

# 基於影像處理的奈米鐵-鎳粒子/氧化鋁粉末 (Fe-Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)之粒徑量測與分析

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

使用無電鍍法製備 Fe-Ni 奈米粒子於氧化鋁 (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) 粉末, 可生成 Fe-Ni 粒子附著於氧化鋁粉末上, 亦或形成 Fe-Ni 薄膜包覆氧化鋁粉末。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) 拍攝之奈米粒子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, 我們所提出的影像處理演算法可自動擷取奈米 Fe、Ni 粒子, 並可量測與統計 Fe-Ni 奈米粒子粒徑大小。

**關鍵詞：**奈米粒子、影像分析、掃描式電子顯微鏡、區域成長法

## Abstract

The electroless plating method is used to produce nanometer particles of Fe-Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> powder, which have Fe and Ni particles and Fe-Ni thin film on its surface. In this paper, the image processing techniques are used to extract the features of nanometer particles in Fe-Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> powder images that were taken by scanning electron microscope (SEM). In addition to the captured SEM image itself, more information can be obtained through our analysis. The Fe and Ni nanometer particles through our algorithm can be distinguished. The size of Fe and Ni nanometer particles can be measured.

## 1. 簡介

奈米粒子(nanometer particles)由數十到數千個原子所組成[1-3], 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(bimetal)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 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 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, 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。

利用無電鍍法製備奈米 Fe-Ni 粒子在氧化鋁 (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) 粉末上, 無電鍍鐵鎳反應過程中, 是否可順利生成 Fe-Ni 粒子附著在氧化鋁粉末上, 亦或形成 Fe-Ni 薄膜包覆 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 粉末, 與無電鍍反應參數有相當大的關係, 奈米 Fe-Ni 粒子分布在 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 粉的面積和成分可能隨著無電鍍參數的變化而改變, 我們希望針對奈米鐵-鎳粒子/氧化鋁粉末(Fe-Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)透過掃描式電子顯微鏡影像, 使用影像處理方法進一步量測奈米 Fe-Ni 粒子粒徑大小[4]。

## 2. 掃描式電子顯微鏡

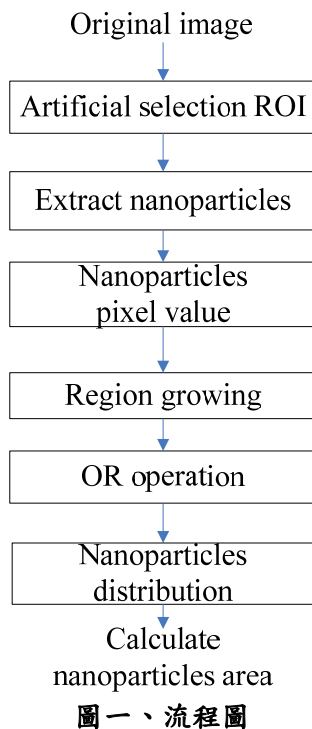
掃描式電子顯微鏡(Scanning Electron Microscope)主要係觀察物體表面型態及截面厚度, 其利用偵測二次電子及反射電子, 以形成影像, 影像解析度及高, 可清楚觀察起伏程

度較大之物體。

### 3. 研究方法與過程

#### 3.1 流程圖

利用無電鍍法製備 Fe-Ni 奈米粒子於氧化鋁 ( $Al_2O_3$ ) 粉末上，無電鍍 Fe-Ni 反應過程中，可生成 Fe-Ni 粒子附著於氧化鋁粉末上，亦或形成 Fe-Ni 薄膜包覆  $Al_2O_3$  粉末，透過掃描式電子顯微鏡拍攝奈米 Fe-Ni 粒子/氧化鋁粉末影像，使用影像處理技術[5, 6]量測奈米 Fe-Ni 粒子粒徑大小，圖一為我們影像處理分析之流程圖。

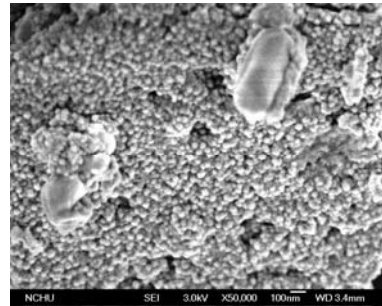


#### 3.2 奈米鐵-鎳粒子/氧化鋁粉末-人工選取 ROI 之影像處理

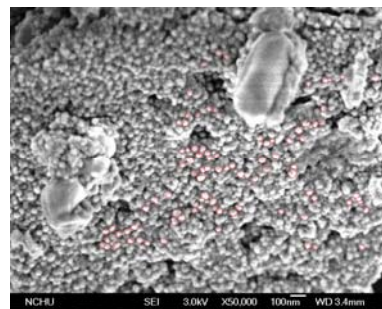
針對奈米鐵-鎳粒子/氧化鋁粉末透過掃描式電子顯微鏡拍攝影像，奈米 Fe-Ni 粒子與氧化鋁粉末，從影像上觀察兩者無明顯的邊界，所以無法把奈米 Fe-Ni 粒子直接擷取，我們先定義掃描式電子顯微鏡之原始影像中何謂奈米 Fe-Ni 粒子，進而根據此定義擷取奈米 Fe-Ni 粒子並分析其所佔像素個數，即所佔像素個數愈多代表奈米粒徑愈大。

但是何謂奈米 Fe-Ni 粒子的條件並不好定義，只能簡略地認為掃描式電子顯微鏡之原始影像中有疑似群聚在一起且近似圓形的不規則圖樣，認為是奈米 Fe-Ni 粒子。所以先在掃描式電子顯微鏡所拍攝之原始影像中圈選明

顯是奈米 Fe-Ni 粒子的圖樣，我們再針對圈選出來的奈米 Fe-Ni 粒子，使用影像處理技術，根據 SEM 影像中已知確定是奈米 Fe-Ni 粒子的部分為定義條件來找出該影像中其他類似奈米 Fe-Ni 粒子的部分，接著將全部的奈米 Fe-Ni 粒子計算各別的面積大小，亦即奈米 Fe-Ni 粒子所佔的像素個數。圖二為奈米鐵-鎳粒子/氧化鋁(Fe-Ni/ $Al_2O_3$ ) SEM 影像，圖三為人工圈選明顯為奈米 Fe-Ni 粒子圖樣。



圖二、奈米鐵-鎳粒子/氧化鋁粉末 SEM 影像



圖三、人工圈選奈米 Fe-Ni 粒子

首先將圈選奈米 Fe-Ni 粒子的紅線標示出來，接著將紅線以白色表示並轉成灰階，由於圈選的線段並不是完全連續的，所以使用型態學 close 技術，將圈選的白色線段先膨脹後侵蝕，把白色斷線連接起來。再者轉成負片後使用 Labeling 把面積最大的物件設成黑色，保留奈米 Fe-Ni 粒子的部份如圖四。



圖四、擷取圖三之奈米粒子

將圖一之奈米鐵-鎳粒子/氧化鋁(Fe-Ni/ $Al_2O_3$ )SEM 原始影像做直方圖等化，增加影像

對比度，再轉成灰階影像後與圖四執行點對點相乘保留人工圈選奈米 Fe-Ni 粒子部分。

#### 4. 區域成長法

因為奈米 Fe、Ni 粒子與背景氧化鋁的顏色太相近，無法以傳統的二值化處理，所以採用區域成長法，區域成長法是像素或子區域根據預先定義的準則組合成更大區域的過程。基本的方法是從一組種子點出發，把與每個種子點有預先定義的類似性質的鄰近像素附加進來進行區域成長。

區域成長法(Region Growing Method)又稱之為區域擴張法。假設 R 代表整個影像區域，影像分割可視為將 R 分割成 n 個子區域  $R_1, R_2, \dots, R_n$  的過程，而這些子區域必須滿足

- 1、 $\bigcup_{i=1}^n R_i = R$
- 2、 $R_i$  是相連接(Connected)的區域， $i = 1, 2, \dots, n$
- 3、 $R_i \cap R_j = \emptyset$  (空集合)， $\forall i, j, i \neq j$
- 4、 $P(R_i) = \text{TRUE}$ ， $i = 1, 2, \dots, n$
- 5、 $P(R_i \cup R_j) = \text{FALSE}$ ， $i \neq j$

其中  $P(R_i) = \text{TURE}$  代表在  $R_i$  中所有像素都有某種共通的特性，例如全部像素的灰階度都相同。

以區域法實現分割便是遵循上述的概念，以直接找取區域的方式實現影像分割。本專題是以像素聚積成長法(Region Growing by Pixel Aggregation)來進行分割，以種子點像素開始，搜尋其周圍(4 近鄰或 8 近鄰)不屬於任何一個區域的點，透過平均灰階度、組織紋理及色彩等性質的檢視，將具類似性質的像素逐一納入所考量的區域中，使其逐漸成長。

首先選擇種子像素，若對影像特性瞭解，則可輕易選擇，例如在紅外線影像的軍事用途上，通常被追蹤的目標溫度較高，因此在紅外線影像上亮度較亮。若無足夠資訊直接選取種子像素，可對影像進行直方圖分析，找出出現次數較多者當作種子像素。另一選擇為聚類之相似性，這個問題與應用對象有密切關聯性，不過大致上不外乎灰階度、組織紋理及色彩等性質。此外何時該停止成長也必須加以考慮，當然最簡單的方法就是如果在找不到符合類聚性質的像素時就該停止。其它的停止條件還可包括區域大小及形狀。

在實際的應用中，也許無法一次就找到滿意的分割，因此有一些遞迴式的方法。首先判別分割邊界兩邊的邊界點性質之差異性是否

很大，若是則稱為強邊界，反之則為弱邊界。強邊界保留不動，弱邊界可以去除已達成某些邊界之合併。此過程持續進行到沒有一個弱邊界為止。

為了說明像素聚積成長法過程，我們考慮如圖五，每個單位中的數字代表灰階值。假設以座標(3,2)和(3,4)的點為種子點，運用這兩起始種子點得到的分割至多只有兩個區域，與種子(3,2)相關的  $R_1$  和與種子(3,4)相關的  $R_2$ ，用以將像素歸納為哪一區的特徵 P 是該點的灰階值與種子點灰階值的差的絕對值小於臨界值 T，任何像素若同時對兩個種子點都滿足特徵，則劃歸區域  $R_1$ 。圖六是用臨界值  $T=3$  所得到的結果，在這種情況下，分割包括了兩個區域，其中屬於  $R_1$  的點都標記為 A，屬於  $R_2$  的點標記為 B。當選擇  $T=8$  時，其結果只有一個區域，如圖七所示。

	1	2	3	4	5
1	0	0	5	6	7
2	1	1	5	8	7
3	0	<u>1</u>	6	<u>7</u>	7
4	2	0	7	6	6
5	0	1	5	6	5

圖五、原影像陣列

A	A	B	B	B
A	A	B	B	B
A	A	B	B	B
A	A	B	B	B
A	A	B	B	B

圖六、用強度差小於 3 的分割結果

A	A	A	A	A
A	A	A	A	A
A	A	A	A	A
A	A	A	A	A
A	A	A	A	A

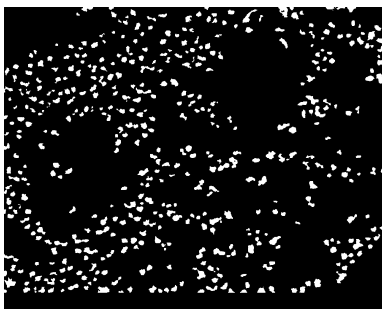
圖七、用強度差小於 8 的分割結果

## 5. 奈米鐵-鎳粒子/氧化鋁粉末--自動選取 ROI 之影像處理

針對程式自動選取奈米 Fe、Ni 粒子部份，根據人工選取奈米 Fe、Ni 粒子的 ROI，統計這些奈米 Fe、Ni 粒子上的像素最常出現的像素值是哪些？再針對這些像素值使用區域成長法(Region growing)於原始影像中，把人工選取外的其他奈米 Fe、Ni 粒子都擷取出來。

於此人工選取奈米 Fe、Ni 粒子 ROI 中最常出現的像素值選出 7 個，這些像素值分別為 255、215、227、198、206、231、235，將這些像素值使用區域成長法，將各別像素值針對各別的區域成長影像分別擷取出來，最後使用 OR 操作，將這 7 張區域成長影像 OR 起來，即為使用程式自動選取奈米 Fe、Ni 粒子的 ROI。

將此七張區域成長影像聯集起來，但是有少許奈米 Fe、Ni 粒子互相連接，我們使用型態學侵蝕技術把奈米 Fe、Ni 粒子連接的部份斷開，所得結果影像顯示於圖八。



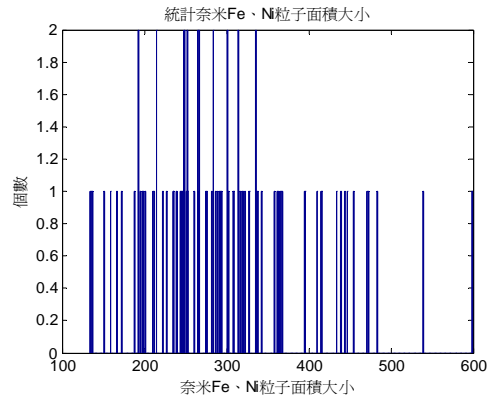
圖八、奈米擷取影像

## 6. 研究結果與分析

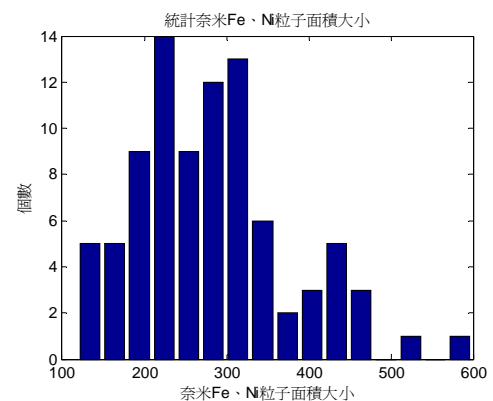
### 6.1 奈米鐵-鎳粒子/氧化鋁粉末(Fe-Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) - 人工選取 ROI

針對人工選取奈米 Fe、Ni 粒子部份，可以根據影像處理方法，把人工選取的奈米 Fe、Ni 粒子先做擷取並統計奈米 Fe、Ni 粒子的灰階值大小與個數，最後將面積相同的粒子做統計可得一個分布曲線。

針對圖一奈米 Fe、Ni 粒子先計算各粒子面積即各粒子內所佔像素個數，並把各粒子面積大小由小至大排列，然後統計奈米 Fe、Ni 粒子面積大小顯示於圖九，為方便分析與觀察我們讓奈米 Fe、Ni 粒子面積大小以 30 為單位，重新統計粒子面積大小分佈於圖十。



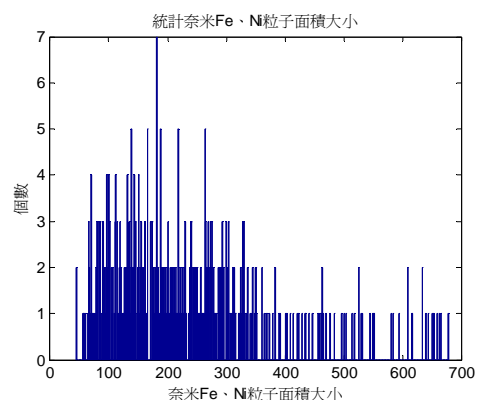
圖九、統計奈米 Fe、Ni 粒子面積大小



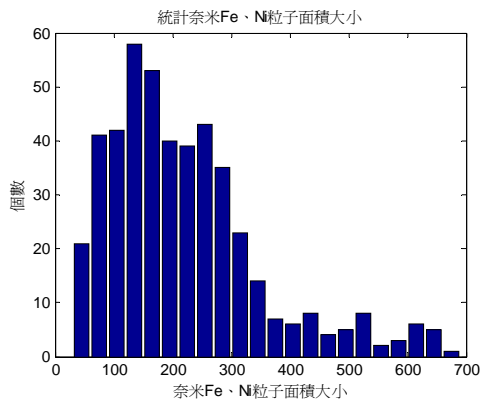
圖十、以 30 為單位統計奈米 Fe、Ni 粒子面積大小

### 6.2 奈米鐵-鎳粒子/氧化鋁粉末(Fe-Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) - 自動選取 ROI

圖九為使用自動選取奈米 Fe、Ni 粒子 ROI 部分，針對所擷取出來的奈米 Fe、Ni 粒子，計算其奈米 Fe、Ni 粒子面積大小即粒子所佔像素個數，並統計粒子面積個數於圖十一。



圖十一、統計奈米 Fe、Ni 粒子面積大小



圖十二、以 30 為單位統計奈米 Fe、Ni 粒子面積大小

### 7. 討論及未來研究工作

針對人工選取奈米 Fe、Ni 粒子部份，可以根據影像處理方法，把人工選取的奈米 Fe、Ni 粒子先做擷取並統計奈米 Fe、Ni 粒子的灰階值大小與個數，最後將面積相同的粒子做統計可得到一個分布曲線。

我們提出演算法對於擷取奈米 Fe、Ni 粒子粒徑小者有較佳的擷取效果，以低鐵含量與中鐵含量所得的奈米 Fe、Ni 粒子的擷取率效果較佳，低鐵含量與中鐵含量所得的奈米 Fe、Ni 粒子粒徑大約為 30nm 與 25nm，其粒徑大小是取 10 顆平均來計算的。可是對於高鐵含量的奈米 Fe、Ni 粒子的粒徑擷取的效果並未如粒徑小者為佳，因為高鐵含量的奈米 Fe、Ni 粒子的粒徑較大，大約 65nm。

我們未來的研究可以針對製備參數的不同，所產生的奈米 Fe、Ni 粒子粒徑大小也隨之不同，發展一套演算法，針對粒徑大小不同時亦可準確的擷取粒子分佈位置。另外，除了奈米 Fe、Ni 粒子，我們亦可發展對於不同成分的奈米粒子擷取演算法，例如 Pd/Fe、Ni/Fe、Pt/Fe、Ag/Fe、Cu/Fe、Pd/Zn、Ni/Zn、Cu/Zn 這些奈米粒子。

### 8. 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", *3rd IEEE International Conference on Nano/Micro Engineered and Molecular Systems*, pp. 890-894, January 2008.

[3] Geoffrey D. Wang<sup>1</sup>, Amit Agrawal<sup>2</sup>, Shuming Nie<sup>2</sup>, and May D. Wang<sup>2</sup>, "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] Xiaobo Zhou, Jian Chen, Jinmin Zhu, Fuhai Li, Xudong Huang, and Wong, S.T.C., "Study of CuO Nanoparticle-induced Cell Death by High Content Cellular Fluorescence Imaging and Analysis" technique," *IEEE International Symposium on Circuits and Systems*, pp. 2878-2881, May 2007.

[5] Gonzalez, Woods, and Eddins, *Digital Image Processing Using MATLAB*, 2004.

[6] Gonzalez and Woods, *Digital Image Processing*, 2nd Edition, 2002.