

ANÁLISIS DE SENSIBILIDAD DE TAMAÑO DE PORO POR MODIFICACION DE BRILLO EN IMÁGENES DE MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO

Hernán Darío Traid ¹, María Laura Vera ¹, Anabela Natalia Dwojak ¹, Marta Irene Litter ^{1,2}

¹ Instituto de Materiales de Misiones (IMAM), UNaM, CONICET, FCEQyN, Félix de Azara 1552, Posadas, Misiones, Argentina.

² Instituto de Investigación e Ingeniería Ambiental, CONICET, Universidad de San Martín, Campus Miguelete, Av. 25 de Mayo y Francia, 1650 San Martín, Prov. de Buenos Aires, Argentina.

traidherman@gmail.com

Palabras Claves: Análisis de imágenes, Dióxido de titanio, Recubrimientos porosos

Las aguas contaminadas de origen antrópico pueden, en general, ser procesadas eficientemente mediante la combinación de tratamientos convencionales para reducir su impacto sobre el ambiente [1]. Sin embargo, la actividad humana genera efluentes que contienen metales y/o compuestos orgánicos sintéticos que no pueden ser tratados mediante tecnologías convencionales [2]. La fotocatalisis heterogénea, basada en la irradiación de un semiconductor, se plantea como una alternativa para el tratamiento de estos contaminantes recalcitrantes.

El dióxido de titanio (TiO_2) es el semiconductor más empleado como fotocatalizador debido a sus bajo costo, disponibilidad comercial, elevada estabilidad química y térmica, baja toxicidad y elevada actividad fotocatalítica [3]. Uno de los mayores desafíos es la obtención de recubrimientos de TiO_2 de elevada área superficial y buena actividad fotocatalítica, combinado con buenas propiedades mecánicas y químicas que permitan su reutilización [5].

Uno de los métodos más sencillos y económicos para obtener recubrimientos de TiO_2 es la oxidación anódica que consiste en hacer circular corriente continua entre un ánodo (donde se coloca el titanio a oxidar) y un cátodo, inmersos en un electrolito. Cuando este proceso se realiza a elevados voltajes es posible obtener recubrimientos porosos de gran área, lo que resulta de interés visto que la fotocatalisis heterogénea se basa en fenómenos de superficie. Una vez obtenido el recubrimiento, es importante poder correlacionar el área del catalizador con su actividad. Sin embargo, a la fecha no existen técnicas que permitan determinar el área efectiva de un fotocatalizador soportado, de modo que se emplean determinaciones indirectas que permitan asociar la actividad con alguna propiedad del recubrimiento, como el tamaño de poros.

La determinación del tamaño de los poros (en torno a los 150 nm) puede realizarse midiendo en micrografías cada uno de los poros individualmente, lo que resulta una tarea tediosa, de modo que se buscó sistematizar el proceso.

Para ello las micrografías fueron analizadas con el programa ImageJ [5]. El procedimiento se realizó a partir de la micrografía original (Figura 1 (a)), recortando el rótulo de la imagen y procediendo a su binarizado (modificación de los píxeles de la imagen para que adopten color blanco o negro) de modo que quedaran marcados únicamente los poros (Figura 1 (b)) y, finalmente, realizando el análisis de partículas provisto por el programa (Figura 1 (c)), obteniendo los valores del área de cada uno de los poros.

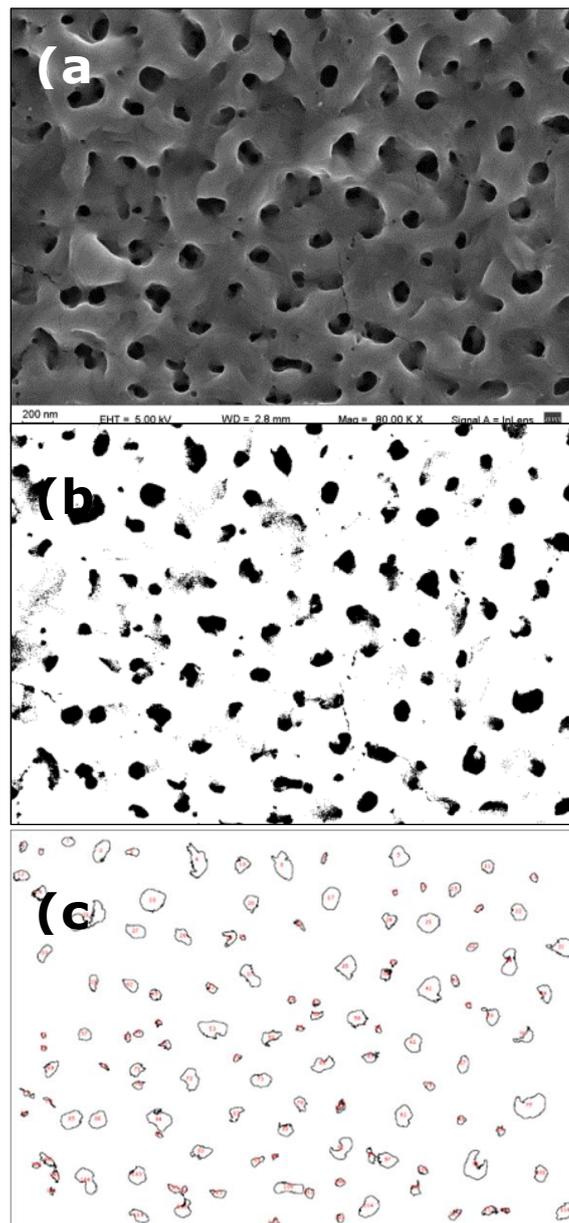


Figura 1: Etapas del procesamiento de imágenes realizado en ImageJ. (a) Micrografía original (b) Micrografía sin rótulo y binarizada y (c) Distinción de los poros por análisis de partículas.

El valor del brillo máximo durante el binarizado es definido arbitrariamente por el experto, fijando su valor para que las áreas generadas por binarización representen los poros observables en la imagen original (Fig 1(c) vs. Fig 1(a.)).

Para independizar el proceso de binarizado del ojo experto se buscó sistematizar este proceso. Para seis recubrimientos sintetizados en diferentes condiciones [6], se graficó el tamaño de poro vs. brillo máximo (Figura 2). En todos los casos se observó que las curvas podían ser ajustadas satisfactoriamente ($R2 \geq 0,99$) con una ecuación de tercer grado (Ecuación 1)

$$y = a_0 + a_1*x + a_2*x^2 + a_3*x^3 \quad (1)$$

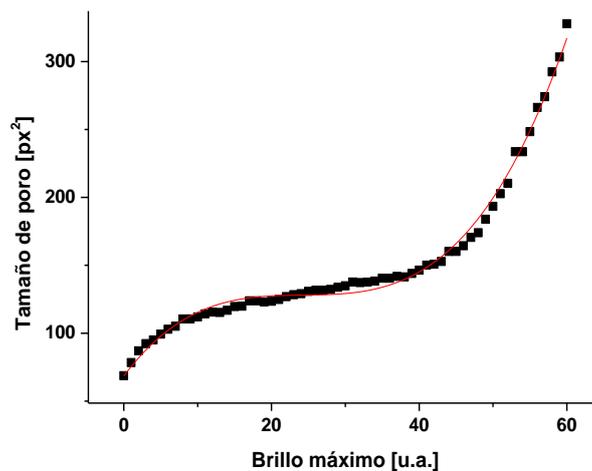


Figura 2: Tamaño de poro vs. brillo máximo durante binarizado.

El brillo máximo definido por el experto se ubicó en torno al punto de inflexión de la curva. Esto sugiere que el valor del tamaño de poro frente a la definición arbitraria del brillo máximo tiene la menor sensibilidad posible, lo resulta favorable frente a criterios que pueden diferir entre expertos. Adicionalmente, se buscó hallar una correlación entre el valor de brillo para el punto de inflexión de la curva con el valor definido por el experto, sin hallar correlación satisfactoria (Figura 3).

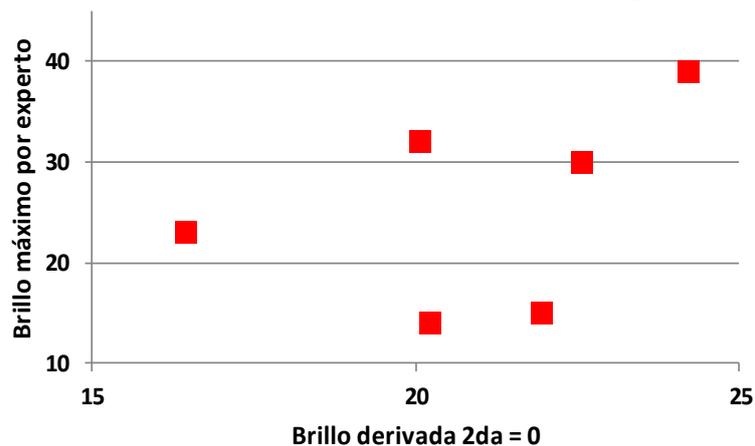


Figura 3: Tamaño de poro experto vs. valor derivada segunda nula.

Referencias

- [1] Degremont, S.A. (1979). Manual técnico del agua. Grafo S.A., España. ISBN: 84-300-1651-1. Páginas 57-108.
- [2] Litter, M. I., Candal, R. J., Meichtry, J. M. (2014). Advanced oxidation technologies: Sustainable solutions for environmental treatments. CRC Press. ISSN: 2164-0645. Páginas 217- 234.
- [3] Fujishima, A., Zhang, X. (2006). Titanium dioxide photocatalysis: present situation and future approaches. *Comptes Rendus Chimie*, 9(5), 750-760
- [4] Vera, M. L., Traid, H. D., Henrikson, E. R., Ares, A. E., Litter, M. I. (2018). Heterogeneous photocatalytic Cr(VI) reduction with short and long nanotubular TiO₂ coatings prepared by anodic oxidation. *Materials Research Bulletin*, 97, 150-157
- [5] Schneider, C. A., Rasband, W. S., Eliceiri, K. W. (2012). NIH Image to ImageJ: 25 years of image analysis. *Nature methods*, 9(7), 671-675.
- [6] Traid, H D. (2018). Síntesis de recubrimientos porosos y nanotubulares de TiO₂ anódico aplicados a fotocatalisis heterogénea. Tesis Doctoral en Ciencias Aplicadas. Universidad Nacional de Misiones.