

1. Université de Bordeaux, Bordeaux Imaging Center, 33076 Bordeaux
2. Université de Pau et Pays de l'Adour, UFR ST, 64013 Pau
3. Université de Bordeaux, UF STE, 33405 Talence

\* : correspondant

La distribution des pores et la mesure de leur taille sont des propriétés importantes en pédologie, sciences de la Terre, science des matériaux, génie civil, génie minier et pétrolier, etc. Il existe de nombreuses techniques que l'on peut classer en méthode physique ou méthode d'imagerie directe (Table 1). Du point de vue physique, les plus fréquentes sont les porosimétrie (He, Hg, Kr, N<sub>2</sub>) ainsi que la diffraction aux petits angles (SAX). On peut également citer la RMN [1], depuis les années 2000. Par imagerie, les techniques les plus fréquentes sont la microscopie optique (MO), la microscopie confocale (MC) ou la microscopie électronique (SEM et TEM) ainsi que la  $\mu$ tomographie en RX ou  $\mu$ XRT [2]. En MO et en SEM (ou TEM) des images 2D sont obtenues tandis que la MC peut générer une image 3D de la texture d'un échantillon [2]. De même, la  $\mu$ tomographie à rayons X ( $\mu$ XRT) fournit des images tridimensionnelles (3D) du réseau poral, dans une gamme allant de quelques microns à quelques millimètres ou plus [3]. La microscopie électronique à balayage (SEM) intégrant un microtome permettant des coupes sériées sur un bloc d'échantillon ou Serial Block Face (SBF) a été testée sur une roche en vue de reconstituer le réseau poral en 3D pour des tailles de pores allant du nm à quelques centaines de  $\mu$ m. Le matériau test est un calcaire oolitique et coquillier présentant une large distribution des tailles des pores (Figure 1). La gamme (5,3) est couverte par  $\mu$ XRT et la gamme (1-2) par SBF-SEM. La technique SBF-SEM nécessite des étapes successives qui prennent du temps et nécessitant un savoir-faire important [4], résumé dans la figure 2.

L'Analyse d'Image permet d'extraire des informations qualitatives et quantitatives du réseau poral en 3D. Le couplage de ces 2 techniques permet la description complète du réseau poreux depuis le nm jusqu'à plusieurs  $\mu$ m. Les informations texturales comme la taille, la forme, la densité porale, la continuité ou l'interconnexion sont dès lors accessible. La vision classique d'un réseau poral plus ou moins homogène avec des formes porales de type cylindrique utilisée par les modèles de transport (hydrogéologie, stockage du CO<sub>2</sub>) est par exemple à reconsidérer. Si chaque

technique a ses avantages et limites, leur complémentarité est une solution efficace dans le domaine des matériaux et reste à tester pour d'autres domaines d'applications (environnement, colloïdes, biologie, santé, minéralogie, etc.).

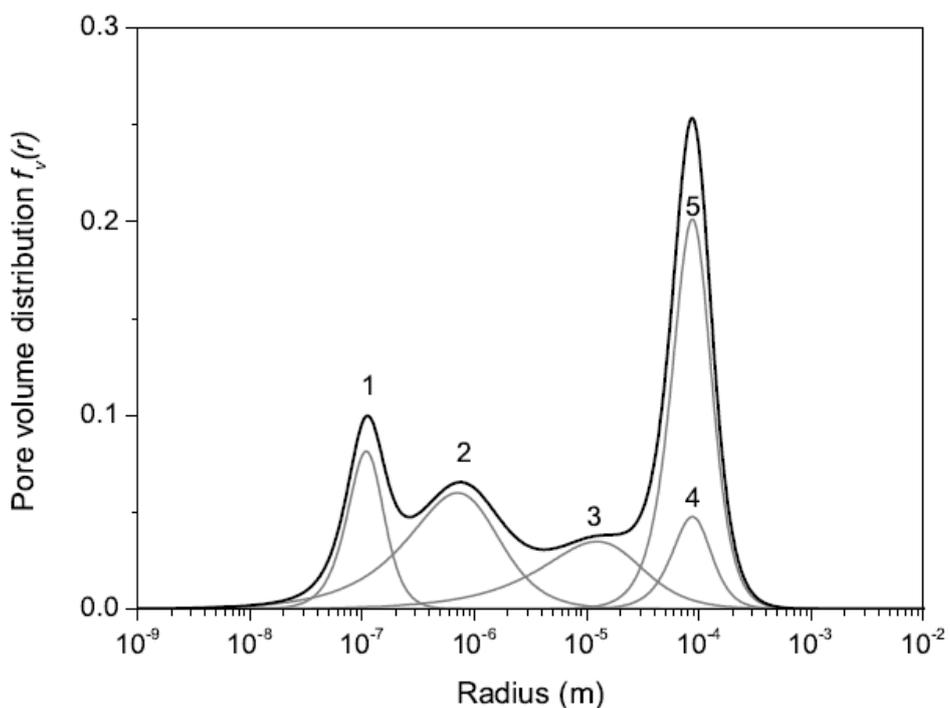


Figure 1: Distribution des tailles de pores du calcaire de Savonnière [5]

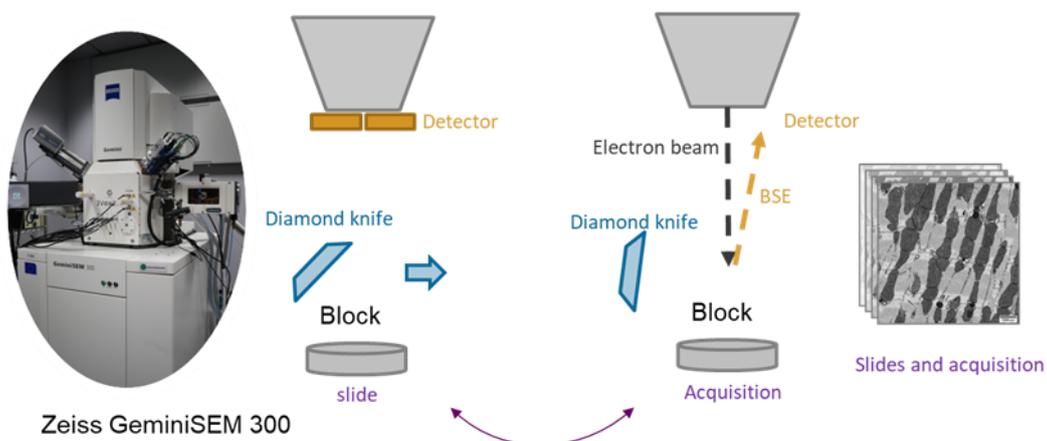


Figure 2 : Workflow utilisé pour cette étude sur le calcaire de Savonnières

Type	Méthode	Type de données	Pore (nm)	Limites
Physical	Hg Porosimetry	pore size distribution, pore diameter	4-4*10 <sup>6</sup>	dry hard materials, not adapted for low porous material, Au element, CD (Hg contamination), time+
	He Picnometry	pore size distribution, pore diameter	0.1 - 1000	dry hard & soft materials, CND, time+
	BET	Specific surface, pore size distribution	0.1 - 100	hard materials, > 0.3 nm <sup>2</sup> , accuracy ≤ 10%, CND, time++

Imaging	OM-COM/IA	3D pore size distribution, pore diameter	> 500	hard & soft materials, sample preparation, accuracy, large pores, 2D-3D, time++
	SEM/IA	2D pore size distribution, pore diameter	> 1	hard & soft materials, ROI limited, sample preparation 2D, time++
	TEM/IA	2D pore size distribution, pore diameter	> 0.1	hard & soft materials, ROI limited, sample preparation, CD, 2D-3D, time++
	$\mu$ -Xray-Tomography	3D pore size distribution, pore diameter	> 20 $\mu$ m	Hard materials, no sample preparation, CND, 3D, time

Table 1 : Les principales méthodes d'étude de la porosité de matériaux (nota : la tomographie neutronique n'est pas considérée)

#### Bibliographie

1. Catinat, M., Fleury, M., Brigaud, B., Antics, M., Ungemach, P., (2023). Estimating permeability in a limestone geothermal reservoir from NMR laboratory experiments. *Geothermics*, 111, 102707. <https://doi.org/10.1016/j.geothermics.2023.102707>
2. Elliott JC, Dover SD (1982). X-ray microtomography. *Journal of Microscopy*. 126 (2): 211–213. <https://doi:10.1111/j.1365-2818.1982.tb00376.x>
3. Delisée, C., Jeulin, D., Michaud, F. (2001) Caractérisation morphologique et porosité en 3D de matériaux fibreux cellulosiques, *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences - Series IIB - Mechanics*, 329, 3, 179-185. [https://doi.org/10.1016/S1620-7742\(01\)01317-4](https://doi.org/10.1016/S1620-7742(01)01317-4).
4. Riesterer J. L., López C. S., Stempinski E. S., Williams M., Loftis K., Stoltz K., Thibault G., Lanicault C., Williams T., Gray J. W. (2020) A workflow for visualizing human cancer biopsies using large-format electron microscopy. *Methods Cell Biol.* 158:163-181. <https://doi: 10.1016/bs.mcb.2020.01.005>.
5. Derluyn, H., (2012). Salt transport and crystallization in porous limestone: Neutron-X-ray imaging and poromechanical modelling. Doctoral Thesis, ETHZ, Diss. ETH No. 20673, 249p. <https://doi.org/10.3929/ethz-a-007578301>