

LABORATORNÍ PŘÍSTROJE A POSTUPY

URČOVÁNÍ MIKROSTRUKTURNÍCH DESKRIPTORŮ Z DIGITÁLNÍCH SNÍMKŮ PÓROVITÝCH LÁTEK

VLADIMÍR HEJTMÁNEK^a, PAVEL ČAPEK^b,
LIBOR BRABEC^c, ARLETTE ZIKÁNOVÁ^c
a MILAN KOČIŘÍK^c

^a Ústav chemických procesů, v.v.i., AV ČR, Rozvojová 135, 165 02 Praha, ^b Vysoká škola chemicko-technologická v Praze, Technická 5, 166 28 Praha, ^c Ústav fyzikální chemie J. Heyrovského, v.v.i., AV ČR, Dolejškova 3, 182 23 Praha
hejtmánek@icpf.cas.cz

Došlo 29.10.07, přijato 11.2.08.

Klíčová slova: nábrus, zpracování digitálních snímků, fázová funkce, pórovitost, dvoubodová pravděpodobnostní funkce, specifický povrch

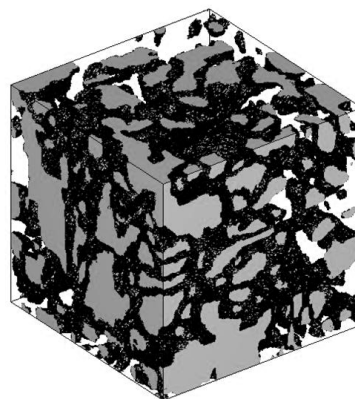
1. Úvod

Prakticky a teoreticky zajímavou skupinu pevných látek tvoří tzv. nestejnorodé materiály, které se vyznačují prostorově náhodným rozložením fází vytvářejících materiál. Mezi nestejnorodé materiály patří také pórovité látky, které v nejjednodušším případě představují dvoufázový systém, ve kterém póry (vyplněné nějakou tekutinou) tvoří jednu fázi a vlastní pevná látka druhou. Náhodnost prostorového rozložení fází způsobuje, že vztahy mezi mikrostrukturou těchto materiálů a jejich makroskopickými vlastnostmi, jako jsou elektrická a tepelná vodivost, efektivní permeabilita a difuzivita, a kapilární tlakové křivky, jsou značně komplikované. Pod pojmem mikrostruktura (nebo také textura) se v tomto textu myslí struktura materiálu na měřítku, na kterém můžeme jasně pozorovat fázové rozhraní mezi póry a pevnou látkou. Dřívější pokusy modelovat pórovité látky jako systém geometricky jednoduchých objektů (například jako svazek paralelních kapilár) se ukázaly být liché^{1,2}. Výrazným nedostatkem těchto postupů bylo, že ignorovaly vliv topologie prostoru pórů na vlastnosti pórovitých látek. Z tohoto důvodu je současný vývoj oboru zaměřen na modely, které dokážou co možná nejvěrněji zachytit morfologii pórů a topologii prostoru pórů. Veliká tvarová proměnlivost pórů je příčinou toho, že podrobnosti mikrostruktury mohou být zachyceny pouze na určitém měřítku při vynaložení rozumného úsilí

a použití přiměřeně nákladných prostředků. Právě tento důvod nás nutí se uchýlovat ke statistickým metodám modelování mikrostruktury^{3,4}. Souhlas mezi mikrostrukturou reálné pórovité látky (vzoru) a mikrostrukturou její repliky (obrazu) je pak dosahován ve smyslu rovnosti jistých statistických veličin.

Mezi zajímavé a účinné metody statistického modelování mikrostruktury patří třírozměrná (3D) stochastická rekonstrukce^{5–8}. Ta je založena na pořízení velkého množství snímků náhodně orientovaných řezů pórovitou látkou. Snímky jsou transformovány pomocí standardních metod zpracování digitálního obrazu tak, aby bylo dosaženo jednoznačného přiřazení bodů dvourozměrného (2D) digitálního obrazu (těž obrazový bod či pixel) jednotlivým fázím. Výsledek této transformace je statisticky zpracován a získaná statistická informace je použita pro 3D stochastickou rekonstrukci (její výsledek v podobě repliky pórovitého media viz obr. 1).

Tato práce popisuje přípravu nábrusů makropórovitých látek, snímkování těchto nábrusů elektronovým mikroskopem a následné zpracování digitálních snímků. Protože na konci řetězce operací nad digitálním obrazem stojí (kvantitativní) statistické charakteristiky dále používané při 3D stochastické rekonstrukci, zaměřili jsme se také na vliv parametrů jednotlivých operací zpracování obrazu na tyto charakteristiky. Navrhli jsme rovněž nezávislé postupy, jak tyto parametry nastavit za účelem maximální věrohodnosti statistické informace. Zmíněné nezávislé postupy zahrnují využití dat z heliové pyknometrie, rtuťové pórometrie a měření povrchu metodou BET. Celý postup je demonstrován na modelovém materiálu reprezentovaném tabletami α -aluminu.



Obr. 1. Příklad repliky pórovité látky získané metodou 3D stochastické rekonstrukce

2. Experimentální část

Prvním krokem je pořízení nábrusů pórovitých látek následované snímkováním řádkovacím elektronovým mikroskopem. V dalším kroku jsou získané digitální snímky zpracovávány standardními metodami, které zajišťují potlačení šumu a rozdělení pozorovaných objektů podle jejich příslušnosti buď k fázi pórů nebo fázi pevné látky.

2.1. Příprava nábrusů

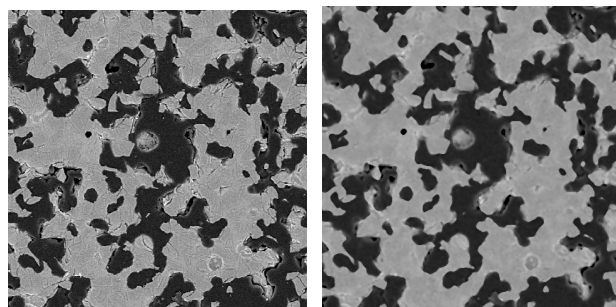
Nejprve je nutné vyplnit prostor pórů vhodnou látkou tak, aby na snímcích mohly být s dostatečnou přesností odlišeny póry od vlastní pevné fáze. Pro tento účel se využívá metoda vakuové impregnace. Látka, která vyplňuje prostor pórů, je volena tak, aby měla dobrou adhezi k pórovitému materiálu a po vytvrzení jen nepatrně měnila svůj objem. V metalografii, kde metoda dosáhla největšího rozvoje, se používají tři základní skupiny zalévacích látek: epoxidové pryskyřice, akryláty a polyestery⁹. Vlastnosti, o kterých již byla zmínka, splňuje skupina epoxidových pryskyřic, které mají navíc relativně nízkou viskozitu a doba vytvrzení je počítána v hodinách při laboratorní teplotě.

Válcové tablety α -aluminu (velikosti 5×5 mm) byly vysušeny a v počtu 1 až 4 kusy umístěny v plastové formičce o průměru 25 mm (Multiform, Struers, GmbH., SRN) do upraveného exsikátoru, který byl opatřen zařízením umožňujícím dávkování epoxidové pryskyřice Araldite (Struers, GmbH., SRN) za vakua. Po 30 minutách evakuace byla do formičky po kapkách přidávána směs pryskyřice a tvrdidla (10/3) zředěná methylethylketonem (3 hm.%). Po zalití tablet byl tlak v exsikátoru vyrovnán s atmosférickým. Formička byla přenesena do autoklávu, kde byla kapalná pryskyřice vtlačována do pórů dusíkem o tlaku 11 MPa po dobu jedné hodiny a poté za téhož tlaku vytvrzována při teplotě 40 °C po dobu pěti hodin.

Vytvrzený odlitek byl seříznut diamantovou pilou a řezná rovina, zahrnující pórovitý materiál, byla obroušena diamantovým kotoučem (Discoplan TS, Struers, GmbH., SRN). Řezná plocha byla lapována karborundovým brusivem o velikosti zrna 70 μm a na závěr byla vyleštěna diamantovými pastami (D3 5/3 μm , D2 3/2 μm , D0,7 1/0 μm ; Urdiamant s.r.o., Šumperk) na umělé textilní podložce (Struers, GmbH., SRN), zvlhčené mazadlem (ethanol/glycerin = 2/1) do hladkého vzhledu. Jelikož pórovité materiály impregnované epoxidovou pryskyřicí jsou většinou nevodivé, jsou jejich nábrusy opatřovány tenkou vrstvou platiny nebo grafitu pro odvedení elektrického náboje, hromadícího se při pozorování.

2.2. Snímkování nábrusů

Nábrusy jsou obvykle pozorovány v řádkovacím elektronovém mikroskopu, který dovoluje dosáhnout potřebného zvětšení. Pro účely snímkování nábrusů je nejvhodnější pozorovat zpětně odražené (rozptýlené) elektrony (BSE, Back-Scattered Electron). Tento režim mikroskopu slouží



Obr. 2. Originální snímek řezu (vlevo) a upravený mediánovým filtrem, velikost masky 5×5 pixelů (vpravo), velikost výřezu 480×480 pixelů. Póry jsou tmavé, pevná látka světlá

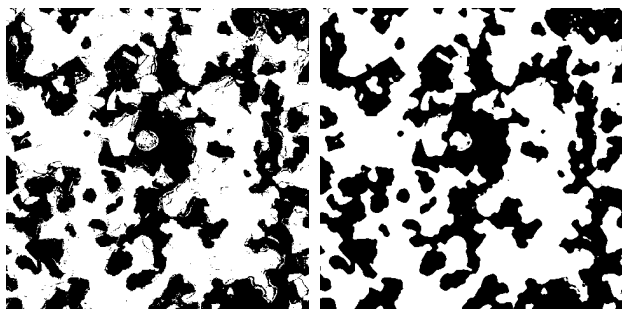
jako jistý druh chemické sondy. Povrch, ve kterém převládají atomy s malým atomovým číslem, se jeví jako tmavý, neboť počet odražených elektronů je malý. Naopak povrch, ve kterém převládají atomy s velkým atomovým číslem, je zobrazován na monitoru mikroskopu jako světlý, protože těžké atomy odrážejí více elektronů. Atomy tvořící epoxidovou pryskyřici mají obvykle menší atomová čísla než atomy, ze kterých jsou tvořeny pórovité látky. Proto, existuje-li materiálový rozdíl mezi epoxidovou pryskyřicí a pevnou látkou, zajišťuje tato metoda dobrý kontrast mezi fázemi.

V případě našeho modelového materiálu byla tato podmínka splněna, a proto byl dosažen výtečný kontrast mezi fází pórů (epoxidem) a fází pevné látky (α -alumina). Nábrusy byly pozorovány v elektronovém mikroskopu JSM-5500LV (Jeol, Japonsko), jehož výstupem byly digitální snímky v osmibitové škále jasu (256 odstínů šedi v intervalu od 0, tj. černé, do 255, tj. bílé). V reprezentativním snímku (obr. 2, vlevo) lze pozorovat plochy, které se liší úrovní šedi. Spočtením četnosti výskytu jednotlivých úrovní šedi byl získán histogram, který měl dvě dobře oddělená maxima. Ve stonásobném zvětšení bylo shromážděno několik desítek snímků o velikosti 1280×960 pixelů při velikosti pixelu 1×1 μm^2 .

2.3. Úprava digitálních snímků

Každý z digitálních snímků povrchu pórovitého materiálu byl podroben sledu operací, zahrnujících nelineární filtrování, úplnou segmentaci a odstranění malých shluků pixelů z obou fází. Klíčovou operací je úplná segmentace snímků neboli identifikace jednotlivých fází. Ta spočívá v určení nejsvětlejšího odstínu šedi (prahu), který ještě reprezentuje epoxidovou fázi. Z počátku byl k částečnému zpracování snímků (filtrace a segmentace) používán komerční program Image Toolbox MATLAB (The MathWorks, Inc., USA), později byl vyvinut vlastní program pro rychlé, automatizované zpracování celého souboru snímků.

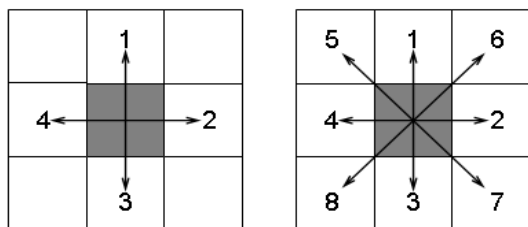
Snímky z elektronového mikroskopu vždy obsahují náhodný šum, k jehož odstranění byl použit mediánový filtr¹⁰. Tento nelineární filtr je velmi účinný pro redukci



Obr. 3. Snímek segmentovaný bez předchozí filtrace (vlevo) a snímek segmentovaný po předchozí filtraci (vpravo). Velikost výřezu 480×480 pixelů. Póry jsou černé, pevná látka bílá

náhodného šumu typu „sůl a pepř“ neboli velmi světlých a tmavých plošek různé velikosti, které jsou rozptýleny po snímku. Mediánový filtr nahrazuje hodnotu úrovně šedi daného pixelu mediánem úrovně šedi pixelů v jeho okolí vymezeném maskou. Ve srovnání s lineárními vyhlazovacími filtry se stejnou velikostí masky zachovává kontrast mezi velkými objekty. Vliv velikosti čtvercové masky filtru na statistický popis snímků je diskutován v následujícím textu. Obr. 2 zachycuje originální snímek povrchu řezu a snímek upravený mediánovým filtrem o velikosti masky 5×5.

Filtrované snímky byly jednoznačně rozděleny na dvě fáze – na póry (černé pixely) a na pevnou látku (bílé pixely). Pro snímky charakterizované histogramem se dvěma vrcholy byla v literatuře popsána řada metod, které automaticky naleznou vhodnou hodnotu příslušející prahovému odstínu šedi. Mezi metody prosté předpokladů o tvaru histogramu a odolné vůči vlivu šumu, se řadí Otsuův algoritmus, který maximalizuje rozptýl úrovně šedi mezi objekty popředí a pozadí¹¹. Otsuova metoda identifikovala prahový odstín šedi v těsné blízkosti minima mezi oběma vrcholy, což bylo v souladu s jeho intuitivním určením. Například filtrovanému snímku v obr. 2 byla přiřazena prahová hodnota odstínu šedi 100 a následně všem pixelům tmavším než tato úroveň šedi byla přidělena černá barva, ostatním bílá barva tak, jak je zobrazeno v obr. 3.



Obr. 4. Pravidlo sousednosti pixelů, 4 sousedící pixely (vlevo, pouze společné hrany s centrálním pixelem) a 8 sousedících pixelů (sdílení hran a vrcholů)

Segmentované snímky mohly být dále zpracovávány odstraněním malých shluků pixelů. Jako shluk pixelů bylo označováno takové uspořádání pixelů zvolené fáze, ve kterém centrální pixel masky sdílel s okolními pixely buď (i) hrany nebo (ii) hrany a rohy, viz obr. 4. Tento krok byl používán k odstraňování malých objektů obou fází, jejichž existence nebyla potvrzena jinými, nezávislými metodami. Na rozdíl od mediánového filtru tento způsob vyhlazování zachovává malé objekty, které jsou spojeny se sousedními velkými objekty prostřednictvím „můstků“. Volba pravidla sousednosti je pochopitelně více či méně subjektivní, v případě (i) se dosáhne většího vyhlazovacího účinku.

Před odstraněním shluků o počtu pixelů menším než zvolená hranice je nutno určit příslušnost jednotlivých pixelů ke shlukům, čímž je identifikována jejich velikost. Pro tento účel byl implementován Hoshenův-Kopelmanův algoritmus¹².

3. Statistický popis snímků

Černobílé snímky mohou být dále transformovány do podoby, která je vhodná pro statistické zpracování. Účelný způsob spočívá v převodu bílé a černé barvy do formy tzv. fázové funkce. Podle Torquata⁴ je struktura dvofázového nestejnorodého (pórovitého) materiálu úplně určena fázovou funkcí $I(\vec{x})$, kterou definoval jako

$$I(\vec{x}) = \begin{cases} 1, & \text{pokud } \vec{x} \text{ leží ve fázi pórů} \\ 0, & \text{jinak} \end{cases} \quad (1)$$

kde $\vec{x}$ je polohový vektor. Protože výchozí snímky jsou digitální, je polohový vektor definován v celočíselných souřadnicích, ve kterých je rozdíl mezi dvěma nejbližšími hodnotami libovolné souřadnice dán velikostí pixelu. Střed pixelů jsou pak umístěny na čtvercové mřížce.

Existuje celá řada tzv. mikrostrukturních (morfolo- gických) deskriptorů, které statisticky charakterizují mikrostrukturu pórovitých látek⁴. Mezi základní patří n - bodové pravděpodobnostní funkce. Z nich se nejčastěji používá jednobodová a dvoubodová pravděpodobnostní funkce. K důležitým kritériím, která rozhodují o použitelnosti deskriptoru (funkce) pro účely stochastické rekonstrukce, patří shodný průběh či hodnota ve dvourozměrném a třírozměrném prostoru. Výpočet mikrostrukturních deskriptorů se velmi zjednoduší, je-li studované medium stacionární (časově neproměnné), statisticky homogenní (dvoubodová pravděpodobnostní funkce je invariantní vůči posunu prostorových souřadnic) a isotropní (dvoubodová pravděpodobnostní funkce je invariantní vůči otáčení prostorových souřadnic). Za těchto okolností lze nahradit statistické průměry přes všechny možné realizace media objemovým průměrem z jedné realizace.

Jednobodová pravděpodobnostní funkce či celková pórovitost ϕ je definována jako podíl počtu pixelů označujících fázi pórů k celkovému počtu pixelů ve snímku. Dvoubodová pravděpodobnostní funkce $S_2(r)$ pro fázi pórů

je definována jako pravděpodobnost, že oba konce úsečky délky r , náhodně vhozené na snímek, padnou do fáze pórů. Funkce $S_2(r)$ nese zejména informaci o morfologii pórů a platí pro ni následující vztahy

$$S_2(0) = \phi, \quad \lim_{r \rightarrow \infty} S_2(r) = \phi^2 \quad (2)$$

Mezi specifickým povrchem pórů s (v případě digitálního 2D pórovitého media se jedná o obvod pórů vztažený na jednotkovou plochu snímku) a funkci $S_2(r)$ platí následující vztah

$$s = -4 \left. \frac{dS_2(r)}{dr} \right|_{r=0} \quad (3)$$

Jiným užitečným deskriptorem je tzv. funkce lineární dráhy $L(r)$ pro fázi pórů. Tato funkce je definována jako pravděpodobnost, že celá úsečka délky r , která byla náhodně vhozena na snímek, bude ležet ve fázi pórů. Přináší jistou informaci o propojenosti prostoru pórů, přinejmenším ve směru vhažovaných úseček, a platí pro ni tyto vztahy

$$L(0) = \phi, \quad \lim_{r \rightarrow \infty} L(r) = 0 \quad (4)$$

Při praktickém výpočtu deskriptorů lze za výše uvedených předpokladů o povaze media provádět vzorkování či vhažování úseček pouze ve vybraném směru, například ve směru osy x . Zopakováním postupu ve směru osy y nebo v diagonálních směrech lze ověřit, zdali je materiál isotropní. Obr. 5 ukazuje funkce $S_2(r)$ a $L(r)$. Jejich nezávislost na uvedených směrech vzorkování dokládá, že modelová látka byla isotropní. Porovnáním $S_2(r)$ a $L(r)$ určených ze snímků různých míst jednotlivých řezů a ze snímků z různých řezů byla ověřena statistická homogenita materiálu. Protože modelová látka měla tyto vlastnosti,

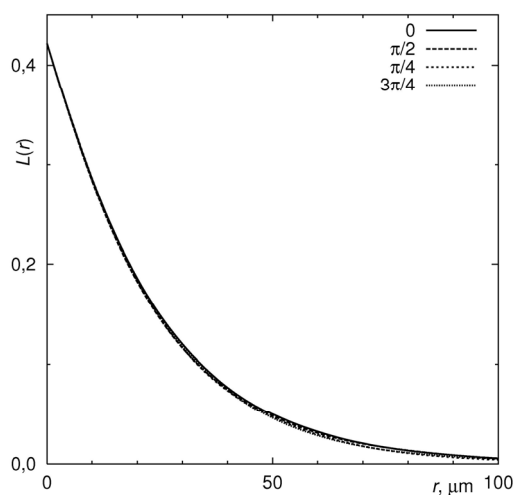
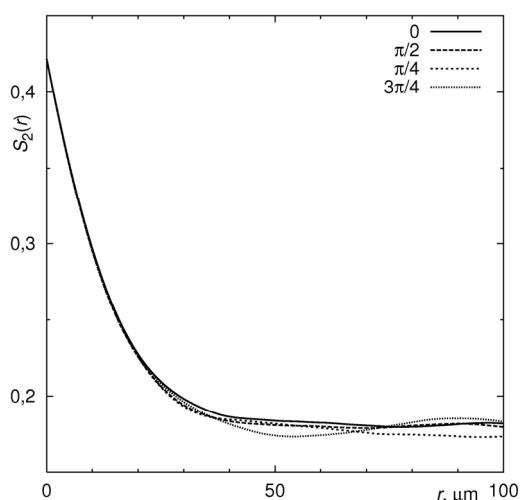
jsou dále zobrazovány funkce $S_2(r)$ a $L(r)$ pouze ve směru osy x (horizontální směr). Převod černobílých snímků na fázovou funkci a výpočty mikrostrukturních deskriptorů byly prováděny vlastním programem.

4. Výsledky a diskuse

Z výkladu v předchozích sekcích (zejména 2.3.) by se mohlo zdát, že volba parametrů algoritmů pro zpracování obrazu je subjektivní. V následujícím textu bude ukázáno, že existují postupy, jak objektivně zvolit parametry pro tyto algoritmy. Základním kritériem, které musí být splněno, je shoda celkové pórovitosti určené jednak z obrazové analýzy a jednak nezávislým postupem, například z kombinace heliové pyknometrie a rtuťové pórometrie. Dále se požaduje nezávislost či velmi slabá závislost celkové pórovitosti na způsobu zpracování snímků (na parametrech jednotlivých operací).

Vliv velikosti masky mediánového filtru na průběh funkcí $S_2(r)$ a $L(r)$ je ilustrován v obr. 6A. Absence mediánového filtru při zpracování snímků, tj. výlučná aplikace segmentace, vedla k velkému specifickému povrchu a navíc k prostoru pórů s nízkou propojeností v přímém směru, což bylo indikováno rychlým poklesem $L(r)$. Zejména ve fázi pevné látky se vyskytovaly četné černé izolované pixely nebo jejich malé shluky (obr. 3), které významně zvětšovaly specifický povrch. Zvětšující se maska progresivně redukovala specifický povrch (tab. I), zatímco celková pórovitost nepatrně klesala a propojenost prostoru pórů se v přímém směru zvyšovala (růst hodnot $L(r)$ v obr. 6A).

Po provedené segmentaci – buď s předchozí filtrací nebo bez ní – bylo možno odstraňovat malé shluky pixelů. K tomu účelu byla definován kritický shluk pixelů, což byl největší shluk (vyjádřeno počtem přítomných pixelů), který byl ještě odstraněn. Aby bylo možno porovnávat účinek

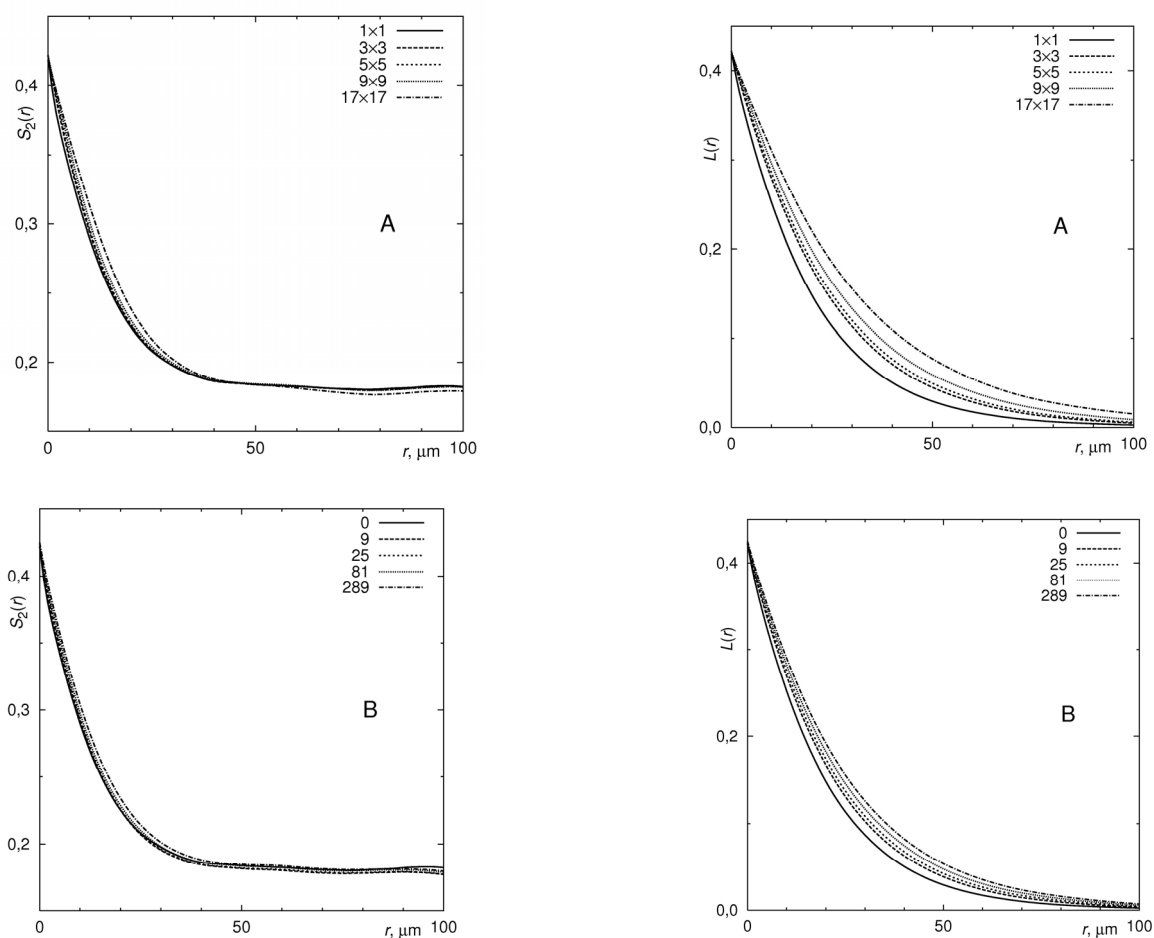


Obr. 5. Funkce $S_2(r)$ a $L(r)$ vypočtené ve směrech os x (0) a y ($\pi/2$) a v diagonálních směrech ($\pi/4$, $3\pi/4$)

Tabulka I

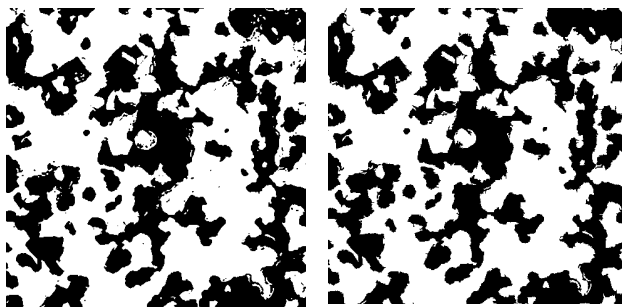
Vliv velikostí masky filtru a kritického shluku pixelů na celkovou pórovitost ϕ a specifický povrch s určený podle rov. (3)

Velikost masky	ϕ^b	$s [\mu\text{m}^{-1}]$	Velikost shluku	ϕ^b	$s [\mu\text{m}^{-1}]$
1×1 ^a	0,4225	0,1029	0 ^a	0,4225	0,1029
3×3	0,4218	0,0706	9	0,4217	0,0775
5×5	0,4219	0,0594	25	0,4221	0,0721
9×9	0,4218	0,0526	81	0,4237	0,0685
17×17	0,4184	0,0440	289	0,4250	0,0651

^a Ekvivalentní vynechané operaci, ^b celková pórovitost nezávisle určená ze skutečné a zdánlivé hustoty byla 0,423Obr. 6. Vlivy velikostí masky filtru (A) a kritického shluku (B) na $S_2(r)$ a $L(r)$. Čísla v legendě označují (A) velikost masky v pixelech, 1×1 značí vynechání filtrace, (B) velikost kritického shluku, 0 značí výlučné užití segmentace

mediánové filtrace a odstraňování shluků pixelů, byla velikost kritického shluku volena tak, aby počty pixelů v masce filtru a v kritickém shluku souhlasily. Shluky pixelů byly odstraňovány symetricky v obou fázích pro

danou velikost kritického shluku. Tím byla zajištěna stabilita celkové pórovitosti, která byla blízká hodnotě 0,423, nezávisle určené z kombinace heliové pyknometrie a rtuťové pórometrie. Z tab. I je vidět, že specifický povrch



Obr. 7. Porovnání filtrovaného a segmentovaného snímku (vlevo, maska 3×3) se snímek, který byl segmentován a následně byly odstraněny malé shluky pixelů (vpravo, velikost kritického shluku 35 pixelů)

klesal mnohem pomaleji než v předchozím případě. Celková pórovitost kolísala okolo hodnoty příslušející pouze segmentovanému snímku. Z porovnání obr. 6A a 6B je také patrné, že velikost kritického shluku pixelů ovlivňovala průběh funkcí $S_2(r)$ a $L(r)$ slaběji než odpovídající velikost masky filtru.

Z vizuálního porovnání segmentovaného snímku nejprve podrobeného filtraci s maskou 3×3 na jedné straně a segmentovaného snímku s dodatečným odstraněním malých shluků pixelů (kritický shluk o velikosti 35 pixelů) na druhé straně je patrný rozdíl ve funkcích obou algoritmů (obr. 7). V tomto případě velikosti masky filtru a kritického shluku byly voleny tak, aby výsledné specifické povrchy byly téměř totožné. Při odstraňování malých shluků pixelů byly plochy reprezentující jednotlivé fáze zbaveny všech malých „černých nebo bílých ostrůvků“ při zachování značné členitosti fázového rozhraní, viz četné „nitkovité“ útvary vyčnívající z okrajů velkých pórů. Naopak, mediánový filtr více vyhladil okraje velkých objektů a zanechal malé shluky pixelů v obou fázích.

Objektivním kritériem pro přijetí vhodných parametrů obou diskutovaných operací je velikost povrchu stanovená nezávislou metodou, například pomocí nízkoteplotní adsorpce kryptonu (povrch stanovený metodou BET*). Takto stanovený povrch odpovídá spojitě třírozměrné reprezentaci pórovitého materiálu. Po korekcích⁴ na rozdíly mezi diskrétní a spojitou reprezentací média je možno určit povrch příslušející digitalizovanému 2D pórovitému mediu a následně zvolit správné parametry operací. V našem případě byla hodnota specifického povrchu s odhadnuta na $0,057 \mu\text{m}^{-1}$. V předchozí diskusi však bylo ukázáno, že prostřednictvím vhodně zvolených hodnot parametrů obou operací bylo možno dosáhnout takový průběh $S_2(r)$, který by odpovídal výše uvedené hodnotě s. Tato nejednoznačnost výběru operací byla potlačena pomocí informací získaných z intrúzní křivky rtuti. Ačkoliv existují závažné

výhrady^{1,2} proti kvantitativnímu hodnocení textury pórovitých látek rtuťovou pórometrií, pro účely této práce se jednalo o přijatelný způsob. Z tlaku, při kterém dochází k úplnému zaplnění pórů rtuť, byl odhadnut poloměr nejmenšího póru přítomného v našem vzorku na $2,9 \mu\text{m}$ a jeho průřez $2,9^2 \pi \approx 26 \mu\text{m}^2$. Z této hodnoty a velikosti pixelu ($1 \times 1 \mu\text{m}^2$) byla odvozena velikost kritického shluku pixelů rovná 26. Kombinace odstraňování shluků až do velikosti 26 pixelů a mediánového filtru s maskou 5×5 vedla ke specifickému povrchu, který odpovídal experimentální hodnotě dané metodou BET.

5. Závěr

Popsanou metodiku zpracování digitálních snímků pórovitého materiálu lze užít^{7,8} pro makropórovité látky s póry charakteristické velikosti větší než $0,1 \mu\text{m}$. Při zpracování snímků je třeba klást důraz na nezávislé ověřování vypočítávaných statistických charakteristik (mikrostrukturálních deskriptorů), neboť některé operace obrazové analýzy neumožňují objektivně zvolit jejich parametry. Jako podporné, nezávislé metody se osvědčily kombinace heliové pyknometrie a rtuťové pórometrie pro stanovení celkové pórovitosti, metody BET pro určení specifického povrchu, a odhadu charakteristické velikosti nejmenšího póru ze rtuťové pórometrie.

LITERATURA

1. Dullien F. A. L.: *Porous Media: Fluid Transport and Pore Structure*. 2. vyd., Academic Press, San Diego 1992.
2. Sahimi M.: *Flow and Transport in Porous Media and Fractured Rock: From Classical Methods to Modern Approaches*. VCH, Weinheim 1995.
3. Adler P. M.: *Porous Media: Geometry and Transports*. Butterworth/Heinemann, Boston, 1992.
4. Torquato S.: *Random Heterogeneous Materials: Microstructure and Macroscopic Properties*. Springer-Verlag, New York 2002.
5. Kosek J., Štěpánek F., Marek M., v knize: *Advances in Chemical Engineering* (Marin G. B., ed.), Vol. 30, Multiscale Analysis, str. 137, Elsevier, Londýn 2005.
6. Čapek P., Hejtmánek V., Brabec L., Zikánová A., Kočiřík M.: Chem. Eng. Sci. 62, 5117 (2007).
7. Manwart C., Torquato S., Hilfer R.: Phys. Rev. E 62, 893 (2000).
8. Talukdar M. S., Torsaeter O., Ioannidis M. A., Howard J. J.: Transport in Porous Media. 48, 101 (2002).
9. Struers Materialographic Consumables Product

* Přesné stanovení povrchu makropórovitých látek vyžaduje zvláštní experimentální zařízení, neboť plocha jejich povrchu je extrémně malá.

- Guide, katalog, www.struers.com, 2005.
10. Gonzales R. C., Woods R. E.: *Digital Image Processing*. 2. vyd., Prentice Hall, New Jersey 2002.
 11. Otsu N.: IEEE Trans. Syst., Man, Cybern. SMC–9, 62–66 (1979).
 12. Hoshen J., Kopelman R.: Phys. Rev., B 14, 3438 (1976).

*Autoři této práce děkují Grantové agentuře České republiky za podporu projektu 203/05/0347, Grantové agentuře AV ČR za podporu projektu IAA400400501 a MŠMT ČR za podporu prostřednictvím výzkumného zá-
měru číslo MSM6046137301.*

**V. Hejtmánek^a, P. Čapek^b, L. Brabec^c,
A. Zikánová^c, and M. Kočířik^c** (^a*Institute of Chemical
Processes, Academy of Sciences of the Czech Republic,
Prague,* ^b*Institute of Chemical Technology, Prague,*
^c*J. Heyrovský Institute of Physical Chemistry, Academy of
Sciences of the Czech Republic, Prague*): **Determination
of Microstructure Descriptors from Digital Images of
Porous Media**

Preparation of polished sections of macroporous solids as well as their digital imaging, processing and analysis are described. The principal feature of the procedure is the image transformation to the corresponding phase function, which is a starting point in evaluation of statistical information on texture. This information can be used for three-dimensional stochastic reconstruction of porous solids. Out of many possible combinations of image processing methods, the following sequence is the most appropriate for our aim: (1) non-linear (median) filtration, (2) image segmentation based on maximization of grey-level variance between foreground and background objects, (3) removal of small clusters of pixels. As an additional criterion in optimization of computational parameters of the image processing methods, independent textural information was obtained by other experimental techniques, such as helium pycnometry, mercury porosimetry and low-temperature adsorption of krypton.