MICROPOROSIMETRIE QUANTITATIVE DE ROCHES ET MATERIAUX PAR ANALYSE D'IMAGES¹

par

Eric PIRARD² & Alain PIERROUX²

(13 figures)

RESUME.- L'analyse d'images appliquée à la quantification de la phase poreuse des roches est d'un intérêt tout particulier en géologie. Cet article, passe en revue les possibilités mais aussi les limites de la méthode. La préparation correcte de l'échantillon est sans conteste l'aspect le plus délicat de la procédure. Si elle est correctement réalisée, un large éventail de mesures peuvent être appliquées. Nous donnons ici une illustration de la puissance d'analyse à laquelle on peut accéder avec des théories telles que la Morphologie Mathématique. En particulier, l'analyse granulométrique d'un réseau poreux connexe et la segmentation des pores et étranglements. Ces segmentations ouvrent la voie à des simulations bidimensionnelles qui prennent en compte la géométrie réelle du milieu.

ABSTRACT.- Image analysis is of particular interest to the geologist in the quantitative estimation of porosity in rocks. This paper presents some results as well as the limits of such a method. Sample preparation is the most difficult but also the most essential step in the procedure. If it is carefully performed, a wide range of techniques may be applied. In particular, Mathematical Morphology proposes powerful tools allowing to compute the size distribution of a totally connected porous network. It also allows to segmentate pores and necks according to user-defined criterions. Finally, two-dimensional simulations in the real pore geometry are illustrated.

1 - INTRODUCTION

Les efforts entrepris depuis de nombreuses années et plus particulièrement depuis l'avènement généralisé de la microinformatique pour aboutir à une microscopie quantitative des matériaux se justifient par la relation conceptuelle définie par le sédimentologue Griffith (1988). Celle-ci stipule que toute propriété d'un matériau est une fonction de cinq paramètres de base:

- la nature et la proportion des différents constituants;
- leur granulométrie;
- leur forme;
- leur orientation et leur dispersion spatiale.

S'il nous était possible de caractériser de manière univoque ces paramètres microstructuraux, il serait possible de «prédire» tous les comportements d'un matériau. Le concept de Griffith est une idéalisation et il apparaît dans l'état actuel de la théorie que les formalismes mathématiques connus ne permettront jamais la

caractérisation complète d'une microstructure. Qu'à cela ne tienne, une caractérisation même partielle ouvre des voies insoupçonnées dans la compréhension du comportement macroscopique des matériaux.

2.- INTERET PARTICULIER DE LA PHASE POREUSE.

Nous savons par expérience que la réponse d'un matériau à une sollicitation physique est gouvernée par la présence de gradients à l'intérieur de ce matériau. Pour cette raison, l'étude de la phase poreuse qui peut être occupée par le vide, un gaz ou un liquide dont les propriétés contrastent fortement avec le reste des phases minérales mérite une attention toute particulière.

- 1.- Manuscrit reçu en janvier 1992.
- 2.- M.I.C.A., Centre d'Analyse des Matériaux par l'Image. Université de Liège, Avenue des Tilleuls, 45, 4000 - Liège.

En géologie, les analyses de porosité sont particulièrement développées dans l'étude des roches réservoirs pour le pétrole (Habesch, 1990; Ehrlich et al., 1984), dans la compréhension de la résistance géomécanique des roches (Halleux et al., 1985), de leur résistance à l'altération (Bastin, 1991) ou encore en relation avec des procédés industriels: accessibilité des minéraux aux agents de lixiviation, comportement des matériaux lors du frittage, de la fusion, etc...

3.- CONSTRUIRE UNE IMAGE DE LA POROSITE

Les méthodes imagées d'analyse de la porosité posent des problèmes tout à fait spécifiques en matière de préparation d'échantillons. De la qualité de cette préparation dépendra fondamentalement la validité des résultats. Si toutes les méthodes de préparation ont pour même objectif un marquage sélectif de la phase poreuse, il n'est pour autant pas possible de fournir une recette définitive. Celle-ci devra être établie en fonction du matériau à traiter (meuble, friable, cohérent, peu perméable,...) et de la technique de visualisation choisie (microscopie visible, UV, électronique, RX...). Le principe étant toujours d'introduire dans les pores un agent suffisamment contrastant que pour permettre son identification automatique par le système informatique de vision.

3.1.- Marquage de la porosité ouverte par imprégnation.

Nous préconisons la méthodologie suivante pour la préparation des échantillons. Celle-ci s'inspire des travaux réalisés par plusieurs auteurs (Cavanaugh et Knutson, 1960; Gardner, 1980; Pittman et Duschatko, 1970; Caye et al., 1970):

- 1) Préparer par sciage un échantillon de l'ordre de 20*20*6mm. L'épaisseur de l'échantillon est cruciale pour la qualité de l'imprégnation, elle doit être adaptée d'après la perméabilité supposée du matériau, mais il est bon de ne pas dépasser les 6mm.
- 2) Sécher l'échantillon dans une étuve à 105°C pendant 2 à 4 heures. Pour des échantillons meubles et saturés en eau (p.ex. sols argileux), il convient d'être particulièrement attentif à la cinétique de déshydratation. Son influence sur la conservation de la morphologie des pores est cruciale. En règle générale, l'utilisation d'un four à micro-ondes semble préférable.
- 3) Soumettre l'échantillon au vide poussé $(0.1\mu m\ Hg)$.

4) Recouvrir l'échantillon de résine. La résine devra être bien homogène, ne pas renfermer de bulles d'air et être à son minimum de viscosité.

Quelques auteurs immergent l'échantillon avant la mise sous vide mais cette façon de faire est à déconseiller car la pression localement exercée par la colonne de résine sus-jacente peut empêcher le bon dégazement des pores. D'autre part, la remontée des bulles au travers de la résine provoque une mousse abondante difficile à contrôler. La réalisation du vide avant immersion peut se réaliser au moyen d'une cloche à vide à double entrée (Caye et al., 1970). Personnellement, nous utilisons un dispositif qui télécommande, à l'intérieur d'une étuve sous vide, l'arrivée de résine sur les échantillons. Ce dernier système, simple à réaliser, présente l'avantage de pouvoir chauffer légèrement la résine et de traiter plusieurs échantillons simultanément. Pour des matériaux à perméabilité très faible (0,05 millidarcy) une imprégnation active sera requise. Celle-ci est réalisée par des cycles vide/atmosphère (Gardner, 1980) ou par application de la pression (Cavanaugh et Knutson, 1960). La première méthode est préférable pour des échantillons fragiles, mais la seconde donne des résultats plus reproductibles. La pression peut être exercée par l'intermédiaire d'un gaz (N₂) ou par un piston. Elle est de l'ordre de 75 à 125 atm. Il est important que la prise de la résine s'effectue sous pression. Avec les résines modernes (Spurr Resin, London Resin White,...) durcissant à température ambiante, ceci ne pose pas de problème majeur. Grâce à la méthode décrite il est possible de procéder couramment à des infiltrations de résine dans des cavités de quelques dizaines de nanomètres.

3.2.- Marquage de la porosité totale.

L'imprégnation d'un matériau ne peut par définition avoir accès qu'à la porosité ouverte. Pour marquer l'entièreté de la porosité, il faut utiliser des techniques de surfaçage beaucoup plus délicates et nettement moins résolvantes (quelques dizaines de μ m). Une méthode originale a été proposée par Ohta et al. (1986) pour l'analyse des pores fermés au binoculaire. La surface du matériau parfaitement polie est d'abord imprégnée à l'encre noire. Par la suite les cavités sont remplies de paraffine chargée à l'oxyde de zinc (blanc).

3.3.- Coloration

La notion de «colorant» est à prendre dans le sens le plus large d'agent contrastant. Autrement dit le choix du colorant sera tributaire de la technique de visualisation employée. Dans le

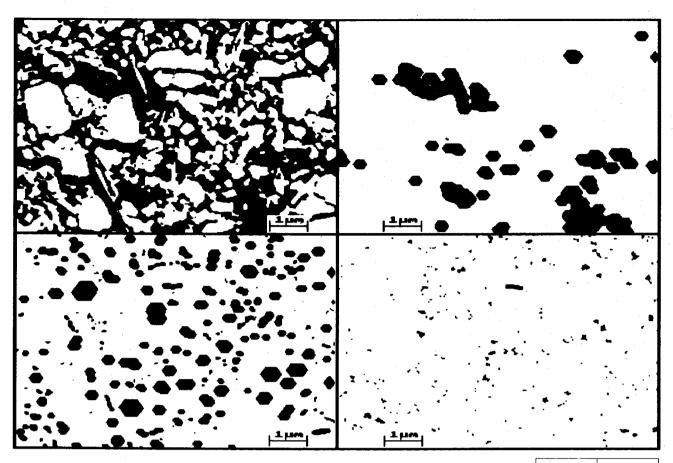


Fig. 1.- Image digitalisée obtenue au microscope électronique en électrons rétrodiffusés. (Pore = noir, craie = blanc). Grossissement: 2700x. 1 Pixel = $0.03 \, \mu \text{m}$.

Fig. 2.- Ensemble des hexagones maxima inscrits qui sont plus larges que $0.36 \mu m$.

Fig. 3.- Segmentation des maxima locaux de la Fig. 10.

Fig. 4.- Segmentation des minima locaux qui sont supérieurs à $0.12 \mu m$.

Fig.1	Fig.2
Fig.3	Fig.4

domaine du visible, le «colorant» peut agir sur la luminance de la résine (opacité, pouvoir réflecteur) ou sur sa chrominance (coloration bleue) (Ehrlich et al., 1984; Gardner, 1980). En règle générale seule cette dernière technique est réellement applicable mais elle suppose l'utilisation d'une caméra couleur ou d'un filtre pour être efficace. Il en résulte une perte de sensibilité qui peut poser des problèmes dans des conditions d'éclairage délicates. L'alternative la plus utilisée consiste à travailler en microscopie UV en introduisant un pigment fluorescent (Acridine, Rhodamine B, Tinopal PGP) (Caye et al., 1970). Les matériaux eux-mêmes étant peu ou pas fluorescents, le contraste entre solide et pore est d'autant plus remarquable et facile à capter au moyen d'une simple caméra monochrome. Si une résolution supérieure à 1 µm est exigée, il convient de travailler en microscopie électronique. Le mode «électrons rétrodiffusés» étant celui qui convient le mieux car il permet de contraster les phases en fonction de leur nombre atomique moyen. Dans des matières minérales, la résine organique sera toujours la phase la moins dense. (Dilks et Graham, 1985; Pye, 1984) (Fig.1). D'autres

méthodes de traçage, par un liquide tel que l'eau ou par des traceurs radioactifs ne seront pas discutées ici car elles ne font pas partie des équipements classiquement disponibles en laboratoire.

4.- QUANTIFIER LES PROPRIETES DE L'IMAGE

Les méthodes de préparation de l'image ont pour but de fournir l'image la plus binaire (pore/solide) possible. Ceci permet d'éviter l'application de filtrages peu efficaces, lourds et coûteux en temps de traitement sur ordinateur. Nous restreindrons donc la discussion aux outils qui sont applicables aux images strictement binaires (noir ou blanc). Avant toute chose, il est essentiel de remarquer que les images issues du microscope sont bidimensionnelles (2-D) or le phénomène qui nous intéresse s'étend réellement dans les trois dimensions. Pour contourner cet écueil, deux solutions s'imposent: - soit réaliser des mesures dites stéréologiques (c-à-d que la mesure dans Rⁿ est un estimateur non-biaisé de cette

même mesure dans Rⁿ⁺¹), - soit empiler des images 2-D pour réaliser des images 3-D. Cette dernière méthode est très limitée en raison des techniques disponibles, elle suppose la réalisation de coupes sériées avec un minimum de perte de matière entre deux coupes. Ceci limite ses applications à des porosités de grandes dimensions (mm). Quelques rares tentatives, toutes de la même école, sont décrites dans la littérature: Yanuka et al. (1984); Kwiecien et al. (1990) ou Mc Donald et al. (1988).

Citons encore la possibilité de construire des images tridimensionnelles au moyen de «coupes optiques» dans des matériaux suffisamment transparents. Il s'agit en l'occurrence de la microscopie confocale qui trouve énormément d'applications en biologie, mais dont la mise en oeuvre sur les matériaux reste encore confidentielle. Grâce à cette méthode, Russ et al. (1989) ont pu imager la répartition 3-D de pores inférieurs à 0,2 µm dans une alumine synthétique sur une épaisseur de 10 µm.

4.1.- Les mesures stéréologiques.

De Hoff (1987) a défini l'ensemble des paramètres stéréologiques qu'il est possible de quantifier sur une image 2-D. Ainsi, par un simple dénombrement (N_P) des pixels de type p (pore) on obtient un estimateur non-biaisé du volume spécifique de la phase poreuse du matériau:

$$(V_v^p) = \frac{N_p}{N_{tot}}$$

(Ntot est le nombre total de pixels dans l'image)

De même un dénombrement de l'interface pore-solide nous fournit grâce à la formule de Crofton, un estimateur non-biaisé de la surface spécifique:

$$S_{v}^{ps} = \frac{\pi}{3} \left(N \binom{*}{p \ s} + N \binom{s}{p \ *} + N \binom{s}{s} \right)$$

 $(N(\rho^*s))$: dénombrement des configurations de type ρ^*s avec p=pore; s=solide et *=indifférent). Ces deux mesures (porosité globale et surface spécifique) sont les plus couramment utilisées. Elles nous renseigent sur la «taille» de la porosité comme le font les méthodes physico-chimiques conventionnelles. Mais, ce qui fait l'intérêt de l'analyse d'images, c'est de pouvoir réaliser ces mesures très localement et de fournir ainsi la variabilité spatiale de la porosité à une échelle donnée (Fig.5).

0,52%	0,45%	0,43%
0,30%	0,47%	0,41%
0,44%	0,47%	0,55%

Fig. 5.- Mesures locales de la porosité réalisée sur la Fig. 1 divisée en 9 parties égales.

4.2.- Les mesures non-stéréologiques.

Par nature, les mesures non-stéréologiques sont ambiguës, car elles ne permettent pas d'estimer sans biais une propriété tridimensionnelle d'un matériau. On peut cependant penser que même si elles ne bénéficient pas de la rigueur de l'approche mathématique, ces mesures ne sont pas dénuées de tout intérêt. Comme le suggèrent Ehrlich et al. (1984), il doit exister une «fonction de transfert» qui relie les informations 2-D à celles en 3-D. L'expérience montre que des changements significatifs d'une structure 3-D se marquent inévitablement en 2-D.

Nous partons du principe que l'incertitude illustrée à la figure 6 est souvent levée par une

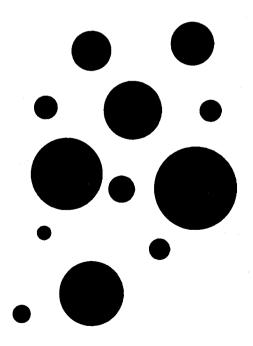


Fig. 6.- Aucune loi stéréologique ne permet de connaître la forme des objets au départ d'une image 2-D. Dans ce cas, il peut aussi bien s'agir de disques que de sphères ou de cylindres.

connaissance «à priori» sur l'(an)isotropie du matériau. En pratique, si une corrélation est établie entre une propriété physique et une propriété géométrique 2-D, nous disposons d'un outil non négligeable, même s'il est à manipuler avec beaucoup de précautions. Les techniques non-stéréologiques illustrées ci-après peuvent s'appliquer immédiatement à des images 3-D. Elles prendront tout leur intérêt lorsque les méthodes d'imagerie 3-D seront banalisées.

4.2.1.- Granulométrie

Les méthodes physico-chimiques de porosimétrie fournissent en plus d'une estimation globale, un histogramme de la taille des pores. Ce dernier est toujours basé sur un modèle supposant une morphologie simple des pores (conduits cylindriques). La réalité est souvent bien différente, rendant la notion de diamètre d'entrée délicate à utiliser. En analyse d'images, la granulométrie de Matheron, permet de quantifier la distribution de la taille des pores même lorsque ceux-ci constituent un réseau poreux totalement connexe. Le principe de cette fonction est d'inscrire en chaque point de l'image la valeur du rayon du cercle maxima inscrit auquel il appartient. En pratique, ceci suppose de faire des ouvertures circulaires de taille (λ) croissante sur l'image des pores et d'associer à chaque point de l'image la taille (λ) de la plus grande ouverture à laquelle il résiste. L'ouverture est une opération de morphologie mathématique (Serra, 1982) qui consiste à enchaîner deux opérations élémentaires: une érosion suivie d'une dilatation. Comme l'illustre la figure 7, une ouverture circulaire de taille (λ) élimine de l'image les points qui n'appartiennent pas à un disque de rayon λ totalement inclus dans l'image. Laÿ (1987) a proposé un algorithme rapide pour réaliser une granulométrie par ouverture hexagonale, ce qui constitue en pratique une approximation suffisante de la granulométrie circulaire. (Fig.10).

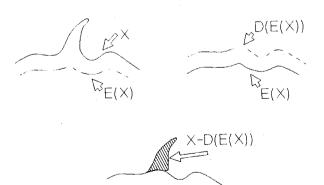


Fig. 7.- Soit une portion de contour représentée par X. L'érosion circulaire de X nous donne le contour E(X). L'ouverture circulaire de X revient à dilater E(X), ce qui donne le contour D(E(X)). La différence entre le contour initial X et le résultat de l'ouverture D(E(X)) est la zone hachurée.

Sur une telle image, il est aisé d'isoler les zones plus larges ou plus étroites qu'une valeur donnée et de quantifier leur importance dans l'image (Fig.2). Ceci permet de construire une courbe granulométrique d'un milieu connexe.

4.2.2.- Segmentation.

La porosité d'un matériau est souvent perçue comme un ensemble de pores qui sont soit isolés, soit reliés par des étranglements. Il est intéressant de disposer de techniques qui réalisent automatiquement cette segmentation pores/étranglement. Plusieurs méthodes peuvent être proposées selon la nature de l'information recherchée. En première approche, on peut considérer qu'un pore est une région de l'image isolée par des zones relativement plus étroites. Ceci revient à identifier dans l'image granulométrique, les points de valeur λ_i au départ desquels il n'est pas possible d'atteindre des valeurs de λ plus élevées sans passer par une valeur plus faible que λ_i . La figure 3 montre l'identification de ces points qui sont les «maxima locaux» de l'image. Par symétrie, les étranglements de la porosité correspondent à la recherche des minima locaux. Il peut être intéressant d'appliquer à cette segmentation un critère de taille (Fig.4).

4.2.3.- Analyse de forme

Il est évidemment possible de réaliser des analyses de forme conventionnelles sur la géométrie de pores individualisés. Plus intéressante est l'analyse de la rugosité de l'interface pore/solide. Les méthodes développées en morphologie mathématique pour quantifier la rugosité des poudres (Pirard, 1991) sont généralement transférables aux images de la porosité.

4.2.4. - Analyse de texture.

Il existe un très large éventail de méthodes d'analyse de la texture (dispersion, anisotropie,...) (Coster et Chermant, 1985). Parmi celles-ci, les plus simples sont généralement les plus satisfaisantes. Ainsi, la rose des directions (Fig.8) fournit une excellente indication sur l'anisotropie du réseau. Elle est mesurée en dénombrant les orientations des segments élémentaires qui forment le contour de la porosité. Le covariogramme géométrique renseigne quant à lui sur l'existence de périodicités dans l'image (Fig.9).

4.2.5.- Simulations.

Plutôt que d'aborder l'analyse sous l'angle d'une quantification purement géométrique, il peut être intéressant de procéder à la simulation de lois physiques simples. Ainsi, nous avons procédé à la simulation d'une propagation isotrope à vitesse constante au départ d'une région

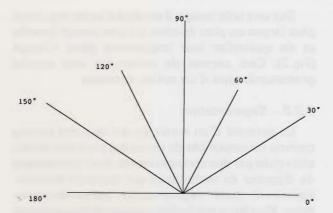


Fig. 8.- Rose des directions relative à la Fig. 1. Chaque trait est proportionnel à la fréquence des segments de contour selon la direction considérée (0°, 30°, 60°, 90°, 120°, 150°).

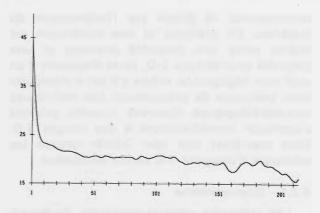
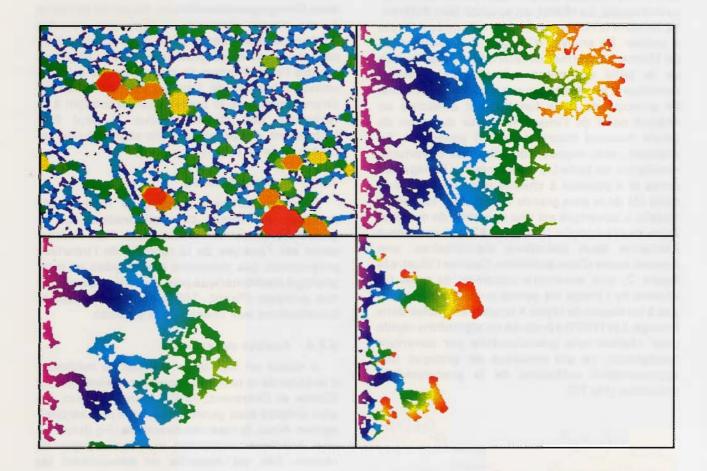


Fig. 9.- Covariogramme horizontal relatif à la Fig. 1. Il exprime la probabilité que deux points appartenant à la phase poreuse soient distants de h.





- Fig. 10.- Granulométrie par ouverture hexagonale présentée en fausses couleurs. Chaque pixel prend une valeur égale au rayon du plus grand hexagone inscrit qui le contient !
- Fig. 11.- Simulation d'une propagation isotrope à vitesse constante (distance géodésique) au départ du bord gauche. La propagation a lieu durant un temps T. La barette du bas indique la distance parcourue en ligne droite au cours de ce même temps T.
- Fig. 12.- Propagation identique à celle de la fig. 11 en condamnant l'accès aux étranglements de moins de $0,06\mu m$. On remarquera que la propagation est arrêtée bien avant le temps T.
- Fig. 13.- Simulation d'une loi de percolation bi-dimensionnelle. Pour un même temps T, le fluide se propage plus rapidement dans les zones de grand diamètre.

Fig.10	Fig.11
Fig.12	Fig.13

«source» qui est le bord gauche de l'image (Fig.11). L'algorithme attribue à chaque point de la porosité la valeur de sa distance géodésique (longueur du chemin le plus court totalement inclus dans la porosité) au point «source» le plus proche. Il est possible de déduire de cette image la morphologie adoptée par le front de propagation au temps T. La même simulation (Fig.12) peut être réalisée sur une image de laquelle on a soustrait les étranglements les plus prononcés, considérant que la tension superficielle du liquide (γ) et la pression d'injection (p_i) ne permettent pas de franchir des étranglements d'un rayon inférieur à :

$$r = -\frac{2.\gamma.\cos\theta}{p_i}$$

avec θ : angle de raccordement.

Une simulation plus réaliste consiste à remplacer la loi de propagation par une loi d'écoulement (p.ex. Loi de Stokes) reliant vitesse de propagation et diamètre du conduit (Fig.13). Pour cette dernière, il faut pouvoir disposer à tout instant de la valeur du point considéré prise dans l'image granulométrique. Il serait abusif de prétendre qu'il s'agit de simulations de la perméabilité car la perméabilité 2-D sous-estime largement la perméabilité en 3-D. Cependant, il est très intéressant d'utiliser de tels outils à titre exploratoire dans la recherche d'une corrélation avec la perméabilité macroscopique d'un matériau.

5.- CONCLUSIONS.

L'analyse d'images doit être perçue comme une méthode complémentaire dans l'analyse porosimétrique d'un matériau. En analyse globale, les méthodes imagées restent fortement limitées par la contrainte qui relie la taille des échantillons analysés à la résolution spatiale. En l'occurrence, si les échantillons sont fort petits (< 1 mm²), il peut être fastidieux d'obtenir une mesure représentative de la porosité globale. Par contre, l'analyse d'images apporte toute la richesse d'une analyse locale. Permettant d'analyser la variabilité spatiale de la porosité, sa texture ou sa granulométrie. Outre la mesure non-biaisée du volume spécifique et de la surface spécifique de la phase poreuse, l'analyse d'images offre des outils de caractérisation non-stéréologiques très utiles pour une analyse plus approfondie des mécanismes physiques qui affectent la phase poreuse. La difficulté pratique de construire des images 3-D dans la plupart des matériaux ne doit pas justifier le rejet des outils non-stéréologiques. Une corrélation entre un phénomène macroscopique et une

mesure non-stéréologique en 2-D peut très bien exister. Même si sa signification est affectée par le caractère ambigu de la mesure, on peut supposer qu'elle sera rarement nulle!

Grâce à l'imagerie, les simulations couramment réalisées sur des modèles géométriques simples (Guyon et al., 1984) peuvent être transférées sur une géométrie réelle de la porosité. Ceci devrait contribuer à une meilleure compréhension de mécanismes complexes tels que l'écoulement monophasique et polyphasique.

REMERCIEMENTS

Les auteurs sont tout particulièrement reconnaissants envers G. Goffinet et A. Darimont pour leur aide précieuse dans la réalisation des microphotographies au microscope électronique à balayage. Ils tiennent à remercier le Prof. A. Monjoie et Chr. Schroeder pour avoir soutenu leurs efforts tout au long de cette recherche.

BIBLIOGRAPHIE

BASTIN, G., 1991.- Etude des dégradations d'un pont en grès et recherche de remèdes. *Mémoire Fac. Sc. Appl.*, Liège (inédit).

CAVANAUGH, R.J. & KNUTSON, C.F., 1960.- Laboratory technique for plastic saturation of porous rocks. *Bull. Amer. Assoc. Petrol. Geol.*, 44(5): 628-640.

CAYE, R., PIERROT, R., RAGOT, J.P. & PREVOSTEAU, J.M., 1970. Méthodes de visualisation des milieux poreux en vue de leur analyse quantitative au microscope. *Bull. Soc. Fr. Mineral. Cristallogr.*, 93: 571-578.

COSTER, M. & CHERMANT, J.L., 1985.- Précis d'analyse d'images, C.N.R.S. Ed., Paris.

DE HOFF, R.T., 1987.- Levels of stereological characterization of porous microstructures. *Acta Stereol.*, 6(III): 43-47.

DILKS, A. & GRAHAM, S.C., 1985. Quantitative mineralogical characterization of sandstones by back-scattered electron image analysis. *J. Sed. Pet.* 55(3): 347-355.

EHRLICH, R., KENNEDY, S.K., CRABTREE, S.J. & CANNON, R.L., 1984.- Petrographic image analysis. I. Analysis of reservoir pore complexes. *J. Sed. Pet.*, 54(4): 1365-1378.

GARDNER, K., 1980.- Impregnation technique using colored epoxy to define porosity in petrographic thin sections. *Can. J. Earth. Sci.*, 17: 1104-1107.

GRIFFITH, J.C., 1988.- Measurement, sampling and interpretation. In Chung C.F.et al. (Eds): Quantitative analysis of mineral and energy resources. *D. Reidel Publ.* Dordrecht, 37-56.

GUYON, E., HULIN, J.P. & LENORMAND, R., 1984.- Application de la percolation à la physique des milieux poreux. *Ann. des Mines*, 5-6, 17-40.

HABESCH, S.M., 1990.- Pore geometry evaluation by petrographic image analysis. In Gaal G. and Merriam D. (Eds): Computer applications in resource estimation, prediction and assessment for metals and petroleum. Pergamon, Oxford, 301-320.

HALLEUX, L., DETIEGE, C., POOT, B., SCHROEDER, C., MONJOIE, A., DEBANDE, G. & DA SILVA, F., 1985.-Mechanical behaviour of chalks, North Sea Chalk Symposium, Stavanger.

KWIECIEN, M.J., MACDONALD, I.F. & DULLIEN, F.A.L., 1990.-Three-dimensional reconstruction of porous media from serial section data. *J. Microsc.*, 159(3), 343-359.

LAY, B., 1987.- Recursive algorithms in mathematical morphology, *Acta Stereol.*, 6(III), 691-696.

MACDONALD, I.F., YADAV, G.D., CHATZIS, I. & DULLIEN, F.A.L., 1988.- Two-phase fluid flow in porous media: obtaining sharp digitized images of serial sections for subsequent quantitative analysis. *J. Microsc.*, 150(3), 191-198.

OHTA, T., OHASHI, T., KONAGAI, N. & NEMOTO, T., 1986.-Measurement of air void parameters in hardened concrete using an automatic image analyzing system. *Trans. Japan Concrete Institute*, 8, 183-190. PIRARD, E., 1991.- Roughness analysis on powders using mathematical morphology. *Acta Stereol* (sous presse).

PITTMAN, E.D. & DUSCHATKO, R.W., 1970. Use of pore casts and scanning electron microscope to study pore geometry. *J. Sed. Pet.* 40(4): 1153-1157.

PYE, K., 1984.- Rapid estimation of porosity and mineral abundance in backscattered electron images using a simple SEM image analyser. *Geol. Mag.*, 121(2): 81-84.

RUSS, J.C., PALMOUR, H. & HARE, T.M., 1989.- Direct 3-D pore location measurement in alumina. *J. Microsc.*, 155(2): RP1-RP2.

SERRA, J., 1982.- Image analysis and mathematical morphology, Academic Press, New York, 610 p.

YANUKA, M., DULLIEN, F.A.L. & ELRICK, D.E., 1984.- Serial sectioning and digitization of porous media for two- and three-dimensional analysis and reconstruction. *J. Microsc.*, 135: 159-168.