

奈米鐵-鎳粒子/氧化鋁粉末(Fe-Ni/Al₂O₃)之影像分析

彭徐鈞

國立雲林科技大學

通訊工程研究所 研究生

e-mail: g9651714@yuntech.edu.tw

張軒庭

國立雲林科技大學

電機工程系 教授

e-mail: htchang@yuntech.edu.tw

摘要

本論文使用影像處理技術分析掃描式電子顯微鏡(Scanning electron microscope, SEM)拍攝之奈米鐵-鎳粒子/氧化鋁粉末影像內容特徵並做定量分析,可提供更多材料生成後的資訊。使用能量散射光譜儀(Energy Dispersive Spectrometer, EDS)拍攝奈米鐵-鎳粒子/氧化鋁粉末得到鐵-鎳與基材-鋁粒子影像,透過影像處理技術把鐵、鎳粒子分別擷取出來,並以三維立體影像顯現鐵-鎳成分的濃度多寡,並可檢測奈米鐵-鎳粒子/氧化鋁粉末的鐵-鎳粒子組成比例與分布位置。

關鍵詞: 奈米粒子、影像分析、掃描式電子顯微鏡、能量散射光譜儀

Abstract

In the paper, certain image processing techniques are used to extract the features of nanometer particles in Fe-Ni/Al₂O₃ powder images that were taken using scanning electron microscope (SEM). In addition to the captured SEM image itself, more information can be obtained through our analysis. Then, consider the image of Fe-Ni and substrate-Al nanometer particles of Fe-Ni/Al₂O₃ powder taken using energy dispersive spectrometer (EDS). Both the Fe and Ni nanometer particles can be shown through image processing techniques respectively. The three-dimensional representation of the density images of Fe and Ni nanometer particles can be determined. Finally, the composition and distribution of Fe or Ni nanometer particles can be visualized for inspection.

1. 簡介

奈米粒子(nanometer particles)由數十到數千個原子所組成[1-5],粒徑小、比表面積大,具有優異的光學性、電性、磁性、化學活性等,與一般尺寸材料截然不同的性質。奈米材料中最引人注目的即為奈米碳管,具有優異

的機械強度、導電、熱性等,應用相當廣泛,在環境保護的部份則發現可應用於戴奧辛、重金屬的吸附。另外奈米級-鐵也備受重視,因其粒徑小(10-100 nm)比表面積大,反應活性強,可直接注入受污染的地下水或土壤混拌,形成通透性反應牆(Permeable reactive barrier),去除含氯溶劑等有機污染物及處理其他環境污染物如砷、汞、重金屬等等。而將觸媒金屬 Pd、Ag 等以置換的方式覆蓋在 Fe 奈米金屬粒子,形成奈米 Pd/Fe、Ag/Fe 複合金屬粒子,可加速催化 Fe 金屬粒子的還原分解能力。

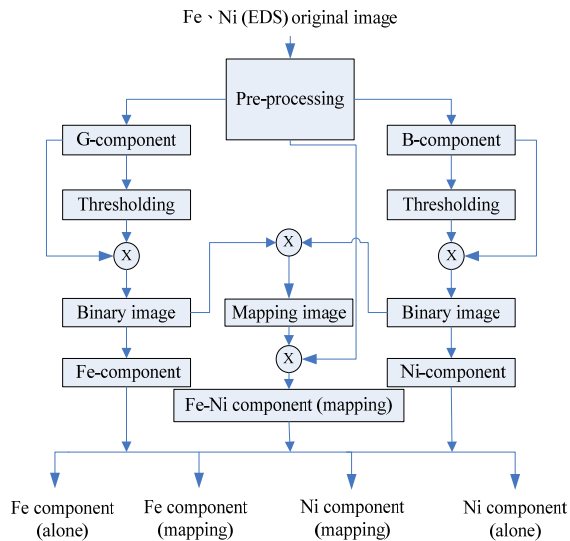
因應趨於複雜的環境污染源,開發結合奈米材料和微米基材之複合功能性的奈米材料,利用無電鍍法沉積奈米 Fe-Ni 在微米 Al₂O₃ 粉末上,改變製程參數如:主要金屬離子比、添加物、pH 值、鍍液溫度、析鍍時間等,以製作不同鐵-鎳含量的奈米粒子,再運用感應式耦合電漿原子放射光譜(ICP-AES)、電子顯微鏡(TEM、SEM、FE-SEM)、電子顯微鏡附設能量分析儀(TEM/EDS)、X 光繞射儀、BET 比表面積測定儀等測定奈米鐵-鎳粒子/氧化鋁粉末的性質,並進一步測試不同鐵-鎳含量對含氯有機物的降解情形。接著結合奈米 Fe-Ni,形成高比表面積、高活性、兼具吸收與分解功能的複合奈米材料(Fe-Ni/CNT),希望藉由奈米 Fe-Ni 提高吸附及分解有機物的效能,並將之應用於共處理受污環境中的難分解有機物和重金屬。

奈米鐵-鎳粒子/氧化鋁粉末(Fe-Ni/Al₂O₃)透過掃描式電子顯微鏡(Scanning electron microscope, SEM)影像如圖二,使用影像處理技術[6, 7]分析能量散射光譜儀(Energy Dispersive Spectrometer, EDS)之鐵-鎳粒子分佈影像。對於鐵-鎳粒子分佈影像藉由影像分析,將鐵、鎳粒子分離,針對基材-鋁上其鐵、鎳粒子是否同時存在或是只存在其一,如果鐵、鎳粒子同時存在,其鐵、鎳粒子彼此所佔比率為何?

2. 研究方法與過程

2.1 流程圖

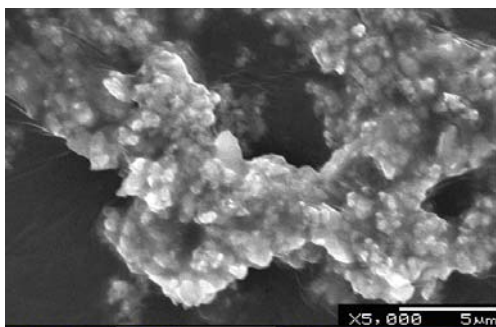
基於影像處理使用能量散射光譜儀拍攝奈米鐵-鎳粒子氧化鋁粉末得到鐵-鎳與基材-鋁的奈米粒子影像，分析其上鐵、鎳粒子成分比例並觀察鐵-鎳與基材-鋁之粒子分布情形，圖一為我們影像處理分析的流程圖。



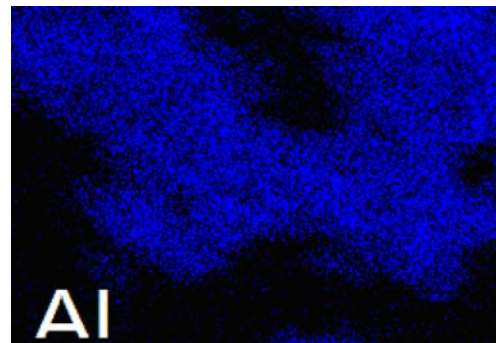
圖一、流程圖

2.2 影像處理方法與過程

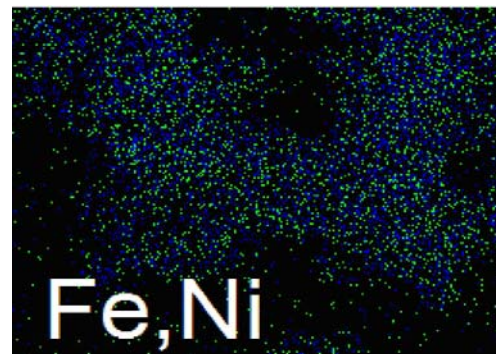
使用能量散射光譜儀拍攝奈米鐵-鎳粒子/氧化鋁粉末獲得基底-Al 於圖三與 Fe-Ni 奈米粒子於圖四分佈位置 R、G、B 三層彩色影像，觀察其三層個別像素值分佈。將圖四鐵-鎳奈米粒子影像做前處理，去除白色 Fe-Ni 字跡，以便後續影像處理。首先偵測圖四白色 Fe-Ni 字跡位置，並觀察白色字跡邊緣存在其他不同的色彩雜訊，使用型態學膨脹(dilation)技術，藉由膨脹白色字跡區域去除邊緣雜訊。



圖二、奈米鐵-鎳粒子/氧化鋁粉末 SEM 影像

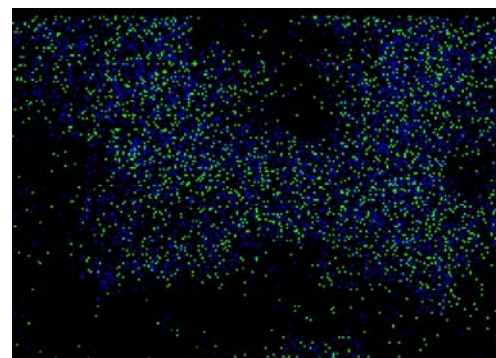


圖三、基材 Al 分布影像

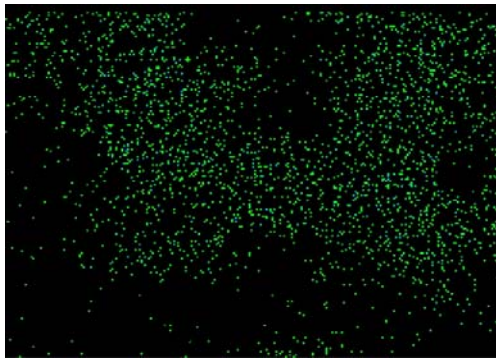


圖四、鐵-鎳粒子分佈影像

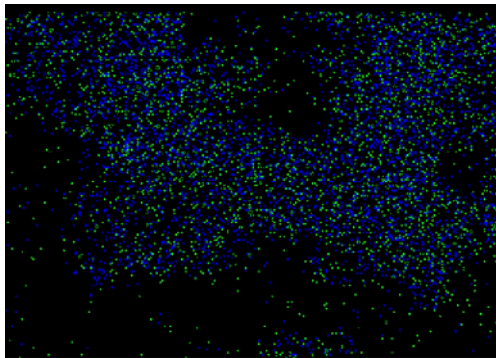
圖五為去除白色 Fe-Ni 字跡後影像，其存在鐵、鎳奈米粒子，分別取圖五之 G 成分與 B 成分，所得 G 成分包含所有的鐵粒子，但亦存在鎳粒子。雖然大部分以綠色顯現，於該成分的粒子成分可能是全部鐵，亦可能存在鎳，但鐵濃度一定多於鎳，反之，B 成分亦同，圖六為圖五鐵粒子分佈影像，圖七為圖五鎳粒子分佈影像。



圖五、去除白色 Fe、Ni 字跡後影像



圖六、圖五鐵粒子分佈影像



圖七、圖五鎳粒子分佈影像

3. 實驗結果

奈米鐵-鎳粒子/氧化鋁粉末於生成時，鐵粒子與鎳粒子的成分比例為 1:2，鐵佔總成分的 33%，鎳佔 67%，我們可以分析能量散射光譜儀之粒子影像得到相同的成分比例，由圖六與圖七針對鐵粒子與鎳粒子使用像素數(Pixel numbers)知其個別比例，如下式：

$$\text{綠色成分(\%)} = \frac{\text{G成分 pixel numbers}}{\text{G成分 pixel numbers} + \text{B成分 pixel numbers}}$$

$$\text{藍色成分(\%)} = \frac{\text{B成分 pixel numbers}}{\text{G成分 pixel numbers} + \text{B成分 pixel numbers}}$$

代入像素數(Pixel number)計算得：

$$\text{綠色成分(\%)} = \frac{26982}{26982 + 53892} = 33.36\%$$

$$\text{藍色成分(\%)} = \frac{53892}{26982 + 53892} = 66.64\%$$

所以可知綠色為鐵粒子成分佔 33.36%，藍色為鎳粒子成分佔 66.64%。

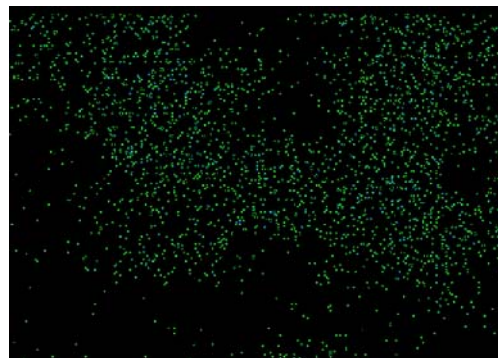
除了以像素數計算外，亦可由每一點像素之像素值(Pixel value)運算，如下式：

$$\text{鐵粒子成分(\%)} = \frac{\text{G成分總像素值}}{\text{G成分總像素值} + \text{B成分總像素值}}$$

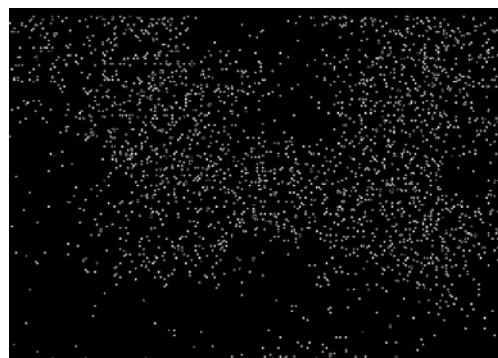
$$\text{鎳粒子成分(\%)} = \frac{\text{B成分總像素值}}{\text{G成分總像素值} + \text{B成分總像素值}}$$

以總像素值計算成分比例，鐵粒子佔總成分 39.59%，鎳佔 60.41%，所以使用像素數運算所得的成分比例較接近生成比率。

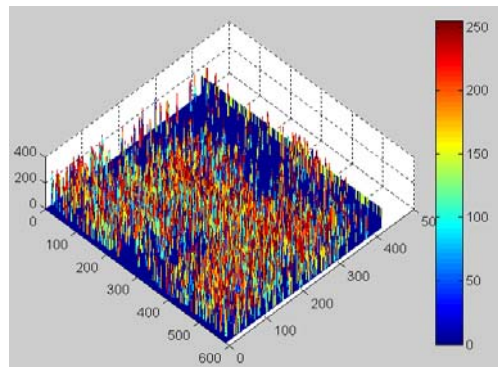
圖八顯示於基材 Al 同時存在鐵、鎳成份的粒子影像，將圖八影像分別擷取綠色-鐵粒子成分如圖九與藍色-鎳粒子成份於圖十一，分別以三維影像呈現濃度多寡如圖十與十二，顯現顏色愈偏紅，代表該點像素值愈高，亦表示該鐵或鎳粒子的濃度愈高。



圖八、基材 Al 同時存在鐵、鎳粒子影像



圖九、基材 Al 同時存在鐵、鎳粒子之鐵粒子灰階影像

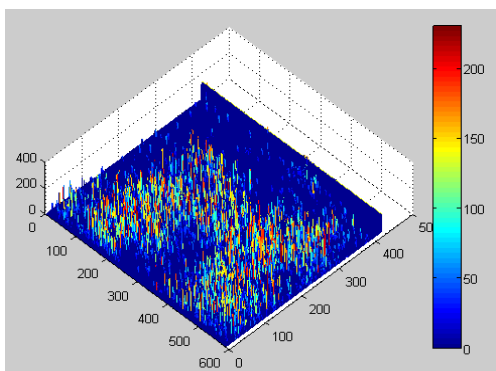


圖十、基材 Al 同時存在鐵、鎳粒子之鐵粒子三維影像

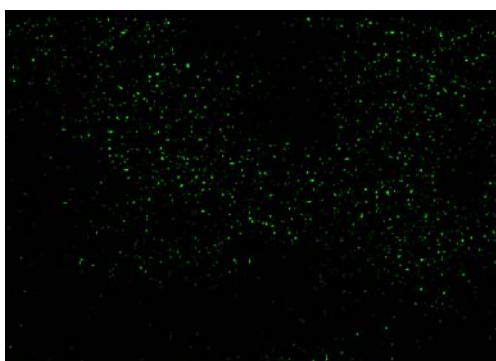
將同時存在的鐵、鎳粒子分離之後，亦可將基材-Al 上只含鐵或鎳成分的粒子影像擷取出來於圖十三與十六，分別取其 G、B 成份以灰階表示於圖十四與十七並轉換成 3 維影像顯現於圖十五與十八。



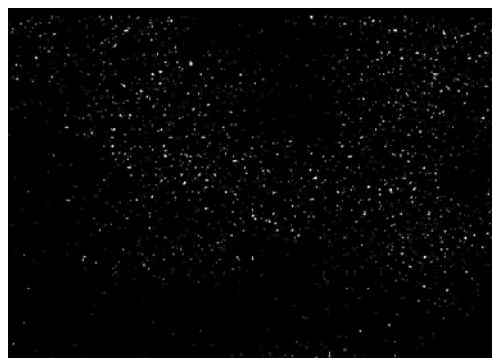
圖十一、基材 Al 同時存在鐵、鎳粒子之鎳粒子灰階影像



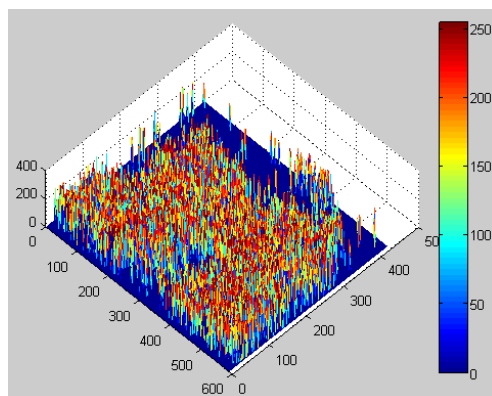
圖十二、基材 Al 同時存在鐵、鎳粒子之鎳粒子三維影像



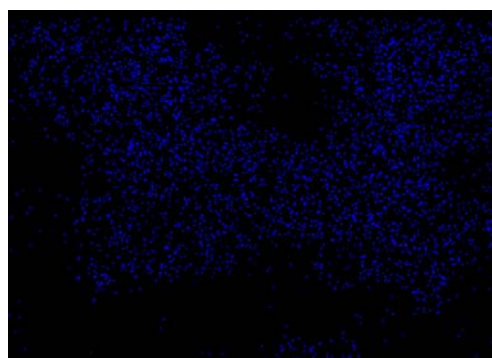
圖十三、基材 Al 僅存在鐵粒子影像



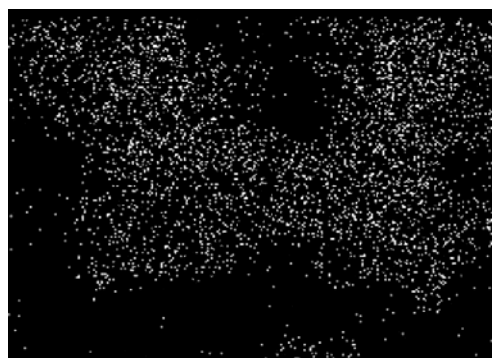
圖十四、基材 Al 僅存在鐵粒子灰階影像



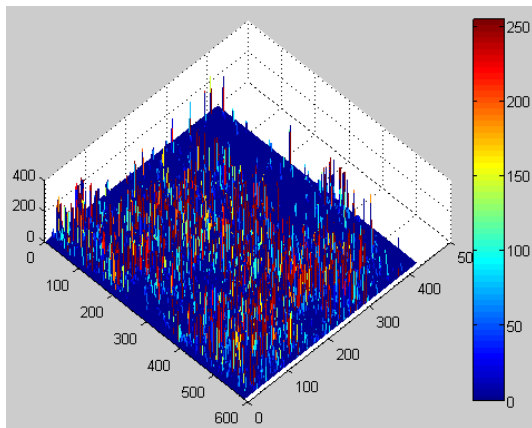
圖十五、基材 Al 僅存在鐵粒子(圖十三)三維影像



圖十六、基材 Al 僅存在鎳粒子影像



圖十七、基材 Al 僅存在鎳粒子灰階影像



圖十八、基材 Al 僅存在鎳粒子(圖十六)
三維影像

4. 討論

本論文使用影像處理技術針對影像內容特徵分析並統計，為奈米粒子影像做定量分析，協助材料生成時提供額外的資訊，使用能量散射光譜儀拍攝奈米鐵-鎳粒子/氧化鋁粉末得到 Fe-Ni 粒子分佈影像，透過影像處理技術將鐵、鎳粒子成分分別擷取出來，進一步分析基底-Al 是否包含鐵成分或鎳成分，並以三維影像顯現鐵或鎳成分的濃度多寡，可以檢測奈米鐵-鎳粒子/氧化鋁粉末上鐵-鎳粒子組成成分與分布情形，組成成分可獲得基底-Al 上有幾種成分粒子與各成分粒子各佔多少比率；以分布情形而言，可了解該成分粒子於全部影像中的分布聚集程度。

本論文以奈米鐵-鎳粒子/氧化鋁粉末之 EDS 影像來分析其成分，其生成鐵、鎳粒子的相對比率為 33%：67%，以像素數所得鐵、鎳比率為 33.36%：66.64%，兩者極為相近，因此可用來驗證奈米鐵-鎳粒子/氧化鋁粉末的成分所佔多寡；另外亦可針對鐵、鎳粒子同時存在的部份進一步分析，探討該是鐵粒子居多還是鎳粒子佔多數並計算各比率。

以奈米粒子像素值多寡而言，鐵粒子(G 成分)像素值總和共有 2502409，鎳粒子(B 成分)像素值總和共有 923173，所以奈米鐵-鎳粒子/氧化鋁粉末 EDS 影像鐵、鎳粒子於基底-鋁同時存在時，鐵粒子濃度佔 73.05%，鎳粒子則佔 26.95%。

假若以奈米粒子像素值多寡來分析奈米鐵-鎳粒子/氧化鋁粉末之 EDS 影像，於基底-Al 同時存在鐵、鎳粒子的鐵粒子總像素值佔全部總像素值的 30.27%，於基底-鋁同時存在鐵、鎳粒子的鎳粒子總像素值佔全部總像素值的

11.17%，於基底-鋁僅存在鐵粒子的總像素值佔全部總像素值的 9.31%，而於基底-鋁僅存在鎳粒子的總像素值佔全部總像素值的 49.24%，我們可以分析統計奈米鐵-鎳粒子/氧化鋁粉末影像內容特徵，除了可知其成分比率外，亦可知其分布情形。我們可以針對影像內容特徵統計並分析，另外，奈米材料種類眾多，我們可以依照不同的影像內容特徵發展不同的演算法。

5. 結論

針對奈米鐵-鎳粒子/氧化鋁粉末使用能量散射光譜儀所得之鐵、鎳粒子之分布影像，可以使用影像分析把鐵粒子與鎳粒子分別擷取出來，隨著奈米粒子成分多樣性，我們可以針對各組成成份發展不同的演算法，把各成份擷取出來並計算成份比例與觀察粒子分佈位置。使用影像處理技術針對影像內容特徵分析並統計，為奈米粒子影像做定量分析，協助材料製程時提供更多的資訊。

6. 致謝

本論文之發表，受國科會計畫之補助，計畫編號為 NSC 97-2221-E-224-057，謹此致謝。

參考文獻

- [1] J. Henriques, and A. Ricard, "Synthesis and characterization of hollow nanoparticles in RF dusty plasma", *The 31st IEEE International Conference on Plasma Science*, pp. 397, July 2004.
- [2] Wei Rao, Zi-Qiao Sun, Yi-Xin Zhou, and Jing Liu, "Thermal infrared image to quantify nano particles enhanced laser deposition during malignant tissue ablation", *IEEE International Conference on Nano/Micro Engineered and Molecular Systems*, pp. 890-894, January 2008.
- [3] Geoffrey D. Wang¹, Amit Agrawal², Shuming Nie², and May D. Wang², "Optically Encoded Nanoparticles for Detecting Single Biomolecules and Viruses: Rapid Analysis of Two-Color Colocalization Data by High-Speed Computing", *IEEE-EMBS 2005. 27th Annual International Conference of the Engineering in Medicine and Biology Society*, pp. 1739-1742, 2005.
- [4] Bunes, B.R., Catravas, P.E., Hagerman, M.E., "Image Processing Algorithm for Analyzing Chirality in Carbon Nanotubes", *IEEE Conference on Nanotechnology*, pp. 424-427, August 2008.

- [5] Wu Xiang, Wang Shu-xian, Liu Jin-gao, “A study on the image processing of nano scale using wavelet”, *IEEE International Nanoelectronics Conference*, pp. 787-790, March 2008.
- [6] Gonzalez, Woods, and Eddins, *Digital Image Processing Using MATLAB*, 2004.
- [7] Gonzalez and Woods, *Digital Image Processing*, 2nd Edition, 2002.