

Caractérisation de la réactivité de granulats routiers vis-à-vis d'émulsions de bitume

I. Analyse pétrographique

Didier LESUEUR

Eurovia Management
Madrid (Espagne)

Sylvine GUÉDON-DUBIED

Laboratoire Central des Ponts et Chaussées

André LE ROUX

Laboratoire Central des Ponts et Chaussées

Lionel ODIÉ

Laboratoire régional des Ponts et Chaussées
de Saint-Brieuc

Célestin LEROUX

Laboratoire régional des Ponts et Chaussées
de Saint-Brieuc

Christian SUCH

Laboratoire Central des Ponts et Chaussées

Juan José POTTI

Eurovia Management
Madrid (Espagne)

José Fuenté CASTILLA

Escuela de Ingenieros Tecnicos de Obras Publicas
(EUPITOP)
Las Palmas (Gran Canaria) (Espagne)

RÉSUMÉ

Les enrobés à froid sont obtenus en malaxant des granulats humides avec de l'eau d'apport et de l'émulsion de bitume. Les émulsions étant essentiellement cationiques en France, l'émulsion est acide et les premières interactions entre émulsion et granulats concernent les échanges ioniques entre le milieu liquide, constitué par l'eau d'apport et celle de l'émulsion, et la phase solide (granulats), qui engendrent notamment une remontée du pH.

Afin d'étudier ces phénomènes, quatorze granulats d'origines pétrographiques différentes ont été sélectionnés dans le cadre du projet européen OPTEL afin d'évaluer leur réactivité vis-à-vis d'émulsions de bitume.

Cet article, premier d'une série de deux, présente les caractérisations réalisées sur les granulats à l'aide des méthodes traditionnelles de la pétrographie, afin d'en déterminer la nature pétrographique, la composition chimique et certaines propriétés pétrophysiques telles que la vitesse de propagation d'ondes longitudinales ou la porosité.

De plus, la caractérisation géométrique des fillers (vides Rigden, granulométrie) est discutée à la lumière de résultats utilisant différentes techniques.

Il ressort de cette étude qu'une caractérisation fine des granulats permet de mettre en évidence des différences sensibles, non seulement concernant la composition chimique, mais aussi concernant la texture et, surtout, le degré d'altération des roches.

L'influence de ces propriétés sur la réactivité vis-à-vis des émulsions acides sera l'objet du second article.

DOMAINE : Route.

ABSTRACT

CHARACTERIZATION OF THE REACTIVITY OF ROAD AGGREGATES WITH RESPECT TO BITUMINOUS EMULSIONS - 1: PETROGRAPHIC ANALYSIS

Cold-rolled asphalt mixes are obtained by means of mixing wetted aggregates with both filtered water and bituminous emulsion. Since emulsions remain for the most part cationic in France, the emulsion is acidic and the initial interactions between emulsion and aggregates involve ionic exchanges between the liquid phase, composed of filtered water and the emulsion water, and the solid phase (aggregates), which give rise in particular to an increase in pH.

To study these phenomena fully, 14 aggregates of varying petrographic origins were examined within the scope of the European OPTEL project for the purpose of evaluating their reactivity with respect to bituminous emulsions.

This article, the first half of a series, presents the characterizations performed on aggregates using conventional petrographic methods in order to determine the petrographic nature, chemical composition and certain petrophysical properties, such as the propagation speed of longitudinal waves and porosity.

Moreover, the geometrical characterization of fillers (Rigden voids, particle size distribution) is discussed in light of the results obtained through implementation of a number of techniques.

This study reveals that a fine-tuned characterization of aggregates allows highlighting recognizable differences with respect not only to the chemical composition, but also to the texture and especially the degree of rock alteration.

The influence of these properties on reactivity as regards the acidic emulsions will provide the focus of the second article.

FIELD: Roads.

Introduction

L'utilisation d'émulsions de bitume pour l'enrobage de granulats routiers (enrobage à froid) demeure une technique peu usitée, malgré les arguments à la fois écologiques et économiques en sa faveur. Citons par exemple l'absence de fumées à l'enrobage et au répandage, et la réduction du coût énergétique, liée à la suppression de l'étape de séchage des granulats indispensable lors d'un enrobage à chaud.

Les réticences rencontrées par l'enrobage à froid ne s'expliquent pas seulement par des raisons historiques et économiques, comme la forte implantation de centrales d'enrobage à chaud sur les territoires nationaux, mais surtout par des arguments techniques comme la difficulté de maîtriser la rupture de l'émulsion en présence de tout type de granulat (la rupture s'entend ici comme l'ensemble des phénomènes permettant de passer d'une émulsion à un film de bitume), et les propriétés mécaniques généralement plus modestes des enrobés obtenus, comparées à celles de leurs équivalents à chaud.

Les émulsions étant maintenant, en Europe, généralement cationiques, l'émulsion a un caractère acide et les interactions entre émulsion et granulat concernent les échanges ioniques entre, d'une part, la phase aqueuse apportée par :

- l'humidité naturelle des granulats,
- l'eau d'apport,
- la phase aqueuse de l'émulsion.

et, d'autre part, la phase solide représentée par les granulats.

Ces interactions contribuent à la déstabilisation de l'émulsion, qui se traduit par une augmentation progressive de la cohésion de l'enrobé à froid. Toutefois, la diversité des granulats routiers est telle que des comportements extrêmes peuvent être observés, qui génèrent une montée en cohésion trop rapide (granulats trop réactifs), ne permettant pas de mettre en place le matériau au finisseur, ou bien trop lente (granulats peu réactifs), avec des risques d'évolution sous trafic et de lavage partiel des granulats en cas de pluie.

L'évaluation en laboratoire de la réactivité de granulats routiers vis-à-vis des émulsions cationiques de bitume est donc indispensable à une bonne maîtrise des techniques d'enrobage à froid.

Les deux articles présentent les résultats des recherches réalisées conjointement par le Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, le Laboratoire régional des Ponts et Chaussées de Saint-Brieuc, le Laboratoire de Probisa et l'université de Las Palmas de Gran Canarias dans le cadre du projet Européen BRITE-EURAM BE-1516 sur l'OPTimisation des Émulsions à rupture Lente (OPTTEL).

Par analogie avec l'alcali-réaction où la nature pétrographique et l'état d'altération jouent un rôle important sur les relations entre le liant et les granulats [1], on a cherché à vérifier, dans ce premier article si, là aussi, une caractérisation pétrographique préalable mettant en œuvre les techniques classiques permettait d'obtenir des informations pertinentes sur le comportement du couple granulats – émulsion.

Ainsi, et dans un premier temps, une caractérisation pétrographique, physique et physicochimique complète a été réalisée sur un ensemble de granulats représentatifs de la diversité des matériaux le plus souvent mis en œuvre en technique routière. C'est cette partie de l'étude qui est présentée ici. L'étude de la réactivité des fillers, parties les plus réactives [2], fait l'objet du second article [3].

Granulats sélectionnés

Les granulats mis couramment en œuvre dans les structures de chaussées étant de natures diverses, il était indispensable de choisir des matériaux représentatifs de cette diversité. Le tableau I présente les granulats retenus, avec des informations complémentaires. Dans la colonne 1 est donné le codage retenu dans le projet OPTTEL, repris dans tous les tableaux et graphes qui suivent. Dans la colonne 2 figure la dénomination des quatorze matériaux retenus *a priori*. Dans la colonne 3, les carrières d'origine sont précisées, et la présence de minéraux accessoires (colonne 5), ou l'existence de phase vitreuse (colonne 6) est notée. Il a paru aussi important de vérifier si, pour des roches présentant des compositions chimiques proches, la dimension des grains pouvait avoir une influence (granite, rhyolite, gneiss, aplite) et (quartzite, schiste siliceux) ; cette information est reportée dans la colonne 4.

TABLEAU I

Identification et caractéristiques pétrographiques générales des granulats étudiés.
La texture est précisée par la taille des grains (grains grossiers GG > 1 mm, grains fins gf < 0,1 mm ou roche intermédiaire ri)

1 Numéro OPTEL	2 Nature pétrographique	3 Carrières	4 Taille des grains	5 Minéraux accessoires	6 Phase vitreuse
A001	Quartzite	Le Hinguer	GG		
A002	Calcaire siliceux	Tournaisis	Gf	Silice React	
A003	Microdiorite	St-Varent	GG		
A004	Basalte ancien	Raon l'Etape	Gf		
A005	Basalte récent	Canaries	Gf		++
A006	Rhyolite	Picampoix	Ri		+
A007	Amphibolite	Bois La Roche	GG		
A008	Gneiss	Maraichères	GG		
A009	Calcaire franc	Boulonnais	Gf		
A010	Granite	Poulmarc'h	Ri		
A011	Cornéenne	Les Vallons	Ri	pyrite (FeS ₂)	
A012	Aplite	Le Goask	gf		
A013	Tuf rhyolitique	Bransat	gf à GG		+
A014	Schiste siliceux	Roga	gf		

En résumé, le choix a été guidé pour chaque roche par :

- sa représentativité, afin de couvrir un éventail aussi large que possible de matériaux naturels, mais aussi son abondance, qui en fait un matériau incontournable pour le génie civil,
- sa nature pétrographique, qui peut varier malgré des compositions chimiques voisines,
- sa texture, c'est-à-dire la dimension des grains qui constituent la roche,
- son chimisme, au sens des pétrographes qui classent les roches magmatiques en roches acides, intermédiaires, basiques et ultra-basiques, ce qui se traduit par une teneur en silice supérieure à 65 % (acide) ou inférieure à 52 % (basique), à ne pas confondre avec le pH des chimistes ou la réactivité décrite plus loin, qui détermine aussi un caractère acide ou basique, mais en rapport avec le pH*.

Les essais spécifiques concernant les fillers de ces granulats (*cf.* plus loin) ont été réalisés sur le passant au tamis de 80 µm, obtenu par tamisage sous eau des sables issus des carrières retenues.

Protocoles expérimentaux

Caractérisation pétrographique

Les techniques traditionnelles de la pétrographie ont été utilisées (microscopie optique en lumière polarisée MOLP, microscopie électronique à balayage (MEB), diffractométrie des rayons X) et

* Afin d'éviter toute confusion, le caractère acide ou basique des granulats dans la suite de l'article correspond généralement au pH des suspensions aqueuses des granulats, c'est-à-dire au sens du chimiste. Quand toutefois il sera fait mention de la notion d'acidité telle qu'elle est utilisée par les pétrographes (teneur en silice), cela sera très clairement précisé.

aussi l'analyse chimique afin d'obtenir pour chaque matériau retenu sa composition en termes de minéraux et une information sur son état d'altération et la nature des produits d'altération.

Diffractométrie des rayons X

Les analyses ont été réalisées sur des poudres obtenues par broyage des granulats. Ces analyses permettent de caractériser d'une façon semi-quantitative les minéraux présents dans le matériau dès lors qu'ils sont à une teneur supérieure à 4 % environ.

Microscopie optique

Sans rentrer dans le détail de fabrication des lames minces, qui nécessitent un savoir-faire certain, on rappellera simplement qu'un matériau ne peut être convenablement identifié avec une seule lame. Un nombre minimal de lames, qui dépend du type de roches, de la géologie locale, de l'implantation du gisement, doit être préparé pour éviter une mauvaise appréciation de la qualité du matériau.

Essais pétrophysiques

Les essais pétrophysiques qui donnent accès à la connaissance des discontinuités, à la surface spécifique et aux possibilités d'absorption ont également été réalisés, en parallèle avec des essais mécaniques qui caractérisent la qualité de la roche en terme de résistance, mais donnent aussi des informations sur son aptitude à produire des fillers.

Vitesse de propagation des ondes ultrasonores

Parmi les essais non destructifs susceptibles de caractériser la qualité d'une roche, la mesure de la célérité des ondes ultrasonores, appelée plus couramment vitesse du son, est un essai devenu incontournable. Les informations obtenues se relient simplement aux qualités mécaniques du matériau. La célérité des ondes, lorsqu'elle décroît, traduit la présence de discontinuités comme l'existence et l'abondance de microfissures, la qualité des contacts entre cristaux voisins, etc. L'essai apporte aussi des informations sur l'état d'altération de la roche. Altérés, les minéraux seront caractérisés par des vitesses plus faibles que les minéraux sains ; ils seront associés aussi à des produits d'altération, argiles ou hydroxydes, qui auront un impact sur la chimie des solutions circulantes et, *in fine*, sur le comportement des matériaux vis-à-vis des liants.

L'essai consiste à mesurer, à $\pm 1 \mu\text{s}$, le temps de parcours d'une onde mécanique d'amplitude environ 40 μm , obtenue par une impulsion brève (2 à 20 μs), à travers une éprouvette cylindrique de diamètre 5 cm et d'éclatement 2, prélevée sur des blocs échantillonnés avec les granulats. La vitesse longitudinale V_l exprime le rapport de la longueur de l'éprouvette au temps mis pour la parcourir. Les valeurs données correspondent, pour les roches, aux valeurs maximales mesurées. Pour un même type de roche, selon son état d'altération, sa porosité et son état de fissuration, la valeur mesurée sera très différente. Des valeurs pour les minéraux courants et certaines roches saines sont données dans le tableau II.

À partir de ces informations, il est possible de caractériser la roche par le rapport entre la vitesse théorique de cette roche à porosité nulle (ou très faible) et la valeur mesurée sur la roche à tester. Ce rapport est appelé indice de continuité IC.

Les valeurs de l'indice de continuité pour une famille de roches donnée dépendent notamment du type de discontinuité, par exemple la porosité naturelle ou la microfissuration. Ainsi, pour différents calcaires, l'IC varie dans un rapport de 1 à 2 (tableau III). Cette variation est à mettre sur le compte de la porosité vraie (porosité de pores), les roches calcaires n'étant en général que peu ou pas microfissurées. Dans le cas de granites ou de quartzites, au contraire, IC varie dans un rapport de 1 à 5, ce qui traduit, suivant les cas, une évolution marquée de la microfissuration et/ou une altération des minéraux de la roche.

Porosité

La porosité, exprimée en pourcentage volumique, a été obtenue selon le protocole d'essai de la norme NF P 18-554 et correspond à la porosité totale du matériau. Ce paramètre rend bien compte de la qualité mécanique d'une roche, au travers de sa microfissuration et de son degré d'altération.

TABLEAU II

Vitesse de propagation dans les principaux minéraux et dans quelques familles de roches saines

Matériau		VI (m/s)
Minéraux	Olivine	8 400
	Pyrite	8 000
	Augite	7 200
	Amphibole	7 200
	Calcite	6 600
	Verre basique	6 500
	Feldspath potassique	6 250
	Quartz	6 050
	Feldspath sodique	5 800
	Micas biotite	5 150
Roches	Basaltes	6 500-7 000
	Calcaires	6 000-6 500
	Grès, Quartzite	6 000
	Granites	5 500-6 000

TABLEAU III

Indices de continuité en fonction de la porosité. Valeurs typiques (nm : non mesurable)

Porosité (%)	Calcaires		Quartzites	
	VI (m/s)	IC (%)	VI (m/s)	IC (%)
1	6 500	100	5 900	100
5	6 000	92	Nm	nm
10	5 200	80	5 200	88
20	4 000	62	4 700	80
30	3 000	46	3 200	54

Surface spécifique

La surface spécifique des fillers, exprimée en m²/g, a été déterminée par la méthode BET (pour Brunauer, Emmett et Teller), fondée sur l'adsorption d'azote gazeux [4]. Ces essais ont été effectués sur les fillers des granulats.

Essais conventionnels en technique routière

Absorption d'eau

Le coefficient d'absorption d'eau a été mesuré, selon la norme NF P 18-554, sur le refus à 2 mm des sables 0/4 et est exprimé comme le pourcentage massique d'eau résiduelle après une immersion des granulats dans l'eau pendant 24 h à 20 °C sous pression atmosphérique, après l'avoir épongé à l'aide d'un chiffon absorbant.

Vides Rigden

La compacité d'un empilement constitué par le filler a été évaluée par la méthode Rigden (P 18-565), qui consiste à mesurer la teneur en vide, exprimée en %, d'un cylindre rempli de filler ayant subi un compactage léger normalisé sous la chute d'un poids.

Propreté

La propreté a été mesurée par l'équivalent de sable (ES), selon la norme NF P 15-598, et par la valeur au bleu (VB) de l'essai au bleu de méthylène selon la norme NF P 15-592. ES représente le rapport, multiplié par 100, de la hauteur de la partie sédimentée à la hauteur totale des parties flocculées et sédimentées d'un sable 0/5 dans une éprouvette normalisée remplie d'un mélange d'environ 80 % de glycérine, 18 % de chlorure de calcium anhydre et 2 % de formaldéhyde. VB représente la quantité de bleu de méthylène, exprimée en gramme, adsorbée par 100 g de filler.

Granulométrie des fillers

La granulométrie des fillers a été réalisée sur granulomètre laser Coulter LS 100 Q. Pour ce faire, un prélèvement de 0,5 à 0,8 g de filler, préalablement séché, a été dispersé dans 100 ml d'une solution d'héxamétaphosphate de sodium (HMP) à 5 %. La suspension est maintenue sous agitation pendant au moins 3 min avant de réaliser plusieurs petits prélèvements sous agitation à l'aide d'une seringue, en veillant à prélever à diverses hauteurs dans le récipient. Un nombre suffisant de prélèvements est réalisé afin d'obtenir la concentration optique nécessaire pour la mesure. Deux déterminations au moins ont été réalisées pour chaque matériau. La mesure est ensuite effectuée sous ultrasons, qui sont maintenus tout au long du cycle de mesure. La vitesse de la pompe est fixée entre 42 et 51 % afin d'éviter la formation de bulles (débit trop rapide) ou la sédimentation pendant la mesure (débit trop lent). On notera que la formation de bulles génère un pic autour de 100-200 μm , ce qui indique que la vitesse de la pompe est trop élevée. Lorsque des particules inférieures à 5 μm sont présentes, il est nécessaire d'utiliser un modèle optique. Le modèle choisi est celui de Mie, en utilisant un indice de réfraction du milieu suspendant de 1,332 (eau) et de 1,600 pour les calcaires ou de 1,540 pour les matériaux siliceux (valeurs données par le fabricant respectivement pour la calcite d'une part et le quartz ou les feldspaths d'autre part). Dans tous les cas, la partie imaginaire de l'indice a été prise égale à 0,01 (valeur donnée par le fabricant pour la calcite, le quartz et les feldspaths). Les granulométries ont été converties en surface spécifique, ce qui nécessite la connaissance de leur masse volumique.

Résultats

Caractérisation pétrographique

Composition chimique

Les résultats des analyses chimiques sont présentés dans le tableau IV. Comme précisé plus haut, différentes natures de roche sont représentées :

- des granulats très siliceux (A001 et A014),
- des granulats silicatés acides au sens des pétrographes (A006, A008, A010, A012 et A013), c'est-à-dire contenant plus de 65 % de silice,
- des granulats silicatés basiques au sens des pétrographes (A003, A004, A005 et A007), c'est-à-dire contenant entre 45 et 52 % de silice,
- un granulats silicaté intermédiaire (A011), c'est-à-dire contenant entre 52 et 65 % de silice,
- deux granulats calcaires (A002 et A009).

Pour plus de clarté, ces différentes classes sont matérialisées par des couleurs différentes dans les tableaux, et reprises par la suite.

Si les matériaux peuvent être minéralogiquement voisins, ils ont généralement des différences sensibles de texture, mais ils peuvent aussi être pétrographiquement différents (*cf.* tableau I). Ainsi, les différents granulats silicatés acides au sens des géologues approvisionnés pour le projet (la rhyolite (A006), le gneiss (A008), le granite (A010), l'aplite (A012) et le tuf rhyolitique (A013)) ont des compositions très proches, mais des textures différentes qui en font des roches différentes. Ils diffèrent fortement par la taille des cristaux (différence entre apélite et granite) ou l'existence d'une orientation (différence entre granite et gneiss).

Microscopie optique et électronique, diffractométrie des rayons X

La texture ainsi que le niveau d'altération des roches (*cf.* plus loin) sont clairement observés au MOLP ou au MEB (fig. 1 à 7). Seule une sélection des images obtenues est présentée. Elles ont été

TABLEAU IV
Analyse chimique des granulats étudiés (proportions massiques)

	A001 quartzite	A002 calcaire siliceux	A003 micro- diorite	A004 basalte ancien	A005 basalte récent	A006 rhyolite	A007 amphi- bolite	A008 gneiss	A009 calcaire franc	A010 granite
SiO ₂	94,0	22,9	47,0	51,9	47,9	69,7	47,2	75,2	0,0	65,8
Al ₂ O ₃	2,8	1,3	15,5	17,8	16,5	13,8	16,3	12,9		18,0
Fe ₂ O ₃	0,3	0,4	3,1	5,8	15,2	2,5	9,0	1,0	0,0	4,2
CaO	0,0	40,3	9,4	7,4	3,5	2,6	8,6	0,7	53,7	1,1
MgO	0,1	0,8	8,3	4,3	4,2	0,7	10,6	0,5	1,1	0,4
SO ₃		0,7	7,9			0,1		0,8	0,1	
Na ₂ O	0,1	0,2	0,3	3,4	3,4	2,2	2,4	3,1	0,0	3,9
K ₂ O	0,8	0,4	0,3	1,3	0,9	4,7	0,9	4,7	0,0	4,2
TiO ₂	0,3		1,6	1,4		0,1	0,6	0,2		1,2
Fe0				3,9	1,1					0,7
MnO			0,2	0,2		0,1	0,2	0,1		
P ₂ O ₅			0,2	0,3		0,1	0,1			
Pf	1,7	32,9	4,2	2,1		3,5	3,9	0,5	44,4	1,2
Total	100,1	99,9	98,0	99,8	92,7	69,7	47,2	75,2	0,0	65,8

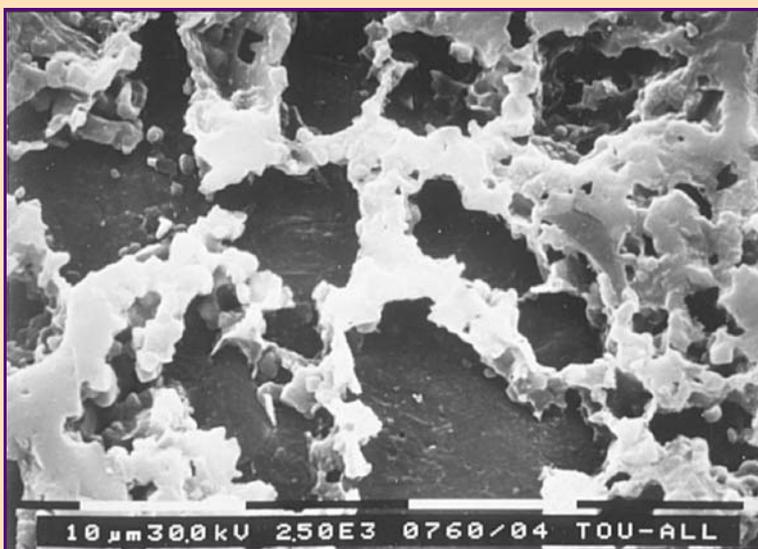
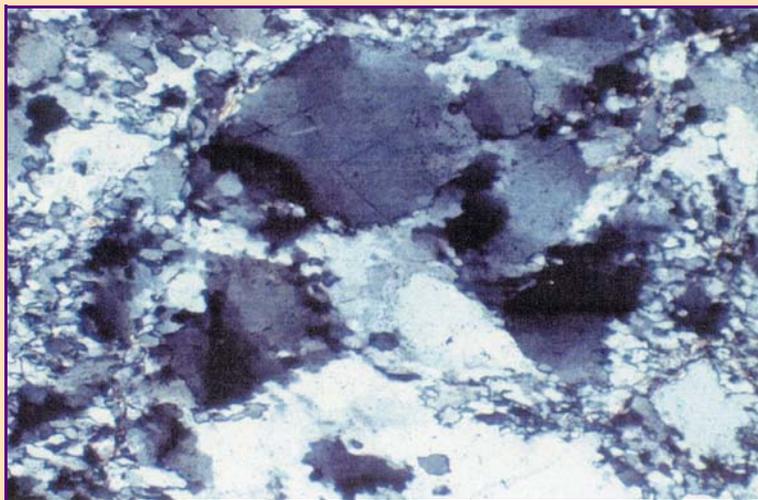
	A011 cornéenne	A012 aplite	A013 tuf rhyolitique	A014 schiste siliceux
SiO ₂	55,5	70,3	70,3	90,4
Al ₂ O ₃	20,8	13,3	14,5	6,0
Fe ₂ O ₃	8,6	2,6	1,0	2,0
CaO	0,2	2,9	1,2	
MgO	3,0	0,7		0,1
SO ₃	2,1		3,2	
Na ₂ O	0,9	2,6	4,6	0,3
K ₂ O	4,8	5,7	0,4	0,9
TiO ₂		0,5		
Fe0				
MnO	0,0			
P ₂ O ₅				
Pf	4,6	1,1	2,1	
Total	100,5	99,7	98,5	99,7

choisies parmi les quatorze, soit parce qu'elles sont typiques de la roche étudiée, soit, au contraire, parce qu'elles présentent des particularités originales.

■ Ainsi, le quartzite A001 (fig. 1) montre une texture lépidoblastique avec un litage fruste. Le quartz, très largement majoritaire, montre des cristaux à bords crénelés. La roche montre de nombreux indices de dissolution/recristallisation, témoins d'une intense déformation. Quelques rares feldspaths plagioclases sont visibles, parfois déformés. On note enfin la présence de minéraux secondaires, essentiellement de la muscovite et de la chlorite qui soulignent l'orientation.

■ Le calcaire siliceux A002 (fig. 2) montre un réseau très fin entièrement siliceux qui apparaît en clair sur le fond sombre de la micrite calcique (maille d'environ 10 µm). L'observation à fort grossissement montre que ce réseau est constitué d'un mélange de petits cristaux en lamelles hexagonales et d'une trame impossible à résoudre.

*Fig. 1 - Le quartzite A001
(MOLP - x 50).*

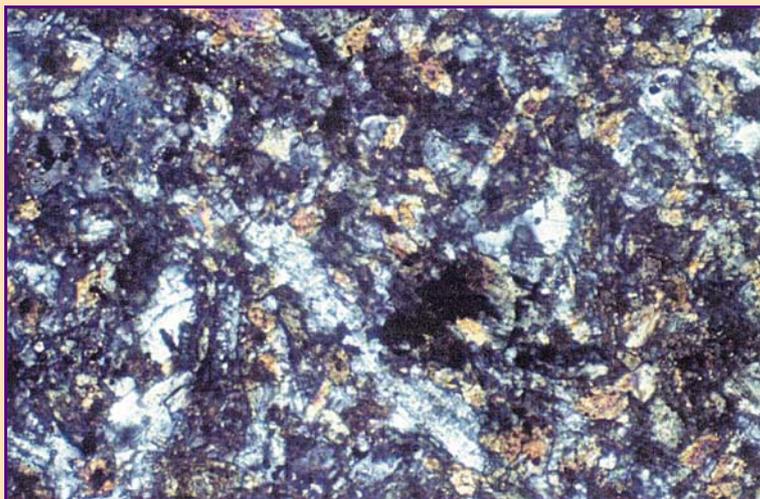


*Fig. 2 - Le calcaire siliceux
A002 (MEB - x 2 500).*

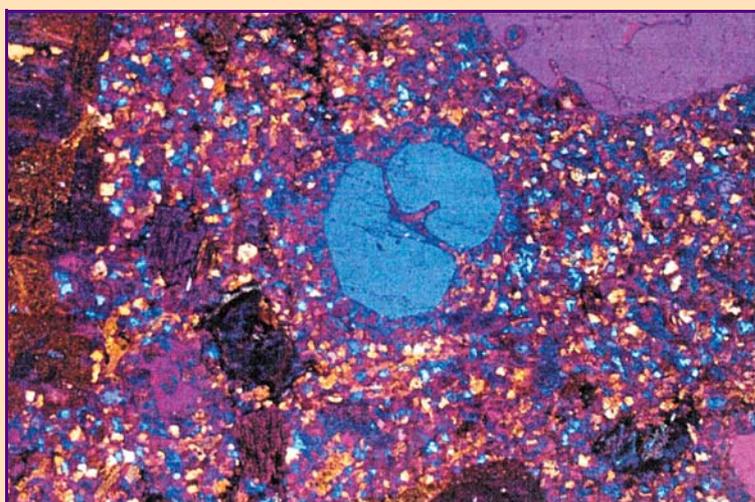
■ La microdiorite A003 (fig. 3) est caractérisée, d'une part, par sa structure microgrenue et, d'autre part, par sa pétrographie où se reconnaissent des amphiboles vertes et des plagioclases souvent altérés ; ces deux espèces minérales représentent environ 90 % de la roche, la partie restante étant constituée de biotite, de quartz rares et de calcite secondaire.

■ La rhyolite A006 (fig. 4) présente une structure microlitique porphyrique typique des roches volcaniques. Les phénocristaux sont essentiellement des feldspaths alcalins en voie d'altération, des plagioclases acides de type oligoclase et des quartz qui montrent des golfes de corrosion. On remarque aussi autour des quartz une couronne de petits cristaux qui ont la même orientation que le cristal central. Cet aspect apparaît bien lorsque la lame gypse onde est utilisée (même coloration ici bleu violacé). On note enfin la présence de chlorite en quantité notable (environ 10 %).

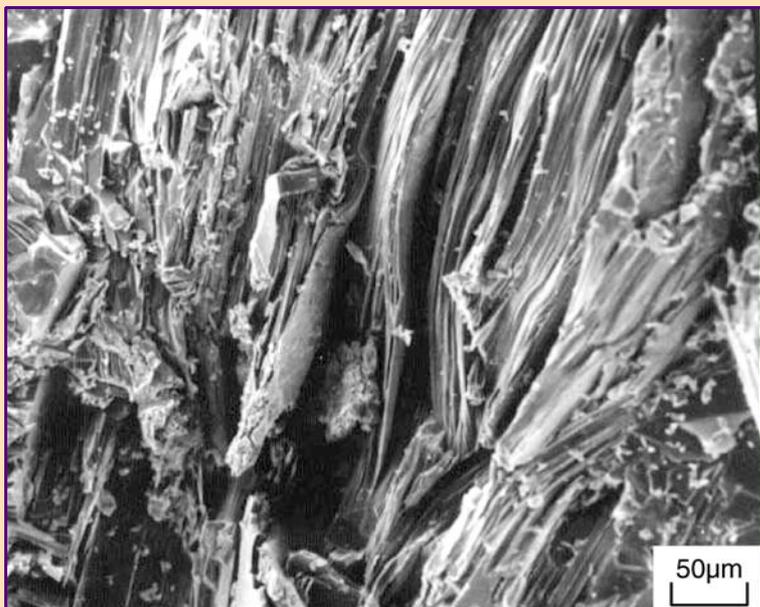
■ Le gneiss A008 (fig. 5) est une roche à structure orientée, mais ce caractère apparaît assez mal sur l'échantillon étudié. Les minéraux identifiés sont essentiellement des quartz très abondants, des feldspaths alcalins (orthose) associés à de rares plagioclases (albite ou oligoclase). Les quartz présentent tous une extinction ondulante, signe des efforts tectoniques que la roche a enregistrée. La composition est complétée par quelques micas muscovite et biotite, un peu d'apatite (phosphate) et des oxydes de fer. Le microscope à balayage montre ici un micacé exfolié qui souligne l'orientation de la roche et l'intensité des efforts appliqués. Dans l'ensemble du matériau étudié, peu de zones ont toutefois cet aspect.



*Fig. 3 - La microdiorite A003
(MOLP - x 50).*



*Fig. 4 - La rhyolite A006
(MOLP - x 50).*



*Fig. 5 - Le gneiss A008
(MB - x 250).*

■ Le calcaire franc A009 (fig. 6) est un calcaire d'âge primaire contenant plus de 96 % de carbonate de calcium. Suivant les zones de prélèvement, on reconnaît des passées algaires, des zones de très fins cristaux d'une micrite calcique ou encore de grands cristaux de carbonate comme montrés ici. Le plus souvent ces passées à grands cristaux correspondent à des recrystallisations dans les fissures de la roche. Par endroit, on note aussi la présence de minéraux argileux.

■ La cornéenne A011 (fig. 7) est une roche métamorphique à grain très fin, présentant un aspect corné qui lui a donné son nom. Le matériau de notre étude est riche en muscovite et en oxydes ferrotitanés. Localement, des passées à grains grossiers sont visibles, où il est fréquent de trouver des quartz. Comme dans un grand nombre de roches qui ont été soumises à une élévation de pression et de température, il est fréquent de voir les bordures des grains de quartz digitalisées.

Fig. 6 - Le calcaire franc A009 (MOLP - x 50).

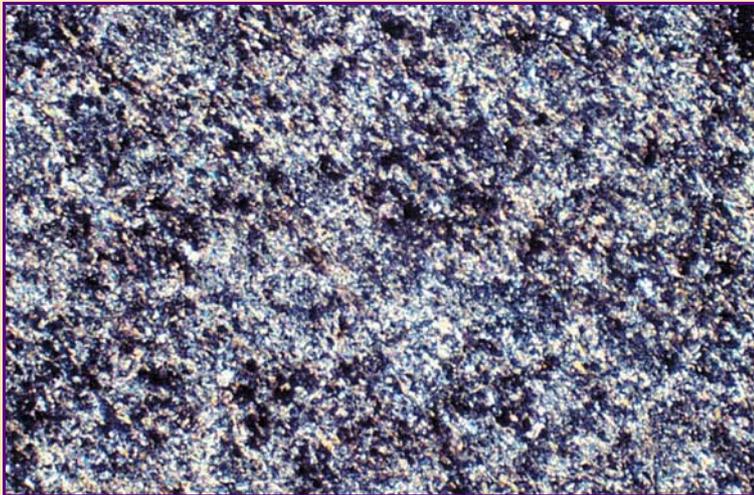
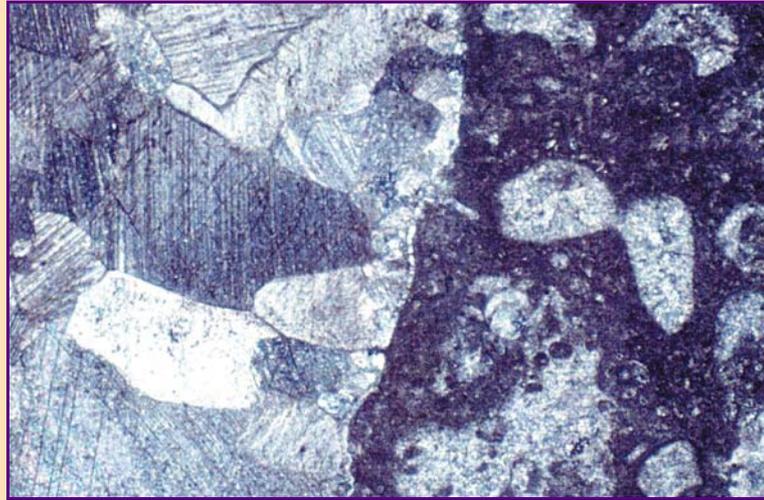


Fig. 7 - La cornéenne A011 (MOLP - x 50).

Propriétés pétrophysiques

Les essais pétrophysiques caractérisent, pour une même nature pétrographique, les différences liées à la texture et à l'état d'altération. Les valeurs mesurées pour la vitesse de propagation des ondes longitudinales (V_l) et les porosités (tableau V) se complètent. Pour un type de roche donnée, provenant du même gisement, on constate que, lorsque le degré d'altération croît, les caractéristiques mécaniques, la masse volumique et les vitesses de propagation des ondes longitudinales chutent, alors que la porosité augmente. Pour des roches identiques, mais provenant de gisements différents, ces distinctions n'apparaissent toutefois plus aussi clairement.

Cependant, malgré les disparités liées à de fortes hétérogénéités des roches (d'où les fortes dispersions), il apparaît que les roches les plus saines sont caractérisées par des vitesses élevées (supérieures à 5 500 m/s pour A002, A003, A004, A009 et A013), alors que les roches altérées ont systématiquement de faibles vitesses (inférieures à 4 600 m/s (voire non mesurables) pour A001, A005, A007 et A010). Les indices de continuité confirment ces résultats, mais ne peuvent hélas être calculés qu'à condition de disposer d'un « étalon » de roche saine, d'où l'absence de certaines données d'IC dans le tableau V.

De la même manière, le tableau V décrit des roches de faible porosité (inférieure à 0,7 % pour A002, A003, A004 et A013), ou des fortes porosités (supérieures à 1,3 % pour A005 et A014). Il existe ainsi une faible corrélation pour les roches étudiées, entre forte (ou faible) vitesse de propagation des ondes longitudinales et faible (ou forte) porosité. Cela est confirmé par l'examen microscopique.

Ainsi, les valeurs de vitesse les plus faibles sont obtenues avec des roches comme le basalte récent (A005), qui présente des vacuoles visibles au microscope optique, ou comme l'amphibolite (A007) qui présente des microfissures assez denses observables au MEB.

Toutefois, ces résultats indicateurs de la porosité ne laissent pas toujours présager de l'absorption d'eau. En effet, six granulats ont des coefficients d'absorption d'eau supérieurs à 0,5 (A005, A007, A008, A009 et A010), alors qu'ils n'appartiennent pas tous aux mêmes classes identifiées ci-dessus. Les matériaux ayant le plus de porosité (jusqu'à 2,8 % pour A005 et A014) sont toutefois effectivement parmi les plus absorbeurs d'eau (le basalte récent des Canaries A005 a parfois un coefficient d'absorption d'eau égal à 7).

Parallèlement, les niveaux d'altération, estimés sur la base des observations au MOLP par la présence d'argiles (produits d'altération), peuvent être quantifiés de manière sommaire (- : pas de

TABLEAU V
Caractéristiques pétrophysiques des granulats étudiés :
vitesse de propagation des ultrasons (V_I), porosité, absorption d'eau et niveau d'altération

	V_I (m/s)	IC (%)	Porosité (%)	Absorption d'eau (%)	Note	Niveau d'altération Remarques
A001	(a)	-	1,3	0,32	-	
A002	5 870	88	0,51	0,34	-	
A003	5 500-6 040	94	0,37-0,72	0,23	+	plagioclases en partie altéré
A004	5 670-6 190	93	0,07-0,21	0,21-0,38	+	peu altérée, plagioclases plus ou moins altérés
A005	4 040-4 645	-	2,8	0,52-7,28	++	vacuoles comblées par des produits d'altération
A006	5 190-5 370	96	0,66-1,21	0,34-0,43	+	feldspaths en voie d'altération
A007	3 900-4 900	-	1,4	0,87-0,93	++	plagioclases altérés
A008	4 510- 5 056 ^(b)	-	0,9	0,76	++	plagioclases plus altérés que le feldspath alcalin
A009	5 600-6 350	96	0,86	0,78	+	quelques argiles
A010	4270	-	1,07	0,67	++	feldspaths assez altérés
A011	4 690-5 620	-	0,76-1,93	0,44	-	
A012	4 800-5 210	87	0,95	0,46	++	feldspaths fortement altérés
A013	5 520-5 840	-	0,51	0,49	-	
A014	4 010-5 400	-	1,15-2,79	0,81	-	

(a) *essai impossible à réaliser (roche trop microfissurée).*

(b) *valeurs mesurées perpendiculairement et parallèlement à la direction de la roche, respectivement.*

signes d'altération, + : en voie d'altération, ++ : roche altérée), comme indiqué dans le tableau V. Ces notes sont en accord avec les mesures de vitesse de propagation, puisque les roches altérées présentent bien des vitesses de propagation faibles et les roches saines des vitesses plutôt élevées.

Essais conventionnels

Les essais présentés plus haut ont été réalisés sur l'ensemble des fillers provenant des granulats étudiés, et sont décrits dans le tableau VI pour les propriétés générales.

Les mesures de granulométrie montrent que les fillers ont un diamètre médian compris entre 8 et 22 μm pour l'ensemble des matériaux étudiés. À l'exception des granulats A001, A009 et A011, les distributions obtenues sont systématiquement bimodales, avec une population centrée autour d'un diamètre de 3 μm (ultrafines) et une autre autour de 50 μm . Cela est reflété par un rapport d_{84}/d_{16} (qui présente le rapport du diamètre donnant 84 % de passant à celui donnant 16 %, et qui est directement relié à l'écart-type si la distribution est log-normale) inférieur à 10 pour les trois granulats précités, alors qu'il est supérieur à 10 dans tous les autres cas. En terme de surface spécifique calculée d'après le diamètre en supposant une géométrie sphérique des particules, les différences sont toutefois relativement faibles, et les fillers ont une surface comprise entre 2,2 et 4,8 m^2/g . Les fillers présentant le plus de surface sont celles de A004 et A013, qui ont la plus forte population d'ultrafines.

Enfin, les valeurs de vides Rigden obtenues sont assez resserrées, entre 34,7 et 42,0 %. Le critère actuel pour matériaux de chaussées en couche de roulement (< 40 % [5]) met en évidence deux matériaux hors spécifications (A007 et surtout A011) et trois limites (A003, A005 et A010). On notera au demeurant qu'aucune corrélation n'apparaît entre les vides Rigden et la largeur de distribution de taille (exprimée par d_{84}/d_{16}) ou la surface spécifique, ce qui n'est pas très étonnant, puisque l'empilement de grains ne dépend pas seulement de la granulométrie, mais aussi de la géométrie des particules.

TABLEAU VI

Caractérisation des fillers : masse volumique ρ , équivalent de sable ES et valeur au bleu VB, granulométrie laser (diamètre médian d_{50} , polydispersité d_{84}/d_{16} et surface spécifique calculée), surface spécifique BET et indice des vides Rigden

Numéro OPTEL	Nature pétrographique	ρ (g/cm^3)	ES	VB (%)	d_{50} (μm)	$d_{84}/$ d_{16}	Surface spécifique (m^2/g)	Surface BET (m^2/g)	Vides Rigden (%)
A001	Quartzite	2,67	54	0,5	11,4	8,8	3,1	1,9	38,5
A002	Calcaire siliceux	2,65	84	< 0,2	8,4	10,6	4,7	-	34,7
A003	Microdiorite	2,90	62	1,0	16,8	13,9	3,0	4,4	39,9
A004	Basalte ancien	2,82	> 80	0,2	10,7	19,6	4,2	5,4	37,4
A005	Basalte récent	2,53	56	13,5	10,9	13,5	3,2	-	40,0
A006	Rhyolite	2,61	74	1,0	21,1	15,9	2,8	3,4	38,0
A007	Amphibolite	2,85	58	1,6	18,8	13,7	4,4	5,5	40,7
A008	Gneiss	2,62	24	2,9	14,0	12,4	3,0	9,5	37,6
A009	Calcaire franc	2,69	84	0,2	25,7	8,0	2,2	1,4	38,1
A010	Granite	2,62	70	0,8	22,8	12,4	2,4	2,0	39,8
A011	Cornéenne	2,75	76	1,1	14,0	9,7	2,8	6,3	42,0
A012	Aplite	2,62	60	0,6	21,0	14,3	2,7	2,8	38,8
A013	Tuf rhyolitique	2,66	-	-	12,2	14,9	3,4	4,2	39,6
A014	Schiste siliceux	2,60	32	0,3	15,6	13,8	3,0	4,2	36,1

Les résultats des essais de propreté, mesurée soit par l'équivalent de sable (ES) soit par la valeur au bleu de méthylène (VB), font apparaître respectivement quatre et deux matériaux hors spécifications ($ES < 60$ ou $VB > 2$ [5]). Deux matériaux très argileux se démarquent vis-à-vis des deux critères à la fois (A005 et A008). Il faut préciser que les spécifications actuelles sur les sables pour couche de roulement ne demandent de satisfaire qu'un seul des deux critères de propreté (ES ou VB) [5].

Conclusion

La caractérisation des granulats OPTTEL montre que les matériaux choisis sont très diversifiés et tentent de prendre en compte effectivement la diversité des carrières européennes.

En effet, les grandes familles chimiques de granulat sont présentes : granulats calcaires (A002 et A009), siliceux (A001 et A014), silicatés acides au sens des pétrographes (A006, A008, A010, A012 et A013) et basiques (A003, A004, A005 et A007) et granulats silicatés intermédiaires (A011). Pour certaines natures chimiques communes, différentes textures sont également représentées, avec différentes tailles de grain et la présence éventuelle d'orientation.

De plus, différents niveaux d'altération, mesurés par des méthodes donnant des résultats proches, tels que la vitesse de propagation d'ondes longitudinales ultrasonores, la porosité ou l'examen microscopique, sont observés sur les matériaux sélectionnés. Par exemple, les niveaux de porosité font apparaître des matériaux sains, de porosités inférieures à 0,7 % (A002, A003, A004 et A013), peu altérés, de porosités entre 0,7 et 1,3 % (A001, A006, A007, A008, A009, A010, A011 et A012), ou fortement altérés, de porosités supérieures à 1,3 % (A005 et A014).

Ces différents niveaux d'altération laissent présager, à la lumière de résultats connus concernant la réactivité en milieu basique [1], des réactivités en milieu acide différentes, malgré des compositions chimiques parfois proches. Un second article [3] décrit ces aspects plus en détails.

Enfin, les fillers, parties réactives des granulats en raison de leur grande surface d'échange, ont été caractérisées par leur granulométrie et leur indice de vides Rigden. Les diamètres médians varient entre 8 et 22 μm et les indices de vides sont resserrés entre 34 et 42 %. Elles ne diffèrent pas fondamentalement d'un granulat à l'autre, même si deux granulats sont très argileux, avec des valeurs au bleu de méthylène supérieures à 2 et des valeurs d'équivalent de sable inférieur à 60 (A005 et A008). Les surfaces spécifiques mesurées au granulomètre laser ou par la méthode BET donnent des résultats proches, à l'exception des granulats argileux, pour lesquelles la méthode BET montre des surfaces plus élevées, qui correspondent à des tailles de particules (argileuses) difficilement mesurables au granulomètre laser.

Remerciements. Cette étude a été réalisée dans le cadre du programme européen de recherche BRITE-EURAM « OPTTEL BE-1516 » : « Slow-setting cationic bituminous emulsions for construction and maintenance of roads » (<http://www.cordis.lu/brite-euram>).

Le développement du projet OPTTEL a été possible grâce au financement de l'Union Européenne (DGXII), dans le cadre du IV^e Programme Cadre BRITE-EURAM III. Le consortium OPTTEL tient à exprimer ses remerciements.

Le consortium était formé par les organisations suivantes : Probisa, l'entreprise Jean Lefebvre (devenue Eurovia récemment), Nynas, CECA, le Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, le Centre de Recherche Paul Pascal (CNRS) et l'université de Las Palmas (Iles Canaries).

Enfin, (Didier Lesueur) était au LCPC, division Matériaux et structures de chaussées, durant la réalisation de ce travail.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] LE ROUX A., THIÉBAUT J., GUÉDON J.-S., WACKENHEIM C., *Pétrographie appliquée à l'alcali-réaction*, Études et recherches des Laboratoires des Ponts et Chaussées, **OA-26**, Paris, **1999**.
- [2] BOURREL M., VERZARO F., Contrôle de la rupture des émulsions de bitume dans les applications routières, *Revue Générale des Routes*, **761**, **1998**, pp. 58-63.
- [3] LESUEUR D., LE ROUX A., ODIÉ L., LEROUX C., SUCH Ch., DRUON M., TOUZÉ Ph., LEGRET M., POTTI J.J., FUENTE CASTILLA J.F., Caractérisation de la réactivité de granulats routiers vis-à-vis d'émulsions de bitume – II. Échanges entre la phase aqueuse et la phase minérale, *Bulletin des laboratoires des Ponts et Chaussées*, **246-247**, septembre-octobre-novembre-décembre **2003**, pp. 19-34.
- [4] A. RAOOF, *Adsorption, distribution et dynamique de l'eau dans les milieux poreux*, Études et recherches des Laboratoires des Ponts et Chaussées, **SI-6**, Paris, **1998**.
- [5] XP P 18 540, *Granulats - Définitions, conformité, spécifications*, octobre **1997**.