



CENTRE SCIENTIFIQUE ET TECHNIQUE DE LA CONSTRUCTION

ETABLISSEMENT RECONNU PAR APPLICATION DE L'ARRETE-LOI DU 30 JANVIER 1947

- Station expérimentale : B-1342 Limelette, avenue P. Holoffe, 21 Tél : (32) 2 655 77 11 Fax : (32) 2 653 07 29
- Bureaux : B-1932 Sint-Stevens-Woluwe, Lozenberg I, 7 Tél : (32) 2 716 42 11 Fax : (32) 2 725 32 12
- Siège social : B-1060 Bruxelles, bd Poincaré, 79 Tél : (32) 2 502 66 90 Fax : (32) 2 502 81 80

TVA n° : BE 407.695.057

Page : 1/6

LABORATOIRE : Minéralogie et Microstructure	RAPPORT D'ESSAIS	N° DE : 623 X 119-1 corr. N° Labo : MIC 402 N° Echantillon : 30 / 48 / 3
--	-------------------------	--

DEMANDEUR : Carrières du Hainaut
A l'attention de Monsieur Netels
Rue de Cognebeau, 245
B - 7060 SOIGNIES

Personnes contactées :	- Demandeur - Monsieur V. Netels	- CSTC - Madame D. Nicaise
-------------------------------	--	--------------------------------------

Essais effectués : Analyse de la dolomite par DRX et de la microfissuration par analyse pétrographique sur « une Pierre Chinoise ».

Références : sur base de la NBN EN 12326-2 (1999) pour le DRX et de la NBN EN 12407 pour la pétrographie.

Date et référence de la demande	: 2003.07.24
Date de réception de(des) échantillon(s)	: 2003.06.19 et 20
Date de l'essai	: 2003.06 et 08
Date d'établissement du rapport	: 2004.03.25 remplace et annule le rapport du 2003.09.05.


Ce rapport contient 6 pages, numérotées de 1/6 à 6/6 avec 3 pages d'annexe. Il ne peut être reproduit que dans son ensemble.

Sur chaque page figure le cachet du laboratoire (en rouge) et le paraphe du chef de laboratoire.

Les résultats et constatations ne sont valables que pour les échantillons testés.

- Pas d'échantillon
- Echantillon(s) ayant subi un essai destructif
- Echantillon(s) évacué(s) de nos laboratoires 60 jours calendriers après l'envoi du rapport, sauf demande écrite de la part du demandeur

Responsable des essais


dr. D. Nicaise

Le Chef de division



Collaboration technique : JN

DN

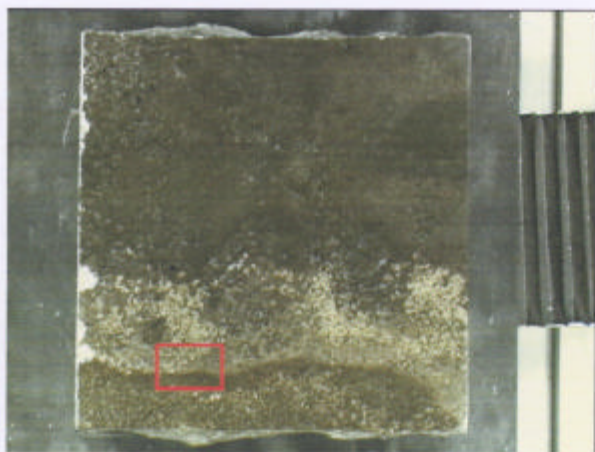


1. Echantillon reçu

L'échantillon reçu se compose d'un prisme de dimension 15 x 15 x 5 cm dénommé par le client « Pierre Chinoise » et numéroté par nos soins MIC 402-1;

2. Eprouvettes

Des sections de quelques centimètres de côté sont découpées dans les zones « beiges » de MIC402-1 et une quantité suffisante broyée afin d'effectuer un diffractogramme de rayons X (DRX) avec quantification par le logiciel Rietfeld..



MIC 402-1

Dans les mêmes zones, un échantillon a été prélevé pour analyse microscopique.

3. Description des essais

3.1 Diffraction de RX

L'identification peut se faire au moyen de leurs diagrammes XRD (X-Ray Diffraction). Le spectre d'analyse a également été traité avec le logiciel basé sur la méthode Rietfeld afin de quantifier les minéraux présents et plus précisément dans notre cas, la quantité de dolomite.

La position et l'intensité des pics permettent de déterminer dans le diagramme la nature minéralogique ainsi que la quantité respective de chacun des minéraux.

Les essais ont été réalisés selon les modalités prescrites par la NBN EN 12326-2. Une anticathode de Cu et un filtre de Ni ont été utilisés lors de l'analyse (avec rotation de l'échantillon en poudre.





3.2 Analyse pétrographique selon la NBN EN 12407

Des éprouvettes ont été découpées dans l'échantillon pour réaliser une lame mince destinée à l'examen microscopique après imprégnation par de la résine époxyde. L'analyse microscopique consiste en un examen pétrographique de la lame mince sous lumière incidente à polarisation et sous éclairage fluorescent. La lame mince a une épaisseur d'environ 30 μm .

L'imprégnation a été réalisée avec de la résine époxyde dans laquelle une poudre fluorescente a été ajoutée afin d'observer plus particulièrement la microfissuration de la pierre MIC 402-1 ; comme demandé par le client.

En outre, la lame a été préalablement traitée à l'alizarine rouge et au ferricyanure de potassium (voir annexe 1). Cette technique permet de différencier la calcite de la dolomite (alizerine) et des minéraux ferreux des non ferreux (ferricyanure de potassium) selon les caractéristiques suivantes :

<i>Minéral</i>	<i>Coloration alizarine</i>	<i>Coloration ferricyanure K</i>	<i>Coloration combinée</i>
Calcite non ferreuse	Rose à rouge-brun	Rien	Rose à rouge-brun
Calcite ferreuse	Rose à rouge-brun	Bleu pâle à foncé suivant le fer	Mauve à bleu
Dolomite non ferreuse	Rien	Rien	Incolore
Dolomite ferreuse	Rien	Bleu très pâle	Bleu très pâle (parfois turquoise)

La lame mince porte le n°2417.

4. Résultats

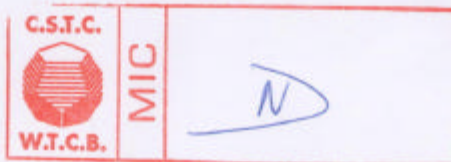
Analyse minéralogique au DRX

Le prélèvement consiste en un morceau de la roche finement broyée;
L'échantillon est constitué de :

Phases majeures : calcite et dolomite

Phases mineures : -

La quantification des 2 minéraux majeurs par analyse Rietfeld donne les résultats suivants :





<i>Pierres Naturelles :</i>	<i>MINÉRAUX</i>	
	<i>Calcite</i>	<i>Dolomite</i>
MIC402-1 : « Pierre Chinoise »	± 30 %	± 70 %

Analyse pétrographique au microscope

Une analyse microscopique permet de définir les caractéristiques suivantes :

- Minéraux constitutifs et minéraux secondaires et/ou d'altération de la roche
- Structure de la roche dont la taille des grains et surtout la microfissuration.

LM 2417 de MIC 402-1

Au vu de l'analyse pétrographique, il s'agit d'un calcaire oolithique. Les oolithes ou plus précisément les ooïdes (ou pisolites) sont constitués de nombreuses couches concentriques en calcite micritique ou en dolomite. Aucun débris fossile n'est présent ou ne subsiste.

Certaines de ces ooïdes ont le centre en dolomite et les couches extérieures en calcite. Pour d'autres, il s'agit de calcite uniquement et pour d'autres encore de calcite ferreuse au centre et de dolomite à l'extérieur.

Ces ooïdes ont une taille qui varie entre 0,4 mm et 2,0 mm avec une moyenne se situant aux alentours de 1,2 mm.

Le ciment de calcite est largement recristallisé (sparite).

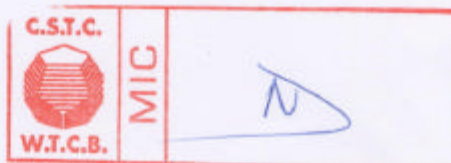
On remarque la présence de joints stylolithiques parfois assez épais

La porosité est très faible, voire nulle. On ne constate pas de fissures ni microfissures.

Selon la classification de Folk, il s'agit d'une oospathite.

Selon la classification de Dunham, il s'agit d'un grainstone.

Selon la NBN EN 12670 (2002), il s'agit d'une oosparite.



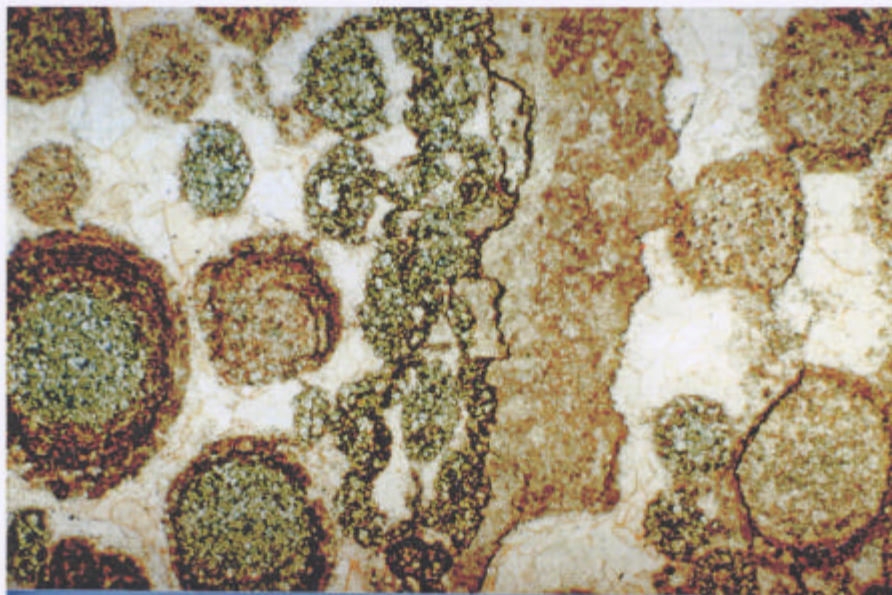


Photo 1: Analyse microscopique en lumière transmise et parallèle, lame 2417.
Vue des oolithes et d'un « joint stylolithique » (bande verticale centrale).
Agrandissement: 25 x; dimensions: ± 6,4 x 4,3 mm.

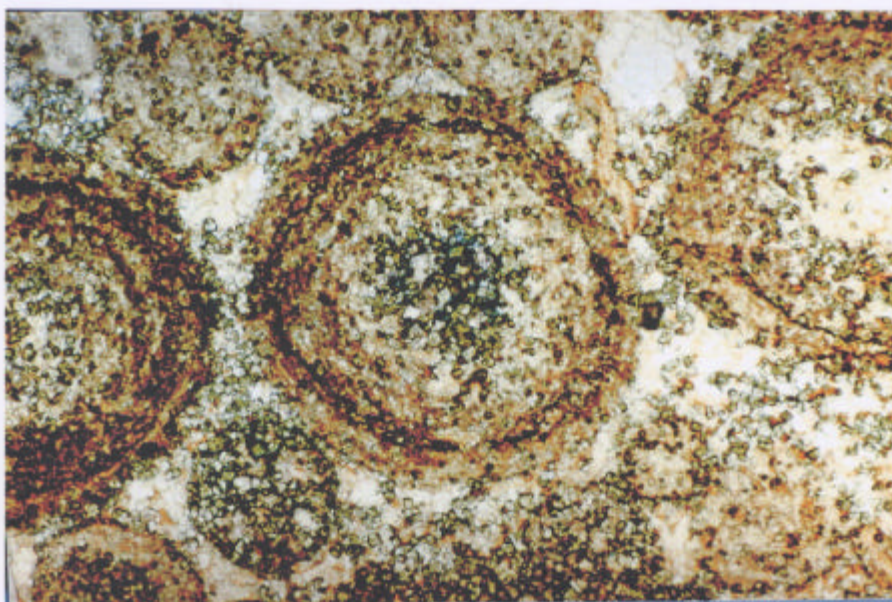


Photo 2: Analyse microscopique en lumière transmise et parallèle, lame 2417.
Détail d'oolithes dont le centre est en dolomie ferreuse et le pourtour extérieur en calcite.
Agrandissement: 40 x; dimensions: ± 4,0 x 2,7 mm.



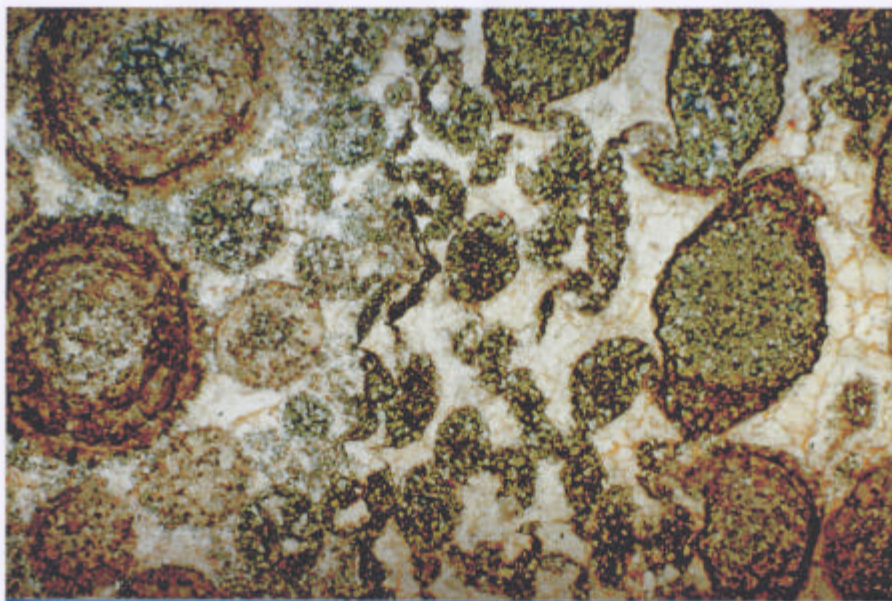


Photo 3: Analyse microscopique en lumière transmise et parallèle, lame 2417.
Vue des oolithes soit entièrement calcitique soit dolomitique soit mixte.
Agrandissement: 25 x; dimensions: $\pm 6,4 \times 4,3$ mm.

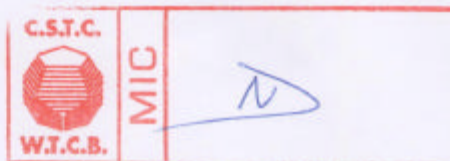
5. Conclusions

- D'un point de vue microscopique, il s'agit d'une roche sédimentaire carbonatée de type dolomie oolithique calcitique ou oosparite suivant la NBN EN 12670
- La quantité de dolomite est d'environ 70% dans MIC402-1; « Pierre Chinoise »;
- On constate également la présence de calcite ferreuse dans MIC402-1;
- La quantité de microfissures est très faible voire nulle.
- L'absence de microfissuration dans la pierre MIC402-1 permet de dire qu'il n'y a pas eu de dolomitisation secondaire;

Annexes

Annexe 1 : Méthode de coloration des lames

Figure 2 : Diagramme XRD de la MIC402-1



Annexe 2/2
Appendix 2

Staining a thin section of a limestone

The procedure detailed below, adapted from Dickson (1965), has been found generally satisfactory and has been used in preparation of most of the stained sections shown in this book. Two stains are required – Alizarin Red S and potassium ferricyanide.

1. Prepare a thin section of the rocks as described in Appendix 1 but omitting the coverslip. Ensure that no dirt or grease adheres to the surface.
2. Prepare two staining solutions:
Solution A: Alizarin Red S – concentration of 0.2 g/100 ml of 1.5% hydrochloric acid (15 ml pure acid made up to 1 litre with water).
Solution B: Potassium ferricyanide – concentration 2 g/100 ml of 1.5% hydrochloric acid.
3. Mix solutions A and B in the proportion 3 parts by volume of A to 2 parts of B.
4. Immerse the thin section in the mixture of solutions for 30–45 seconds, agitating gently for at least part of the time to remove gas bubbles from the surface.
5. Wash the stained section in running water for a few seconds.
6. Allow to dry.
7. Cover with polyurethane varnish or a coverslip in the normal way.

Note: The solution of Alizarin Red S in acid may be made up beforehand and will keep, but the potassium ferricyanide must be made fresh each time. A large number of sections can be stained with 250 ml of stain solution.



Annexe 2/2
Introduction

Unlike terrigenous sediments, carbonate rocks comprise material formed mostly at or near the site of final accumulation of the sediment. Much of the material is produced by biological processes. Two carbonate minerals are common in older limestones - *calcite*, CaCO_3 , and *dolomite*, $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$. In recent shallow marine carbonate sediments the mineral *aragonite*, also CaCO_3 , is abundant. However, it is metastable under the normal conditions prevailing in sediments and is usually dissolved once a limestone is exposed to circulating meteoric waters. Alternatively it may invert directly to calcite. Dolomite is normally a secondary mineral replacing calcium carbonate, although it may form in sediments very soon after their deposition. Both calcite and dolomite may contain some ferrous iron, in which case the prefix *ferroan* is used before the mineral name.

The optical properties of calcite and dolomite are similar and therefore they can be difficult to distinguish optically. Simple chemical staining techniques are often employed by carbonate sedimentologists to distinguish calcite from dolomite and to distinguish ferroan from non-ferroan minerals.

The dye *Alizarin Red S* is used to differentiate calcite and dolomite, whereas *potassium ferricyanide* is used to differentiate ferroan and non-ferroan minerals. The dyes are dissolved in a weak acid solution. This also helps to distinguish dolomite from calcite, as dolomite does not react with cold dilute acid whereas calcite does, producing a contrast in

relief between the two minerals. Results of the etching and staining process are shown in Table 2. Details of the procedure are given in Appendix 2.

The intensity of the stain colour is partly related to the intensity of the etching with acid. Fine-grained crystal fabrics with many crystal boundaries etch more rapidly and thus show deeper stain colours than coarse crystal fabrics with few crystal boundaries.

Stain colours are particularly well-illustrated in 100, 124, 131, 161 and 165.

Other stains have been used to distinguish between aragonite and calcite and to identify magnesian calcites: details are given in books on techniques in sedimentary petrology such as that of Carver (1971).

Carbonate rocks may also be examined using acetate peels. These record an impression of an etched rock surface (which also may be stained) on a thin sheet of acetate film. Acetate peels have the advantage of being cheap and easy to make, but because they are isotropic, minerals cannot be identified by optical properties, such as relief and birefringence. Details of the procedure for making acetate peels are given in Appendix 3.

Components

The three most important components of carbonate rocks are *allochemical components*, *microcrystalline calcite*, and *sparry calcite*.

1. Allochemical components or *allochems*, are organized aggregates of carbonate sediment which have formed within the basin of deposition. They include ooids, bioclasts, peloids, intraclasts and oncoids and are considered in detail in the following section (72 to 120).
2. Microcrystalline calcite or *micrite* is carbonate sediment in the form of grains less than $5 \mu\text{m}$ in diameter. Much of it forms in the basin of deposition, either as a precipitate from seawater or from the disintegration of the hard parts of organisms, such as green algae. The term 'carbonate mud' is also used for this fine sediment, although strictly mud includes material of clay- and silt-size (up to $62 \mu\text{m}$). Micrite is illustrated in 84, 89, 111 and 157.
3. Sparry calcite, *sparite* or *spar* refers to crystals of $5 \mu\text{m}$ or more in diameter. Much of it is coarse, with crystals commonly up to 1 mm in size. It is usually a pore-filling cement and thus may form in a rock a long time after deposition of the original allochems and micrite. Sparite is illustrated in 73, 82, 124 and 131.

The classification of limestones involves the identification of allochems and estimation of the proportions of micrite and sparite (see p. 62).

Table 2. Etching and staining characteristics of carbonate minerals

Mineral	Effect of etching	Stain colour with Alizarin Red S	Stain colour with potassium ferricyanide	Combined result
Calcite (non-ferroan)	Considerable (relief reduced)	Pink to red-brown	None	Pink to red-brown
Calcite (ferroan)	Considerable (relief reduced)	Pink to red-brown	Pale to deep blue depending on iron content	Mauve to blue
Dolomite (non-ferroan)	Negligible (relief maintained)	None	None	Colourless
Dolomite (ferroan)	Negligible (relief maintained)	None	Very pale blue	Very pale blue (appears turquoise or greenish in thin section)

Annexe 2 :

MIC402-2 : "Blanche tache"

