



(12) **DEMANDE DE BREVET CANADIEN
CANADIAN PATENT APPLICATION**

(13) **A1**

(86) Date de dépôt PCT/PCT Filing Date: 2019/11/25
(87) Date publication PCT/PCT Publication Date: 2020/06/04
(85) Entrée phase nationale/National Entry: 2021/05/21
(86) N° demande PCT/PCT Application No.: EP 2019/082427
(87) N° publication PCT/PCT Publication No.: 2020/109231
(30) Priorité/Priority: 2018/11/27 (FR18 71917)

(51) Cl.Int./Int.Cl. *C04B 28/02* (2006.01),
C04B 22/00 (2006.01), *C04B 24/00* (2006.01)
(71) Demandeur/Applicant:
CHRYSO, FR
(72) Inventeurs/Inventors:
DERLY, CHRISTOPHE, FR;
COLAS, ANTOINE, FR
(74) Agent: ROBIC

(54) Titre : METHODE D'ANALYSE DE LA QUANTITE D'ARGILE DANS UN SABLE
(54) Title: METHOD FOR ANALYSING THE QUANTITY OF CLAY IN A SAND

(57) **Abrégé/Abstract:**

La présente demande concerne l'utilisation de composé de formule (I) pour déterminer la quantité d'argile dans un sable et/ou pour déterminer la quantité de composé AMAA à ajouter à une composition de liant hydraulique utilisant un sable $R^1-(OA)_n-XR^2$ (I) dans laquelle R^1 représente un groupe alkyle en C1 à C4, linéaire ou ramifié, ou un composé coloré; R^2 représente un composé coloré; A, chacun identique ou différent, représente indépendamment un groupe $-CH_2-CH_2-$ ou un groupe $-CH(CH_3)-CH_2-$; n représente un entier compris entre 1 et 500, de préférence compris entre 4 et 250 X est O ou NH.

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)**(19) Organisation Mondiale de la
Propriété Intellectuelle**
Bureau international**(10) Numéro de publication internationale**
WO 2020/109231 A1**(43) Date de la publication internationale**
04 juin 2020 (04.06.2020)**(51) Classification internationale des brevets :**
C04B 28/02 (2006.01)(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML,
MR, NE, SN, TD, TG).**(21) Numéro de la demande internationale :**
PCT/EP2019/082427**Publiée:**
— avec rapport de recherche internationale (Art. 21(3))**(22) Date de dépôt international :**
25 novembre 2019 (25.11.2019)**(25) Langue de dépôt :** français**(26) Langue de publication :** français**(30) Données relatives à la priorité :**
18 71917 27 novembre 2018 (27.11.2018) FR**(71) Déposant : CHRYSO [FR/FR] ;** 19 Place de la Résistance,
92440 ISSY LES MOULINEAUX (FR).**(72) Inventeurs : DERLY, Christophe ;** 4, rue traversière,
45480 IZY (FR). **COLAS, Antoine ;** 21, rue Ferdinand Ja-
min, 92340 BOURG-LA-REINE (FR).**(74) Mandataire : BLOT, Philippe et al. ;** 2, place d'Estienne
d'Orves, 75441 PARIS CEDEX 09 (FR).**(81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de
protection nationale disponible) :** AE, AG, AL, AM, AO,
AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA,
CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ,
EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR,
HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR,
KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG,
MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM,
PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC,
SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR,
TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.**(84) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de
protection régionale disponible) :** ARIPO (BW, GH, GM,
KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG,
ZM, ZW), eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM),
européen (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES,
FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK,
MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI**(54) Title:** METHOD FOR ANALYSING THE QUANTITY OF CLAY IN A SAND**(54) Titre :** MÉTHODE D'ANALYSE DE LA QUANTITÉ D'ARGILE DANS UN SABLE**(57) Abstract:** The present application relates to the use of a compound having the formula (I) to establish the quantity of clay in a sand and/or to establish the quantity of compound AMAA to be added to a hydraulic binder composition using a sand R¹-(OA)_n-XR² (I), in which R¹ represents a C1 to C4 alkyl group, which may be linear or branched, or a coloured compound; R² represents a coloured compound; A, each identical or different, independently represents a -CH₂-CH₂- group or a -CH(CH₃)-CH₂- group; n represents an integer between 1 and 500, preferably between 4 and 250; X is O or NH.**(57) Abrégé :** La présente demande concerne l'utilisation de composé de formule (I) pour déterminer la quantité d'argile dans un sable et/ou pour déterminer la quantité de composé AMAA à ajouter à une composition de liant hydraulique utilisant un sable R¹-(OA)_n-XR² (I) dans laquelle R¹ représente un groupe alkyle en C1 à C4, linéaire ou ramifié, ou un composé coloré; R² représente un composé coloré; A, chacun identique ou différent, représente indépendamment un groupe -CH₂-CH₂- ou un groupe -CH(CH₃)-CH₂-; n représente un entier compris entre 1 et 500, de préférence compris entre 4 et 250 X est O ou NH.**WO 2020/109231 A1**

DESCRIPTION

TITRE : Méthode d'analyse de la quantité d'argile dans un sable

5

La présente invention concerne une méthode d'analyse de la quantité d'argile dans un sable. Cette méthode permet notamment d'anticiper la surconsommation en superplastifiant du fait de la présence des argiles et ainsi agir en conséquence.

10

La présence d'argiles sodiques, telles que la Montmorillonite, dans les sables ou dans les granulats peut affecter fortement l'ouvrabilité des compositions de liant hydraulique, notamment des compositions de béton. En effet, la structure en feuillets des argiles favorise l'absorption de l'eau et l'intercalation des éléments contenus dans les compositions de liant hydraulique, tels que par exemple les superplastifiants et notamment ceux porteurs de greffons poly(alkylène glycol). Ces phénomènes provoquent une augmentation de la viscosité de la pâte de liant hydraulique, et donc une perte d'ouvrabilité. Un surdosage en superplastifiant est alors nécessaire pour pallier sa consommation par les argiles et maintenir l'ouvrabilité désirée. Ce phénomène n'est pas observé pour les argiles calciques.

15

20

Le dosage de la quantité d'argile se fait, généralement, par l'essai au bleu de méthylène (*Norme NF EN 933-9*). Cependant, cette analyse n'est pas sélective des argiles posant potentiellement problème et de plus elle est sensible à la quantité de fine des sables.

25

Il y a donc un intérêt à proposer un protocole d'analyse pour la quantification du taux d'argiles consommatrices de superplastifiant dans les sables permettant notamment la prédiction d'un dosage en Agent Modificateur de l'Activité de l'Argile (AMAA).

Un objectif de la présente invention est donc de fournir un procédé d'analyse pour la quantification du taux d'argiles consommatrices de superplastifiant.

30

Un autre objectif de la présente invention est de fournir un tel procédé permettant la prédiction d'un dosage en AMAA.

Un autre objectif encore de la présente invention est de fournir un tel procédé qui soit simple et puisse être utilisable sur le terrain.

D'autres objectifs encore apparaîtront à la lecture de la description de l'invention qui suit.

35

2

Tous ces objectifs sont remplis par la présente invention qui concerne l'utilisation de composé de formule (I) pour analyser et déterminer la quantité d'argile dans un sable, notamment pour déterminer par colorimétrie la quantité d'argile dans un sable,



dans laquelle

R^1 représente un groupe alkyle en C1 à C4, linéaire ou ramifié, ou un composé coloré ;

R^2 représente un composé coloré;

10 A, chacun identique ou différent, représente indépendamment un groupe $-CH_2-CH_2-$ ou un groupe $-CH(CH_3)-CH_2-$;

n représente un entier compris entre 1 et 500, de préférence compris entre 4 et 250

X est O ou NH.

15 Dans le cadre de la présente invention, on entend par composé coloré, tout type de composé présentant une adsorption des rayonnements dont les longueurs d'onde appartiennent au domaine du visible. Il doit être entendu que lorsque R^2 et éventuellement R^1 représente un composé coloré, il s'agit d'un résidu d'un composé coloré suite à la réaction d'un composé coloré avec la fonction XH. De préférence, les composés colorés de l'invention présentent une fonction permettant leur réaction avec la fonction XH menant
20 ainsi à un résidu du composé coloré, de préférence cette fonction est la fonction COOH neutralisée ou non.

De préférence, pour les composés de formule (I) selon l'invention, R^1 représente un groupe méthyle, éthyle, propyle ou butyle, de préférence méthyle.

25 De préférence, pour les composés de formule (I) selon l'invention, A représente un groupe $-CH_2-CH_2-$.

De préférence, pour les composés de formule (I) X est O ou N, de préférence O.

De préférence, pour les composés de formule (I) n représente un entier compris entre 1 et 500.

30

De préférence, pour les composés de formule (I) selon l'invention :

R^1 représente un groupe méthyle, éthyle, propyle ou butyle ; et/ou

A représente un groupe $-CH_2-CH_2-$, $-CH(CH_3)-CH_2-$; et/ou

X est O ou N, de préférence O ; et/ou

35 n représente un entier compris entre 1 et 500, de préférence entre 4 et 250.

3

De préférence, pour les composés de formule (I) selon l'invention :

R¹ représente un groupe méthyle ;

A représente un groupe -CH₂-CH₂- ;

X est O ; et

5 n représente un entier compris entre 4 et 250.

De préférence, dans les composés de formule (I), le composé coloré est choisi parmi les groupes suivants :

- 10 - Les dérivés d'azobenzène possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH ;
- Les dérivés d'acridine possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH ;
- Les dérivés d'antraquinone possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH ;
- 15 - Les dérivés de phtalocyanines possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH ;
- Les dérivés de quinone possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH ;
- Les dérivés d'indophénol possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH ;
- 20 - Les dérivés d'oxazone possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH ;
- Les dérivés de thiazine possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH ;
- 25 - Les dérivés de xanthène possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH ;
- Les dérivés de fluorone possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH.

30 Par dérivés on entend, dans le cadre de la présente invention, des composés comprenant les fonctions mentionnées ci-dessus.

De préférence, dans les composés de formule (I), le composé coloré est choisi parmi les groupes suivants :

- 35 - Les dérivés d'azobenzène possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH ;

4

- Les dérivés de xanthène possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH.

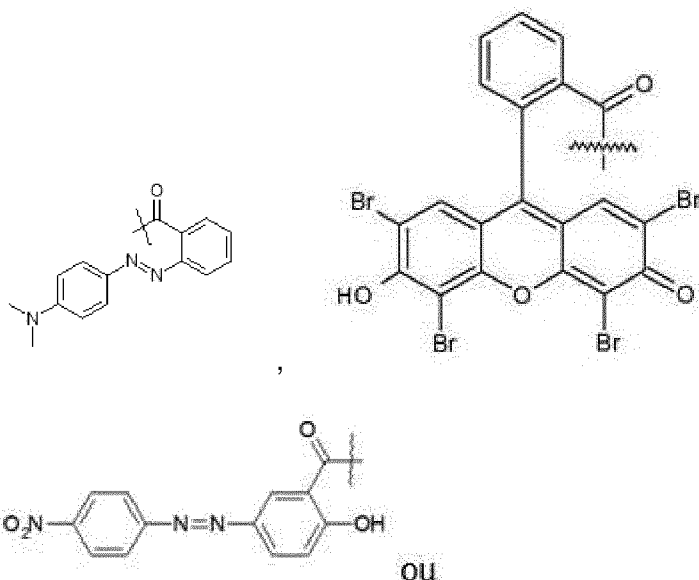
De préférence, le composé coloré est choisi parmi :

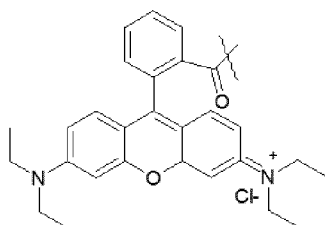
- 5 - Les dérivés d'azobenzène possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH ;
- Les dérivés de rhodamine possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH ;
- 10 - Les dérivés de fluorescéine possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH.

De préférence, le composé coloré est choisi parmi :

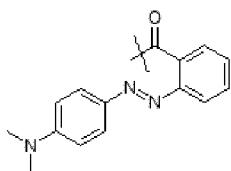
- Les dérivés d'azobenzène possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH ;
- 15 - Les dérivés de rhodamine possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH.

De préférence, le composé coloré R² et éventuellement R¹ est choisi parmi les composés de formule suivante :

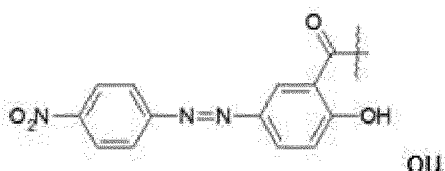




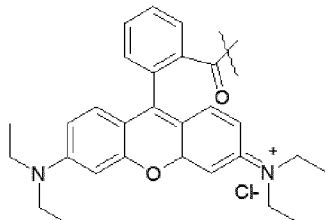
De préférence, le composé coloré R² et éventuellement R¹ est choisi parmi les composés de formule suivante :



5



OU



10

De façon particulièrement avantageuse, les inventeurs ont montré que les composés de formule (I) selon l'invention s'intercalent dans les feuillets des argiles. Cette intercalation des composés de formule (I) se traduit par une diminution de l'intensité de la couleur du composé coloré. Cette diminution de l'intensité de la couleur du composé coloré permet de déterminer la quantité de composés de formule (I) intercalée ce qui permet de déterminer la quantité d'argile dans le sable.

15

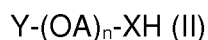
20

De manière particulièrement avantageuse, les composés de formule (I) selon l'invention permettent spécifiquement de déterminer la quantité des argiles néfastes pour les superplastifiants, c'est-à-dire la quantité d'argiles intercalant les superplastifiants. De façon particulièrement avantageuse, les composés de formule (I) de l'invention ne vont pas s'intercaler dans les argiles n'intercalant pas les superplastifiants. Ainsi, les composés de

6

formule (I) et les procédés mis en œuvre sont très spécifiques des argiles intercalant les superplastifiants.

Les composés de formule (I) peuvent être préparés par un procédé de préparation comprenant la réaction entre un composé de formule (II) et un composé coloré comprenant au moins une fonction réactive avec le groupe XH du composé de formule (II)



dans laquelle

Y représente H ou un groupe alkyle, linéaire ou ramifié, en C1 à C4;

A, X et n sont tels que définis pour les composés de formule (I).

Le procédé de la présente invention peut être réalisé à une température comprise entre 40°C et 200°C, de préférence entre 100°C et 185°C.

Les composés colorés sont choisis parmi les composés suivants :

- Les dérivés d'azobenzène possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH ;
- Les dérivés d'acridine possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH ;
- Les dérivés d'antraquinone possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH ;
- Les dérivés de phtalocyanines possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH ;
- Les dérivés de quinone possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH ;
- Les dérivés d'indophénol possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH ;
- Les dérivés d'oxazone possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH ;
- Les dérivés de thiazine possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH ;
- Les dérivés de xanthène possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH ;
- Les dérivés de fluorone possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH .

Par dérivés on entend, dans le cadre de la présente invention, des composés comprenant les fonctions mentionnées ci-dessus.

De préférence, dans les composés de formule (I), le composé coloré est choisi parmi les groupes suivants :

- Les dérivés d'azobenzène possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH ;
- Les dérivés de xanthène possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH.

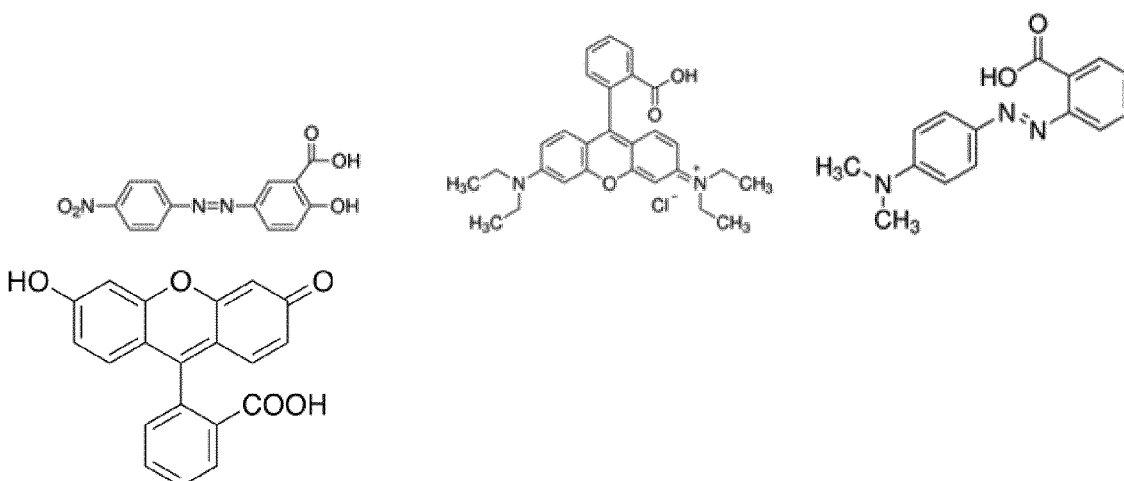
De préférence, le composé coloré est choisi parmi :

- Les dérivés d'azobenzène possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH ;
- Les dérivés de rhodamine possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH.

De préférence, le composé coloré est choisi parmi :

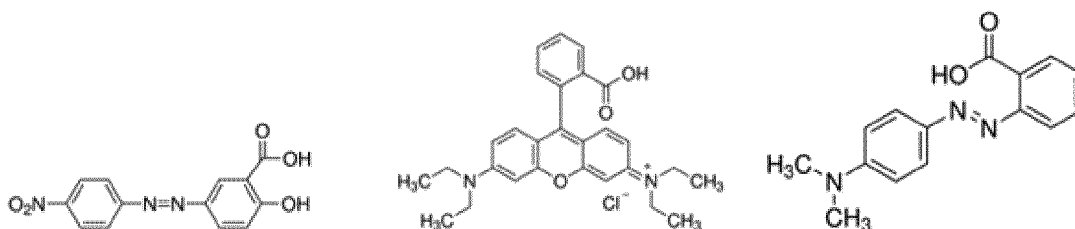
- Les dérivés d'azobenzène possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH ;
- Les dérivés de rhodamine possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH ;
- Les dérivés de fluorescéine possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH.

De préférence, le composé indicateur coloré est choisi parmi les composés suivant :

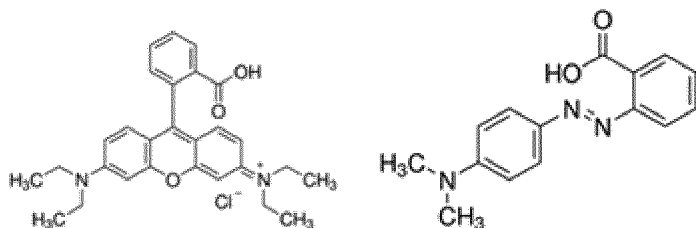


De préférence, le composé indicateur coloré est choisi parmi les composés suivant :

8



De préférence, les composés colorés sont les composés suivants :



5 De préférence, dans le composé de formule (II) X est O.

De préférence, dans le composé de formule (II) Y est méthyle, éthyle, propyle ou butyle, de préférence méthyle.

De préférence, dans le composé de formule (II) A est $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$.

De préférence, dans le composé de formule (II) n représente un entier compris entre
10 1 et 500, de préférence entre 4 et 250.

De préférence, pour les composés de formule (II) selon l'invention :

R^1 représente un groupe méthyle, éthyle, propyle ou butyle, de préférence méthyle ; et/ou

A représente un groupe $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$; et/ou

X est O ; et/ou

15 n représente un entier compris entre 1 et 500, de préférence 4 et 250.

De préférence, pour les composés de formule (II) selon l'invention :

R^1 représente un groupe méthyle ;

A représente un groupe $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$;

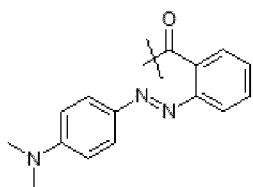
20 X est O ;

n représente un entier compris entre 4 et 250.

De préférence, dans le procédé de l'invention, le ratio molaire composé de formule composé coloré/formule (II) est compris entre 2 et 1, de préférence 1.

La présente invention concerne également une composition (C) comprenant un composé de formule (I) et son utilisation pour analyser et déterminer la quantité d'argile dans un sable, notamment pour déterminer par colorimétrie la quantité d'argile dans un sable.

5 La composition de l'invention peut également comprendre une solution tampon pH afin que la composition soit à un pH auquel le composé de formule (I) présente une adsorption des rayonnements dont les longueurs d'onde appartenant au domaine du visible. L'homme du métier est à même de déterminer le tampon pH à utiliser et le pH cible, l'objectif étant que la composition (C) soit à la couleur souhaitée. Par exemple, lorsque le
10 composé coloré est le composé suivant :



le pH de la composition (C) est compris entre 4 et 5,5, notamment par l'utilisation d'un tampon pH par exemple choisi dans le groupe constitué par de l'acide acétique/acétate de sodium/potassium ; dihydrogénophosphate/hydrogénophosphate de sodium/potassium, di-
15 sodium/di-potassium ; les dihydrogénophosphate de sodium et/ou de potassium.

De préférence, la composition (C) de l'invention est une composition aqueuse comprenant de 0,01 à 0,1% en poids de composé de formule (I).

20 Les inventeurs ont montré de façon avantageuse que les composés de l'invention pouvaient être utilisés pour déterminer la quantité d'argile dans un sable.

Ceci est particulièrement important pour estimer la consommation future de plastifiant ou superplastifiant, voire estimer le dosage de toute composition destinée à compenser l'effet négatif d'argiles dans une composition de béton. Comme indiqué
25 précédemment, les composés de formule (I) selon l'invention s'intercalent dans les feuillets des argiles, à l'instar des molécules de superplastifiant ou de plastifiant. Cette intercalation des composés de formule (I) se traduit par une diminution de l'intensité de la couleur du composé coloré. Cette diminution de l'intensité de la couleur du composé coloré permet de déterminer la quantité de composés de formule (I) intercalés et donc consommés par le
30 sable. Il est ensuite possible de déterminer la quantité d'argiles présente dans le sable. Cela permet de prévoir la quantité de superplastifiant ou plastifiant ou de tout composé

AMAA à ajouter pour réduire voire supprimer les effets néfastes des argiles sur le maintien d'ouvrabilité.

De préférence, les AMAA sont décrits dans la demande de brevet EP1015398.

L'AMAA peut également par exemple être un composé de la gamme
5 CHRYSO®Quad, préférentiellement CHRYSO®Quad 800.

La présente invention concerne également l'utilisation d'un composé de formule (I) ou d'une composition (C) selon l'invention pour déterminer la quantité de composé AMAA à ajouter à une composition de liant hydraulique, notamment pour réduire voire supprimer
10 les effets néfastes des argiles présentent dans le sable sur le maintien d'ouvrabilité.

La présente invention concerne également les composés de formule (I) décrits ci-dessus et les compositions (C) en tant que tels.

Ainsi, la présente invention concerne une méthode de détermination de la quantité
15 d'argile dans un sable comprenant les étapes suivantes :

- a) Fournir une composition (C) selon l'invention ;
- b) Prélever un échantillon du sable à analyser ;
- c) Mélanger la composition (C) avec l'échantillon de sable dans un récipient et agiter ;
- 20 d) Filtrer le mélange obtenu à l'étape c) ;
- e) Déterminer en fonction de la couleur de la solution obtenue à l'étape d) la concentration en argiles dans le sable.

Il doit être entendu que la méthode selon l'invention permet de déterminer la quantité
25 d'argile ayant un impact sur l'ouvrabilité des compositions de liant hydraulique, notamment les argiles impliquant une intercalation de superplastifiant dans les feuillets. Ainsi de façon préférée, la méthode selon l'invention permet la détermination de la quantité d'argile phyllosilicate dans un sable, de préférence les montmorillonites, encore plus préférentiellement les montmorillonites de sodium.

30 Dans un mode de réalisation, l'étape e) peut se faire par une détermination visuelle de la couleur et la corrélation de cette couleur à une plage de quantité d'argiles.

Dans un autre mode de réalisation, l'étape e) peut se faire par mesure
35 photométrique de la couleur. Dans ce cas l'étape e) comprend une étape e1) de mesure photochimique de l'absorbance du filtrat obtenu à l'étape d) et une étape e2) de soustraction de la valeur obtenue à l'étape e) à la mesure photochimique de l'absorbance

de la composition (C) et de report de la valeur sur une courbe d'étalonnage pour déterminer le pourcentage en poids d'argile dans le sable. La méthode selon la présente invention peut donc également comprendre une étape préliminaire a0) de mesure photométrique de l'absorbance de la composition (C).

5

De préférence, l'agitation de l'étape c) est réalisée manuellement par retournement du récipient dans lequel se trouve le mélange, par exemple par retournement du récipient au moins 60 fois, par exemple 100 fois.

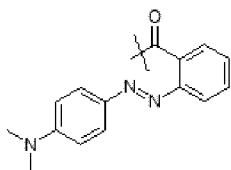
10

La mesure photométrique de l'absorbance de la composition (C) et du filtrat obtenu à l'étape d) peut être réalisée par toute méthode connue de l'homme du métier et par tout matériel ayant une longueur d'onde compatible avec le composé indicateur coloré du composé de formule (I). Par exemple, cette mesure est effectuée avec un colorimètre, par exemple de longueur d'onde de laser comprise entre 400 et 700 nm, de préférence entre

15

475 et 600 nm.

Dans le cas où, le composé coloré est de formule :



la mesure est de préférence réalisée avec un colorimètre présentant une longueur d'onde de laser comprise entre 400 et 700 nm, de préférence entre 475 et 600 nm.

20

Avant toute mesure photométrique de l'absorbance, la méthode selon l'invention peut comprendre avantageusement la mesure photométrique de l'absorbance d'un blanc. Le blanc peut être de l'eau ou, si la composition (C) comprend une solution tampon le blanc peut être réalisé avec cette solution tampon. La réalisation d'un blanc permet de s'affranchir de toute variation de mesure liée à tout élément extérieur au mélange à analyser, par

25

L'étape d) de filtration du mélange obtenu à l'étape c) peut être réalisée de toute manière connue de l'homme du métier. De préférence, le mélange, à la fin de l'étape c) est laissé à décanter, de préférence entre 1 et 60 minutes, de préférence entre 1 et 30 minutes. Cette étape de décantation permet avantageusement aux particules les plus fines de retomber dans le fond du récipient et éviter de boucher le filtre. Le surnageant est ensuite prélevé avec tout matériel adéquat, par exemple avec une seringue, puis filtré, de

30

préférence sur un filtre de porosité comprise entre 0,25 et 5 μm , de préférence entre 0,25 et 2 μm . De préférence la quantité de filtrat à prélever pour effectuer la mesure photométrique dépend de l'appareil utilisé et pourra être déterminée par l'homme du métier, par exemple le volume est d'au moins 10 ml.

5

De préférence, l'échantillon de sable prélevé correspond à une masse comprise entre 10 et 100 g. De préférence, la quantité de composition (C) ajoutée à l'échantillon de sable est d'au moins 25 ml, de préférence comprise entre 25 et 100 ml.

10

La méthode de l'invention peut également comprendre une étape d'ajustement du pH avant l'étape e) afin d'être dans la gamme de valeur de pH permettant de voir la couleur du composé coloré.

15

Afin de déterminer la quantité en argile contenue dans l'échantillon de sable, il convient de réaliser une courbe d'étalonnage. Cette courbe d'étalonnage peut être réalisée par toute méthode connue de l'homme du métier.

Notamment, la courbe d'étalonnage peut être obtenue par exemple :

20

- par mesure photométrique ou détection visuelle du changement de couleur d'un sable exempt d'argiles (par exemple sable AFNOR pur) et d'un sable exempt d'argiles additionné de différentes quantités connues d'argiles;

- par mesure du carbone organique totale (COT) d'un sable exempt d'argiles (par exemple sable AFNOR pur) et d'un sable exempt d'argiles additionné de différentes quantités connues d'argiles;

25

- par mesure du carbone organique total (COT) d'un sable exempt d'argiles (par exemple sable AFNOR pur) et de sables comprenant des argiles.

30

Sans vouloir être lié par une quelconque théorie, la consommation de poly(alkylène) glycol par les argiles, notamment Montmorillonite est déterminée par différence entre la quantité de poly(alkylène) glycol en solution avant introduction du sable dans la solution de poly(alkylène) glycol et après 5 min de contact entre le sable et cette solution. La teneur en COT dans le filtrat d'une suspension de sable sans poly(alkylène) glycol est également mesurée et sert de blanc aux mesures de COT.

35

La mesure de COT est effectuée sur les solutions initiales et les filtrats avec l'analyseur SHIMADZU TOC-VCPN. Le COT est calculé par différence entre la quantité en carbone total (obtenue par carbonisation de la solution et mesure de la quantité de CO_2 dégagée à

l'infra-rouge) et la quantité de carbone inorganique (obtenue par acidification de la solution à $\text{pH} < 1$ et dégagement du CO_2 dissout par bullage à l'air synthétique). La quantité de poly(alkylène) glycol consommée est calculée par différence entre ce qui a été introduit dans la solution initiale et ce qui est mesuré dans les filtrats. Dans le cadre de la présente invention les mesures COT sont réalisées après filtration du surnageant résultat de la mise en contact du sable avec la solution de la composition (C) selon l'invention.

La courbe d'étalonnage permettant de réaliser l'étape e) selon l'invention peut être obtenue de la manière suivante :

- on ajoute une quantité connue de composition (C) selon l'invention à une quantité connue de sable exempt d'argiles (par exemple sable AFNOR pur), on mélange, on filtre (le mélange et la filtration peuvent être de préférence identique aux étapes c) et d) mentionnées ci-dessus) et on regarde la couleur du filtrat obtenu ;

- on ajoute une quantité connue de composition (C) selon l'invention à différents mélanges comprenant une quantité connue de sable exempt d'argiles (par exemple sable AFNOR pur) et une quantité connue d'argiles, on mélange, on filtre (le mélange et la filtration peuvent être de préférence identique aux étapes c) et d) mentionnées ci-dessus) et on regarde les différentes couleurs des filtrats obtenus ;

- on détermine un gradient de couleur correspondant à différentes plages de concentration en argiles dans le sable.

La courbe d'étalonnage permettant de réaliser l'étape e) selon l'invention peut également être obtenue de la manière suivante :

- on réalise une mesure photométrique de la composition (C) selon l'invention ;

- on ajoute une quantité connue de composition (C) selon l'invention à une quantité connue de sable exempt d'argiles (par exemple sable AFNOR pur), on mélange, on filtre (le mélange et la filtration peuvent être de préférence identique aux étapes c) et d) mentionnées ci-dessus) et on réalise une mesure photométrique du filtrat obtenu à laquelle on déduit la valeur de la mesure photométrique de la composition (C);

- on ajoute une quantité connue de composition (C) selon l'invention à différents mélanges comprenant une quantité connue de sable exempt d'argiles (par exemple sable AFNOR pur) et une quantité connue d'argiles, on mélange, on filtre (le mélange et la filtration peuvent être de préférence identique aux étapes c) et d) mentionnées ci-dessus) et on réalise une mesure photométrique des filtrats obtenus auxquelles on déduit la valeur de la mesure photométrique de la composition (C);

- on détermine la courbe de l'absorbance en fonction de la concentration en argiles dans le sable.

La courbe d'étalonnage permettant de réaliser l'étape e) selon l'invention peut également être obtenue de la manière suivante :

- on réalise une mesure photométrique de la composition (C) selon l'invention ;

- on mesure le COT d'une quantité connue de sable exempt d'argiles (par exemple sable AFNOR pur) ;

- on ajoute une quantité connue de composition (C) selon l'invention à une quantité connue de sable exempt d'argiles (par exemple sable AFNOR pur), on mélange, on filtre (le mélange et la filtration peuvent être de préférence identique aux étapes c) et d) mentionnées ci-dessus) et on réalise une mesure photométrique du filtrat obtenu à laquelle on déduit la valeur de la mesure photométrique de la composition (C), on relie la valeur COT avec la valeur de photométrie ce qui permet d'avoir une valeur d'absorbance pour un sable exempt d'argiles ;

- on mesure le COT d'une quantité connue d'au moins deux sables commerciaux (par exemple sable Osman, sable Signes, sable St Marthe, sable Lecieux, sable Fulchiron, sable Vernou, sable Vesseny, sable Goutrens, sable Bernières, sable Inerti Salinello, sable Siegwart, sable TRK, sable Sail s/s Couzan);

- on ajoute une quantité connue de composition (C) selon l'invention à au moins deux sables commerciaux (par exemple sable Osman, sable Signes, sable St Marthe, sable Lecieux, sable Fulchiron, sable Vernou, sable Vesseny, sable Goutrens, sable Bernières, sable Inerti Salinello, sable Siegwart, sable TRK, sable Sail s/s Couzan) on mélange, on filtre (le mélange et la filtration peuvent être de préférence identique aux étapes c) et d) mentionnées ci-dessus) et on réalise une mesure photométrique des différents filtrats obtenus auxquelles on déduit la valeur de la mesure photométrique de la composition (C), on relie la valeur COT avec la valeur de photométrie obtenue ce qui permet d'avoir une valeur d'absorbance pour une concentration en argile connue ;

- on détermine la courbe l'absorbance en fonction de la concentration en argiles dans le sable.

La relation entre la valeur COT (MPEG consommé) et la concentration en argile (Eq Mnt) est la suivante :

$$EqMnt = \frac{m_{MPEG\ consommé} + 0,3648}{1,1943} \quad (1)$$

La courbe d'étalonnage permettant de réaliser l'étape e) selon l'invention peut également être obtenue de la manière suivante :

- on mesure le COT d'une quantité connue de sable exempt d'argiles (par exemple sable AFNOR pur) ;

5 - on ajoute une quantité connue de composition (C) selon l'invention à une quantité connue de sable exempt d'argiles (par exemple sable AFNOR pur), on mélange, on filtre (le mélange et la filtration peuvent être de préférence identique aux étapes c) et d) mentionnées ci-dessus) et on regarde la couleur du filtrat obtenu ce qui permet d'avoir la couleur d'un sable exempt d'argiles ;

10 - on mesure le COT d'une quantité connue d'au moins deux sables commerciaux (par exemple sable Osman, sable Signes, sable St Marthe, sable Lecieux, sable Fulchiron, sable Vernou, sable Vesseny, sable Goutrens, sable Bernières, sable Inerti Salinello, sable Siegwart, sable TRK, sable Sail s/s Couzan);

15 - on ajoute une quantité connue de composition (C) selon l'invention à au moins deux sables commerciaux (par exemple sable Osman, sable Signes, sable St Marthe, sable Lecieux, sable Fulchiron, sable Vernou, sable Vesseny, sable Goutrens, sable Bernières, sable Inerti Salinello, sable Siegwart, sable TRK, sable Sail s/s Couzan) on mélange, on filtre (le mélange et la filtration peuvent être de préférence identique aux étapes c) et d) mentionnées ci-dessus) et on regarde la couleur des filtrats obtenus, on relie la valeur COT
20 avec la gamme de couleur obtenu ce qui permet d'avoir un gradient de couleur en fonction de la plage de concentration en argile.

La présente invention permet avantageusement de prévoir le dosage en composé
AMAA à utiliser pour limiter voire supprimer l'effet néfaste des argiles notamment sur la
25 réduction d'eau et le maintien d'ouvrabilité. Pour cela, il convient de construire une courbe de corrélation permettant de relier le dosage nécessaire en AMAA en fonction de la couleur ou de l'absorbance (mesure photométrique) obtenu à l'étape e).

Cette courbe de corrélation peut être obtenue en déterminant la quantité d'AMAA à
utiliser en fonction de la concentration en argile dans le sable, la relation entre la
30 concentration en argile dans le sable et la couleur ou l'absorbance (mesure photométrique) obtenu à l'étape e) étant détaillée ci-dessus.

La courbe de corrélation entre la quantité d'AMAA à utiliser en fonction de la concentration en argile dans le sable peut être réalisée de la manière suivante :

35 - on mesure l'étalement à 5 minutes (T5) et le maintien d'un mortier de référence obtenu avec du sable AFNOR ;

16

- on mesure l'étalement à 5 minutes (T5) et le maintien d'au moins deux mortiers obtenus avec des sables commerciaux différents (par exemple sable Osman, sable Signes, sable St Marthe, sable Lecieux, sable Fulchiron, sable Vernou, sable Vesseny, sable Goutrens, sable Bernières, sable Inerti Salinello, sable Siegart, sable TRK, sable Sail s/s Couzan);

- on ajoute l'AMAA aux mortiers obtenus avec des sables commerciaux différents de façon à obtenir un étalement à 5 minutes (T5) et un maintien similaire à celui obtenu pour le mortier de référence ;

- on en déduit la courbe de la quantité d'AMAA à ajouter en fonction de la concentration en argiles dans le sable.

Il est ensuite possible avec les courbes d'étalonnage décrites ci-dessus de déterminer la courbe de la quantité d'AMAA en fonction de la couleur ou valeur d'absorbance (mesure photométrique) obtenu à l'étape e). Cette courbe est de préférence construite en fonction du liant hydraulique mis en œuvre dans le mortier.

L'étalement peut notamment être évalué comme suit :

Un moule sans fond de forme tronconique, de reproduction à l'échelle 0,5 du cône d'Abrams (voir norme NF 18-451, 1981) de dimensions suivantes diamètre du cercle supérieur = 5cm, diamètre du cercle de la base inférieure = 10 cm, hauteur 15 cm. Après malaxage du mortier renfermant le polymère, le moule est rempli et la surface supérieure du cône est arasée. Le cône est soulevé verticalement et l'étalement est mesuré à 90° avec un mètre à ruban.

Il est possible d'ajuster le pH des filtrats avant lecture de la couleur (à l'œil ou par spectrométrie) afin d'être dans la gamme de valeur de pH permettant de voir la couleur du composé coloré.

Avant toute mesure photométrique de l'absorbance, il est conseillé de réaliser la mesure photométrique de l'absorbance d'un blanc. Le blanc peut être de l'eau ou la solution tampon utilisée dans la composition (C). La réalisation d'un blanc permet de s'affranchir de toute variation de mesure liée à tout élément extérieur au mélange à analyser, par exemple récipient contenant le mélange à analyser.

La présente invention concerne également un kit pour la mise en œuvre de la méthode selon l'invention, comprenant :

- Un récipient muni d'un bouchon contenant la composition (C) selon l'invention ;
- Un récipient pour le dosage de l'échantillon de sable ;

- Un moyen de prélèvement de liquide ;
- Un moyen de filtration ;
- Un récipient pour la récupération du filtrat ;
- Une courbe d'étalonnage permettant de relier la couleur à la concentration en argile du sable et/ou une courbe de corrélation permettant de relier la couleur à la quantité d'AMAA à utiliser.

De préférence, le récipient pour la récupération du filtrat est un récipient transparent permettant de voir la couleur du filtrat. De préférence, le récipient pour la récupération du filtrat est adapté à l'analyse photométrique de l'absorbance.

De préférence l'échantillon de sable est versé dans le récipient muni d'un bouchon comprenant la composition (C) selon l'invention.

De préférence, le moyen de prélèvement de liquide est une seringue.

De préférence, le moyen de filtration est un filtre seringue présentant une taille de porosité préférence comprise entre 0,25 et 5 μm , de préférence entre 0,25 et 2 μm .

De préférence, le kit selon l'invention comprend un appareil de mesure photométrique de l'absorbance. De préférence, l'appareil permettant la mesure photométrique de l'absorbance est un appareil de colorimétrie présentant une longueur d'onde de laser comprise entre 400 et 700 nm, de préférence entre 475 et 600 nm.

Le kit selon l'invention peut également comprendre une solution d'acide ou de base qui permet avantageusement d'ajuster le pH pour être dans la gamme de valeur de pH permettant de voir la couleur du composé coloré.

La présente invention concerne également une méthode de détermination de la quantité d'AMAA à ajouter dans un sable pour son utilisation dans une composition de liant hydraulique comprenant les étapes suivantes :

- Mise en œuvre de la méthode d'analyse de la quantité d'argile dans un sable selon l'invention ;
- Construire une courbe de corrélation permettant de relier la concentration en argile d'un sable à la quantité d'AMAA à mettre en œuvre pour neutraliser l'argile, par exemple tel que décrite ci-dessus ;
- Reporter la valeur obtenue par la mise en œuvre de la méthode d'analyse de la quantité d'argile dans un sable selon l'invention sur la courbe d'équivalence.

18

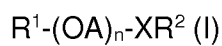
La présente invention concerne également une méthode de détermination de la quantité d'AMAA à ajouter dans un sable pour son utilisation dans une composition de liant hydraulique comprenant les étapes suivantes :

- i) Fournir une composition (C) selon l'invention ;
- ii) Prélever un échantillon du sable à analyser ;
- iii) Mélanger la composition (C) avec l'échantillon de sable dans un récipient et agiter ;
- iv) Filtrer le mélange obtenu à l'étape iii) ;
- v) Déterminer en fonction de la couleur de la solution obtenue à l'étape iv) la quantité d'AMAA à ajouter.

L'étape ii), iii) et iv) pouvant être réalisée de manière identique aux étapes b), c) et d) décrites ci-dessus.

L'étape v) pouvant être réalisée de manière identique à l'étape e) décrite ci-dessus, les courbes de corrélation entre la valeur d'absorbance et la quantité d'AMAA à ajouter pouvant être réalisée comme décrit précédemment.

De préférence, la présente invention concerne un composé de formule (I)



dans laquelle

R^1 représente un groupe alkyle en C1 à C4, linéaire ou ramifié, ou un dérivé d'azobenzène possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH ;

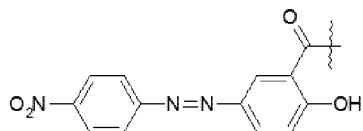
R^2 représente un dérivé d'azobenzène possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH;

A, chacun identique ou différent, représente indépendamment un groupe $-CH_2-CH_2-$ ou un groupe $-CH(CH_3)-CH_2-$;

n représente un entier compris entre 1 et 500, de préférence compris entre 4 et 250

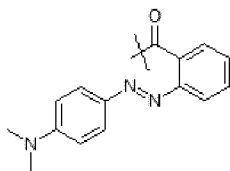
X est O ou NH.

De préférence, R^1 représente un groupe alkyle en C1 à C4, linéaire ou ramifié, et R^2 représente :



ou

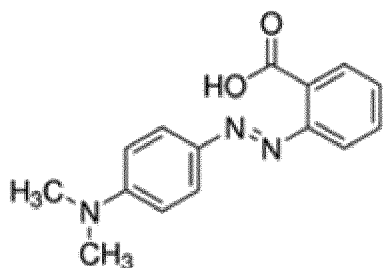
30



La présente invention va maintenant être décrite à l'aide d'exemples non limitatifs.
 [Fig 1] La figure 1 représente la courbe de corrélation entre la concentration en AMAA à
 5 utiliser et la valeur d'absorbance mesurée pour la composition (C1) de l'exemple 1.
 [Fig 2] La figure 2 représente la courbe de corrélation entre la concentration en AMAA à
 utiliser et la valeur d'absorbance mesurée pour la composition (C2) de l'exemple 2.

Exemple 1 : Synthèse d'une composition (C1) selon l'invention

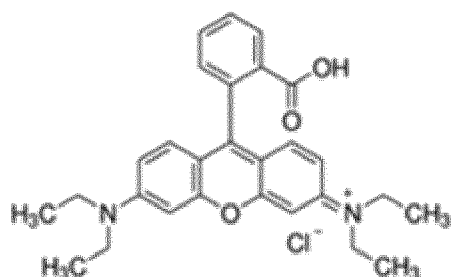
10 Dans un ballon bicol muni d'un Dean Stark, 8,08g de composé A, 140,80g de MPEG 5000
 et 1,13g de lessive de soude (extrait sec de 50%) sont ajoutés puis mis sous agitation. Le
 milieu réactionnel est porté à 165°C sous un vide de 20 mbars. Dans ces conditions, le
 milieu réactionnel est conservé pendant 6h. La température est abaissée à température
 15 ambiante puis le milieu réactionnel est dilué avec un tampon (acide acétique/acétate de
 sodium 0,1M) pour obtenir l'extrait sec désiré (0,04% massique).



Composé A :

Exemple 2 : Synthèse d'une composition (C2) selon l'invention

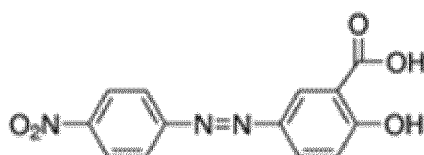
20 Dans un ballon bicol muni d'un Dean Stark, 3,04g de composé B, 31,71g de MPEG 5000
 et 0,25g de lessive de soude (extrait sec de 50%) sont ajoutés puis mis sous agitation. Le
 milieu réactionnel est porté à 165°C sous un vide de 20 mbars. Dans ces conditions, le
 milieu réactionnel est conservé pendant 6h. La température est abaissée à température
 25 ambiante puis le milieu réactionnel est dilué pour obtenir l'extrait sec désiré (0,1%
 massique).



Composé B :

Exemple 3 : Synthèse d'une composition (C3) selon l'invention

Dans un ballon bicol muni d'un Dean Stark, 7,60g de composé C, 141,27g de MPEG 5000
 5 et 1,13g de lessive de soude (extrait sec de 50%) sont ajoutés puis mis sous agitation. Le milieu réactionnel est porté à 165°C sous un vide de 20 mbars. Dans ces conditions, le milieu réactionnel est conservé pendant 6h. La température est abaissée à température ambiante puis le milieu réactionnel est dilué pour obtenir l'extrait sec désiré (0,04% massique).



10 Composé C :

Exemple 4 : Réalisation d'une droite reliant la concentration en argile à la valeur COT

La consommation de MPEG5000 par les argiles, notamment Montmorillonite est déterminée par différence entre la quantité de MPEG 5000 en solution avant introduction
 15 du sable dans la solution de polymère et après 5 min de contact entre le sable et cette solution. La teneur en COT dans le filtrat d'une suspension de sable sans polymères est également mesurée et sert de blanc aux mesures de COT.

La mesure de COT est effectuée sur les solutions initiales et les filtrats avec l'analyseur SHIMADZU TOC-VCPN. Le COT est calculé par différence entre la quantité en carbone
 20 total (obtenue par carbonisation de la solution et mesure de la quantité de CO₂ dégagée à l'infra-rouge) et la quantité de carbone inorganique (obtenue par acidification de la solution à pH < 1 et dégagement du CO₂ dissout par bullage à l'air synthétique). La quantité de MPEG5000 consommée est calculée par différence entre ce qui a été introduit dans la solution initiale et ce qui est mesuré dans les filtrats.

La consommation de MPEG 5000 a été mesurée sur différents sables prélevés sur le terrain pour des dosages initiaux 0,4. L'équivalent en montmorillonite (EqMnt) est calculé à partir de l'équation suivante :

$$EqMnt = \frac{m_{MPEG \text{ consommé}} + 0,3648}{1,1943} \quad (1)$$

5 Les sables prélevés sur le terrain sont les suivants : sable Osman, sable Signes, sable St Marthe, sable Lecieux, sable Fulchiron, sable Vernou, sable Vesseny, sable Goutrens, sable Bernières, sable Inerti Salinello, sable Siegwart, sable TRK, sable Sail s/s Couzan. Cela permet d'obtenir une droite reliant la concentration en argile à la valeur COT.

10 **Exemple 5 : Réalisation d'une courbe d'étalonnage de la valeur d'absorbance en fonction de la concentration en argile**

50 g de sable AFNOR (exempt d'argiles) sont prélevés et introduits dans un récipient comprenant 50 g d'une composition (C1) de l'exemple 1. Le mélange est agité 30 secondes puis décanté environ 2 minutes pour que les particules les plus fines retombent afin d'éviter le bouchage du filtre. 10 ml de surnageant sont prélevés puis filtré à l'aide d'un filtre
15 seringue en fibre de verre de 1 µm. Le filtrat obtenu est récupéré dans un tube en verre pour mesure photométrique de l'absorbance (A1). Avant la mesure de l'absorbance 2 gouttes d'HCl sont ajoutées au filtrat. Avant la mesure de l'absorbance du filtrat un blanc est réalisé avec une solution tampon (acide acétique/acétate de sodium 0,1M). La mesure
20 de l'absorbance de la composition (C1) est effectuée et cette valeur est déduite la mesure de l'absorbance (A1).

Le même protocole est mis en œuvre avec les sables suivants sable Osman, sable Signes, sable St Marthe, sable Lecieux, sable Fulchiron, sable Vernou, sable Vesseny, sable Goutrens, sable Bernières, sable Inerti Salinello, sable Siegwart, sable TRK, sable Sail s/s
25 Couzan. Les mesures d'absorbances (An) sont réalisées. Avant la mesure de l'absorbance 2 gouttes d'HCl sont ajoutées aux filtrats. Avant la mesure de l'absorbance du filtrat un blanc est réalisé avec une solution tampon (acide acétique/acétate de sodium 0,1M). La mesure de l'absorbance de la composition (C1) est effectuée et cette valeur est déduite des mesures d'absorbance (An).

30

Une corrélation avec la droite obtenue à l'exemple 4 permet d'obtenir une courbe de la valeur d'absorbance en fonction de la concentration en argile.

Un protocole similaire est mis en œuvre avec la composition (C2) de l'exemple 2.

Exemple 6 : Réalisation d'une droite de corrélation entre la quantité d'AMAA à ajouter à la valeur d'absorbance

4 mortiers sont réalisés selon la composition suivante :

- 5 - 624,9 g de ciment CEM I 52,5N CE CP2 NF SPLC
 - E/C = 0,6
 - 734,98 cm³ de sable

10 Les courbes granulaires des mortiers sont homogénéisées en associant aux sables d'intérêt du sable Fulchiron qui ne contient pas d'argile (cela permet de ne pas subir l'influence de la courbe granulaire et par conséquent de n'étudier que l'effet des argiles), dans les proportions volumiques suivantes :

[Tableau 1]

	Sable d'intérêt	Fraction volumique du sable d'intérêt (% poids)	Fraction volumique du sable Fulchiron (% poids)
Mortier 1 – ref	AFNOR	69,5	30,5
Mortier 2	Sail sous Couzan	49	51
Mortier 3	Siegwart	78,6	21,4
Mortier 4	Vernou	59,3	40,7

15 La mesure d'étalement à T5 et de maintien a été réalisée pour le mortier 1 de référence ne présentant pas d'argile.

L'étalement est évalué comme suit :

20 Un moule sans fond de forme tronconique, de reproduction à l'échelle 0,5 du cône d'Abrams (voir norme NF 18-451, 1981) de dimensions suivantes diamètre du cercle supérieur = 5cm, diamètres du cercle de la base inférieure = 10 cm, hauteur 15 cm. Après malaxage du mortier renfermant le polymère, le moule est rempli et la surface supérieure du cône est arasée. Le cône est soulevé verticalement et l'étalement est mesuré à 90° avec un mètre à ruban.

25 Les mesures d'étalement à T5 et de maintien ont été réalisées pour les mortiers 2 à 4. L'AMAA (CHRYSO®Quad 800) a été ajouté aux mortiers 2 à 4 jusqu'à obtenir des mesures d'étalement à T5 et de maintien similaire à celle du mortier 1 de référence.

Les résultats sont les suivants :

[Tableau 2]

	Dosage préconisé en AMAA (% d'intérêt) PdS
Mortier 1 – ref	-
Mortier 2	0,3
Mortier 3	0,25
Mortier 4	0,15

On en déduit ainsi, une droite de la quantité en AMAA à utiliser en fonction du sable et donc de la quantité en argile (la quantité en argile de chacun des sables ayant été obtenue à l'exemple 4) et par corrélation avec les courbes des exemples 4 et 5 on en déduit la courbe de corrélation de la concentration en AMAA à utiliser en fonction de la valeur en absorbance.

Les deux courbes obtenues pour les compositions (C1) et (C2) des exemples 1 et 2 sont données respectivement aux figures 1 et 2.

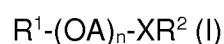
Les courbes d'étalonnages dépendent des ciments mis en œuvre.

Exemple 7 : Mode opératoire du test colorimétrique :

- Fournir un récipient (bouteille de 100mL) muni d'un bouchon comprenant la 50 ml de la composition (C) de l'invention;
- Introduction du sable prélevé dans un récipient de 35mL (soit environ 10g de sable);
- Agitation durant environ 30 secondes puis décantation ;
- Prélèvement du liquide surnageant (seringue de 10mL) ;
- Filtration (filtre seringue en fibre de verre 1 μ m) dans un récipient adapté à l'analyse photométrique de l'absorbance ;
- Mesure photométrique de l'absorbance via un appareil permettant des mesures à une longueur d'onde de 525nm;
- Report de la valeur lue sur l'appareil dans une courbe d'équivalence permettant de relier la valeur de l'absorbance au dosage requis en AMAA.

REVENDEICATIONS

1. Utilisation de composé de formule (I) pour déterminer la quantité d'argile intercallant les superplastifiants dans un sable et/ou pour déterminer la quantité de composé Agent Modificateur de l'Activité de l'Argile AMAA à ajouter à une composition de liant hydraulique utilisant un sable



dans laquelle

R¹ représente un groupe alkyle en C1 à C4, linéaire ou ramifié, ou un composé coloré ;

R² représente un composé coloré ;

A, chacun identique ou différent, représente indépendamment un groupe -CH₂-CH₂- ou un groupe -CH(CH₃)-CH₂- ;

n représente un entier compris entre 1 et 500, de préférence compris entre 4 et 250

X est O ou NH.

2. Utilisation selon la revendication 1, dans lequel

R¹ représente un groupe méthyle, propyle, éthyle ou butyle ; et/ou

A représente un groupe -CH₂-CH₂-, -CH(CH₃)-CH₂- ; et/ou

X est O ou NH, de préférence O ; et/ou

n représente un entier compris entre 1 et 500, de préférence entre 4 et 250.

3. Utilisation selon la revendication 1 ou 2, dans lequel le composé coloré est choisi parmi les groupes suivants :

- Les dérivés d'azobenzène possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH ;

- Les dérivés d'acridine possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH ;

- Les dérivés d'antraquinone possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH ;

- Les dérivés de phtalocyanines possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH ;

- Les dérivés de quinone possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH ;

- Les dérivés d'indophénol possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH ;

25

- Les dérivés d'oxazone possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH ;
- Les dérivés de thiazine possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH ;
- 5 - Les dérivés de xanthène possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH ;
- Les dérivés de fluorone possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH.

10 4. Utilisation selon la revendication 1 ou 2, dans lequel le composé coloré est choisi parmi les groupes suivants :

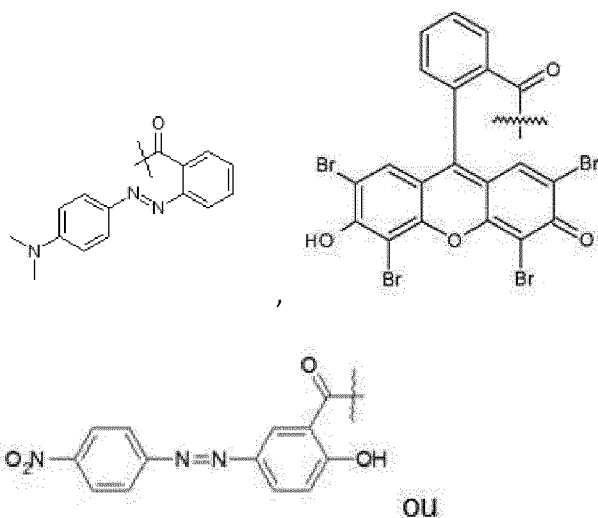
- Les dérivés d'azobenzène possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH ;
- Les dérivés de xanthène possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant
- 15 avec la fonction XH.

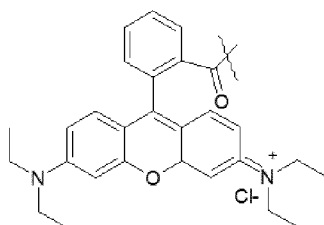
5. Utilisation selon la revendication 1 ou 2, dans lequel le composé coloré est choisi parmi les groupes suivants :

- Les dérivés d'azobenzène possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant
- 20 avec la fonction XH ;
- Les dérivés de rhodamine possédant une fonction COOH neutralisée ou non réagissant avec la fonction XH.

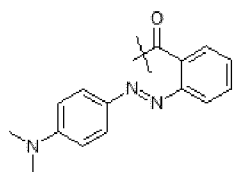
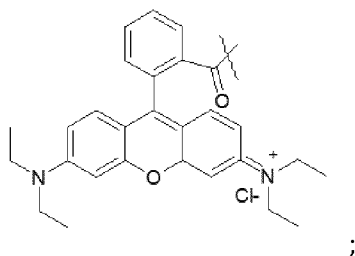
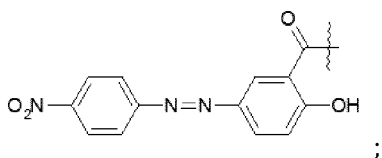
6. Utilisation selon la revendication 1 ou 2, dans lequel le composé coloré est choisi

25 parmi les groupes suivants :





7. Utilisation selon la revendication 1 ou 2, dans lequel le composé coloré est choisi parmi les groupes suivants :



10

8. Utilisation d'une Composition (C) comprenant un composé de formule (I) tel que défini selon l'une quelconque des revendications 1 à 7 pour analyser et déterminer la quantité d'argile intercallant des superplastifiants dans un sable.

15

9. Utilisation selon la revendication 8 dans laquelle la composition (C) comprend un tampon pH.

10. Méthode de détermination de la quantité d'argile intercallant les superplastifiants dans un sable comprenant les étapes suivantes :

20

- a) Fournir une composition (C) telle que définie selon la revendication 8 ou 9 ;
- b) Prélever un échantillon du sable à analyser ;

27

- c) Mélanger la composition (C) avec l'échantillon de sable dans un récipient et agiter ;
- d) Filtrer le mélange obtenu à l'étape c) ;
- e) Déterminer en fonction de la couleur de la solution obtenue à l'étape d) la concentration en argiles intercallant les superplastifiants dans le sable.

5

11. Méthode selon la revendication 10, dans laquelle l'étape e) se fait par une détermination visuelle de la couleur et la corrélation de cette couleur à une plage de quantité d'argiles intercallant les superplastifiants ou par mesure photométrique comportant alors les étapes e1) de mesure photochimique de l'absorbance du filtrat obtenu à l'étape d) et une étape e2) de soustraction de la valeur obtenue à l'étape e) à la mesure photochimique de l'absorbance de la composition (C) et de report de la valeur sur une courbe d'étalonnage pour déterminer le pourcentage en poids d'argile intercallant les superplastifiants dans le sable.

10

15

12. Méthode de la détermination de la quantité d'Agent Modificateur de l'Activité de l'Argile AMAA à ajouter dans un sable pour son utilisation dans une composition de liant hydraulique comprenant les étapes suivantes :

- Mise en œuvre de la méthode de détermination de la quantité d'argile intercallant les superplastifiants dans un sable selon la revendication 10 ou 11 ;
- Construire une courbe de corrélation permettant de relier la valeur d'absorbance de la solution à la concentration en argile intercallant les superplastifiants d'un sable et à la quantité d'AMAA à mettre en œuvre pour contrer l'effet néfaste de l'argile;
- Reporter la valeur obtenue par la mise en œuvre de la méthode selon la revendication 10 ou 11 sur la courbe de corrélation et en déduire la quantité d' Agent Modificateur de l'Activité de l'Argile AMAA à utiliser.

25

13. Méthode de détermination de la quantité d' Agent Modificateur de l'Activité de l'Argile AMAA à ajouter dans un sable pour son utilisation dans une composition de liant hydraulique comprenant les étapes suivantes :

- i) Fournir une composition (C) selon l'une quelconque des revendications 8 ou 9 ;
- ii) Prélever un échantillon du sable à analyser ;
- iii) Mélanger la composition (C) avec l'échantillon de sable dans un récipient et agiter ;
- iv) Filtrer le mélange obtenu à l'étape iii) ;
- v) Déterminer en fonction de la couleur de la solution obtenue à l'étape iv) la quantité d'AMAA à ajouter.

35

28

14. Kit pour la mise en œuvre de la méthode selon les revendications 10 à 13, comprenant :

- Un récipient muni d'un bouchon comprenant la composition (C) selon l'une quelconque des revendications 8 ou 9;
- 5 - Un récipient pour le dosage de l'échantillon de sable ;
- Un moyen de prélèvement de liquide ;
- Un moyen de filtration ;
- Un récipient pour la récupération du filtrat ;
- 10 - Une courbe d'étalonnage permettant de relier la couleur à la concentration en argile intercallant les superplastifiants du sable et/ou une courbe de corrélation permettant de relier la couleur à la quantité d'Agent Modificateur de l'Activité de l'Argile AMAA à utiliser.

15. Kit selon la revendication 14 comprenant en outre un appareil permettant la mesure photométrique de l'absorbance.

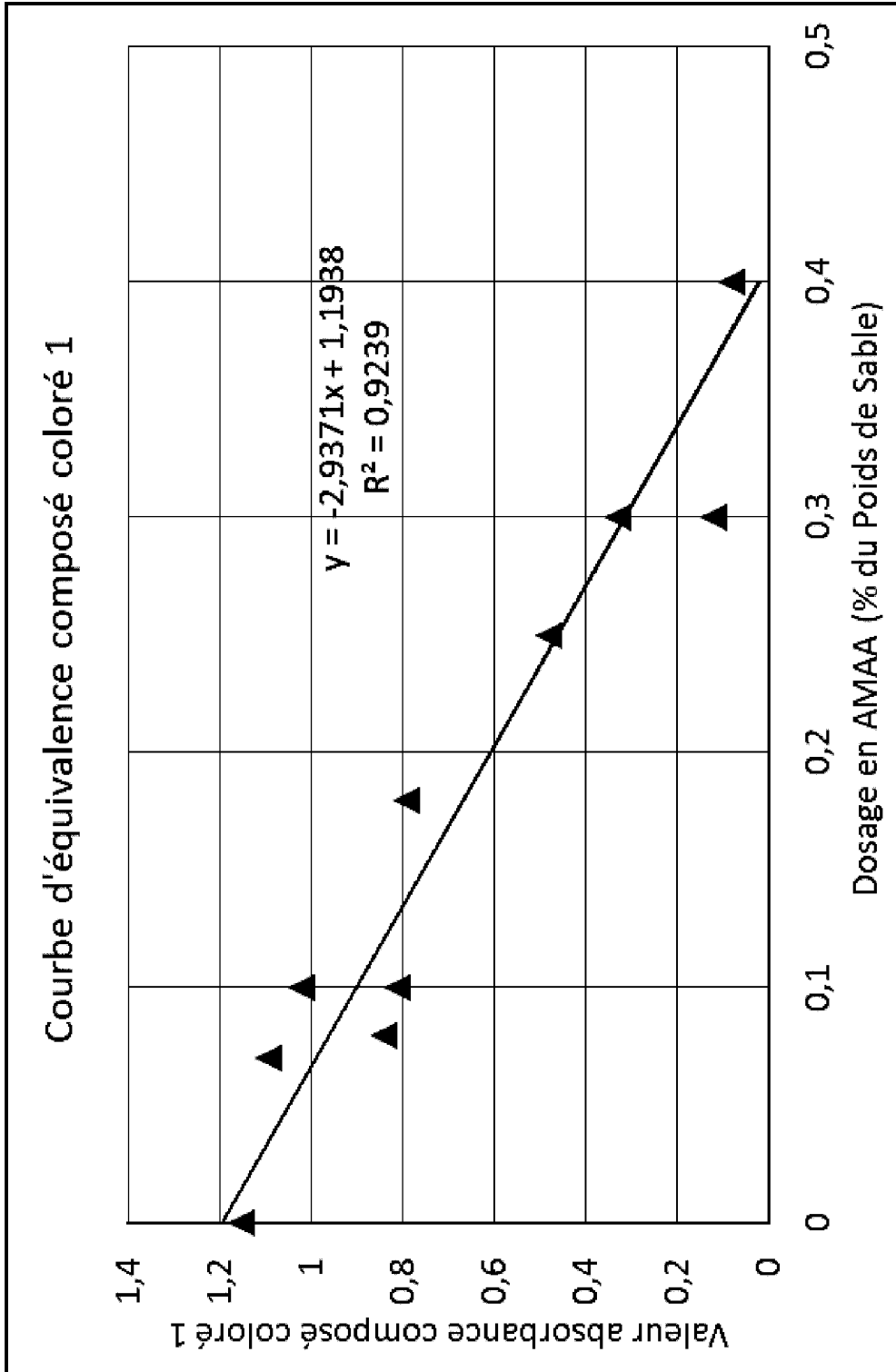


FIG.1

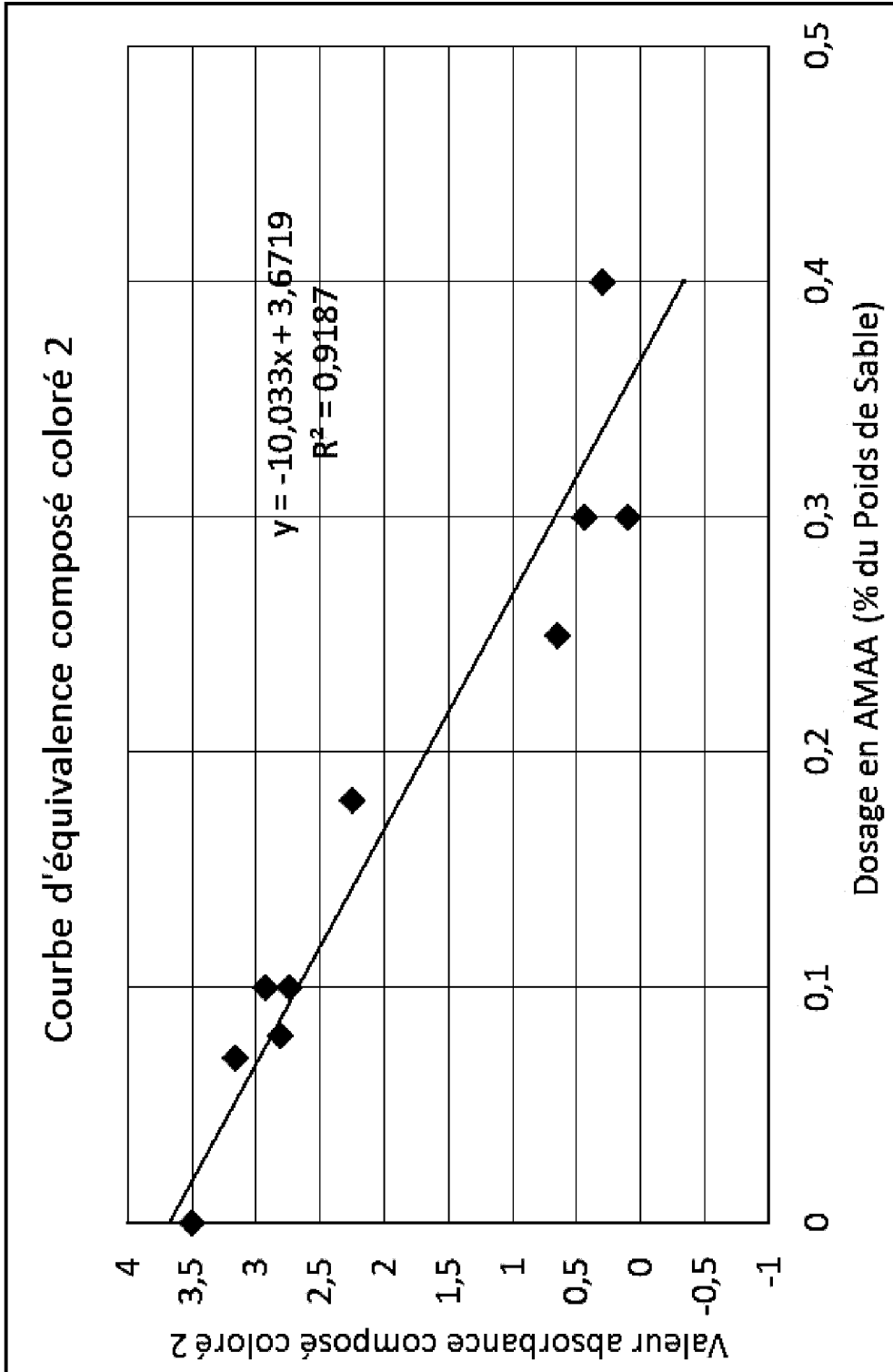


FIG.2