлектроники.

Чернякова К.В., к.ф.-м.н., доцент, ведущий научный сотрудник Центра 9.1 Белорусского государственного университета информатики и радиоэлектроники.

Врублевский И.А., доцент, к.т.н., заведующий НИЛ 5.3 Белорусского государственного университета информатики и радиоэлектроники.

Адрес для корреспонденции

220013, Республика Беларусь,
г. Минск, ул. П. Бровки, 6
Белорусский государственный университет
информатики и радиоэлектроники
тел. +37529-349-07-00;
e-mail: nikita.95_@mail.ru
Лушпа Никита Васильевич

Information about the authors

Dinh H.T., PG student of security information department of Belarusian state university of informatics and radioelectronics.

Lushpa N.V., master student of micro- and nanoelectronics department of Belarusian state university of informatics and radioelectronics.

Chernyakova K.V., PhD, associate professor, leading researcher of Center 9.1 of R&D department of Belarusian state university of informatics and radioelectronics.

Vrublevsky I.A., PhD, associate professor, head of SRL 5.3 of R&D department of Belarusian state university of informatics and radioelectronics.

Address for correspondence

220013, Republic of Belarus,
Minsk. P. Brovki st., 6
Belarusian state university
of informatics and radioelectronics
tel. +375-29-349-07-00;
e-mail: nikita.95_@mail.ru
Lushpa Nikita Vasil'evich