

УДК 53.082

DOI: 10.17223/24135542/19/2

А.А. Гришанков¹, Г.А. Воронова^{1,2}

¹ *Национальный исследовательский Томский политехнический университет
(г. Томск, Россия)*

² *Национальный исследовательский Томский государственный университет
(г. Томск, Россия)*

Анализ и обработка изображений анодного оксида алюминия, полученных методом атомно-силовой микроскопии

Атомно-силовая микроскопия (АСМ) – уникальный метод, позволяющий увидеть и измерить структуру поверхности образца быстро, с высокими разрешением и точностью. За последние 20 с лишним лет своего существования метод АСМ открыл широкие возможности для всестороннего изучения морфологии и различных локальных свойств поверхности. Несомненные преимущества АСМ включают:

- 1) возможность проведения исследований в широком диапазоне температур на воздухе, в вакууме, в жидких и газообразных средах;*
- 2) отсутствие ограничений, связанных с проводимостью образца;*
- 3) возможность проведения прецизионных измерений топографии поверхности, перекрывающих по длине несколько порядков;*
- 4) потенциал микроскопа как инструмента для локальной модификации поверхности.*

При разработке новых АСМ-методик часто приходится сталкиваться с рядом проблем:

- 1) проблема влияния на результаты измерений факторов различного происхождения (аппаратных или методических);*
- 2) проблема интерпретации АСМ-изображений, полученных при разных режимах и в разных условиях;*
- 3) проблема метрологического обеспечения АСМ-измерений, связанная с получением надежных количественных характеристик, позволяющих наиболее полно и адекватно описать свойства микрорельефа поверхности.*

Важной задачей остаются обработка и анализ полученных АСМ-изображений. Зачастую сделать хорошее изображение не получается, так как его качество может снижаться под влиянием множества факторов, таких как состояние зонда микроскопа, время сканирования, условия сканирования, различного рода помехи и т.д. Для получения качественного изображения прибегают к специальным методам и различным программам обработки.

В данной работе показано, как происходят анализ и обработка изображений, полученных на атомно-силовом микроскопе. Рассмотрены методы получения качественных АСМ-изображений с использованием различного программного обеспечения. Представлены исходные и обработанные АСМ-изображения анодного оксида алюминия: на исходных изображениях присутствуют артефакты (программные дефекты при съемке), на обработанных изображениях артефакты минимизированы с помощью программного обеспечения.

Ключевые слова: *атомно-силовая микроскопия, анодный оксид алюминия, обработка АСМ-изображений, артефакты АСМ-изображений.*

Введение

Атомно-силовой микроскоп (АСМ) позволяет получать изображения вплоть до нанометрового масштаба. АСМ имеет различные режимы, которые дают возможность изучать свойства поверхности образцов. К таким образцам можно отнести мембраны из анодного оксида алюминия (АОА), для анализа поверхности которых АСМ является недорогим, быстрым и надежным методом исследования.

Электрохимическое оксидирование (анодирование) алюминия в растворах электролитов позволяет создавать на его поверхности оксидные пленки с самоорганизованным ячеисто-пористым и трубчатым строением [1]. Такие оксиды состоят из тонкого барьерного слоя, прилегающего к металлу, и толстого пористого слоя, представляющего совокупность гексагональных упакованных пор, перпендикулярных металлической подложке [2].

Первые сведения о строении АОА, полученные с помощью сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) были получены Келлером (F. Keller) с соавт. более 60 лет назад. По сравнению с СЭМ применение атомно-силового микроскопа сегодня значительно упрощает изучение поверхности АОА [3].

Важной задачей остаются обработка и анализ полученных АСМ-изображений. Зачастую сделать хорошее изображение не получается из-за влияния множества факторов, которые снижают его качество. К таким факторам относятся: состояние зонда микроскопа, время сканирования, условия сканирования, различного рода помехи и т.д. Для получения качественного изображения прибегают к специальным методам и различным программам обработки.

Цель представленной работы – разработка подходов к выявлению и минимизации артефактов различной природы на изображениях мембран из анодного оксида алюминия, полученных с применением атомно-силового микроскопа.

Экспериментальная часть

В работе использован атомно-силовой микроскоп INTEGRA-AURA (NT-MDT, Россия). Сканирование проводилось в полуконтактном режиме, частота сканирования 0,4–0,70 кГц, размер изображения 50 × 50 мкм. Для обработки АСМ-изображений использовалось программное обеспечение, входящее в состав микроскопа – Image Analysis; для демонстрации более обширных возможностей использовалось программное обеспечение для обработки и визуализации фотографий – Adobe Lightroom.

В качестве объекта исследования был взят АОА марки Anodisc 13 производства Whatman.

Результаты и их обсуждение

На рис. 1 представлено изображение образца неорганической мембраны из оксида алюминия высокой чистоты. Сканирование проводилось в полу-контактном режиме, частота сканирования 0,70 кГц, размер изображения 50×50 мкм.

На изображении видны неявные повреждения – «царапины». Также на изображении при сканировании, возможно, попал инородный объект, либо на образце изначально присутствовал дефект. Для того чтобы привести изображение в качественный вид, был использован метод Editing с режимами работы Lines Filling и FillbySuperposition, входящими в состав ПО Image Analysis [4].

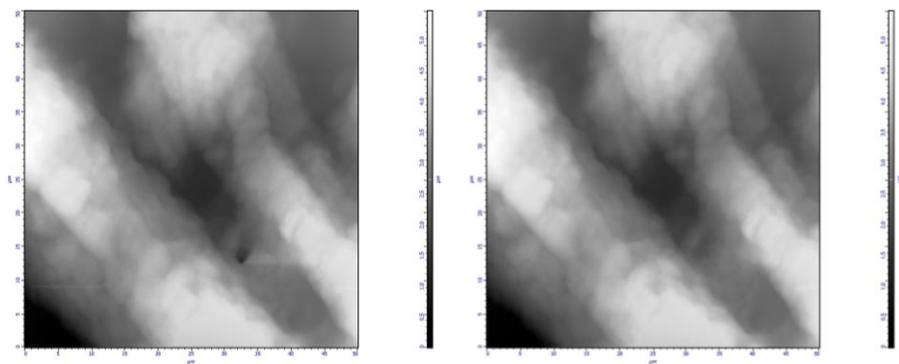


Рис. 1. Слева – исходное АСМ-изображение мембраны из оксида алюминия, справа – после обработки с применением Lines Filling и FillbySuperposition

На рис. 2 представлена дополнительная обработка изображения образца – мембраны из оксида алюминия – с применением стороннего программного обеспечения.

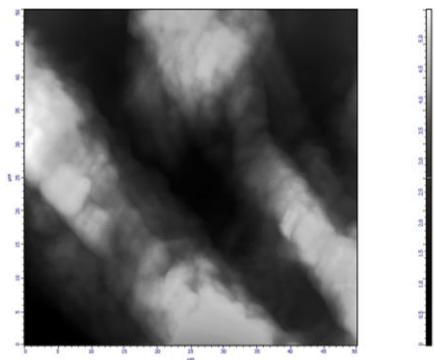


Рис. 2. АСМ-изображение мембраны из оксида алюминия с дополнительной обработкой (ПО Adobe Lightroom)

На рис. 3 представлено изображение образца неорганической мембраны из оксида алюминия высокой чистоты. Сканирование проводилось в полу-контактном режиме, частота сканирования 0,40 кГц, размер изображения 50×50 мкм. На изображении не выявлено явных артефактов, применена обработка для увеличения резкости и контрастности.

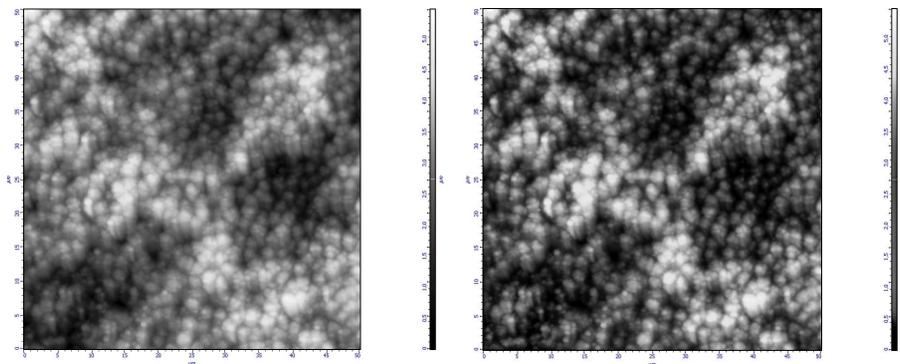


Рис. 3. Слева – исходное АСМ-изображение мембраны из оксида алюминия, справа – после дополнительной обработки (ПО Adobe Lightroom)

В результате дополнительной обработки с помощью ПО Adobe Lightroom на изображении четче обозначены границы объектов (пор), что дает возможность надежнее провести измерение среднего размера пор, составившего 180 ± 20 нм.

Изображения, полученные с помощью атомно-силового микроскопа, возникают в результате физических взаимодействий, которые полностью отличаются от тех, которые используются для формирования изображений в обычной световой и электронной микроскопии. Один из эффектов – появление на изображениях новой серии артефактов, которые не могут быть легко распознаны пользователями, привыкшими к традиционной микроскопии.

В результате проведения многочисленных съемок на атомно-силовом микроскопе появляется возможность получить представление о том, что может произойти при съемке изображений с помощью АСМ, как распознать источник артефакта, а затем избежать или минимизировать его.

Представляется возможность идентифицировать следующие источники артефактов на изображениях, полученных с помощью атомно-силового микроскопа: зонд, сканер, вибрации, цепь обратной связи и программное обеспечение для обработки изображений.

Нами разработана методика для анализа и обработки данных АСМ-изображений поверхности анодного оксида алюминия для устранения повреждений и дефектов при сканировании в различных режимах. Продемонстрированы различные параметры обработки изображений, удаление лишних деталей, устранение дефектов при сканировании, а также проде-

монстрирована обработка АСМ-изображений при помощи стороннего программного обеспечения; такие изображения выглядят более качественно по сравнению с исходными.

Для обработки АСМ-данных существует еще несколько ПО: Callisto, Gwyddion, SurfaceXplorer, ФемтоСкан. Для обработки непосредственно самого изображения подойдет любой фотографический редактор.

Важным отрицательным фактором применения стороннего программного обеспечения для обработки АСМ-изображений является то, что после такой обработки АСМ-изображение невозможно перевести в 3D-визуализацию.

Заключение

Атомно-силовая микроскопия на данный момент – наиболее доступный и быстрый способ исследования поверхности, открывающий доступ к новым исследованиям в сфере материаловедения, биологии, химии.

В результате исследования установлено, что различные методики обработки АСМ-изображений позволяют устранить артефакты, возникающие при сканировании образцов, способствуют решению проблемы влияния на результаты измерений аппаратных и методических факторов. Качественные АСМ-изображения анодного оксида алюминия более подробно демонстрируют рельеф поверхности, дефекты и т.п.

Таким образом, разработан подход к выявлению и минимизации артефактов различной природы на изображениях АОА.

Литература

1. Васильев С.Г. Особенности формирования анодных оксидных пленок комбинированным анодированием алюминия // Наноструктурированные оксидные пленки и покрытия. Петрозаводск, 2017. С. 97–103.
2. Lee W., Park S.-J. Porous Anodic Aluminum Oxide: Anodization and Templated Synthesis of Functional Nanostructures // Chem. Rev. 2014. V. 114 (15). P. 7487–7556. DOI: 10.1021/cr500002z.
3. Тилеуберди Т., Воронова Г.А. Анодное оксидирование алюминия для мембранных технологий // Перспективы развития фундаментальных наук : тр. XVI Междунар. конф. студентов, аспирантов молодых ученых. Томск, 2019. Т. 2. С. 213–215.
4. НТ-МДТ : справочное руководство : программное обеспечение для СЗМ / под ред. В.Л. Миронова. Зеленоград, 2019. 411 с.

Информация об авторах:

Гришанков Алексей Артурович, магистрант Отделения материаловедения Инженерной школы новых производственных технологий Национального исследовательского Томского политехнического университета (Томск, Россия). E-mail: domian844@gmail.com

Воронова Гульнара Альфридовна, канд. хим. наук, доцент, Национальный исследовательский Томский государственный университет, доцент Отделения материаловедения Инженерной школы новых производственных технологий Национального исследовательского Томского политехнического университета (Томск, Россия). E-mail: voronova@tpu.ru

A.A. Grishankov¹, G.A. Voronova^{1,2}

¹ Tomsk Polytechnic University (Tomsk, Russia)

² National Research Tomsk State University (Tomsk, Russia)

Analysis and processing of AFM images of anodic aluminum oxide

Atomic force microscopy is a unique method that allows to see and measure the surface structure of a sample quickly, with high resolution and accuracy. Atomic force microscopy greatly simplifies the study of the surface of anodic aluminum oxide. Over the past 20 years of its existence the AFM method has opened wide opportunities for comprehensive study of morphology and different local properties of the surface. In this aspect, its undoubted advantages include:

- 1) the ability to conduct studies in a wide temperature range in air, in vacuum, in liquid and gaseous media;*
- 2) the absence of limitations related to the conductivity of the sample;*
- 3) the possibility of conducting precision measurements of surface topography, overlapping several orders of magnitude in length;*
- 4) the potential of the microscope as a tool for local surface modification.*

When developing new AFM techniques, we often have to face a number of problems:

- 1) the problem of influence on measurement results of factors of very different origin (hardware or methodological);*
- 2) the problem of interpretation of AFM images obtained in different modes and different conditions;*
- 3) the problem of metrological support of AFM measurements, related to obtaining reliable quantitative characteristics, allowing the most complete and adequate description of surface microrelief properties.*

Processing and analysis of obtained AFM images remains an important task, often it is not possible to make a good image, since there are many factors that reduce the quality. Such factors include: state of the microscope probe, scanning time, scanning conditions, various kinds of interference, etc. In order to obtain a high-quality image, methods and different processing programs are resorted to.

In this work we have shown how the analysis and processing of images obtained on an atomic force microscope takes place. Methods for obtaining quality AFM images using different software are shown. Initial and processed AFM images of anodic aluminum oxide are presented; artifacts are present in the initial images (software defects during imaging), in the processed images the artifacts are minimized using software.

Keywords: *atomic force microscopy, anodic aluminum oxide, AFM image processing, AFM image artifacts.*

References

1. Vasilyev S.G. Osobennosti formirovaniya anodnyh oksidnyh plenok kombinirovannym anodirovaniem aljuminija [Features of the formation of anodic oxide films by combined anodizing of aluminum] // Nanostrukturirovannye oksidnye plenki i pokrytija. – Petrozavodsk, 2017. P. 97–103. In Russian.
2. W. Lee, S.-J. Park. Porous Anodic Aluminum Oxide: Anodization and Templated Synthesis of Functional Nanostructures // Chem. Rev., 114(15). – 2014. – P. 7487–7556. DOI: 10.1021/cr500002z.

3. Tileuberdi T., Voronova G.A. Anodnoe oksidirovanie aljuminija dlja membrannyh tehnologij [Anodic oxidation of aluminum for membrane technologies] // Perspektivy razvitiya fundamental'nyh nauk: Trudy XVI Mezhdunar. konf. studentov, aspirantov molodyh uchenyh. – Tomsk, 2019. – V. 2. – P. 213–215. In Russian.
4. NT-MDT. Spravochnoe rukovodstvo. Programmnoe obespechenie dlja SZM [Reference Guide. SZM software] / Pod red. V.L. Mironova. – Zelenograd, 2019. – p. 411. In Russian.

Information about the authors:

Grishankov Alexey Arturovich, master student, National Research Tomsk Polytechnic University (Tomsk, Russia). E-mail: domian844@gmail.com

Voronova Gulnara Alfridovna, assistant professor, PhD, National Research Tomsk State University, National Research Tomsk Polytechnic University (Tomsk, Russia). E-mail: voronova@tpu.ru