RICARDO HITOSHI MARUTA

**UM NOVO ALGORITMO DE GRANULOMETRIA COM APLICAÇÃO
EM CARACTERIZAÇÃO DE NANOESTRUTURAS DE SILÍCIO**

**SÃO PAULO
2011**

RICARDO HITOSHI MARUTA

**UM NOVO ALGORITMO DE GRANULOMETRIA COM APLICAÇÃO
EM CARACTERIZAÇÃO DE NANOESTRUTURAS DE SILÍCIO**

Dissertação apresentada à Escola Politécnica
da Universidade de São Paulo para obtenção
do Título de Mestre em Engenharia Elétrica.

**São Paulo
2011**

RICARDO HITOSHI MARUTA

**UM NOVO ALGORITMO DE GRANULOMETRIA COM APLICAÇÃO
EM CARACTERIZAÇÃO DE NANOESTRUTURAS DE SILÍCIO**

Dissertação apresentada à Escola Politécnica
da Universidade de São Paulo para obtenção
do Título de Mestre em Engenharia Elétrica.

Área de Concentração:
Microeletrônica

Orientador: Prof. Dr.
Walter Jaimes Salcedo

**São Paulo
2011**

Este exemplar foi revisado e alterado em relação à versão original, sob responsabilidade única do autor e com a anuência de seu orientador.

São Paulo, 08 de novembro de 2011.

Assinatura do autor _____

Assinatura do orientador _____

FICHA CATALOGRÁFICA

Maruta, Ricardo Hitoshi

Um novo algoritmo de granulometria com aplicação em caracterização de nanoestruturas de silício / R.H. Maruta. -- ed.rev. -- São Paulo, 2011.

80 p.

Dissertação (Mestrado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia de Sistemas Eletrônicos.

1. Processamento digital de imagens 2. Microscopia eletrônica de varredura 3. Granulometria 4. Correlação cruzada I. Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia de Sistemas Eletrônicos II. t.

Dedico este trabalho com todo o amor a minha saudosa companheira, amiga e esposa Maria da Conceição de Souza, pelo incentivo e compreensão devotados durante o desenvolvimento deste trabalho, e a sua dedicação na educação de nossos filhos, três preciosos frutos divinos concebidos e razões de nossa existência: Fabrício, Fábio e Priscilla, cujo amor e persistência permitiram a conclusão deste trabalho.

AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Dr. Walter Jaimes Salcedo, meu orientador, pelo incentivo e compreensão no desenvolvimento deste trabalho.

Ao Prof. Dr. Hae Yong Kim cuja perseverança e apoio permitiram o desenvolvimento do programa Granul.

A minha esposa Conceição (*in memorium*) e filhos Fabrício, Fábio e Priscilla pelo esforço, incentivo e compreensão nos momentos de fraqueza durante o desenvolvimento deste trabalho.

Aos meus pais, Akemi e Nobuiti (*in memorium*), e irmãos Élcio (*in memorium*), Márcio, Cláudia e Celso pela possibilidade do desenvolvimento educacional e profissional ao longo de minha vida.

Ao meu amigo Guillermo Angel Perez Lopez cujas discussões e reflexões permitiram a elaboração deste trabalho.

Ao grupo de microeletrônica, especialmente a Danilo Roque Huanca, que com paciência, alegria e compreensão possibilitou a realização deste trabalho em conjunto.

Ao Laboratório de Microscopia Eletrônica da Escola Politécnica, especialmente a Adir José Moreira, pela obtenção das imagens utilizadas no trabalho, material técnico para o conhecimento do equipamento e momentos de descontração no laboratório.

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico – CNPq – pela bolsa de estudos concedida.

RESUMO

Granulometria é o processo usado para medir objetos de diferentes tamanhos em imagens de material granular. Frequentemente algoritmos baseados em morfologia matemática ou detecção de arestas são utilizados para esta finalidade. Propomos uma nova abordagem para a granulometria utilizando correlações cruzadas com círculos de tamanhos diferentes. Esta técnica é primeiramente adequada para a detecção de objetos de formato circular, mas pode ser estendido para outras formas utilizando outros núcleos (kernels) de correlação.

Experimentos mostram que o novo algoritmo é robusto ao ruído e pode detectar objetos com pouco contraste e/ou com sobreposição parcial. Este trabalho também apresenta características quantitativas estruturais da camada de silício poroso, obtidas aplicando o algoritmo proposto em imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV).

O novo algoritmo, que chamamos Granul, calcula as áreas e frequências dos poros. Processamentos adicionais utilizando outros algoritmos classificam os poros em circulares ou quadrados. Relacionamos os resultados quantitativos obtidos com o processo de fabricação e discutimos o mecanismo de formação do poro quadrado no silício. O novo algoritmo mostrou-se confiável no processamento de imagens de MEV e é uma ferramenta promissora para controle no processo de formação dos poros.

Palavras-chave: Granulometria. Silício. Microscopia eletrônica de varredura. Morfologia matemática. Detecção de arestas. Correlação cruzada. Granul.

ABSTRACT

Granulometry is the process of measuring the size distribution of objects in an image of granular material. Usually, algorithms based on mathematical morphology or edge detection are used for this task. We propose a entirely new approach for the granulometry using the cross correlations with circles of different sizes. This technique is primarily adequate for detecting circular shaped objects, but it can be extended to other shapes using other correlation kernels.

Experiments show that the new algorithm is greatly robust to noise and can detect even faint objects and/or objects with partial superposition. This paper also reports the quantitative structural characteristics of the porous silicon layer based on the proposed algorithm applied to Scanning Electron Microscopy (SEM) images.

The new algorithm, that we call Granul, computes the size distribution of pores and classifies the pores in circular or square ones. We relate these quantitative results to the fabrication process and discuss the square porous silicon formation mechanism. The new algorithm shows to be reliable in SEM images processing and is a promising tool to control the pores formation process.

Keywords: Granulometry. Silicon. Scanning electron microscopy. Mathematical morfology. Edge detection. Cross correlation. Granul.

LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1	Grãos empilhados, onde a granulometria baseada em morfologia matemática não pode ser aplicada.	24
Figura 3.2	Exemplo de imagem de silício poroso onde a granulometria baseada em correlação pode ser usada.	25
Figura 3.3	Graos.bmp (pixels pretos e brancos foram invertidos, para facilitar a visualização).	29
Figura 3.4	GMM binária decompõe a imagem “graos.bmp” em grãos de diferentes tamanhos. As imagens foram invertidas (preto/branco) para melhorar a visibilidade. $\gamma_4(X)$ é uma imagem inteiramente branca. Os elementos estruturantes γ_k são quadrados com lado $2k+1$ pixels	31
Figura 3.5	Imagem “inters.bmp” editado manualmente.	32
Figura 3.6	Decomposição da imagem “inters.bmp”. Somente as decomposições importantes são mostradas. Os elementos estruturantes γ_k são círculos com diâmetro $4k+1$ pixels. . . .	32
Figura 3.7	Decomposição da imagem “circulo” usando GMM em níveis de cinza	36
Figura 3.8	Espectro de padrões, onde foi identificado corretamente o raio do círculo da imagem	36
Figura 3.9	Decomposição da imagem “Silicio.pgm”. Somente as decomposições importantes são mostradas. Os elementos estruturantes γ_k são círculos com diâmetro $6k+1$ pixels. . . .	38
Figura 3.10	Espectro de padrões da imagem “silicio.pgm”. O eixo x indica o diâmetro do elemento estruturante em pixels (equivalente ao diâmetro do grão na figura). O eixo y indica número de pixels vezes intensidades de cinza em $P_k(X)$. O gráfico mostra que os grãos com diâmetro 13 dominam em área vezes intensidade	39
Figura 3.11	(a, b) Imagens extraídas de (KAERZ, 1996), onde GMM não pode ser aplicada. (c, d) As arestas detectadas utilizando O algoritmo de Canny com parâmetros típicos. Note que muitas arestas não foram detectadas, ao mesmo tempo em que muitas falsas arestas foram detectadas. A dificuldade em detectar as arestas com precisão faz levantar dúvidas sobre a possibilidade de se obter uma GDA confiável.	41

Figura 4.1	Alguns dos núcleos utilizados em nossa granulometria. Os pixels pretos têm valores negativos, os brancos são positivos, e cinzas são zeros.	44
Figura 4.2	Janela do programa CorrCirc.	48
Figura 4.3	Janela do programa Classify. Poros circulares em vermelhos, poros quadrados em azul e as zonas de influência dos poros quadrados em amarelo	49
Figura 4.4	Janela do programa Edit.	50
Figura 4.4.1	Detalhe de poros alterados manualmente.	51
Figura 4.5	Janela do programa Relat.	52
Figura 5.1	(a) Recorte da imagem de material poroso com os 21 poros localizados inteiramente dentro da imagem (18 poros nítidos e 3 poros pouco nítidos). (b-c) Saída de nosso algoritmo que detectou todos os 21 poros ou somente 18 poros nítidos dependendo do limiar. (d-e) Limiarização com parâmetros diferentes utilizados como primeiro passo da granulometria baseada na morfologia. (f-g) Detecção de aresta de Canny utilizado como primeiro passo na granulometria baseada na detecção de aresta.. . . .	55
Figura 5.2	Imagens MEV das amostras de macroporos obtidas por recozimento térmico por: (a) 1 hora; (b) 2 horas; (c) 4 horas e (d) 8 horas.	59
Figura 5.3	Histogramas de poros circulares (a) e quadrados (b) obtidos de imagens MEV. Os rótulos internos descrevem as áreas dos poros (em μm^2) correspondendo a cada barra dos histogramas. A barra branca corresponde ao número total de poros circulares e quadrados.	60
Figura 5.4	Resistência por quadrado da superfície do substrato de silício em função do tempo de recozimento. O gráfico também apresenta a espessura da camada de silício poroso após o processo de anodização	61
Figura 5.5	(a) Imagem original. (b) Imagem resultante de CorrCirc de Granul. Os furos circulares foram corretamente detectados, mesmo aqueles com baixo contraste. (c) Imagem de Classify de Granul. Devido à ausência de núcleo retangular, um dos furos retangulares foi incorretamente classificado como dois. (d) Imagem Edit de Granul. Os dois furos retangulares incorretos de Classify foram apagados manualmente, e foi inserido um único furo retangular no seu lugar, marcado com X verde. (e) Imagem gerada por Relat de Granul, mostrando a área calculada dos furos retangulares.	63

Figura 5.6	Recorte de imagem de substrato de silício de MEV borrada e com baixo contraste. (a) Imagem original. (b) Imagem de CorrCirc de Granul. Granul consegue detectar mesmo os furos altamente borrados e com baixo contraste. (c) Imagem de Classify de Granul, onde os furos retangulares foram detectados baseados em área e zona de influência. (d) Imagem de Edit de Granul. (e) Imagem de Relat de Granul, onde se detecta as áreas dos furos retangulares.	64
Figura 5.7	Recorte de imagem de substrato de silício de MEV com variação de nível de cinza de fundo. (a) Imagem original. (b) Imagem de CorrCirc de Granul. Granul consegue detectar os furos mesmo com variação de nível de cinza de fundo. (c) Imagem de Classify de Granul, onde os furos retangulares foram detectados baseados em área e zona de influência. (d) Imagem de Edit de Granul. (e) Imagem de Relat de Granul, onde se detecta as áreas dos furos retangulares.	65
Figura 5.8	Recorte de imagem de MEV. Imagem original (a) e imagem resultante do subprograma CorrCirc (b)..	66
Figura 5.9	Imagem microscópica de sangue, extraída de Sahoolizadeh (2009).	67
Figura 5.10	Saída de Granul.	67
Figura 5.11	Imagem de fragmentos de pedra, extraída de Salehizadeh (2010).	68
Figura 5.12	Pedras detectadas pelo Granul.	68
Figura 5.13	Imagem de rolamentos, extraída de Salehizadeh (2010). . .	69
Figura 5.14	Saída de Granul.	69
Figura 5.15	Imagem de fragmentos de pedra, extraída de Salehizadeh (2010).	70
Figura 5.16	Saída de Granul.	70
Figura 5.17	Imagem microscópica da droga ShanYao, extraída de Tong (2009).	71
Figura 5.18	Saída de Granul.	71
Figura 5.19	Imagem de células de seio, extraída de Cherni (2009). . . .	72
Figura 5.20	Células detectadas pelo Granul.	72

Figura 5.21	Imagem de células de sangue aglutinadas, extraída de Sahoolizadeh (2009).	73
Figura 5.22	Saída de Granul.	73
Figura 5.23	Imagem de trabalho artístico extraída de Villa (2010).	74
Figura 5.24	Saída de Granul.	74

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1	O espectro de padrões da imagem “graos.bmp”	30
Tabela 4.1	Exemplo de relatório gerado pelo subprograma Relat.	53
Tabela 5.1	Tempo de recozimento do substrato de silício metalizado e espessura da camada porosa formada após o processo de anodização.	56

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AC	Alternating current, Corrente Alternada
AFM	Atomic Force Microscope, Microscópio de Força Atômica
Al	Alumínio
C++	Linguagem de programação
CD	Compact Disc
DC	Direct current, Corrente Contínua
FFT	Fast Fourier Transform, Transformada Rápida de Fourier
GCC	Granulometria Baseada em Correlação Cruzada
GDA	Granulometria Baseada em Detecção de Arestas
GMM	Granulometria Baseada em Morfologia Matemática
GRANUL	Programa que implementa a GCC
GSI	Ultra Large Scale Integration
HF	Ácido fluorídrico
KOH	Hidróxido de potássio
kV	kilovolt
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
PS	Porous Silicon, Silício Poroso
SAXS	Small Angle X-ray Scattering, Espalhamento de Raio-X em Pequeno Ângulo
SEM	Scanning Electron Microscopy
Si	Silício
SNOM	Scanning Near-field Optical Microscopy, Microscopia Óptica de Campo Próxima
TEM	Transmission Electron Microscopy, Microscopia Eletrônica de Transmissão
μm	Micrômetro
μm^2	Micrômetro quadrado

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS

LISTA DE TABELAS

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

1 INTRODUÇÃO	14
1.1 OBJETIVOS.....	14
1.2 HISTÓRICO DE DESENVOLVIMENTO.....	15
1.3 ORGANIZAÇÃO DA DISSERTAÇÃO.....	16
2 NANOTECNOLOGIA	17
2.1 NANOMETROLOGIA.....	19
2.2 SILÍCIO POROSO.....	20
3 GRANULOMETRIAS	22
3.1 ANÁLISE E PROCESSAMENTO DE IMAGENS.....	22
3.2 GRANULOMETRIA.....	22
3.3 MORFOLOGIA MATEMÁTICA BINÁRIA.....	25
3.4 GRANULOMETRIA BASEADA EM MORFOLOGIA MATEMÁTICA BINÁRIA.....	26
3.4.1 GMM Binária por Abertura.....	27
3.4.2 Exemplo de GMM Binária.....	27
3.4.3 Exemplo com Grãos Sobrepostos.....	32
3.4.4 Granulometria Teórica.....	33
3.5 GRANULOMETRIA BASEADA EM MORFOLOGIA MATEMÁTICA EM NÍVEIS DE CINZA.....	34
3.5.1 GMM em Níveis de Cinza por Abertura.....	35

3.5.2	Exemplo de GMM em Níveis de Cinza 1.....	36
3.5.3	Exemplo de GMM em Níveis de Cinza 2.....	37
3.6	GRANULOMETRIA BASEADA EM DETECÇÃO DE ARESTAS.....	39
4	GRANULOMETRIA BASEADA EM CORRELAÇÃO	42
4.1	TEORIA.....	42
4.1.1	Correlação Cruzada.....	42
4.1.2	Granulometria Baseada em Correlação Cruzada (GCC).....	44
4.2	IMPLEMENTAÇÃO.....	47
4.2.1	Subprograma CorrCirc.....	47
4.2.2	Subprograma Classify.....	48
4.2.3	Subprograma Edit.....	50
4.2.4	Subprograma Relat.....	51
5	TESTES EXPERIMENTAIS	54
5.1	COMPARAÇÃO DO GCC-GRANUL COM OUTRAS GRANULOMETRIAS.....	54
5.2	GRANUL NA CARACTERIZAÇÃO DE NANOESTRUTURAS.....	56
5.3	OUTROS EXPERIMENTOS COM GRANUL EM IMAGENS DE MEV.....	62
5.4	GRANUL APLICADO EM DIFERENTES TIPOS DE IMAGENS.....	67
6	CONCLUSÃO	75
7	REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	76

1 INTRODUÇÃO

1.1 Objetivos

Granulometria é o processo usado para medir objetos/grãos de diferentes tamanhos em imagens de material granular. A curva granulométrica ou a distribuição de tamanhos ou o espectro de padrões de uma imagem é o histograma dos objetos em função do tamanho. O objetivo primário da granulometria é, dada uma imagem, obter seu espectro de padrões. Em muitas aplicações, é útil localizar espacialmente o local de ocorrência dos grãos, pois a distribuição espacial dos grãos pode conter informações ausentes no espectro de padrões. Assim, podemos enumerar como o objetivo secundário da granulometria, localizar espacialmente cada grão juntamente com as suas propriedades (tamanho, forma, contraste, etc.).

Este trabalho apresenta um novo algoritmo para a granulometria. Utilizamos correlações cruzadas com círculos de diferentes tamanhos. Esta técnica é primeiramente adequada para objetos de formato circular, mais claros ou mais escuros que o fundo. Os grãos podem ser tênues e pode haver sobreposições entre os grãos. A técnica pode ser estendida para outros formatos (não-circulares) utilizando núcleos de correlação não-circulares. Testes mostraram que o novo algoritmo é robusto ao ruído e pode detectar objetos com pouquíssimo contraste.

Em trabalho conjunto com o Prof. Dr. Hae Yong Kim, escrevemos em C++ um pacote de programas chamado Granul. Este programa contém a implementação da nova granulometria e outros algoritmos que permitem analisar as características estruturais da camada de silício poroso em imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV). Para validar o programa Granul, realizamos testes comparativos com as técnicas de morfologia matemática binária e em níveis de cinza.

O presente trabalho também relata características estruturais quantitativas da camada de silício poroso obtidas, utilizando o programa Granul. Estes resultados permitem-nos analisar a formação de poros quadrados correlacionado ao processo de recozimento térmico do substrato de silício que foi metalizado previamente pelo processo de anodização.

O desenvolvimento do processo de fabricação de nanotubos de silício tem sido desenvolvido pelo grupo de pesquisa do Prof. Dr. Walter Jaimes Salcedo. O processo de fabricação, baseado na corrosão de substrato de silício poroso, envolve diversos parâmetros. Devido a sua importância, existe a necessidade de uma ferramenta que forneça informações rápidas e precisas sobre o produto resultante. Conforme a distribuição, quantidade e forma de furos presentes na superfície da amostra, diversos parâmetros (como temperatura, concentração de eletrólitos, deposição de alumínio na superfície do substrato de silício e tempo necessário no processo de corrosão) podem ser ajustados para a formação da nanoestrutura.

1.2 Histórico de desenvolvimento

Durante o trabalho, foram pesquisadas técnicas existentes na área de visão computacional que pudessem ser utilizadas diretamente para a resolução do problema proposto. A granulometria parecia ser a técnica mais adequada. Entretanto, os algoritmos de granulometria existentes apresentavam resultados insatisfatórios.

Pesquisamos a granulometria baseada em morfologia matemática (GMM) binária. Para aplicar GMM binária, as imagens de MEV (que são originariamente em níveis de cinza) devem ser convertidas para imagens binárias. Constatamos que esta conversão acarreta perda de muita informação que não poderá ser recuperada em etapas posteriores. Assim, GMM binária apresenta resultados precários.

GMM em níveis de cinza também foi pesquisada. Entretanto a saída da GMM em níveis de cinza apresenta resultados que não satisfazem as necessidades da caracterização dos substratos de silício. GMM em níveis de cinza gera espectros de padrões dos quais não é possível obter a quantidade de poros, suas dimensões e suas distribuições espaciais.

A granulometria baseada na detecção de contornos (arestas) mostrou-se ineficiente, uma vez que em pré-processamento para a obtenção do contorno dos objetos mostrou-se muito sensível aos ruídos. Isto tornava inviável sua utilização para a delimitação e medida do tamanho dos poros.

Finalmente partiu-se para a granulometria baseada na correlação cruzada que consegue detectar com maior precisão a quantidade, o tamanho e a distribuição espacial dos poros da superfície do substrato de silício. Inicialmente tivemos a proposta de ter uma ferramenta completamente automática que não foi possível devido a particularidades presentes em cada imagem. Porém, as ferramentas de software desenvolvidas permitem que o usuário ache facilmente os parâmetros adequados.

Foram efetuados testes em recortes de imagens de MEV de substratos de silício obtidos em diferentes condições e com diferentes brilho, contraste e ruídos, e tivemos o reconhecimento preciso dos poros.

1.3 Organização da dissertação

Esta dissertação está organizada da seguinte forma:

- O capítulo 1 trata da introdução do trabalho.
- O capítulo 2 apresenta a nanotecnologia e uma breve explicação sobre o processo de formação do silício poroso.
- O capítulo 3 apresenta técnicas utilizadas em processamento e análise de imagens que são utilizadas para resolver nosso problema.
- O capítulo 4 apresenta a nova técnica de granulometria desenvolvida para a análise de nanoestruturas de silício.
- O capítulo 5 apresenta testes realizados com diferentes técnicas de granulometria e o programa desenvolvido.
- O capítulo 6 apresenta as conclusões deste trabalho.
- O capítulo 7 apresenta referências bibliográficas utilizadas para a elaboração deste trabalho.

2 NANOTECNOLOGIA

Ainda antes dos cientistas desenvolverem instrumentos para ver e manipular átomos individuais, alguns pioneiros mais ousados se colocavam a perguntar: o que aconteceria se pudessem construir novos materiais, átomo a átomo, manipulando diretamente os tijolos básicos da matéria? Um desses pioneiros foi um dos maiores físicos do século XX: Richard Feynman (FEYNMAN, 2005). Uma de suas invenções foi o primeiro uso de processadores paralelos do mundo. Em Los Alamos, na época do desenvolvimento da primeira bomba nuclear, havia a necessidade de se realizarem rapidamente cálculos muito complexos. Feynman, então, teve a idéia de dividir os cálculos em operações mais simples, que podiam ser realizadas simultaneamente, e encheu uma sala com jovens secretárias, cada qual operando uma máquina de calcular (naquela época não havia computadores, nem calculadoras eletrônicas, e as contas tinham de ser feitas à mão, ou com calculadoras mecânicas limitadas às mais simples operações aritméticas).

Atualmente, essa mesma idéia é usada em computadores de alto desempenho, com microprocessadores de alta velocidade. Em 1959, em uma palestra no Instituto de Tecnologia da Califórnia, Feynman sugeriu que, em um futuro não muito distante, os engenheiros poderiam pegar átomos e colocá-los onde bem entendessem desde que, é claro, não fossem violadas as leis da natureza. Com isso, materiais com propriedades inteiramente novas poderiam ser criados. Esta palestra, intitulada "Há muito espaço lá embaixo" é, atualmente, tomada como o ponto inicial da nanotecnologia (FEYNMAN, 1959). A idéia de Feynman é que não precisamos aceitar os materiais com que a natureza nos provê como os únicos possíveis no universo. Hoje, qualquer toca-discos de CDs é uma prova da verdade do que Feynman dizia. Os materiais empregados na construção dos lasers desses toca-discos não ocorrem naturalmente, mas são fabricados pelo homem, camada atômica sobre camada atômica (BINZ; SCHEMPP, 2001).

O objetivo da nanotecnologia, seguindo a proposta de Feynman, é o de criar novos materiais e desenvolver novos produtos e processos baseados na crescente capacidade da tecnologia moderna de manipular isoladamente átomos e moléculas. A idéia consiste em criar, caracterizar, produzir e aplicar estruturas, dispositivos e

sistemas, controlando forma, tamanho e propriedades na escala nanométrica, utilizando técnicas como “bottom-up” e “top-down”.

Os interesses na manipulação de átomos e moléculas são diversos e dentre eles podemos destacar a curiosidade científica, a necessidade de obtenção de dispositivos com dimensões físicas na escala GSI (“Ultra Large Scale Integration”) (MURARKA, 1997), a descoberta de novos materiais, novos dispositivos, novos processos eletrônicos e produtos mais eficientes; numerosas aplicações, e benefícios esperados no desenvolvimento de remédios, tratamento de água, tecnologias de informação e telecomunicações, materiais mais resistentes e leves, etc (WILSON, 2007).

A manipulação da matéria na escala nanométrica leva ao aparecimento de efeitos quânticos, sendo que efeitos gravitacionais perdem a importância. Além disso, propriedades ópticas e forças atômicas e moleculares (forças de Van der Waals) podem ser estudadas e exploradas (STEDMAN, 1993).

No Brasil, a nanotecnologia está sendo estudada e desenvolvida intensamente por diferentes grupos de pesquisa da Física, Química, Biologia e Engenharia com alguns resultados importantes. Mesmo os cientistas mais conservadores projetam um futuro inovador a partir da nanociência e da nanotecnologia. São áreas consideradas emergentes e, também por isso, estratégicas e extremamente promissoras, com possibilidade de alcançar praticamente todos os campos do conhecimento e movimentar quantias astronômicas de dinheiro. Imagina-se que, brevemente, a capacidade de manipular, fabricar e funcionalizar objetos com medida equivalente ao milionésimo do milímetro gerará sistemas capazes de transportar, através de organismo humano, drogas que atingirão o ponto exato de um tumor. A nanotecnologia está totalmente ligada à capacidade dos cientistas de sintetizarem (criarem) novos materiais e de organizá-los, por exemplo, camada molecular por camada molecular, por exemplo, em um sensor que reage eletricamente a diferentes produtos químicos. Aplicações em catálise, isto é, na química e na petroquímica (THOMAS; DEGNA, 2003), em dosadores (COUVREUR et al, 2006), em sensores (RIU; MAROTO; RIUS, 2006), em materiais magnéticos (LIU et al, 2001), em computação quântica (BERMAN; DOOLEN, 2000); são alguns exemplos da nanotecnologia sendo desenvolvida no Brasil.

As aplicações de novos materiais desenvolvidos a partir da nanotecnologia, são bem abrangentes. Economia de energia, proteção ao meio ambiente, menor uso de matérias primas escassas, são possibilidades concretas agregadas à nanotecnologia da atualidade.

2.1 Nanometrologia

A nanometrologia é a ciência responsável pela medição em escala nanométrica. Os principais parâmetros de medição na nanotecnologia são: o comprimento ou tamanho, força, massa, propriedades elétricas, etc. O avanço das técnicas de medição possibilita o desenvolvimento de novos materiais, processos industriais e produtos.

Dentro do contexto do estudo de materiais, processos e dispositivos em nanotecnologia, existem diversas técnicas que podem ser utilizadas para o desenvolvimento de novos materiais e novos dispositivos. Dentre as várias técnicas podemos mencionar a microscopia eletrônica de varredura (MEV) e de transmissão (MET) (CROWFORD; BURKE, 2004; WIRTH, 2009), a microscopia de força atômica (BINNING et al, 1987), e espalhamento de raios-X em pequeno ângulo (SAXS) (LINDGREN, 2004), a espectroscopia de fotoluminescência, a espectroscopia de espalhamento Raman (EFREMOV; ARIESE; GOOIJER, 2008; KUDELSKI, 2009) e a microscopia óptica de campo próximo (SNOM) (KAUPP et al., 2001).

Um tipo de nano material que tem aparecido nos últimos dez anos refere-se a estruturas de silício poroso, estes materiais apresentam propriedades quânticas e ópticas que estão sendo aplicadas na fabricação de dispositivos optoeletrônicos e sensores químicos. A proposta deste trabalho é o processamento de imagens MEV de estruturas de silício poroso para serem utilizados na otimização do processo de fabricação.

2.2 Silício poroso

O silício poroso (PS) constitui uma classe de material que exhibe diversas propriedades ópticas. Este material é relativamente fácil de fabricar, no entanto mecanicamente frágil e complexo (BARILLARO; NANNINI; PIERI, 2002). A distribuição, tamanho e arranjo dos poros definem as características ópticas do cristal fotônico bidimensional.

Filmes de PS não se constituem num material novo, pois sua obtenção já foi relatada na década de 50. Mas, a partir dos anos 90, nota-se um interesse marcante da comunidade científica em estudar as propriedades deste material, principalmente suas propriedades ópticas.

A obtenção do filme de PS é feita através de um processo de anodização eletroquímica das lâminas de silício em uma solução eletrolítica de ácido fluorídrico (HF) concentrado, porém, o controle das suas características estruturais resulta complexo. Basicamente, a estrutura dos filmes de PS é controlada através da densidade de corrente de anodização, da concentração do eletrólito e da condutividade da lâmina de silício (BARILLARO; NANNINI; PIERI, 2002).

Um número significativo de modificações tem sido introduzido no processo convencional da obtenção dos filmes de PS, com a finalidade de melhorar e controlar a qualidade e as propriedades desses filmes (SALCEDO, 1998). Por exemplo, Doant e seus colaboradores formaram camadas de PS assistidas por luz com a finalidade de provocar o deslocamento da banda de emissão para uma faixa de energia que vai do vermelho ao azul. Theib e seus colaboradores (THEIB, 1996) formaram estruturas de PS do tipo multicamadas, variando-se periodicamente a densidade de corrente de anodização.

A atenção primária da comunidade científica foi concentrar seus esforços na possibilidade de aplicação deste material em dispositivos ópticos, como guias de onda, moduladores, detectores de luz e diodos emissores de luz (PALSULE et al., 1997).

Para a formação do PS pode-se utilizar lâminas tipo P e tipo N. Sabendo-se que a formação do PS necessita da existência de lacunas, o silício (Si) tipo P apresenta formação de PS em todas suas regiões. Quando se necessita formar poros em regiões bem específicas, utilizamos o Si tipo N. A presença de lacunas

permite a dissolução do silício no eletrólito. Sendo os elétrons as cargas majoritárias do Si tipo N, iluminando-se as costas da lâmina com energia suficiente (energia acima do *band gap*), pares elétron-lacuna podem ser gerados por um processo de absorção de fótons. As lacunas geradas por energia luminosa são atraídas eletricamente para regiões de alto campo elétrico, causando a rápida dissolução nestas regiões. Inicialmente, o campo elétrico tenderá a concentrar-se nas descontinuidades da superfície da lâmina. Defeitos nas superfícies atuam como pontos iniciais para a formação dos poros. Definindo-se os defeitos na superfície, determinam-se onde os poros serão propagados. Para esta definição de defeitos, utiliza-se a corrosão por KOH, pois este reagente permite uma corrosão anisotrópica, dando um perfil piramidal na região onde os poros serão formados.

3 GRANULOMETRIAS

3.1 Análise e Processamento de Imagens

A visão computacional é a ciência e tecnologia das máquinas que veem, onde ver neste caso significa que a máquina é capaz de extrair informações necessárias para resolver uma tarefa a partir de uma imagem. A visão computacional apresenta dois níveis de abstração: o processamento de imagens e a análise de imagens.

O processamento de imagens consiste em um conjunto de técnicas para capturar, representar e transformar as imagens com o auxílio do computador. O processamento engloba operações como redução de ruído, aumento de contraste, extração de borda e compressão de imagens. O processamento melhora a qualidade visual de aspectos estruturais da imagem, facilitando a percepção humana e a interpretação automática por meio eletrônico.

A análise de imagens consiste em extrair as informações da imagem. Por exemplo, pode-se extrair informações baseadas em forma, textura, níveis de cinza ou nas cores presentes nas imagens. A análise engloba tarefas como segmentação de imagens, descrição dos objetos para representar o conteúdo da imagem de uma maneira reduzida e reconhecimento ou classificação desses objetos.

3.2 Granulometria

Granulometria é o processo usado para medir objetos/grãos de diferentes tamanhos em imagens de material granular. A granulometria pode ser óptica ou baseada em alguma outra propriedade física, como baseada em magnetismo (BEAN, 1956). Neste trabalho, consideraremos somente a granulometria óptica.

A curva granulométrica ou o espectro de padrões de uma imagem é o histograma dos objetos em função do tamanho. O objetivo primário da granulometria é, dada uma imagem, obter seu espectro de padrões. Em muitas aplicações, é útil

localizar espacialmente o local de ocorrência dos grãos, pois a distribuição espacial dos grãos pode conter informações ausentes no espectro de padrões. Assim, podemos enumerar como o objetivo secundário da granulometria individualizar e localizar espacialmente cada grão juntamente com as suas propriedades (tamanho, forma, contraste, etc.).

Há dois grupos principais de algoritmos de granulometria baseada na imagem:

(1) Granulometria baseada na morfologia matemática. Daqui em diante, abreviaremos estas técnicas de GMM.

(2) Granulometria baseada na detecção de arestas. Daqui em diante, abreviaremos estas técnicas de GDA.

GMM obtém o espectro de padrões da imagem sem segmentá-la explicitamente.

Dougherty et al. apresentaram uma GMM popular para imagens binárias (DOUGHERTY et al., 1992c). Raimundo et al. utilizaram este algoritmo para caracterizar o material poroso (RAIMUNDO et al., 2009). Entretanto, este algoritmo não pode ser aplicado diretamente em imagens em níveis de cinza. Se a imagem original é em níveis de cinza, este algoritmo necessita de algum modo convertê-la em uma imagem binária e qualquer binarização descarta muita informação importante.

GMM para imagens binárias pode ser estendida naturalmente para imagens em níveis de cinza. Vincent apresentou um algoritmo para acelerar a GMM para imagens em níveis de cinza (VINCENT, 1994a). Uma demonstração deste algoritmo com o código fonte estão disponíveis em (MATHWORKS, 2009). Porém a saída deste algoritmo é altamente não-intuitiva, dificultando o seu uso na prática. O algoritmo representa o espectro de padrões como a “soma dos valores dos pixels numa imagem resultante de operação abertura em função do tamanho”. Obviamente, o usuário quer obter simplesmente a “quantidade de objetos em função do tamanho”.

Granulometria baseada na detecção de arestas (MAERZ, 1996) detecta as arestas da imagem utilizando os operadores convencionais de gradiente e limiarização. Os objetos são delimitados utilizando as arestas detectadas. A detecção de aresta é uma operação sensível ao ruído e pode não ser confiável. Porém, em muitas aplicações práticas, esta pode ser a única granulometria

aplicável. Veja a figura 3.1. A granulometria baseada em morfologia matemática supõe que os grãos são mais claros ou mais escuros que o fundo. Porém, na figura 3.1, os grãos estão empilhados formando um volume 3-D. Assim, o fundo não é visível. Somente as arestas caracterizam os grãos.

Figura 3.1 - Grãos empilhados, onde a granulometria baseada em morfologia matemática não pode ser aplicada (figura extraída de (KAERZ, 1996)).

Este trabalho apresenta uma nova abordagem para a granulometria. Utilizamos correlações cruzadas com círculos de diferentes tamanhos. Daqui em diante, denotaremos esta técnica de GCC. Esta técnica é primeiramente adequada para objetos de formato circular, mais claros ou mais escuros que o fundo. Os grãos podem ser tênues e pode haver sobreposições entre os grãos. A técnica pode ser estendida para outros formatos (não-circulares) utilizando núcleos de correlação não-circulares. Testes mostraram que o novo algoritmo é robusto ao ruído e pode detectar objetos com pouquíssimo contraste. A figura 3.2 mostra um exemplo de imagem que pode ser adequadamente analisado usando a nossa técnica.

Figura 3.2 - Exemplo de imagem de silício poroso onde a granulometria baseada em correlação pode ser usada.

3.3 Morfologia matemática binária

Antes de explicarmos GMM, apresentaremos alguns conceitos de morfologia matemática.

A morfologia matemática é uma metodologia para análise de imagens baseada em operadores que transformam imagens. A teoria de morfologia matemática foi formulada na década de 1960 por Georges Matheron, Jean Serra e seus colaboradores da Escola Nacional de Minas de Paris, França (MATHERON, 1967; SERRA, 1967a; SERRA, 1967b; HAAS, 1967). Foi criada originalmente para manipular imagens binárias e posteriormente foi estendida para imagens em níveis de cinza.

Um operador morfológico M é um mapeamento de um conjunto $A \subset \mathbb{Z}^2$ que representa uma imagem e de um outro conjunto $B \subset \mathbb{Z}^2$ chamado elemento estruturante, num terceiro conjunto $C \subset \mathbb{Z}^2$. Isto é, $M : \mathcal{P}(\mathbb{Z}^2) \times \mathcal{P}(\mathbb{Z}^2) \rightarrow \mathcal{P}(\mathbb{Z}^2)$, onde $\mathcal{P}(\mathbb{Z}^2)$ denota o espaço dos subconjuntos de $\mathbb{Z}^2$.

A dilatação e a erosão são operadores morfológicos elementares da morfologia matemática e são úteis na construção de operadores mais sofisticados.

Vamos definir a translação da imagem binária $A \subset \mathbb{Z}^2$ pelo vetor $p \in \mathbb{Z}^2$ como:

$$A_p \equiv A + p \equiv \{a + p \mid a \in A\}.$$

Usando a translação, a dilatação ou soma Minkowski de $A \subset \mathbb{Z}^2$ pelo elemento estruturante $B \subset \mathbb{Z}^2$ é definida:

$$A \oplus B \equiv \delta_B(A) \equiv \{a + b \mid a \in A, b \in B\}$$

De forma semelhante, a erosão ou subtração Minkowski de $A \subset \mathbb{Z}^2$ pelo elemento estruturante $B \subset \mathbb{Z}^2$ é definida:

$$A \ominus B \equiv \varepsilon_B(A) \equiv \{x \in \mathbb{Z}^2 \mid B + x \subset A\}$$

A abertura de A por B, denotada $A \circ B$, é definida como:

$$A \circ B \equiv (A \ominus B) \oplus B$$

O fechamento de A por B, denotado $A \bullet B$, é definido como:

$$A \bullet B \equiv (A \oplus B) \ominus B$$

3.4 Granulometria baseada em morfologia matemática binária

GMM binária é a estimativa da distribuição de tamanhos de objetos numa imagem binária. Para objetos com formas regulares, operações sucessivas de abertura morfológica com elementos estruturantes de tamanhos gradualmente maiores podem ser utilizadas para indiretamente medir o tamanho dos objetos. A diferença entre a imagem e sua abertura é calculada, o tamanho do elemento estruturante é aumentado e o processo é repetido até que a operação de abertura remova todos os objetos (PEDRINI, 2008; DOUGHERTY, 1992b; FACON, 1996). A granulometria pode ser vista intuitivamente como um processo de peneiramento. A passagem de uma peneira com diferentes tamanhos de malha (elemento estruturante) é varrido pela imagem e objetos com tamanhos menores que a malha são retirados da imagem. O processo é repetido até que todos os objetos sejam retirados da imagem original.

3.4.1 GMM binária por abertura

Apresentamos a seguir a definição da GMM por abertura para imagens binárias. Este é a GMM mais popularmente utilizada.

Seja B um elemento estruturante de um espaço euclidiano ou grade E , e considere a família $\{B_k\}$, $k=0, 1, \dots$, dada por:

$$B_k = \underbrace{B \oplus \dots \oplus B}_{k \text{ vezes}}$$

onde $\oplus$ denota a dilatação morfológica. Por convenção, B_0 é o conjunto que contém somente a origem de E e $B_1 = B$.

Seja X um subconjunto de E (ou seja, uma imagem binária em morfologia matemática), e considere a série de conjuntos $\{\gamma_k(X)\}$, $k = 0, 1, \dots$ dada por:

$$\gamma_k(X) = X \circ B_k,$$

onde $\circ$ denota a abertura morfológica. Note que $\gamma_0(X) = X$

O *espectro de padrões* ou a *distribuição de tamanhos* de X é a coleção de números $\{P_k(X)\}$, $k = 0, 1, \dots$ dada por:

$$P_k(X) = \gamma_k(X) - \gamma_{k+1}(X)$$

No caso de imagens binárias, a operação ou-exclusivo pode substituir a operação subtração ponto a ponto na equação acima. O parâmetro k é referido como o *tamanho*, e o componente k do espectro de padrões $\{P_k(X)\}$ fornece uma estimativa para a quantidade de grãos de tamanho k na imagem X . Picos de $\{P_k(X)\}$ indicam quantidades relativamente grandes de grãos do tamanho correspondente. Como veremos adiante, a unidade deste espectro de padrões é o número de pixels (ou área ou volume). Se quiser obter do espectro de padrões com a unidade em número de grãos, $\{P_k(X)\}$ deve ser dividida pelo número de pixels (ou área ou volume) dos elementos estruturantes utilizados.

3.4.2 Exemplo de GMM binária

O exemplo abaixo ilustra estes conceitos. O programa 3.1 “`graos.cpp`” abaixo foi escrito em C++ utilizando a biblioteca Proeikon (PROEIKON, 2011) e gera uma imagem binária 160x240 com 20 grãos de tamanho 1x1, 20 de tamanho 3x3, 20 de tamanho 5x5 e 20 de tamanho 7x7. Estes grãos podem estar parcial ou completamente sobrepostos.

Programa 3.1: `graos.cpp`

```
#include <proeikon>
int main()
{ IMGBIN a(160,240,preto);
  for (int i=1; i<5; i++) {
    a=a+IMGBIN(3,3,branco);
    for (int j=0; j<20; j++) {
      int l=myrand()%a.nl();
      int c=myrand()%a.nc();
      a(l,c)=branco;
    }
  }
  imp(a, "graos.bmp");
}
```

Figura 3.3 - graos.bmp (pixels pretos e brancos foram invertidos, para facilitar a visualização).

O programa 3.2 “granulb.cpp” abaixo calcula o espectro de padrões usando elementos estruturantes quadrados:

Programa 3.2: granulb.cpp

```
#include <proeikon>

int brancos(IMGBIN d)
{ int s=0;
  for (int i=0; i<d.n(); i++) s+=d(i);
  return s;
}

int main(int argc, char **argv)
{ IMGBIN a; le(a,"graos.bmp");
  int eemax=5;
  VETOR< IMGBIN > ee(eemax), gama(eemax);
  char st[256];
  for (int k=0; k<eemax; k++) {
    ee(k)=IMGBIN(2*k+1,2*k+1,branco);
    sprintf(st,"ee_%d.bmp",k); imp(ee(k),st);
    gama(k)=abert(a,ee(k));
    sprintf(st,"gama_%d.bmp",k); imp(gama(k),st);
  }
  for (int k=0; k<eemax-1; k++)
    printf("P_%d(X)=%d\n",k,
      (brancos(gama(k))-brancos(gama(k+1))));
}
```


O programa granulb gera o espectro de padrões da primeira coluna da tabela 3.1. Note que esse espectro de padrões não descreve corretamente a imagem “graos.bmp” que possuem 20 grãos de cada tamanho. Dividindo o espectro de padrões pelo número de pixels dos elementos estruturantes (segunda coluna), obtemos o espectro de padrões correto (terceira coluna). Esse espectro dá resultado um pouco menor que 20 para cada tamanho do grão devido aos pixels sobrepostos.

Tabela 3.1 - O espectro de padrões da imagem “graos.bmp”.

Espectro de padrões (em número de pixels)	Lado do elemento estruturante	Número de pixels do elemento estruturante	Espectro de padrões normalizado (em número de grãos).
P_0 (X) =19	1	1	19,0
P_1 (X) =170	3	9	18,9
P_2 (X) =463	5	25	18,5
P_3 (X) =976	9	49	19,1

A figura 3.4 ilustra a decomposição da imagem “graos.bmp” em grãos de diferentes tamanhos. Note que GMM binária consegue localizar espacialmente cada grão, com a exceção de grãos sobrepostos.

Figura 3.4 - GMM binária decompõe a imagem “graos.bmp” em grãos de diferentes tamanhos. As imagens foram invertidas (preto/branco) para melhorar a visibilidade. $\gamma_4(X)$ é uma imagem inteiramente branca. Os elementos estruturantes γ_k são quadrados com lado $2k+1$ pixels.

3.4.4 Granulometria teórica

Matheron (MATHERON,1975) propôs um conjunto de regras que devem ser verificadas para se obter uma boa granulometria. São apresentados três axiomas:

Sejam X a imagem a ser analisada e $T^{(\lambda)}(X)$ a transformação que permite realizar uma análise granulométrica. $T^{(\lambda)}(X)$ representa exatamente o refugo da peneira de tamanho λ .

1. A transformação morfológica deve ser anti-extensiva; o conjunto transformado deve ser menor que o de origem, ou seja:

$$\forall \lambda > 0, T^{(\lambda)}(X) \subset X \quad \forall X$$

2. A transformação morfológica deve ser crescente, ou seja:

$$\forall \lambda > 0, Y \subset X \Rightarrow T^{(\lambda)}(Y) \subset T^{(\lambda)}(X) \quad \forall X$$

3. Seja a transformação de uma imagem X a partir de duas transformações morfológicas sucessivas de parâmetros respectivos λ_1 e λ_2 . O resultado final deve ser idêntico qualquer que seja a sequência de transformações empregada. Além disso, o resultado deve ser idêntico ao obtido pela transformação de maior parâmetro λ :

$$\forall \lambda_1, \lambda_2 > 0, T^{(\lambda_1)}(T^{(\lambda_2)}(X)) = T^{(\lambda_2)}(T^{(\lambda_1)}(X)) = T^{\sup(\lambda_1, \lambda_2)}(X) \quad \forall X$$

O processo de peneiramento (por aberturas) obedece a esses três axiomas. No primeiro, porque qualquer conjunto peneirado fica menor que o conjunto inicial; no segundo, porque a quantidade de objeto depositado é proporcional a quantidade analisada e no terceiro, porque usar uma peneira grossa e depois uma fina ou uma fina e depois uma grossa resulta no mesmo peneiramento e o resultado fica idêntico ao peneirar com uma peneira grossa. O terceiro axioma é a propriedade de idempotência:

$$\forall \lambda_1 > 0, T^{(\lambda_1)}(X)(T^{(\lambda_1)}(X)) = T^{(\lambda_1)}(X) \quad \forall X$$

O parâmetro λ usado na granulometria representa um parâmetro de tamanho (comprimento, largura, área, volume).

3.5 Granulometria baseada em morfologia matemática em níveis de cinza

A teoria da morfologia matemática em níveis de cinza foi elaborada por Serra (SERRA, 1988) e é utilizada por Dougherty (DOUGHERTY, 1990a; DOUGHERTY, 1990b; DOUGHERTY, 1992a) e Vicent (VICENT, 1994a; VICENT, 1994b; VICENT, 1996; VICENT, 2000a; VICENT, 2000b) na elaboração de algoritmos para a granulometria em imagens em níveis de cinza.

GMM em níveis de cinzas pode ser obtida simplesmente trocando os operadores morfológicos binários pelos equivalentes em níveis de cinza. Aparentemente, GMM em níveis de cinza não tem a mesma popularidade que GMM binária. Uma possível explicação é que o espectro de padrões de GMM em níveis de cinza é ainda menos intuitivo de se interpretar que GMM binária.

Descrevemos abaixo as definições básicas de Morfologia Matemática em níveis de cinza.

Uma imagem em níveis de cinzas f é definida como uma função $f: \mathbb{Z}^2 \rightarrow \mathbb{R}$. Na prática, a imagem não está definida em todo o domínio, mas somente num retângulo chamado suporte. O suporte de f é um subconjunto finito de $\mathbb{Z}^2$ onde a imagem está realmente definida, denotada por $S(f)$.

Dilatação ou soma Minkowski da imagem f pelo elemento estruturante b é definida (f e b são imagens em níveis de cinza):

$$(f \oplus b)(s, t) = \max_{(x, y) \in S(\hat{b})} \{f(s + x, t + y) + \hat{b}(x, y)\}, \quad (s, t) \in \mathbb{R}^2$$

O circunflexo indica a dupla reflexão em torno da origem, ou uma rotação de 180 graus. Deve-se considerar que fora do suporte, a imagem está preenchida com $-\infty$.

Erosão ou subtração Minkowski da imagem f pelo elemento estruturante b é definida:

$$(f \ominus b)(s, t) = \min_{(x, y) \in S(b)} \{f(s + x, t + y) - b(x, y)\}, \quad (s, t) \in \mathbb{R}^2$$

Fora do suporte, deve-se considerar que f está preenchida com $+\infty$.

As operações de abertura e fechamento em imagens em tons de cinza possuem as mesmas expressões daquelas definidas para imagens binárias, exceto que as operações de dilatação e erosão são definidas para imagens em tons de cinza. Assim, a abertura de A por B , denotada $A \circ B$, é definida como:

$$A \circ B \equiv (A \ominus B) \oplus B$$

O fechamento de A por B, denotado $A \bullet B$, é definido como:

$$A \bullet B \equiv (A \oplus B) \ominus B$$

3.5.1 GMM em níveis de cinza por abertura

Exatamente as mesmas operações da GMM binária por abertura podem ser utilizadas aqui, trocando evidentemente as operações binárias pelas correspondentes em níveis de cinza.

Seja B um elemento estruturante de um espaço euclidiano ou grade E , e considere a família $\{B_k\}$, $k=0, 1, \dots$, dada por:

$$B_k = \underbrace{B \oplus \dots \oplus B}_{k \text{ vezes}}$$

onde $\oplus$ denota a dilatação morfológica. Por convenção, B_0 é o conjunto que contém somente a origem de E e $B_1 = B$.

Seja X um subconjunto de E (ou seja, uma imagem binária em morfologia matemática), e considere a série de conjuntos $\{\gamma_k(X)\}$, $k = 0, 1, \dots$ dada por:

$$\gamma_k(X) = X \circ B_k,$$

onde $\circ$ denota a abertura morfológica. Note que $\gamma_0(X) = X$

O *espectro de padrões* ou a *distribuição de tamanhos* de X é a sequência de números $\{P_k(X)\}$, $k = 0, 1, \dots$ dada por:

$$P_k(X) = \gamma_k(X) - \gamma_{k+1}(X).$$

A unidade deste espectro de padrões é o número de pixels vezes a variação de nível de cinza de uma abertura para a outra. Isto é ainda menos intuitivo do que o número de pixels do caso GMM binária, o que talvez explique a sua pouca popularidade.

3.5.2 Exemplo de GMM em níveis de cinza 1

Um exemplo de granulometria baseada em Morfologia Matemática em níveis de cinza é apresentada nas figuras 3.7 e 3.8. Foi utilizado o algoritmo em Matlab disponível publicamente (MATHWORKS, 2009).

Figura 3.7 - Decomposição da imagem “círculo” usando GMM em níveis de cinza.

Figura 3.8 - Espectro de padrões, onde foi identificado corretamente o raio do círculo da imagem.

3.5.3 Exemplo de GMM em níveis de cinza 2

Um outro exemplo de granulometria baseada em morfologia matemática em níveis de cinza é apresentada nas figuras 3.9 e 3.10. Foi feito um programa em C++ usando a biblioteca Proeikon (programa 3.3). Note nas figuras 3.9 e 3.10 que GMM em níveis de cinza não fornece explicitamente a quantidade de grãos em função do diâmetro. Também não fornece explicitamente a posição dos grãos.

Programa 3.3: granulg.cpp

```
#include <proeikon>

int soma(IMGGRY d)
{ int s=0;
  for (int i=0; i<d.n(); i++) s+=d(i);
  return s;
}

int main(int argc, char **argv)
{ IMGGRY a; le(a,"silicio.pgm"); a=-a;
  int eemax=8;

  VETOR< IMGSHY > ee(eemax);
  VETOR< IMGGRY > gama(eemax), dec(eemax-1);
  VETOR< int > conta(eemax);
  char st[256];

  for (int k=0; k<eemax; k++) {
    int diametro=1+6*k;
    conta(k)=eecircular(diametro,ee(k));
    gama(k)=abert(a,ee(k));
    sprintf(st,"gama_%02d.pgm",k); imp(-gama(k),st);
  }

  for (int k=0; k<eemax-1; k++) {
    dec(k)=gama(k)-gama(k+1);
    sprintf(st,"dec_%02d.pgm",k); imp(-dec(k),st);
  }

  for (int k=0; k<eemax-1; k++)
    printf("P_%d(X)=%d\n",k,(soma(gama(k))-soma(gama(k+1)))) );
}
```

Figura 3.9 - Decomposição da imagem “Silicio.pgm”. Somente as decomposições importantes são mostradas. Os elementos estruturantes γ_k são círculos com diâmetro $6k+1$ pixels.

Figura 3.10 - Espectro de padrões da imagem “silicio.pgm”. O eixo x indica o diâmetro do elemento estruturante em pixels (equivale ao diâmetro do grão na figura). O eixo y indica número de pixels vezes intensidades de cinza em $P_k(X)$. O gráfico mostra que os grãos com diâmetro 13 dominam em área vezes intensidade.

3.6 Granulometria baseada em detecção de arestas

Observe a figura 3.1, que mostra uma porção de grãos empilhados. Claramente, não se pode aplicar GMM (tanto binária quanto em níveis de cinza) nesta imagem, pois não há distinção de níveis de cinza dos grãos para a imagem de fundo. Se quisesse realmente usar GMM, teria que pegar uma camada de grãos e colocá-lo sobre um fundo com alto contraste (por exemplo, o fundo branco ou preto). A única característica da figura 3.1 que permite estimar o tamanho dos grãos são as arestas que delimitam os contornos dos grãos. Estas arestas podem ser utilizadas para obter o espectro de padrões. Abreviaremos uma granulometria baseada em detecção de arestas de GDA.

Detecção de aresta é uma abordagem comum para detectar discontinuidades significativas em níveis de cinza. As arestas podem ser detectadas calculando os máximos locais de gradientes ou os cruzamentos de zero do laplaciano. Um algoritmo clássico e popular de detecção de arestas foi proposto por Canny (CANNY, 1986).

Maerz e colaboradores descrevem em (MAERZ, 1996) um sistema de granulometria chamado WipFrag que permite obter o espectro de padrões baseado em arestas. WipFrag primeiro detecta as arestas. Se necessário, é possível intervir manualmente para melhorar esta detecção. WipFrag reconstrói a distribuição 3-D dos grãos a partir das arestas 2-D usando o que os autores denominaram de “probabilidade geométrica”. WipFrag pode utilizar várias imagens de escalas iguais ou diferentes para melhorar a acurácia da estimação.

WipFrag é um produto comercial, e portanto os autores descrevem mais as propriedades do produto do que o seu funcionamento detalhado. Não temos acesso direto a este produto e não conhecemos os detalhes do funcionamento. GDA é interessante para muitas aplicações prática. Porém, a detecção de arestas nem sempre é confiável. As texturas existentes dentro dos grãos e as mudanças de nível de cinza entre luz/sombra dentro de um grão podem criar falsas arestas.

Observe a figura 3.11a. À primeira vista, parece simples delimitar os contornos dos grãos. Porém, aplicando o algoritmo de detecção de arestas de Canny (com parâmetros típicos), obtém-se a figura 3.11b, que apresenta muitos erros de detecção (tanto falsos positivos como falsos negativos). A dificuldade de se detectar as arestas com precisão faz levantar dúvidas sobre a possibilidade de se obter um GDA confiável.

Figura 3.11 - (a, b) Imagens extraídas de (KAERZ, 1996), onde GMM não pode ser aplicada. (c, d) As arestas detectadas utilizando O algoritmo de Canny com parâmetros típicos. Note que muitas arestas não foram detectadas, ao mesmo tempo em que muitas falsas arestas foram detectadas. A dificuldade em detectar as arestas com precisão faz levantar dúvidas sobre a possibilidade de se obter uma GDA confiável.

4 GRANULOMETRIA BASEADA EM CORRELAÇÃO

4.1 Teoria

Nesta seção, apresentamos uma nova abordagem para a granulometria utilizando correlação cruzada com núcleos circulares. Esta técnica permite detectar grãos/objetos com formatos aproximadamente circulares, incluindo triângulos e quadrados (MARUTA et al.,2010). Como trabalho futuro, é possível acrescentar núcleos não-circulares para detectar também os objetos com formatos específicos. Aplicaremos esta técnica para a caracterização de nanoestruturas de silício. Esta técnica só pode ser utilizada em imagens onde os grãos tem níveis de cinza diferentes do fundo. Caso os grãos tiverem nível de cinza semelhante ao fundo ou se os grãos estiverem empilhados de forma que o fundo está oculto, é possível retirar uma camada de grãos e colocá-los sobre um fundo de alto contraste (preto ou branco)

4.1.1 Correlação cruzada

A correlação cruzada discreta entre duas imagens t e a com valores reais é definida pela expressão:

$$t(x, y) \circ a(x, y) = \sum_m \sum_n t(m, n) a(x + m, y + n)$$

onde m e n varrem todo o domínio dos números inteiros. Na prática, as imagens são definidas somente dentro de um domínio retangular e são consideradas preenchidas com zeros fora deste domínio. Apesar da “lógica” indicar que a notação para correlação deveria ser algo como $(t \circ a)(x, y)$ (uma operação entre duas imagens aplicada num pixel), surpreendentemente a notação clássica amplamente usada na comunidade de processamento de imagens e sinais é $t(x, y) \circ a(x, y)$. A maioria dos livros clássicos como Gonzalez adotam-na (GONZALEZ,2002). A correlação cruzada

pode ser calculada de forma computacionalmente eficiente com a transformada rápida de Fourier (FFT - *Fast Fourier Transform*).

A técnica usada para encontrar uma máscara ou modelo (*template*) t (normalmente pequena) dentro da imagem a (normalmente grande) é conhecida como casamento de modelos (*template matching*). Esta operação calcula primeiro a máscara com a correção de média $\tilde{t}$ subtraindo o nível de cinza médio $\bar{t}$ de cada pixel da imagem t . Isto é:

$$\tilde{t}(x, y) = t(x, y) - \bar{t} \text{ e } \bar{t} = \frac{1}{MN} \sum_{x=1}^M \sum_{y=1}^N t(x, y)$$

Usando a linguagem de eletricidade/eletrônica, a correção de média de uma imagem pode ser imaginada como a eliminação do componente DC, mantendo somente os componentes AC da imagem. Depois, calcula-se a correlação cruzada entre $\tilde{t}$ e a , obtendo c . Os picos da imagem c correspondem às ocorrências de t em a .

Definimos que duas imagens x e y são equivalentes sob variação de brilho e contraste se existem fator de correção de contraste $\beta > 0$ e fator de correção de brilho γ tais que $y = \beta x + \gamma \mathbf{1}$, onde $\mathbf{1}$ é matriz de 1's. A imagem y tem contraste maior que x se $\beta > 1$ e tem contraste menor se $\beta < 1$. A imagem y tem brilho maior que x se $\gamma > 0$ e tem brilho menor se $\gamma < 0$.

A correlação cruzada (após efetuar a correção de média da máscara) é uma operação independente do brilho da imagem, mas dependente do contraste. Se várias instâncias de t com diferentes contrastes ocorrem em a , a instância com maior contraste gerará o maior pico em c . Para aplicações em processamento de imagem onde o brilho/contraste de imagens pode variar devido às condições de iluminação e exposição, esta é uma propriedade indesejável, e assim a correlação cruzada normalizada é aplicada ao invés da correlação cruzada para obter invariância ao brilho/contraste. A correlação cruzada normalizada entre t e a é definida como:

$$NCC(t, a)(x, y) = \frac{\sum_m \sum_n \tilde{t}(m, n) \tilde{a}(x + m, y + n)}{\sqrt{\sum_m \sum_n \tilde{t}(m, n)^2 \cdot \sum_m \sum_n \tilde{a}(x + m, y + n)^2}}$$

onde $\tilde{a}$ é a imagem a com correção de média local, isto é:

$$\tilde{a}(x + m, y + n) = a(x + m, y + n) - \frac{1}{MN} \sum_{m'=1}^M \sum_{n'=1}^N t(x + m', y + n')$$

Entretanto, em granulometria, o uso da correlação cruzada normalizada não nos permite distinguir objetos nítidos (alto contraste) dos objetos pouco nítidos (baixo contraste). Assim, adotamos a correlação cruzada não-normalizada mas usando o modelo $\tilde{t}$ com correção de média:

$$c(x, y) = \tilde{t}(x, y) \circ a(x, y)$$

Com isso, uma instância com pouco contraste em a produz um baixo pico em c . Escolhendo um nível apropriado para limiarizar a imagem c , podemos detectar somente os objetos nítidos (alto limiar) ou também os objetos pouco nítidos de pequeno contraste (baixo limiar).

4.1.2 Granulometria Baseada em Correlação Cruzada (GCC)

Figura 4.1 – Alguns dos núcleos utilizados em nossa granulometria. Os pixels pretos têm valores negativos, os brancos são positivos, e cinzas são zeros.

Para obter o espectro de padrões de uma imagem de material granular a , propomos realizar correlações cruzadas de a com núcleos circulares $t_1, t_2, \dots, t_n$ com diferentes raios (figura 4.1). Os raios r_i dos círculos pretos dos núcleos são incrementados em progressão geométrica. Os raios dos círculos brancos estão definidos como $R_i = r_i \sqrt{2}$. Isto faz com que a área do círculo preto seja aproximadamente igual à área do anel circular branco. Em cada núcleo, o raio do círculo interno (preto) e o raio do círculo externo (branco) são escolhidos de modo que o número de pixels pretos seja aproximadamente igual ao número de pixels brancos. Os pixels cinzas são zeros. Em cada núcleo, a soma de todos os pixels negativos é -0,5, e a soma de todos os pixels positivos é +0.5. Assim, se os níveis de cinza da imagem variam de 0 a 1 (0 é preto e 1 é branco) a imagem resultante da correlação variará de -1 a +1.

Verificamos experimentalmente que 5 núcleos por oitava são suficientes para obter a invariância a escala. Uma oitava é um intervalo de escalas onde a escala

final é duas vezes maior que a escala inicial. Denotemos as imagens resultantes das correlações cruzadas com os núcleos circulares $t_1, t_2, \dots, t_n$ como $c_1, c_2, \dots, c_n$ onde:

$$c_i(x, y) = \tilde{t}_i(x, y) \circ a(x, y)$$

Definimos a imagem da máxima correlação C como a imagem que seleciona, para cada pixel (x, y) , a máxima correlação obtida:

$$C(x, y) = \underset{i=1}{\overset{n}{\text{MAX}}} [c_i(x, y)]$$

Um pico em $C(x, y)$ corresponde a um objeto aproximadamente circular em a . A escala do objeto detectado é dada pelo argumento da correlação máxima:

$$G(x, y) = \underset{i=1}{\overset{n}{\text{ARGMAX}}} [c_i(x, y)]$$

A partir da escala do objeto é possível calcular o raio do núcleo. É preciso processar a imagem C para obter apenas os objetos “importantes”. Os objetos “não importantes” são aqueles que têm baixo contraste (baixa correlação ou valor pequeno em C) ou que apresentam uma sobreposição significativa com alguns objetos de maior correlação.

Para isso, o algoritmo GCC detecta os máximos locais (picos) da imagem C entre os pixels com valores positivos (na verdade, adotamos $C(x, y) > 0,01$ para descartar os picos muito baixos) efetuando uma rotina de “non-maximum suppression”. O nosso algoritmo varre todos os pixels com valor $C(x, y) > 0,01$ e armazena numa lista somente os pixels (x, y) que atendem a seguinte condição:

$$C(x, y) \geq C(p, q), \quad \forall (p, q) \in \eta(x, y),$$

onde $\eta(x, y)$ é o conjunto de pixels vizinhos de (x, y) . Usando 8-conectividade, temos:

$$\eta(x, y) = \{(x-1, y-1), (x-1, y), (x-1, y+1), (x, y-1), (x, y+1), (x+1, y-1), (x+1, y), (x+1, y+1)\}$$

Em seguida, GCC permite que o usuário escolha iterativamente um valor t_{corr} (um valor entre 0% e 100%) para a correlação mínima e t_{sobrep} (um valor entre 0% e 100%) para a maior sobreposição permitida. Esta iteração permite que o usuário escolha o que deve ser detectado como objeto e o que não deve ser.

Os picos (que representam objetos aproximadamente circulares) com $C(x, y) < t_{corr}$ são descartados. Depois, são descartados os objetos que possuem alguma sobreposição maior do que t_{sobrep} com algum outro objeto de correlação maior a sua. Seja p um pico e q um outro pico com correlação maior (isto é, $C(p) \leq C(q)$). Então, definimos que há uma sobreposição maior que t_{sobrep} entre p e q se a seguinte condição for verdadeira:

$$|p, q| + t_{sobrep} r_p < r_p + r_q$$

onde $|p, q|$ é a distância euclidiana entre os centros dos objetos p e q , e r_p e r_q são os raios dos objetos p e q . Se $t_{sobrep}=0$, os objetos circulares detectados não podem se intersectar o mínimo que seja. Se $t_{sobrep}=100\%$, admite-se completa intersecção.

4.2 Implementação

Programamos a GCC descrita acima em linguagem C++ e denominamos o software obtido de *Granul*. O programa Granul utiliza as bibliotecas OpenCV¹ versão 1.1 e Proeikon² versão 4.27. O Granul contém, além da granulometria, outros subprogramas que permitem analisar imagens MEV de camadas de silício macroporoso com poros circulares e quadrados. O Granul é composto de quatro subprogramas chamados de *CorrCirc*, *Classify*, *Edit* e *Relat*. A seguir descrevemos cada um destes subprogramas.

4.2.1 Subprograma *CorrCirc*

Este subprograma é a implementação da granulometria proposta. Corrcirc faz correlações cruzadas com núcleos circulares para detectar furos (circulares ou quadrados) de imagens de MEV das amostras de silício ou alumina porosa. Os parâmetros que devem ser fornecidos para este programa são:

- O nome da imagem de entrada a ser analisada, digamos *original.png*;
- O nome do arquivo de texto que armazenará os furos detectados, digamos *poros.hol*;
- A quantidade de núcleos circulares a ser usado;
- O raio do menor círculo em pixels;
- A quantidade de círculos por oitava.

Por exemplo:

```
c:\subdir>granul corrcirc original.png poros.hol 13 5 4
```

O programa CorrCirc primeiro calcula as correlações e para cada pixel seleciona a maior correlação. Depois, o programa abre uma janela mostrando a

¹ Disponível em <http://sourceforge.net/projects/opencvlibrary/files>

² Disponível em <http://www.lps.usp.br/~hae/software>

imagem processada com dois “*trackbars*” onde é possível selecionar o limiar de correlação e de sobreposição para a detecção dos objetos.

Os objetos detectados podem ser salvos no “*poros.hol*” através do comando “**S**” (*Save*). O *arquivo.hol* pode ser visualizado em qualquer editor de textos. A imagem mostrada na tela pode ser salva como “*corrcirc.png*” através do comando “**H**” (*Hardcopy*).

Figura 4.2 - Janela do programa *CorrCirc*

4.2.2 Subprograma *Classify*

Este subprograma permite classificar automaticamente os poros em círculos ou quadrados (figura 4.3), baseado no tamanho do poro (círculo azul ou vermelho) e na “zona de influência”, área na vizinhança do poro onde não há outro poro (círculo amarelo). Este subprograma deve ser chamado depois de *CorCirc*, fornecendo a imagem *original.png* e o arquivo dos poros detectados *poros.hol*:

```
c:\subdir>granul classify original.png poros.hol
```

Classify faz a leitura da imagem *original.png* e o arquivo dos círculos detectados *poros.hol* e classifica os poros em círculos ou quadrados, armazenando o resultado no próprio arquivo *poros.hol*. Para um poro ser considerado quadrado, deve satisfazer a condição:

$$(\text{raio} \geq \text{traio}) \text{ e } (\text{influência}/\text{raio} - 1 \geq \text{tinfl}/50)$$

onde *traio* e *tinfl* são os limiares do raio do poro e da zona de influência que distingue poros circulares dos quadrados. Os poros que não satisfazem a condição acima são considerados circulares.

O subprograma abre a imagem *original.png* numa janela e permite que o operador selecione *traio* e *tinfl*.

Os dados da classificação automática são salvos apertando-se a tecla “**S**”. A imagem vista na janela pode ser gravada com a tecla “**H**” e salva no arquivo *classify.png*. Para sair do subprograma aperta-se a tecla “**ESC**”.

Figura 4.3 - Janela do programa *Classify*. Poros circulares em vermelho, poros quadrados em azul e as zonas de influência dos poros quadrados em amarelo.

4.2.3 Subprograma Edit

Este subprograma permite fazer ajustes manuais na imagem classificada automaticamente.

O programa lê a imagem *original.png* e o arquivo *poros.hol* com os poros classificados como furos circulares e quadrados e, após serem efetuados as modificações manuais, os novos dados são salvos no arquivo *poros.hol*:

```
c:\subdir>granul edit original.png poros.hol
```

Figura 4.4 - Janela do programa *Edit*.

Figura 4.4.1-Detalhe de poros alterados manualmente.

A janela apresenta a distribuição de furos circulares e quadrados que foram classificados (figura 4.4). Caso algum por tenha sido classificado erradamente, pode-se mudar a classificação apertando a tecla “**F**”. Este comando muda a classificação de círculo para quadrado ou vice-versa do poro que estiver sob o cursor.

Pode-se apagar um furo que foi detectado erroneamente através da tecla “**D**”(deletar).

Pode-se inserir um furo que não foi detectado acionando-se a tecla “**I**” (inserir), com o mouse no centro do furo e mantendo-se apertado seu botão esquerdo até a borda do furo, quando solto aparecerá um círculo azul com o centro evidenciado em “X” verde (figura 4.4.1).

Feitas todas as alterações, é necessário salvar-se o arquivo *poros.hol* apertando-se a tecla “**S**”.

4.2.4 Subprograma Relat

Este subprograma estima a área dos poros quadrados pelo algoritmo de crescimento de semente (área em vermelho da figura 4.5) e gera um relatório do espectro de padrões dos poros circulares e quadrados.

```
c:\subdir>granul relat original.png poros.hol relatorio.txt
```

O programa abre uma janela apresentando os furos quadrados que podem ter sua área ajustada através do *trackbar*.

Figura 4.5 - Janela do programa *Relat.*

O programa granul fornece um relatório. A tabela 4.1 mostra um exemplo do relatório que é auto-explicativo. A partir destes dados, podem ser traçados gráficos dos histogramas dos poros (ou espectro de padrões).

5 TESTES EXPERIMENTAIS

5.1 Comparação do GCC-Granul com outras granulometrias

A figura 5.1 mostra a saída de nosso algoritmo e compara-a com as saídas da limiarização (etapa preliminar da granulometria baseada na morfologia matemática binária) e a detecção de aresta de Canny (etapa preliminar da granulometria baseada na aresta).

Na figura 5.1a há 21 poros que não interceptam as bordas da imagem, onde 18 poros são nitidamente visíveis e 3 são pouco visíveis. Nosso algoritmo detecta com sucesso todos os 21 poros (figura 5.1b) ou somente os 18 nitidamente visíveis (figura 5.1c), dependendo do limiar escolhido.

Não é possível detectar todos os poros após a limiarização (figuras 5d e 5e) porque quando os poros pouco claros tornam-se visíveis (limiar=70) e os poros nítidos começam a se grudar uns em outros.

Similarmente, não é possível detectar os poros após a detecção de arestas (figuras 5.1f e 5.1g) porque o detector de aresta falha em delimitar claramente todos os poros.

A limiarização e a detecção de arestas apresentam perdas de informações importantes para a caracterização dos poros, logo processamentos posteriores não apresentarão resultados satisfatórios uma vez que esses dados foram perdidos.

GMM em níveis de cinza (não apresentada na figura 5.1) possui um problema intrínseco: o seu espectro de padrões é dado em “soma da intensidade dos valores dos pixels” ou “número de pixels vezes intensidades de cinza”, uma unidade altamente não-intuitiva. Além disso, não permite localizar espacialmente cada grão, impossibilitando calcular a “zona de influência” dos poros retangulares em MEV (veja figura 4.2).

Imagem de material poroso	Granulometria baseada na correlação	Limiarização	Deteccção de arestas de Canny
(a) Recorte da imagem original	(b) Limiar = 1.	(d) Limiar = 70.	(f) Limiar = 100.
	(c) Limiar = 15.	(e) Limiar = 90.	(g) Limiar = 140.

Figura 5.1. (a) Recorte da imagem de material poroso com os 21 poros localizados inteiramente dentro da imagem (18 poros nítidos e 3 poros pouco nítidos). (b-c) Saída de nosso algoritmo que detectou todos os 21 poros ou somente 18 poros nítidos dependendo do limiar. (d-e) Limiarização com parâmetros diferentes utilizados como primeiro passo da granulometria baseada na morfologia. (f-g) Deteccção de aresta de Canny utilizado como primeiro passo na granulometria baseada na deteccção de aresta.

5.2 Granul na caracterização de nanoestruturas

O Granul, que implementa o algoritmo GCC, foi testado utilizando imagens de MEV. Foram utilizadas imagens de substratos de silício poroso obtidos em diferentes condições para avaliar áreas, distribuição e tamanhos dos furos.

A análise estrutural foi executada com técnicas de microscopia eletrônica de varredura, utilizando especificamente o microscópio NanoSem 400. As imagens foram obtidas pela excitação com feixe de elétrons de 10 kV a 30 kV usando a técnica de elétron secundário. A tabela 5.1 apresenta o tempo de recozimento térmico do substrato de silício metalizado e a espessura de suas camadas porosas formadas após o processo de anodização.

Tabela 5.1 – Tempo de recozimento do substrato de silício metalizado e espessura da camada porosa formada após o processo de anodização.

Tempo de recozimento (horas)	Espessura (μm)
1.0	24
2.0	34
4.0	32
8.0	38

As imagens MEV das camadas de silício macroporoso recozido em diferentes tempos (tabela 5.1) são mostradas nas figuras 5.2a a 5.2d. Estas imagens mostram que as distribuições de poros circulares e quadrados dependem do processo de recozimento térmico. O algoritmo proposto foi aplicado para obter os dados quantitativos das características estruturais dos poros.

A figura 5.3a descreve o histograma dos poros circulares. As distribuições dos poros circulares são similares para todas as amostras e predominam poros com áreas de $0.48 \mu\text{m}^2$.

A figura 5.3b mostra o histograma dos poros quadrados. As amostras recozidas por uma ou duas horas apresentam baixa densidade de poros quadrados com distribuição similar de áreas variando de 0.48 a $12.86 \mu\text{m}^2$. A amostra recozida por 4 horas apresenta a maior densidade de poros quadrados e o predomínio de poros quadrados com áreas de $3.72 \mu\text{m}^2$. A amostra recozida por 8 horas mostra um

decréscimo significativo da densidade de por os quadrados e predomínio de poros com áreas de $9.38 \mu\text{m}^2$. Estes resultados quantitativos fornecem-nos informações importantes para a compreensão do mecanismo de formação dos poros quadrados. Os poros quadrados são importantes para a formação dos macrotubos de silício.

O tempo de recozimento da amostra metalizada com Al antes do processo de anodização promoveu um incremento na resistência por quadrado (*sheet resistance*) (figura 5.4) e este comportamento está bem correlacionado com o aumento da densidade de poros quadrados observado em amostras recozidas por 1 a 4 horas. Entretanto, na amostra recozida por 8 horas, apesar do aumento da resistência por quadrado há uma diminuição da densidade de poros quadrados. Estes resultados sugerem que o valor da resistência por quadrado na superfície do silício define a distribuição do ponto inicial da formação dos poros durante o processo de anodização e desde que o ponto de formação é dependente da intensidade do campo elétrico, a distribuição do campo na superfície do silício no estágio inicial do processo de anodização depende do nível da resistência por quadrado e assim os pontos iniciais são originados de um processo de ruptura. Neste caso, há um campo crítico relacionado com o tempo de recozimento da amostra no qual a densidade de poros quadrados decresce. Desde que este campo crítico é de alta intensidade, a área dos poros podem aumentar como consequência. Adicionalmente, o longo tempo de recozimento pode ter induzido o agrupamento preferencial do Al em alguma região onde o ponto inicial dos poros pode ser formado preferencialmente.

A análise de imagens SEM pelo Granul fornece informações quantitativas do tamanho dos poros e suas distribuições em poros circulares e quadrados. Estes resultados são importantes para a compreensão do mecanismo de formação dos macroporos quadrados.

(a) 1 hora

(b) 2 horas

Figura 5.2 – Imagens MEV das amostras de macroporos obtidas por recozimento térmico por: (a) 1 hora; (b) 2 horas; (c) 4 horas e (d) 8 horas.

Figura 5.3 – Histogramas de poros circulares (a) e quadrados (b) obtidos de imagens MEV. Os rótulos internos descrevem as áreas dos poros (em μm^2) correspondendo a cada barra dos histogramas. A barra branca corresponde ao número total de poros circulares e quadrados.

Figura 5.4 – Resistência por quadrado da superfície do substrato de silício em função do tempo de recozimento. O gráfico também apresenta a espessura da camada de silício poroso após o processo de anodização.

5.3 Outros experimentos com Granul em imagens de MEV

Utilizamos o programa Granul em imagens MEV que apresentam diferentes características como variação no brilho e contraste, borrão, furos pouco nítidos e com alterações em sua forma geométrica. Rodamos o programa com sub-imagens das imagens MEV originais, para melhorar a visibilidade das figuras.

Exemplo 1:

A figura 5.5a apresenta recortes de imagens originais de substrato de silício obtidos com MEV. As imagens geradas pelos subprogramas de Granul são apresentadas nas figuras 5.5b a 5.5e. No programa CorrCirc foram utilizados os valores de raio inicial de 5 pixels, 5 raios por oitava e 14 raios no total. Na fig. 5.5d foi corrigido manualmente (marcado com um X verde) a classificação de um furo quadrado (que tinha sido detectado como dois furos quadrados). Este erro na detecção automática poderá ser corrigido com a implementação de núcleos retangulares.

Fig. 5.5 – (a) Imagem original. (b) Imagem resultante de CorrCirc de Granul. Os furos circulares foram corretamente detectados, mesmo aqueles com baixo contraste. (c) Imagem de Classify de Granul. Devido à ausência de núcleo retangular, um dos furos retangulares foi incorretamente classificado como dois. (d) Imagem Edit de Granul. Os dois furos retangulares incorretos de Classify foram apagados manualmente, e foi inserido um único furo retangular no seu lugar, marcado com X verde. (e) Imagem gerada por Relat de Granul, mostrando a área calculada dos furos retangulares.

Exemplo 2:

A figura 5.6a apresenta recortes de imagens de MEV (fig. 5.6a) de baixo contraste e altamente borradas. As imagens geradas pelos subprogramas de Granul são apresentadas nas figuras 5.6b a 5.6e. Este exemplo ilustra a capacidade de Granul de processar as imagens pouco nítidas.

Fig. 5.6 - Recorte de imagem de substrato de silício de MEV borrada e com baixo contraste. (a) Imagem original. (b) Imagem de CorrCirc de Granul. Granul consegue detectar mesmo os furos altamente borrados e com baixo contraste. (c) Imagem de Classify de Granul, onde os furos retangulares foram detectados baseados em área e zona de influência. (d) Imagem de Edit de Granul. (e) Imagem de Relat de Granul, onde se detecta as áreas dos furos retangulares.

Exemplo 3:

A figura 5.7 apresenta recortes de imagens de MEV (fig. 5.7a) onde a imagem de fundo varia, apresentando diferentes níveis de cinza.

Fig. 5.7 - Recorte de imagem de substrato de silício de MEV com variação de nível de cinza de fundo. (a) Imagem original. (b) Imagem de CorrCirc de Granul. Granul consegue detectar os furos mesmo com variação de nível de cinza de fundo. (c) Imagem de Classify de Granul, onde os furos retangulares foram detectados baseados em área e zona de influência. (d) Imagem de Edit de Granul. (e) Imagem de Relat de Granul, onde se detecta as áreas dos furos retangulares.

Exemplo 4:

A figura 5.8 ilustra a capacidade do Granul de detectar círculos sobrepostos.

Figura 5.8 – Recorte de imagem de MEV. Imagem original (a) e imagem resultante do subprograma CorrCirc (b).

5.4 Granul Aplicado em Diferentes Tipos de Imagens

Aplicamos abaixo o programa Granul em algumas imagens de diferentes áreas de ciência que necessitam serem analisadas pela granulometria. Mostramos apenas a capacidade de Granul de detectar corretamente os grãos, sem detalhar as aplicações.

Exemplo 1:

Figura 5.9 - Imagem microscópica de sangue, extraída de Sahoolizadeh (2009).

Figura 5.10 - Saída de Granul

Exemplo 2:

Figura 5.11 - Imagem de fragmentos de pedra, extraída de Salehizadeh (2010).

Figura 5.12 - Pedras detectadas pelo Granul.

Exemplo 3:

Figura 5.13 - Imagem de rolamentos, extraída de Salehizadeh (2010)

Figura 5.14 - Saída de Granul

Exemplo 4:

Figura 5.15 - Imagem de fragmentos de pedra, extraída de Salehizadeh (2010).

Figura 5.16 - Saída de Granul

Exemplo 5:

Figura 5.17 - Imagem microscópica da droga ShanYao, extraída de Tong (2009).

Figura 5.18 - Saída de Granul.

Exemplo 6:

Figura 5.19 - Imagem de células de seio, extraída de Cherni (2009)

Figura 5.20 - Células detectadas pelo Granul.

Exemplo 7:

Figura 5.21 - Imagem de células de sangue aglutinadas, extraída de Sahoolizadeh (2009)

Figura 5.22 - Saída de Granul

Exemplo 8:

Figura 5.23 - Imagem de trabalho artístico extraída de Villa (2010)

Figura 5.24 - Saída de Granul

6 CONCLUSÃO

Nesta dissertação, propusemos a granulometria baseada em correlação cruzada. Essa técnica foi implementada num programa denominado Granul. O programa Granul foi utilizado em uma seqüência de imagens de MEV que foram obtidas com diferentes temperaturas no processo de formação das nanoestruturas. A verificação da distribuição dos furos nas imagens e a influência da temperatura na distribuição e formação dos furos foram obtidos com a utilização do algoritmo.

O programa foi testado e comparado com técnicas existentes na área de processamento de imagens e apresentou bons resultados. As técnicas existentes não fornecem de modo automático a frequência de distribuição dos furos e não caracterizam as formas geométricas presentes na superfície das amostras de silício poroso.

A nova granulometria baseada na correlação mostrou ser uma ferramenta eficaz no processamento de imagens MEV, para analisar quantitativamente os parâmetros de materiais porosos como raio dos poros, a distribuição do tamanho e densidade dos poros. Adicionalmente, a implementação permitiu-nos classificar os poros como circulares ou quadrados.

O algoritmo desenvolvido pode contribuir na área de pesquisa de material poroso, permitindo rápidas análises das estruturas e extração de seus parâmetros geométricos. O algoritmo proposto mostrou ser uma ferramenta excelente para examinar o mecanismo de formação de poros quadrados no substrato de silício pelo processo de anodização eletroquímica. Os resultados obtidos apontam que o tempo de recozimento do substrato de silício metalizado com Al antes do processo de anodização é um parâmetro importante para controlar a densidade e tamanho dos poros.

Um desenvolvimento a ser realizado com o programa será a possibilidade de detecção de diferentes formatos de poros elípticos, retangulares ou de outras formas geométricas. O programa poderá ser utilizado na área de biomedicina ou de mineralogia que também utilizam muito da técnica de granulometria para a caracterização e quantificação de objetos em imagens.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BARILLARO, G.; NANNINI, A.; PIERI, F. Dimensional Constraints on High Aspect Ratio Silicon Microstructures Fabricated by HF Photoelectrochemical Etching. **Journal of the Electrochemical Society**, v. 149, p. C180-C185, 2002.

BEAN, C. P.; JACOBS, I. S. Magnetic Granulometry and Super-Paramagnetism. **Journal of Applied Physics**, v. 27, n. 12, p. 1448-1452, Dec. 1956.

BERMAN, G. P.; DOOLEN, G. D. Solid-state quantum computation — a new direction for nanotechnology. **Superlattices and Microstructures**, v. 27, p. 89-104, 2000.

BINNING, G.; GERBER, C.; STOLL, E.; ALBRECHT, T. R.; QUATE, C. F. Atomic Resolution with Atomic Force Microscopy. **Europhys. Lett.**, v. 3, p. 1281-1286, 1987.

BINZ, E.; SCHEMPP, N. Information technology: The Lie groups defining the filter bank of the compact disc. **Journal of Computational and Applied Mathematics**, v. 144, p. 85-103, 2001.

CANNY, J. A Computational Approach to Edge Detection. **Pattern Analysis and Machine Intelligence**, IEEE Transactions, v. PAMI-8, n. 6, p. 679-698, Nov. 1986.

CHERNI, M. A.; SAYADI, M.; FNAIECH, F. Using granulometry and watershed for breast tumor cells segmentation. *Signals, Circuits and Systems (SCS), 2009 3rd International Conference on*, vol., no., pp.1-5, 6-8 Nov. 2009.

COUVREUR, P.; GREF, R.; ANDRIEX, K.; MALVY, C. Nanotechnologies for drug delivery: Application to cancer and autoimmune diseases. **Progress in Solid State Chemistry**. v. 34, p. 231-235, 2006.

CROWFORD, B. J.; BURKE, R. D. TEM and SEM Methods. **Methods in Cell Biology**, v. 74, p. 411-441, 2004.

DOUGHERTY, E. R. Characterization of gray-scale morphological granulometries, **Proc. SPIE Conf. Visual Comm. Image Process**, San Diego, v. 1350, p. 129-139, 1990a.

DOUGHERTY, E. R. Morphological τ -openings and granulometries: Binary to Euclidean gray-scale, **Morphological Imaging Laboratory Report MIL-90**, Rochester Institute of Technology, Rochester, August. 1990b.

DOUGHERTY, E. R. Euclidean gray-scale granulometries: Representation and umbra inducement, **J. Math. Imaging Vision**, v. 1, n. 1 p. 7-21, February. 1992a.

DOUGHERTY, E. R.; NEWELL, J. T.; PELZ, J. B. Morphological texture based maximum likelihood pixel classification based on local granulometric moments. **Pattern Recognition**, v. 25, n. 10, p. 1181-1198, 1992b.

DOUGHERTY, E. R.; PELZ, J. B.; SAND, F.; LENT, A. Morphological image segmentation by local granulometric size distributions. **Journal of Electronic Imaging** v.1, n. 1, p. 46-60, 1992c.

EFREMOV, E. V.; ARIESE, F.; GOOIJER, C. Achievements in resonance Raman spectroscopy: Review of a technique with a distinct analytical chemistry potential. **Anal. Chim. Acta**, v. 606, n. 2, p.119-134, 2008.

FACON, J. **Morfologia Matemática: Teoria e Exemplos**. Curitiba: Editora Universitária Champagnat, 1996.

FEYNMAN, R. There's plenty of room at the bottom. **Engineering and Science**, v. 23, p. 22-36, 1959.

FEYNMAN, R. P. **Classic Feynman: All the Adventures of a Curious Character**. Portland: W.W. Norton & Company, 2005.

GONZALEZ, R. C.; WOODS, R. E. **Digital Image Processing**, Prentice-Hall, New Jersey: Upper Saddle River, 2nd ed., 2002.

HAAS, A.; MATHERON, G.; SERRA, J. Morphologie Mathématique et Granulométries en Place, **Annales des Mines**, v. 11, p. 736-753, 1967.

KAUPP, G.; HERRMANN, A; SCHMEYERS, J; BOY, J. SNOM: a new photophysical tool. **Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry**, v. 139, n. 2-3, p. 93-96, 2001.

KUDELSKI, A. Raman spectroscopy of surfaces. **Surface Science**, v. 603, n. 10-12, p. 1328-1334, 2009.

LINDGREN, I. Chemical shifts in X-ray and photo-electron spectroscopy: a historical review. **Journal of Elec. Spect. and Relat. Phen.** v. 137-140, p. 59-71, 2004.

LIU, S.; YIN, L.; KOLTYPIN, Y.; GEDANKEN, A.; XU, X.; YESHURUN, Y.; FELNER, I.; GORODETSKY, G. Preparation and magnetic properties of Fe–Ag granular alloy. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 233, p. 195-204, 2001.

MAERZ, N. H.; PALANGIO, T. C.; FRANKLIN, J. A. WipFrag image based granulometry system. **Proc. of the FRAGBLAST, 5 Workshop on Measurement of Blast Fragmentation**, Montreal, Quebec, Canada, p. 91-99, Aug., 1996.

MARUTA, R. H.; KIM, H. Y.; HUANCA, D. R.; and SALCEDO, W. J. A New Correlation-Based Granulometry Algorithm with Application in Characterizing Porous Silicon Nanomaterials, **In: 25th Symposium on Microelectronics Technology and Devices**. 31, ECS Transactions, 2010.

MATHERON, G. **Eléments pour une théorie des milieu poreux**, Paris: Masson, 1967.

MATHERON, G. **Random Sets and Integral Geometry**. New York: J. Wiley, 1975.

MATHWORKS Image Processing Toolbox 6.4 demo Granulometry of Snowflakes.

Disponível em:

<<http://www.mathworks.com/products/image/demos.html?file=/products/demos/shipping/images/ipexsnow.html>> Acesso em 23 dez. 2009.

MURARKA, S. P. Multilevel interconnections for ULSI and GSI era. **Materials Science and Engineering R.**, v. 19, p. 87-151, 1997.

PALSULE, C.; LIU, S.; GANGOPADHYAY, S.; HOLTZ, M.; LAMP, D.; KRISTIANSEN, M. Electrical and optical characterization of crystalline silicon/porous silicon heterojunctions. **Solar Energy Materials and Solar Cells**, v. 46, n. 4, p. 261-269, 1997.

PEDRINI, H.; SCHWARTZ, W. R. Análise de imagens digitais: princípios, algoritmos e aplicações, **Thomson Learning**, São Paulo, 2008.

PROEIKON Biblioteca de processamento de imagens Proeikon. Disponível em: <<http://www.lps.usp.br/~hae/software>> Acesso em 01 abr. 2011.

RAIMUNDO, D. S.; CALIOPE, P. B.; HUANCA, D. R.; SALCEDO, W. J. Anodic Porous Alumina Structural Characteristics Study Based on SEM Image Processing and Analysis. **Microelectronics Journal**, v. 40, p. 844-847, 2009.

RIU, J.; MAROTO, A.; RIUS, F. X. Nanosensors in environmental analysis. **Talanta**, v. 69, p. 288-301, 2006.

SAHOOLIZADEH, H. Investigation of Granulometry method in Determination of Blood Smears particles, In: 5th International Conference: Sciences of Electronic, Technologies of Information and Telecommunications **SETIT 2009**, Tunisia, March, 2009.

SALCEDO, W. J. **Silício poroso como material fotônico**. 1998. Tese (Doutorado) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 1998.

SALEHIZADEH, M.; SADEGHI, M. T. Size distribution estimation of stone fragments via digital image processing, In: Proc. 6th Int. Conf. Advances in Visual Computing, **ISVC'10**, v.3, LNCS 6455, p. 329-338, 2010.

SERRA, J. Echantillonnage et Estimation des Phénomènes de Transition Minier, 1967. **PhD thesis**, University of Nancy, 1967a.

SERRA, J. Remarques sur une lame mince de minerai lorrain, **Bulletin du Bureau de Recherches Géologiques et Minières**, p. 1-36, 1967b.

SERRA, J. Image Anlysis and Mathematical Morphology, **Theoretical Advances** v. 2, London: Academic Press, 1988.

STEDMAN, M. Scanning microsensors for nanotechnology. **Sensors and Actuators A.**, v. 37, p. 11-15, 1993.

THEIB, W. The dielectric function of porous silicon how to obtain it and how to use it. **Thin Solid Films**, v. 276, p. 7-12, 1996.

THOMAS, F.; DEGNA, J. R. The implications of the fundamentals of shape selectivity for the development of catalysts for the petroleum and petrochemical industries. **Journal of Catalysis**. v. 216, p. 32-46, 2003.

TONG, C. S.; CHOY, S. K.; ZHAO, Z. Z.; ZHANG, W. J. Chinese Materia Medica Identification Using Granulometric Operations. Disponível em: <[ftp://ftp.math.hkby.edu.hk/pub/techreport/math424.pdf](http://ftp.math.hkby.edu.hk/pub/techreport/math424.pdf)>. Acesso em 28 dez. 2009.

VICENT, L. Fast grayscale granulometry algorithms. **Proc. Int. Symp. Mathematical Morphology Fontainebleau**, France, 1994a.

VICENT, L. Fast Opening Functions and Morphological Granulometries. **Proc. SPIE, Image Algebra and Morphological Image Processing V**, San Diego CA, v. 2300, p. 253-267, July 1994b.

VICENT, L. Local grayscale granulometries based on opening trees, **Proc. ISMM'96, International Symposium on Mathematical Morphology**, Atlanta, GA, Kluwer Academic Publishers, p. 273-280, May 1996.

VICENT, L. Granulometries and Opening Trees, **Fundamenta Informaticae**, IOS Press, v. 41, p. 57-90, 2000a.

VINCENT, L. Fast Granulometric Methods for the Extraction of Global Image Information. In: **Proc. 11th Annual Symposium of South African Pattern Recognition Association**, Johannesburg, South Africa: University of Witwatersrand publisher, p. 119-133, November 2000b.

VILLA, B. Texturas de Luz. Disponível em: <<http://picasaweb.google.com/lh/photo/huxUKpx3x9qgRpVQSc2XjA>>. Acesso em 20 dez 2010.

WILSON, S. A. New materials for micro-scale sensors and actuators: An engineering review. **Materials Science and Engineering R.**, v. 56, p. 1-129, 2007.

WIRTH, R.; Focused Ion Beam (FIB) combined with SEM and TEM: Advanced analytical tools for studies of chemical composition, microstructure and crystal structure in geomaterials on a nanometre scale. **Chemical Geology**, v. 261, p. 217-229, 2009.