

Tous les essais repris dans ce rapport ont été réalisés en conformité avec le système de management de la qualité de **BUILDWISE**¹ certifié ISO 9001.

Buildwise Limelette
Buildwise Zaventem
Buildwise Bruxelles

B-1342 Limelette, Avenue P. Holoffe 21
B-1932 Zaventem; Kleine Kloosterstraat 23
B-1020 Bruxelles, Dieudonné Lefèvrestraat 17

Tél.: +32 (0)2 655 77 11
Tél.: +32 (0)2 716 42 11
Tél.: +32 (0)2 502 66 90

RAPPORT D'ESSAIS

UNIT BUILDING ENVELOPE & FINISHING		N/Références	DE-CH-0709 EF-24-154-01 BIS
Demandeur	Monsieur Carrette S.A. Dynamized Technologies Sentier Muraes, 10 1440 Braine le Château - Belgique		
Date de la demande	26.06.2023	Enregistrement des échantillons	P/A
		Date de réception des échantillons	/
Date d'établissement du rapport	25.04.2024		
Essais effectués	Diffractométrie aux Rayons X (DRX), Analyse au microscope électronique à balayage (MEB) avec EDS – sur 2 tartres		
Localisation des essais	Site Limelette		
Références	procédures internes SP/MIC/6.05 sur base de NBN EN 12326-2 (2010) et SP/MIC/6.07		

Clause de non-responsabilité :

Buildwise n'est pas responsable de l'exactitude et de l'exhaustivité des informations fournies par le client qui sont reprises dans ce rapport. L'échantillonnage n'a pas été effectué par Buildwise et par conséquent les résultats de ce rapport s'appliquent uniquement à l'échantillon reçu. L'équivalence entre le produit testé dans ce rapport et le produit commercialisé relève entièrement de la responsabilité du demandeur.

Ce rapport d'essais contient 12 pages et 1 annexe(s). **Ce rapport d'essais ne peut être reproduit que dans son intégralité.**

- ☐ Pas d'échantillon
- ☐ Echantillon(s) ayant subi un essai destructif
- ☒ Echantillon(s) évacué(s) 30 jours calendriers après l'envoi du rapport, sauf demande écrite de la part du demandeur

R&D CoordinatorTechnician
P. Deplus

AUTORISE PAR :
R&D Expert Mineralogist
dr Dominique Nicaise

¹ CSTC opérant sous le nom Buildwise (numéro d'entreprise BCE [0407.695.057](https://www.cstc.be/fr/0407.695.057))

Ce rapport annule et remplace le rapport EF-24-154-01.

1. OBJECTIF DE L'ESSAI

Le but de l'essai est de comparer la nature des dépôts formés sur la résistance dans les deux installations d'un point de vue minéralogique par DRX et morphologique et chimique par MEB équipé de l'EDS. Ces installations sont :

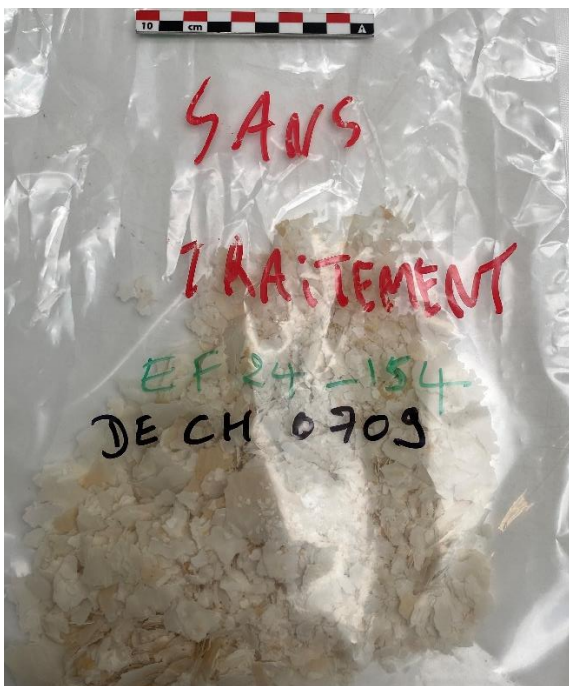
- pour l'un sans installation anti-calcaire (NT) et,
- pour l'autre équipé d'un appareillage anti-calcaire de type biodynamizer

L'eau sortante de ces installations n'a donc pas été analysée.

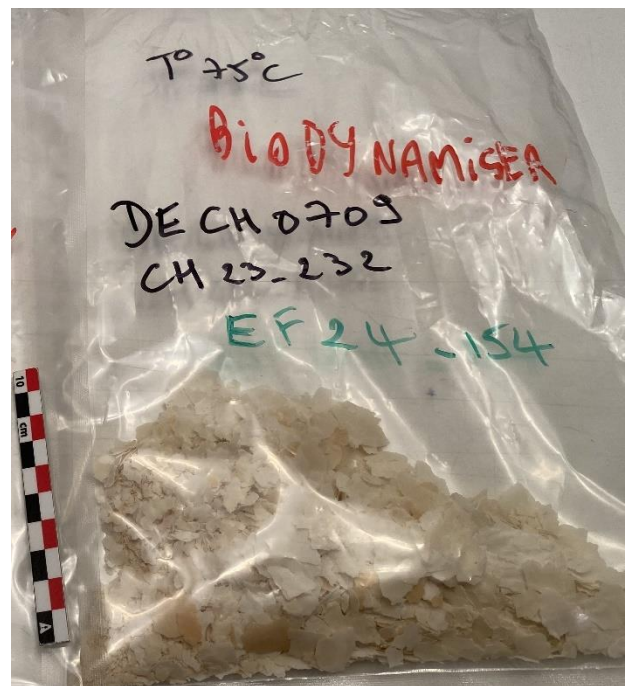
2. ECHANTILLON

L'échantillon reçu le 18/03/2024 comprend :

- un prélèvement du dépôt formé dans l'installation sans traitement noté NT n°1
- un prélèvement du dépôt formé dans l'installation avec l'appareil anticalcaire de type **Biodynamizer** n°2.



Dépôt calcaire prélevé dans l'installation sans traitement



Dépôt calcaire prélevé dans l'installation avec l'appareil anticalcaire de type Biodynamizer

3. ANALYSE AU MEB-EDS

3.1. Description de l'essai

L'analyse au *microscope électronique à Balayage* (MEB) a pour but de visualiser la forme des minéraux ainsi que l'agencement de ceux-ci au niveau des différentes phases observées avec une résolution pouvant aller jusqu'à 25.000 x. L'image visuelle est une image en niveau de gris ; reflet du poids moléculaire moyen dans chacune des phases.

Le microscope électronique est en outre, équipé d'un système EDS ("Energy Dispersive X-ray Spectroscopy"). Il est possible de connaître les éléments chimiques présents dans les cristaux ou les différentes zones mises en évidence sur la base des niveaux de gris, à l'exception des premiers éléments chimiques (H, He, Li et Be) et ainsi d'en déduire la minéralogie.

Cette analyse permet une visualisation très agrandie et locale, ce qui permet de cibler analytiquement certains cristaux. Cependant, il s'agit d'analyse chimique et non minéralogique.

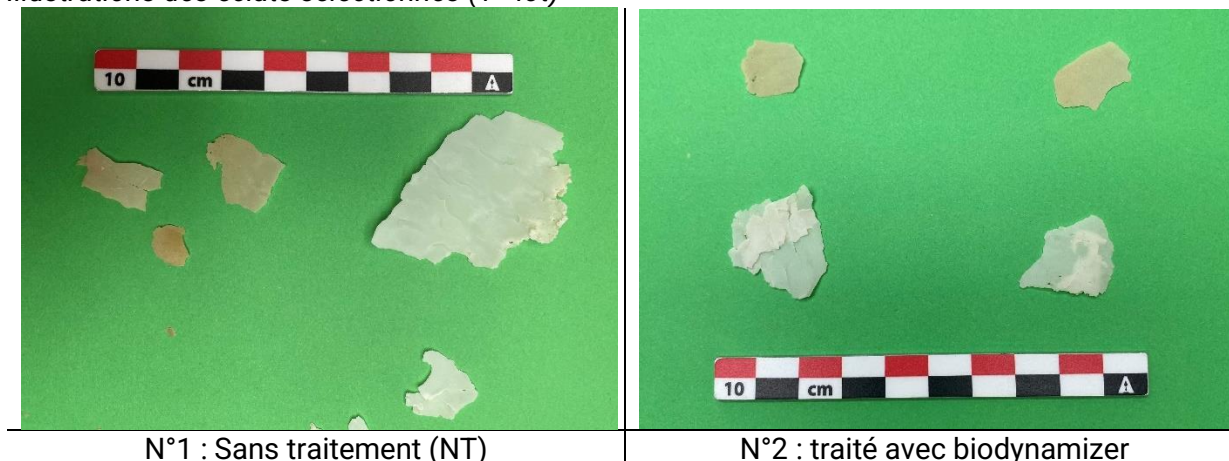
3.2. Préparation de l'échantillon

L'observation macroscopique montre que, parmi les plaquettes de tartre, certaines ont une couleur blanche et d'autres une couleur plus brune. Ceci est observé dans les 2 échantillons traité et non traité.

Une écaille de chaque couleur (blanc et brun) a donc été prélevée au niveau de chaque échantillon afin de vérifier la variation éventuelle de morphologie et la taille des cristaux. En outre, les observations et analyses ont été réalisées sur la face concave et convexe.

Les échantillons ont reçu un coating d'or (Au) afin d'améliorer la qualité de l'imagerie.

Illustrations des éclats sélectionnés (1^{er} lot)



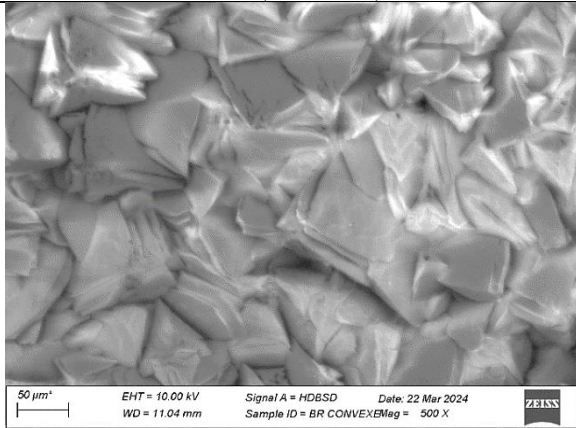
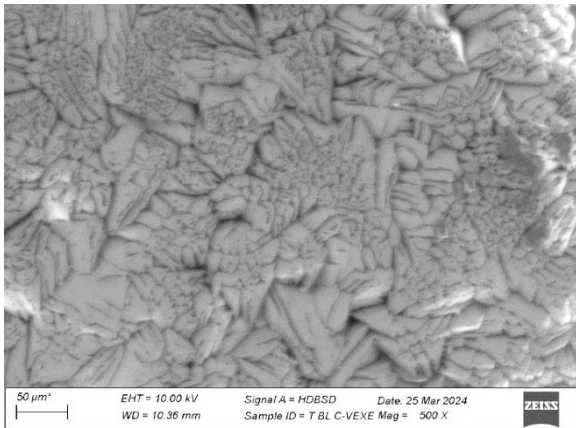
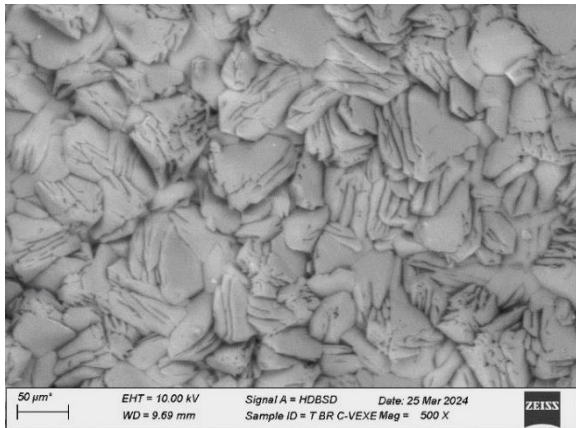
Afin de consolider les observations, une seconde écaille blanche de chaque échantillon a été examinée uniquement sur la partie convexe. Les illustrations sont présentées en annexe 1.

3.3. Résultats

Les observations au MEB ont été réalisées de façon comparative sur 3 aspects :

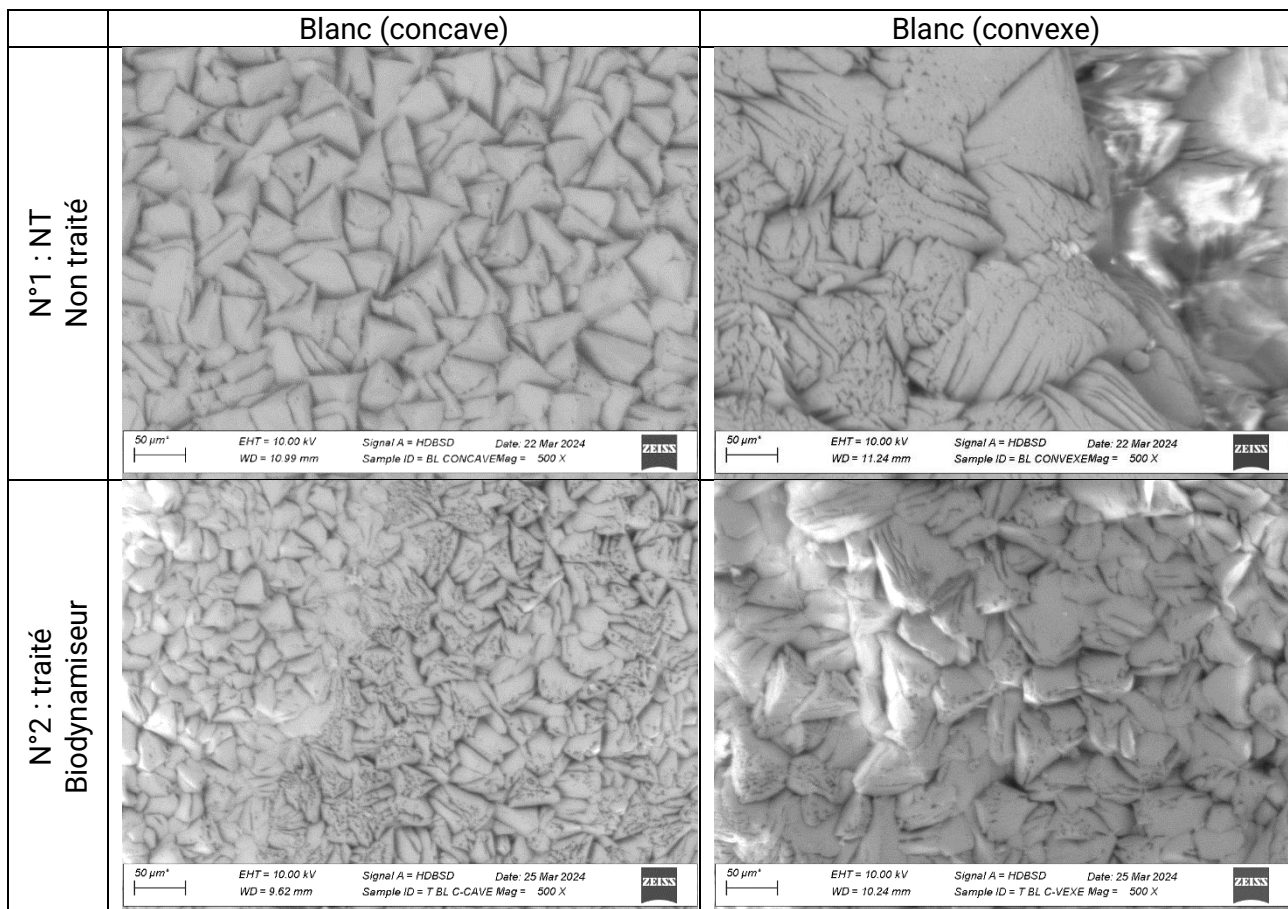
A. Sur les écailles de couleur blanches et brunes

Celles-ci montrent des cristaux en paquet de même taille mais plus compactes sans 'canal' lorsque la couleur est brune ; phénomène davantage visible sur l'échantillon non traité.

	Blanc (convexe)	Brun (convexe)
N°1 : NT Non traité	 50 µm⁺ EHT = 10.00 kV Signal A = HDBSD Date: 22 Mar 2024 WD = 11.75 mm Sample ID = BL CONVEXEMag = 500 X ZEISS	 50 µm⁺ EHT = 10.00 kV Signal A = HDBSD Date: 22 Mar 2024 WD = 11.04 mm Sample ID = BR CONVEXEMag = 500 X ZEISS
N°2 : traité Biodynamiseur	 50 µm⁺ EHT = 10.00 kV Signal A = HDBSD Date: 25 Mar 2024 WD = 10.36 mm Sample ID = T BL C-VEXE Mag = 500 X ZEISS	 50 µm⁺ EHT = 10.00 kV Signal A = HDBSD Date: 25 Mar 2024 WD = 9.69 mm Sample ID = T BR C-VEXE Mag = 500 X ZEISS

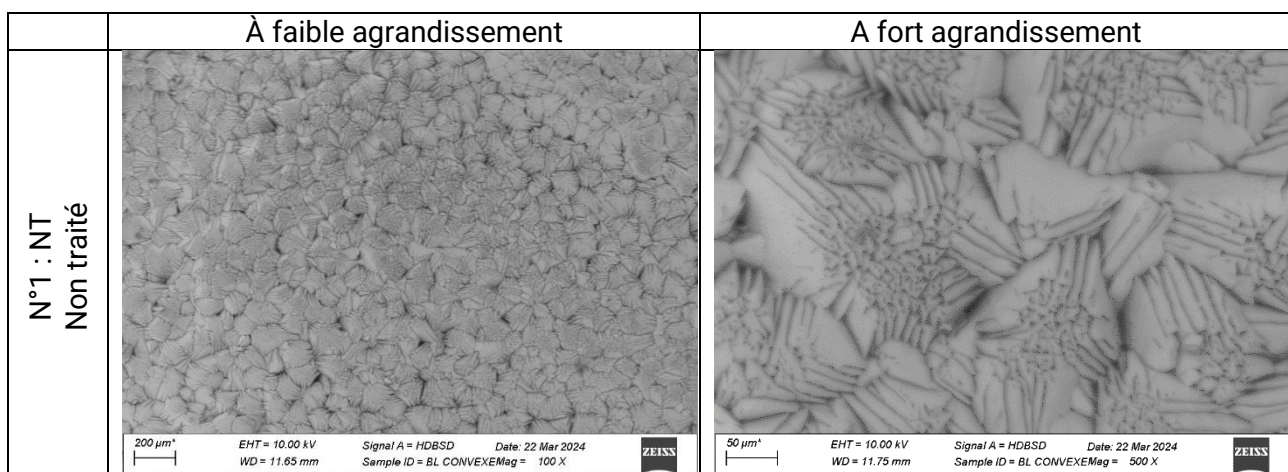
B. Sur les écailles entre le coté convexe et concave.

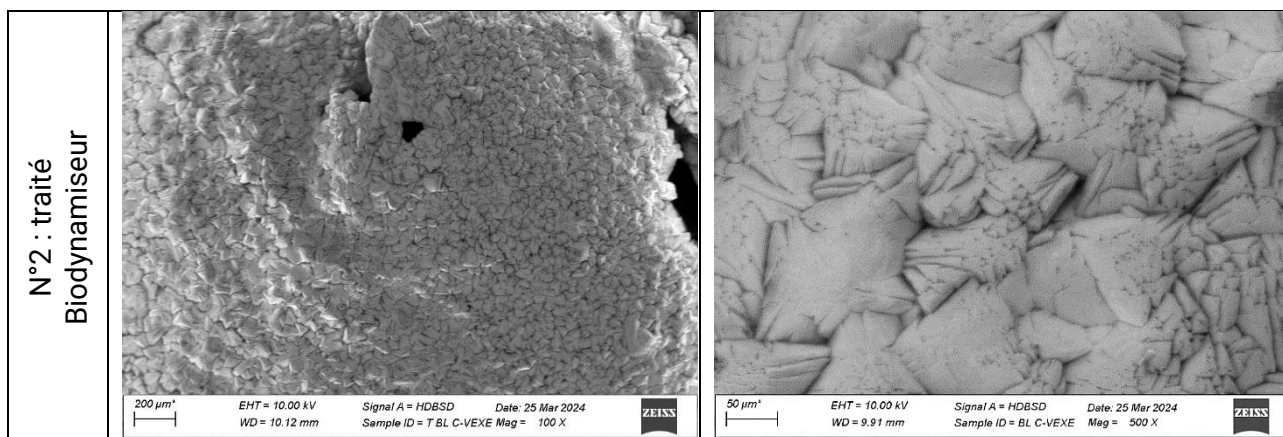
Celles-ci montrent des cristaux en paquet dont la taille est sensiblement plus grande du côté convexe; ce qui a priori est normal puisqu'il s'agit de la face de croissance 'libre'.



C. Sur les écailles entre les dépôts des 2 installations

Les illustrations ci-dessous ainsi que celles de l'annexe 1 montrent des cristaux de taille légèrement variables dans chacun des échantillons (traité et non traité) bien qu'il soit difficile par cette technique de définir la limite d'un cristal par rapport à la morphologie observée. Toutefois, on pourrait entrevoir un agencement un peu plus chaotique pour le dépôt de tartre du biodynamiseur.





La composition chimique a également été vérifiée.
Pour ce faire, trois analyses-EDS par écaille et par côté ont été effectuées. Les résultats sont présentés ci-dessous en % éléments et en % oxydes. Il s'agit d'analyses semi-quantitative car ces analyses ne sont pas réalisées sur une section polie.

Tableau 1 : résultats d'analyses en % en éléments

Élément Chimique :	Non traité blanc				Traité blanc				Non traité brun				Traité brun			
	concave		convexe		concave		convexe		concave		convexe		concave		convexe	
	Σ/3	σ	Σ/3	σ	Σ/3	σ	Σ/3	σ	Σ/3	σ	Σ/3	σ	Σ/3	σ	Σ/3	σ
Carbon	14.2	1.8	15.5	0.6	19.3	2.4	18.2	1.1	17.6	3.4	20.4	4.4	12.5	1.0	15.1	1.5
Oxygen	24.2	0.1	24.0	0.1	22.8	0.9	22.9	0.2	23.4	0.9	22.3	1.8	24.4	0.6	24.0	0.5
Sodium	0.0	0.0	0.0	0.0	0.2	0.3	0.3	0.3	0.1	0.2	0.3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Magnesium	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.2	0.4	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Aluminium	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.1	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Silicon	0.0	0.0	0.1	0.1	0.0	0.1	0.0	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Sulfur	0.3	0.5	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Chlorine	0.9	0.4	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.2	0.2	0.2	0.0	0.1	0.0	0.1	0.1
Calcium	57.4	1.7	58.2	0.8	54.9	4.5	53.4	2.7	55.7	2.8	51.9	10.1	56.5	4.3	58.5	1.5
Iron	3.0	0.7	2.0	0.6	2.8	2.8	5.1	3.9	2.7	2.4	5.0	7.7	6.5	4.1	2.2	0.4

Tableau 2 : résultats d'analyses en % en oxydes

Oxyde	Non traité blanc				Traité blanc				Non traité brun				Traité brun			
	concave		convexe		concave		convexe		concave		convexe		concave		convexe	
	Σ/3	σ	Σ/3	σ	Σ/3	σ	Σ/3	σ	Σ/3	σ	Σ/3	σ	Σ/3	σ	Σ/3	σ
C/Ca	0.25	0.0	0.3	0.0	0.4	0.1	0.3	0.0	0.32	0.1	0.4	0.2	0.2	0.0	0.3	0.0
Na2O	0.0	0.0	0.0	0.0	0.2	0.4	0.4	0.4	0.2	0.2	0.3	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0
MgO	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.8	0.7	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Al2O3	0.0	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.5	0.3	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0
SiO2	0.0	0.0	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.1	0.1	0.0
SO3	0.8	1.3	0.2	0.3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Cl	0.9	0.4	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.2	0.1	0.2	0.0	0.1	0.0	0.1	0.1
CaO	80.3	2.4	81.5	1.1	76.8	6.3	74.7	3.7	79.8	1.3	72.6	14.2	79.0	6.1	81.9	2.0
FeO	3.8	0.9	2.6	0.8	3.5	3.6	6.6	5.1	1.5	2.5	6.4	10.0	8.3	5.2	2.8	0.6

Des moyennes d'analyses ont été réalisées par couleur (blanc vs brun), par coté (concave vs convexe) et enfin par installation (non traité vs traité biodynamiseur) :

- Au niveau de la couleur, si l'on calcule la moyenne des valeurs sur les éclats de couleur brune traités et non traités par rapport à celles des éclats blancs réunis traités et non traités, on constate :
 - le même % en Cao : 78.3% et,
 - une teneur très légèrement supérieure en fer : 3.2% vs 4.1 % si exprimé en élément Fe ou 4.1% vs 4.8% si exprimé en oxyde FeO. La teneur en fer est donc légèrement plus élevée sur les écailles de couleur brune (sans distinction d'installations).
- Si l'on compare la composition chimique des écailles entre la face convexe et concave (sans distinction d'installation), on constate de légères variations entre les éléments présents mais rien de significatif.
- Il en va de même si l'on compare la composition chimique entre les éclats provenant de l'installation non traitée (en clair sur la figure 1) et ceux provenant de l'installation traitée au biodynamiseur (en foncé).

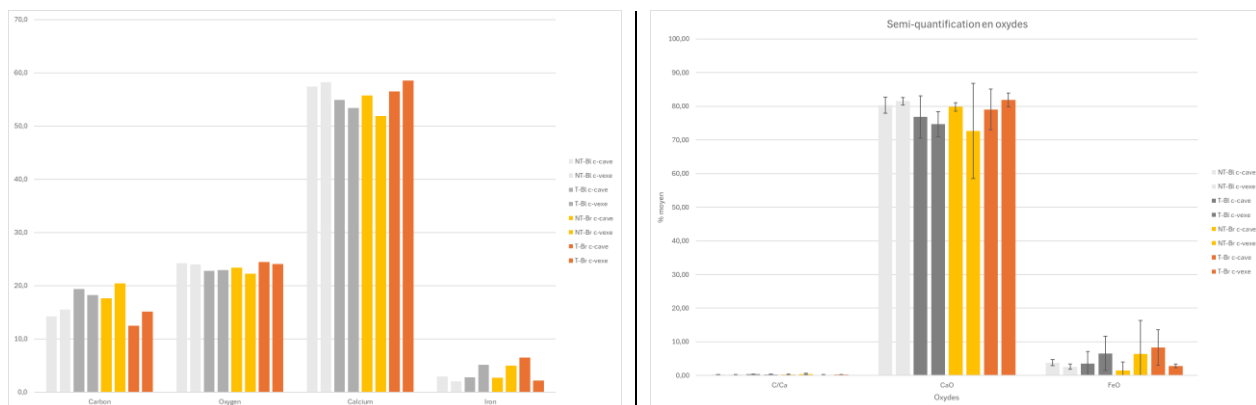


Figure 1 : Semi-quantification des composants principaux en éléments (gauche) et en oxydes (droite)

4. DIFFRACTOMETRIE AUX RAYONS X (DRX)

4.1. Principe de la méthode

Le principe de la méthode de *diffraction X* sur poudre est basé sur le fait que tout corps cristallin peut diffracter sous un faisceau de rayons X sur un réseau de plans cristallins (atomes arrangés selon des plans cristallins spécifiques) selon la loi de Bragg :

$$\lambda = 2d \sin \theta$$

où

λ = longueur d'onde de la source,

d = espacement entre deux plans parallèles successifs du réseau,

θ = angle d'incidence entre le faisceau incident et le réseau de plans.

L'identification minéralogique de l'échantillon peut se faire au moyen de son diagramme XRD. La position et l'intensité des pics permettent de déterminer dans le diagramme la nature

minéralogique des composants de l'échantillon, ainsi que la quantité approximative respective de chacun de ceux-ci.

La morphologie des cristaux ne peut pas être déterminée par la diffraction de rayons X sur poudre. Quand une phase cristalline présente dans la poudre est inférieure à 2-3 %, celle-ci est plus difficilement détectée et déterminée avec certitude dans la mesure où les pics se fondent dans le bruit de fond du spectre.

La préparation requise pour faire une analyse au DRX dépend de l'échantillon reçu (quantité du matériau reçu, homogénéité, répartition de la taille des grains, et du type d'analyse DRX demandée : quantitative ou qualitative).

Tableau 1: paramètres appliqués pour l'analyse de l'échantillon

scan mode	: continue scan	voltage générateur	: 40 kV
étape	: 0,02	courant générateur	: 40 mA
durée d'étape	: 96 s	position fente de divergence	: Variable fixed sample illumination -15mm°
vitesse de rotation	: non	position fente anti-dispersion	: n.a
intervalle de mesure	: 2° - 75°		

L'essai a été réalisé selon les modalités prescrites par la NBN EN 12326-2². Une anticathode de Cu a été utilisée lors de l'analyse.

4.2. Préparation de l'échantillon

Dans le cas présent, l'analyse a été réalisée sur poudre.

Au vu des résultats analyses du microscope électronique (SEM-EDS), on peut conclure que la différence de composition entre les éclats blancs et bruns est négligeable. Quelques éclats des deux couleurs ont été conservés pour chaque échantillon.

Les 2 échantillons restants ont alors été broyés dans leur totalité et quartés.

4.3. Résultats

- ✓ Les spectres obtenus par diffractométrie des deux échantillons sont identiques.
- ✓ Les deux échantillons sont composés exclusivement de **calcite** avec des traces de quartz.
- ✓ On ne constate aucune présence d'aragonite ni de vaterite; les 2 autres formes du carbonate de calcium.
- ✓ La cristallinité est identique pour les 2 échantillons. Celle-ci se réfère à la proportion de la matière présente sous forme cristalline par rapport à la matière amorphe ou non/moins cristalline. Elle se présente par des pics fins et hauts pour un minéral bien cristallin alors que pour un matériau amorphe ou moins cristallin, les pics seront plus larges et moins hauts.

² NBN EN 12326-2 : Ardoises et éléments en pierre pour toiture et bardage pour pose en discontinu §17 (2010)

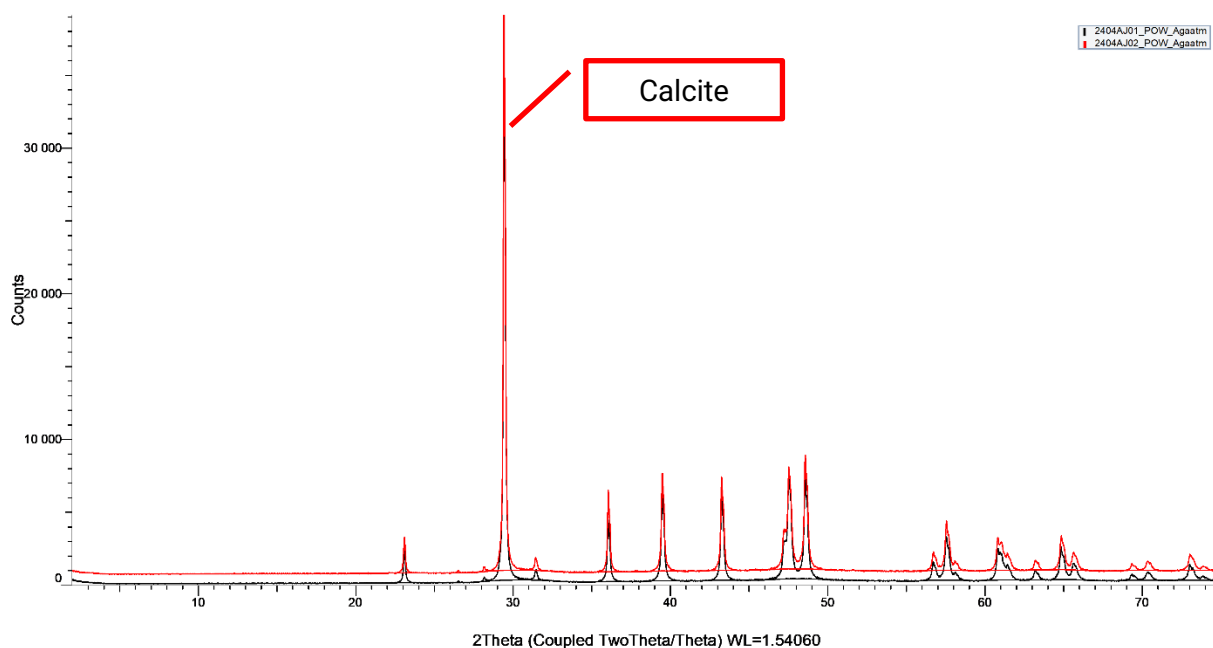
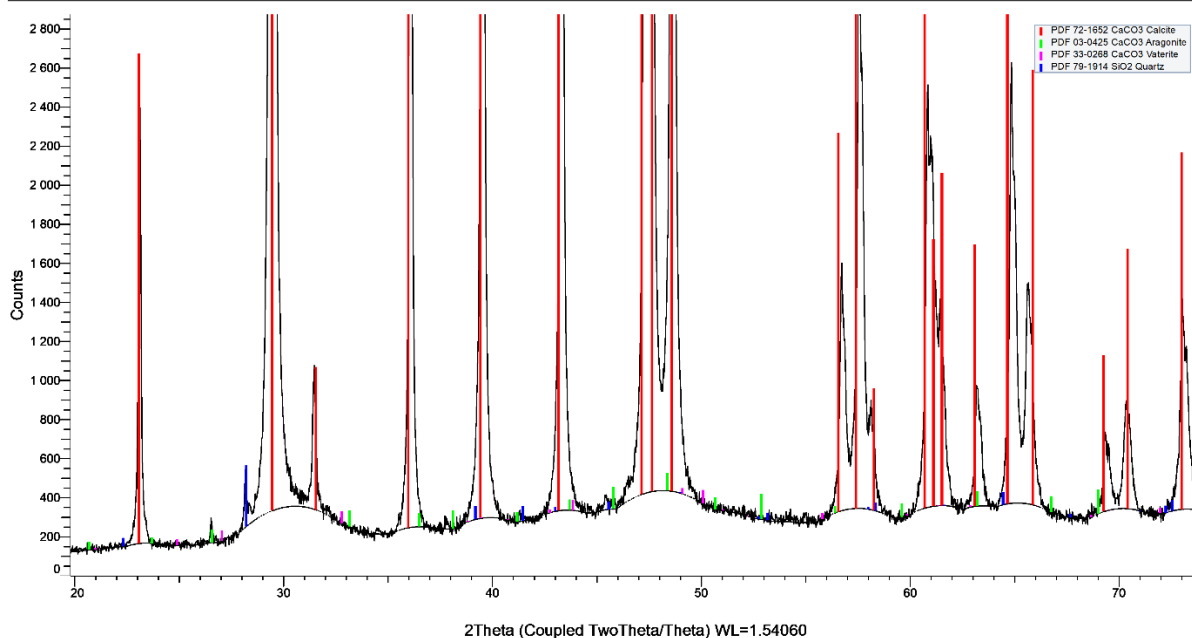


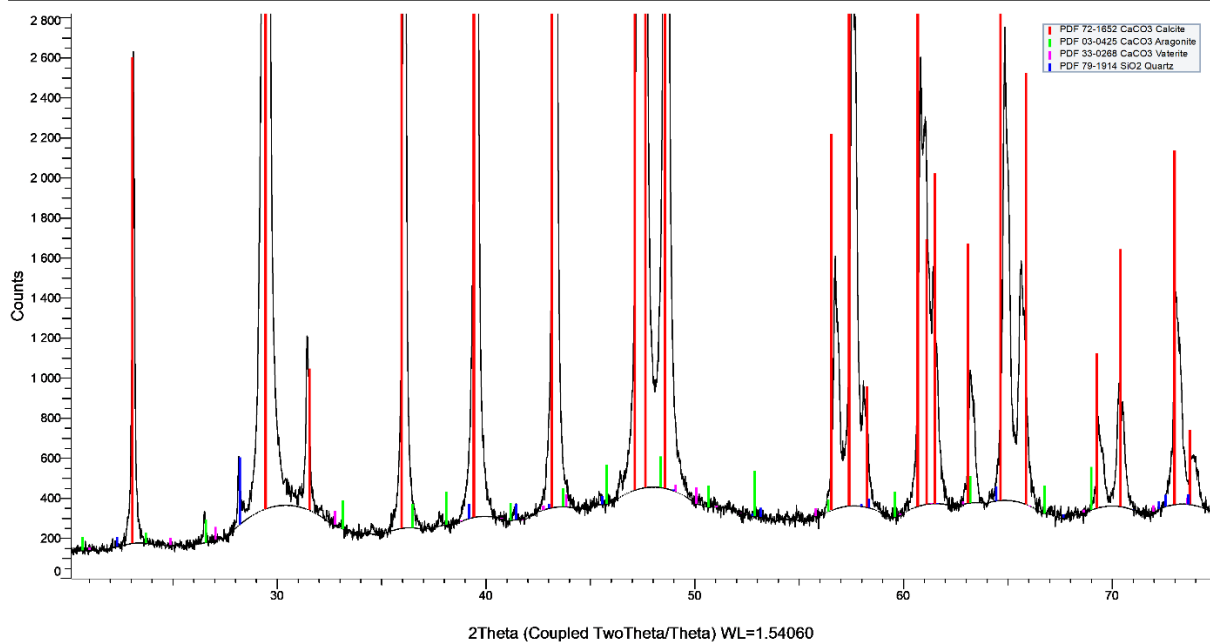
Illustration 1 : comparaison des spectres DRX des 2 échantillons - non traité (en noir) et traité (en rouge) avec indication du pic principal de la calcite

2404AJ01



Diffractogramme 1 : détail du spectre DRX de l'échantillon provenant de l'installation sans traitement (*Indication des pics de la calcite en rouge*)

2404AJ02



Diffractogramme 2 : détail du spectre DRX de l'échantillon provenant de l'installation traitée avec le biodynamizer (*Indication des pics de la calcite en rouge*)

5. SYNTHÈSE

- ✓ Les deux échantillons de tartre reçus correspondant aux 2 installations sont composés exclusivement de **calcite**.
- ✓ On ne constate aucune présence d'aragonite ni de vaterite dans aucun des 2 tartres.
- ✓ La cristallinité est identique pour les 2 échantillons (en DRX).
- ✓ Au niveau morphologique, les cristaux observés au MEB sont assez similaires pour les 2 échantillons. On y constate de légères variations de taille des cristaux formés lié soit au côté de l'échelle observé (concave vs convexe), soit à la couleur ou soit encore à l'installation. Toutefois, les cristaux observés sur le tartre provenant de l'installation traité au biodynamiseur semblent localement un peu plus fragmentés et montrent un agencement un peu plus chaotique.

Annexe 1 : illustrations sur un second éclat blanc – face convexe

Illustrations des éclats analysés



N°1 : Sans traitement (NT)

N°2 : traité avec biodynamizer

