

УДК 539.24

ЦИФРОВАЯ ОБРАБОТКА И АНАЛИЗ 2D ИЗОБРАЖЕНИЙ ПЛЕНОК НАНОТРУБЧАТОГО ОКСИДА ТИТАНА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ IMAGEJ

К.В. ЧЕРНЯКОВА, И.А. ВРУБЛЕВСКИЙ, М.Ф.С.Х. АЛЬ-КАМАЛИ

*Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники
П. Бровки, 6, Минск, 220013, Беларусь*

Поступила в редакцию 30 октября 2015

Представлен цифровой способ обработки изображения для анализа микроструктуры пленок нанотрубчатого оксида титана по данным 2D изображений сканирующей электронной микроскопии с использованием программы ImageJ. Полученные результаты показывают, что разработанный метод может быть использован в качестве инструмента для оценки микроструктуры нанопористых пленок оксида титана.

Ключевые слова: 2D СЭМ изображения, ImageJ, цифровая обработка изображения, нанопористые пленки, оксид титана.

Введение

Изучение морфологических и структурных характеристик нанопористых материалов является одной из трудных и важных задач современного материаловедения. Это связано с тем, что создание и разработка новых материалов с улучшенными характеристиками, имеющих массивы высокоупорядоченных наноразмерных пор, невозможны без определения размеров пор и плотности их распределения. В данной работе для анализа морфологии поверхности выбраны пленки нанотрубчатого оксида титана. Такие пленки вызывают большой интерес благодаря своей уникальной самоорганизованной нанопористой структуре, а также потенциальной возможности управления ее размерными параметрами, что обеспечивает возможность широкого применения в конструкциях газовых сенсоров, солнечных элементов, фотокаталитических и биосовместимых покрытиях [1, 2]. При анализе изображений фотографии объекта исследования с нанопористой микроструктурой должны решаться следующие задачи: сегментация, фильтрование недостатков и выделение объектов из фона, определение пределов объектов и распознавание образов [3]. Для успешного проведения анализа основным является вопрос надежности сегментации изображения. На сегодняшний день существует много различных прикладных программ для анализа изображений. С учетом функциональных возможностей среди многообразия программного обеспечения для анализа изображений наиболее успешными являются следующие прикладные программы – «Photom», «Optimas», «Видиотест», «Image Expert Pro», «ImageJ», «Avizo», «Smart-eye». В своих исследованиях авторы использовали программу «ImageJ». В арсенале данной программы есть все необходимые алгоритмы для обработки технических изображений: высокочастотного и низкочастотного фильтрования, выделение пределов изображений, арифметических и логических операций, коррекции яркость/контраст [4-6].

Целью работы было использование алгоритмов анализа 2D изображений для определения геометрических параметров пленок нанотрубчатого TiO_2 с наноразмерными порами. Решение таких задач, включающих анализ и обработку изображений, проводилось при помощи программного продукта ImageJ, алгоритмы работы которого позволяли анализировать характеристики сотовой структуры пористых пленок по данным сканирующей электронной микроскопии (СЭМ).

Экспериментальная часть

Для экспериментов использовали титановую фольгу 99,7 % чистоты и толщиной 0,127 мкм (Aldrich). Из фольги вырезали образцы размерами 12×12 мм и обезжировали поверхность титана в ультразвуковой ванне в растворах ацетона, этанола и воды в течение 6 мин в каждом растворе. Затем подготовленные образцы погружали в раствор и анодировали в потенциостатическом режиме при 50 В в течение 0,5-2 ч. В качестве электролита для получения пленок нанотрубчатого оксида титана использовался следующий состав: 93 масс.% этиленгликоля, 0,3 масс.% фторида-аммония, 2 масс.% воды.

С помощью процесса электрохимического окисления металлического титана формировались высокоупорядоченные пористые анодные пленки TiO₂. Структура пористых пленок представляла собой плотно упакованные массивы нанотрубок оксида титана, ориентированных перпендикулярно металлической подложке. Сформированные пленки характеризовались узким распределением пор по размерам. Морфологию полученных образцов изучали с помощью СЭМ на микроскопе Zeiss DSM 982. Напряжение на ускоряющем электроде варьировали от 10 до 20 кВ. На рис. 1 представлена микрофотография пленок нанотрубчатого TiO₂, полученных анодированием в электролите на основе этиленгликоля с добавками фторид-ионов.

Для обработки и получения характеристик нанопористой структуры пленок использовалась следующая последовательность алгоритмов в программе «ImageJ»:

- 1) фильтрование изображения с целью исключения случайного шума;
- 2) предыдущая сегментация, которая направлена на выделение однородных областей;
- 3) коррекция объекта с целью определения порога яркостей;
- 4) окончательная сегментация с использованием определенного фонового значения, что позволяет полностью определить объекты;
- 5) анализ выделенных объектов с целью определения их параметров.

На рис. 1 показана блок-схема процесса цифровой обработки изображения в программе ImageJ.

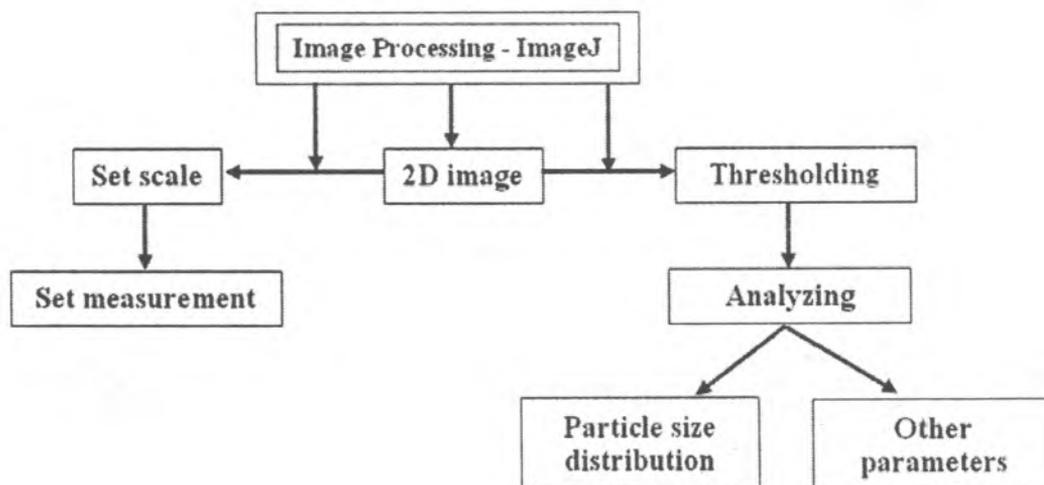


Рис. 1. Схема процесса цифровой обработки 2D изображения в программе ImageJ

В ImageJ можно вычислять площади, статистические показатели пиксельных значений различных выделенных областей интереса на изображениях, которые выделены вручную или при помощи пороговых функций. Программа ImageJ поддерживает стандартные функции обработки изображений, такие как логические и арифметические операции между изображениями, манипуляции с контрастностью, свертки, Фурье-анализ, повышение резкости, сглаживание, обнаружение границ и медианный фильтр. Программа позволяет производить различные геометрические преобразования, масштабирование, поворот или отражение. Конечными задачами анализа изображений являлись статистическая обработка результатов, полученных при измерении характеристик объекта с нанопористой структурой, определение средних значений диаметров пор, а также построение графических зависимостей для визуализации процесса анализа.

Результаты и их обсуждение

Полученные образцы с пленками нанотрубчатого TiO_2 характеризовались самоорганизованной пористой структурой (рис. 2). Для оценки геометрических параметров пленок нанотрубчатого TiO_2 до и после обработки для осаждения наночастиц оксидов металлов из раствора была выбрана методика, основанная на анализе морфологии поверхности по данным сканирующей электронной микроскопии с помощью цифровых методов обработки изображений (программа ImageJ).

На рис. 2, 3 представлены примеры начальных (рис. 2, *a, б*) и конечных (рис. 3) результатов работы программы по обработке СЭМ изображений для пленок нанотрубчатого TiO_2 , отожженных на воздухе при 500 °С в течение 2 ч.

Работа с использованием программы ImageJ включала в себя несколько этапов. В начале для получения информации о размере пор необходимо провести калибровку области изображения. В меню настройки (Settings) выбирается функция Calibrate Spatial Measurements и проводится линия заданной длины. В качестве такой линии выбирается маркер, обычно находящийся в правом нижнем углу микрофотографии. В появляющемся диалоговом окне выбирается нужная размерность и задается длина линии. После того как проведена калибровка изображения, переходят непосредственно к операциям для измерения размеров пор.

На первом этапе оттенки серого цвета, присутствующие в СЭМ изображении, импортировались в ImageJ (рис. 2, *a* и 4, *a*). Затем задавались размеры анализируемой области, проводили обрезание до выбранного размера и остальное изображение преобразовывали в настоящее черно-белое изображение (рис. 2, *б* и 4, *б*). На втором этапе, перед преобразованием, в программе ImageJ выбирали значение порогового серого, выше которого связанные пиксели преобразовывались в черный цвет, в свою очередь ниже которого пиксели преобразовывались в чисто белый цвет.

Для проведения анализа лучше всего подходило СЭМ изображение, где имелся значительный контраст в оттенках серого между круглыми порами. На третьем этапе, с помощью установок программы автоматически удалялись мелкие темные объекты и, таким образом, проводилась очистка изображения. В конце цикла программа выдавала данные для построения гистограммы распределения пор определенного диаметра на анализируемой поверхности (рис. 3 и 5).

Как видно из результатов, представленных на рис. 3, пленки нанотрубчатого TiO_2 имели размер пор 50,3 нм. Полученный результат хорошо согласуется с данными в литературе для размеров пор пленок нанотрубчатого TiO_2 , формируемых в электролите на основе этиленгликоля с добавками фторид-ионов. Результаты обработки экспериментальных данных показали, что размер пор пленок нанотрубчатого TiO_2 увеличивался с увеличением приложенного напряжения анодирования.

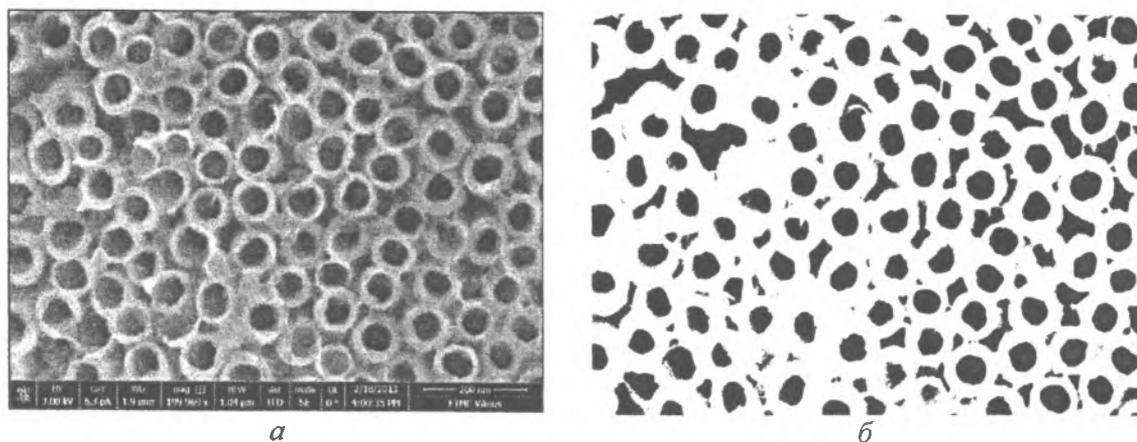


Рис. 2. СЭМ изображение поверхности пленок нанотрубчатого TiO_2 (*a*) и ее окончательный вид (*б*) для идентификации пор после преобразования в черно-белую графику с помощью компьютерной программы ImageJ. Режимы получения пленок: напряжение анодирования 50 В, продолжительность анодирования – 40 мин; отжиг на воздухе при 500 °С в течение 2 ч

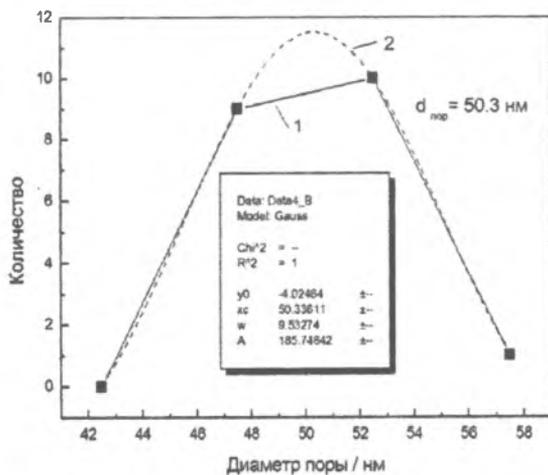


Рис. 3. Распределение пор по диаметру (1) и подгоночная кривая Гаусса (2), полученные по результатам обработки СЭМ изображения пленок нанотрубчатого TiO_2 (рис. 2,а) с помощью компьютерной программы ImageJ

На рис. 4-5 представлены примеры начальных (рис. 4,а,б) и конечных (рис. 5) результатов работы программы по обработке СЭМ изображений для образца с пленками нанотрубчатого TiO_2 , обработанного переменным током для осаждения наночастиц оксидов металлов из раствора в поры.

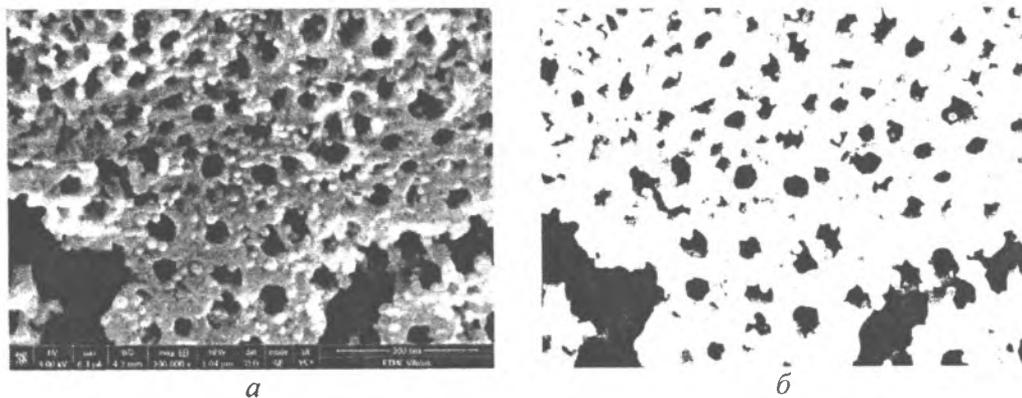


Рис. 4. СЭМ изображение поверхности пленок нанотрубчатого TiO_2 после обработки переменным током для осаждения наночастиц оксидов металла из раствора в поры (а) и ее окончательный вид (б) для идентификации пор после преобразования в черно-белую графику с помощью компьютерной программы ImageJ. Режимы обработки пленок: раствор, содержащий $0,1 \text{ Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2$, $0,1 \text{ mol L}^{-1} \text{ Mg}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ и CH_3COOH с pH 5,3; переменный ток плотностью $0,5 \text{ A dm}^{-2}$ в течение 10 мин

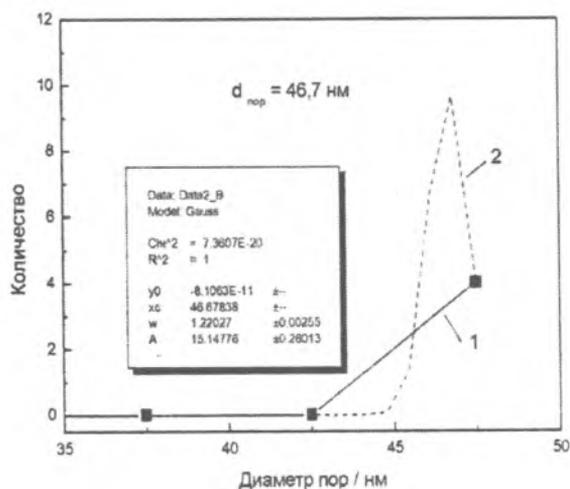


Рис. 5. Распределение пор по диаметру (1) и подгоночная кривая Гаусса (2), полученные по результатам обработки СЭМ изображения пленок нанотрубчатого TiO_2 (рис. 4,а) с помощью компьютерной программы ImageJ

Как видно из результатов, представленных на рис. 5, образцы с нанотрубчатыми пленками TiO_2 после электрохимической обработки на переменном токе имели размер пор 46,7 нм. Уменьшение размера пор на 3,6 нм (с 50,3 до 46,7 нм) по сравнению с исходными пленками связано с осаждением наночастиц оксидов металлов на стенки пор пленок TiO_2 в процессе электрохимической обработки. Таким образом, алгоритмы работы программы ImageJ по анализу изображений позволили зафиксировать столь незначительное уменьшение размеров диаметра пор (несколько нм) для нанотрубчатых пленок TiO_2 , вызванное их электрохимической обработкой.

Заключение

Показано, что микроскопические методы анализа морфологии поверхности являются достаточно простыми и очень информативными методами изучения структуры нанотрубчатых пленок TiO_2 . Проведенное изучение позволило сделать вывод, что программа ImageJ для анализа микроизображений является подходящим инструментом для количественного определения параметров микроструктуры пленок TiO_2 с наноразмерными порами. Она поддерживает стандартные функции обработки изображений, такие, как логические и арифметические операции между изображениями, манипуляции с контрастностью, свертки, Фурье-анализ, повышение резкости, сглаживание, обнаружение границ и медианный фильтр. Результаты измерений в программе ImageJ позволяют рассчитать средний диаметр пор нанотрубчатых пленок TiO_2 , а также стандартное отклонение. Построение графических зависимостей для визуализации процесса анализа реализуется в виде гистограмм или кривых численного распределения диаметра пор по размерам с использованием математического пакета Origin компании OriginLab Corporation.

DIGITAL PROCESSING AND ANALYSIS OF 2D IMAGES OF NANOTUBE TITANIUM OXIDE BY IMAGEJ

K.V. CHERNYAKOVA, I.A. VRUBLEVSKY, M.F.S.H. AL-KAMALI

Abstract

A digital image processing method for the analysis of structure of nanotube titanium oxide films from 2D SEM images using ImageJ program was presented. The results obtained show that the developed method can be used as a practical tool to estimate the structure of nanoporous titanium oxide films.

Список литературы

1. Морозов А.Н., Михайличенко А.И. // Химическая промышленность сегодня. 2013. №5. С. 74-78.
2. Lazarouk S., Xie Z., Chigrinov V. et al. // Japanese Journal of Applied Physics. 2007. Vol. 46. №7A. P. 4390-4394.
3. Serra J. Image Analysis and Mathematical Morphology. London, 1992.
4. Bodla K.K., Murthy J.Y., Garimella S.V. // Numerical Heat Transfer. 2010. Part A. №58(7). P. 527.
5. Feldkamp L.A., Davis L.C., Kress J.W. // J. Microsc. 1997. Vol. 185. P. 67-75.
6. Whitehouse D. Handbook of Surface Metrology. Bristol and Philadelphia, 1994.