

Н.В. Лушпа, магистрант; Динь Хыу Тай, асп.;
К.В. Чернякова, канд. физ.-мат. наук., доц.;
И.А. Врублевский, канд. техн. наук, доц.
(БГУИР, г. Минск)

МОРФОЛОГИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ НАНОПОРИСТОЙ СТРУКТУРЫ ПЛЕНОК АНОДНОГО ОКСИДА АЛЮМИНИЯ С ПОМОЩЬЮ ЦИФРОВОЙ ОБРАБОТКИ СЭМ ИЗОБРАЖЕНИЙ

Современный этап развития науки характеризуется стремительным развитием и применением нанотехнологий и наноэлектроники. Благодаря своим уникальным свойствам наноматериалы находят широкое применение для изготовления устройств и приборов в оптоэлектронике, фотонике, микро и наноэлектронике, датчиков и различных функциональных устройств. Одной из важных операций при получении наноматериалов в нанотехнологиях является контроль размеров и формы наноструктур. Это связано с тем, что свойства и параметры наноматериалов сильно зависят от их геометрических размеров.

Изучение свойств пористого анодного оксида алюминия (АОА) вызывает большой интерес из-за его уникальных свойств, в первую очередь, таким как высокоупорядоченная пористая структура, наноразмерные поры и возможность управления структурными параметрами на этапе их формирования [1, 2]. Высокая механическая твердость, термическая и химическая стойкость позволяют использовать анодный оксид алюминия для химического и биохимического разделения (фильтрации), а также для синтеза различных наноматериалов, таких как наноточки, нанопроволоки, нанотрубки. Для расширения областей применения анодного оксида алюминия и повышения воспроизводимости параметров его структуры необходимо знание закономерностей формирования наноразмерных структур для различных режимов анодирования алюминия. Как известно, основные свойства анодного оксида алюминия зависят от диаметра пор, поэтому возникает необходимость точного регулирования их геометрических размеров в процессе его получения. В связи с этим, важным является использование статистических методов анализа для обработки больших массивов наноразмерных пор и разработки методики и алгоритма с целью изучения особенностей морфологии и структуры нанопористых материалов.

Тонкие пленки алюминия толщиной 100 нм осаждали на кремниевые подложки с тонкой пленкой диоксида кремния (пластины SiO₂/Si) с помощью термического испарения в вакууме. Затем вырезали квадратные образцы площадью 4 см² погружали в раствор и анодировали в потенциостатическом режиме при 20 В в водных растворах 0.3 М щавелевой кислоты. Процесс проводили в двухэлектродной фторопластовой ячейке при постоянной температуре (20 ± 0.1) °С. В качестве катода использовали платиновую сетку. Электролит интенсивно перемешивали с помощью механической мешалки. Поверхность пленок нанопористого оксида алюминия изучали с помощью сканирующего электронного микроскопа DSM 982 (Zeiss).

Для цифровой обработки СЭМ изображений нанопористой поверхности анодных пленок оксида алюминия была использована программа ImageJ. Такая программа включает в себя все необходимые функции для цифровой обработки изображений: коррекция яркости и контрастности, выделение пределов изображения, высокочастотное и низкочастотное фильтрование и т. д.

Использовался следующий алгоритм в программе ImageJ для обработки и анализа характеристик нанопористой структуры анодного оксида алюминия:

- 1) Перевод изображения в 8 бит для улучшения контрастности и упрощения последующего анализа;
- 2) Фильтрация изображения для исключения случайного шума (который образуют небольшие пористые структуры и ненужные связи пор);
- 3) Предварительная сегментация для выделения однородных областей;
- 4) Нахождение порогового значения для сегментации изображения (разделения на передний план и фон). Сегментация изображения на основе этого порогового значения, позволяющая полностью определить объект;
- 5) Анализ выделенных объектов.

Программа ImageJ позволяет вычислить площади и статистические показатели пиксельных значений различных выделенных вручную или при помощи пороговых функций областей на изображениях. Эта программа поддерживает стандартные функции обработки изображений, такие как логические и арифметические операции между изображениями, манипуляции с контрастностью, свертки, Фурье-анализ, повышение резкости, сглаживание, обнаружение границ. Программа позволяет также производить различные геометрические преобразования, масштабирование, поворот и отражение. Конечной зада-

чей анализа изображений является статистическая обработка результатов, полученных при измерении характеристик объекта с пористой структурой, определение средних значений диаметров пор, а так же построение графиков для визуализации процесса анализа.

Распределение пор по диаметру и главный диаметр пор вычисляли по снимкам СЭМ с использованием компьютерной программы обработки изображения ImageJ.

Согласно результатам, представленным на рисунке 2, пленки пористого анодного оксида алюминия имели размер пор 15,2 нм.

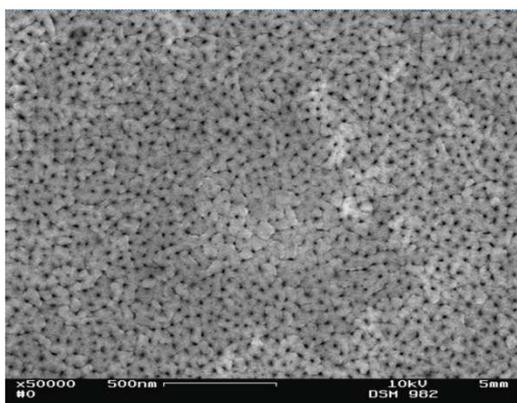


Рисунок 1 – СЭМ-изображение поверхности пленки пористого анодного оксида алюминия

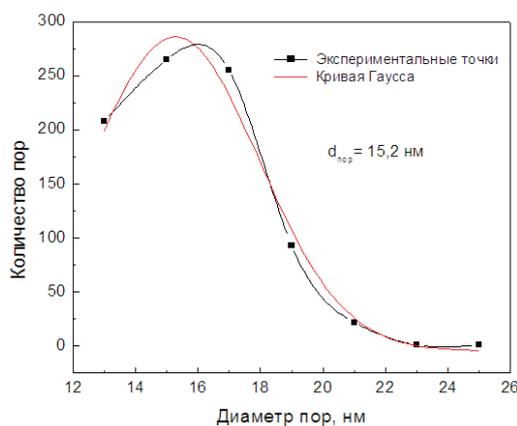


Рисунок 2 – Зависимость количества пор от диаметра по результатам обработки изображения в программе ImageJ поверхности пленок пористого анодного оксида алюминия

Полученный результат хорошо согласуется с данными имеющимся в литературе для пленок пористого анодного оксида алюминия, формируемых в электролите водного раствора щавелевой кислоты при 20 В.

Проведенное исследование позволило сделать вывод, что программа ImageJ для анализа микроизображений является подходящим инструментом для количественного анализа морфологии пленок анодного оксида алюминия с наноразмерными порами. Результаты обработки в программе ImageJ позволили рассчитать значение среднего диаметра пор пленок анодного оксида алюминия, полученного в водном растворе щавелевой кислоты. Для визуализации процесса анализа были построены графические зависимости распределения диаметра пор по размерам с использованием пакета Origin.

Используемый алгоритм в программе ImageJ был протестирован с использованием СЭМ-изображений различных образцов с разным увеличением, разрешением и размерами пор анодного оксида алюми-

ния. Цифровая обработка изображений нанопористой структуры в программе ImageJ обеспечила хорошую оценку распределений размеров пор для всех исследуемых образцов. Таким образом, данный алгоритм может быть использован для определения диаметров пор для пленок нанопористого анодного оксида алюминия, полученных в различных режимах анодирования алюминия.

ЛИТЕРАТУРА

1. Lee, W. Porous anodic aluminum oxide: anodization and templated synthesis of functional nanostructures / W. Lee, S.-J. Park // Chem. Rev. – 2014. – Vol. 114. – P. 7487–7556.

2. Чернякова, К.В. Влияние постоянного магнитного поля на рост пленок анодного оксида алюминия в водном растворе серной кислоты / К.В. Чернякова, И.А. Врублевский, А. Испас, А. Бунд // Свиридовские чтения: сб. ст. Вып. 12. Минск, 2016. С. 47-54.

УДК 519

В.В. Поплавский, А.В. Дорожко, В.Г. Матыс
Белорусский государственный технологический университет

ФОРМИРОВАНИЕ НАНОРАЗМЕРНЫХ ЭЛЕКТРОКАТАЛИЗАТОРОВ ОКИСЛЕНИЯ ЭТАНОЛА И МЕТАНОЛА ИОННО-АССИСТИРЕМЫМ ОСАЖДЕНИЕМ ПЛАТИНЫ И РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫХ МЕТАЛЛОВ

Электрокатализаторы окисления этанола и метанола для топливных элементов с полимерным мембранным электролитом (DEFC – DirectEthanolFuelCells, DMFC – DirectMethanolFuelCells) формируются ионно-ассистируемым осаждением (IBAD – IonBeamAssistedDeposition) платины и одного из редкоземельных металлов (Ce, Gd, Dy, Yb, Ho) в качестве способствующей повышению активности добавки. В качестве носителей катализаторов выбраны углеродные материалы TorayCarbonFiberPaperTGP-H-060 T (TorayCFP) и AVCarb[®]CarbonFiberPaper P50 (AVCarbCFP), предназначенные для изготовления диффузионных слоев мембранно-электродных блоков низкотемпературных топливных элементов с полимерным мембранным электролитом. Отличительной особенностью разработанного режима IBAD является использование ионов осаждаемого металла в качестве ассистирующих процессу осаждения. Осаждение металла и перемешивание осаждаемого слоя с поверхностью ускоренными напряжением 5 кВ ионами того же металла осуществляются соответственно из нейтральной фракции пара и плазмы вакуумного при давлении $\sim 10^{-2}$ Па дугового разряда импульсного элек-