

# CONCEPTION D'UN RETARDATEUR DE PRISE À BASE DU PHOSPHATE DE HAHOTOE-KPOGAME, TOGO

## DESIGNING A SET RETARDING ADMIXTURE BASED ON HAHOTOE-KPOGAME PHOSPHATES, TOGO

I. PACHOUKOVA<sup>1</sup>, Y.M.X.D. AYITE<sup>2</sup>, A.S.A. AJAVON<sup>3</sup>, A.K.C. JOHNSON<sup>4</sup>, K. BEDJA<sup>4</sup>

<sup>1</sup> maître-assistant

<sup>2</sup> maître-assistant

<sup>3</sup> maître de conférences

<sup>4</sup> professeur,

École Nationale Supérieure d'Ingénieurs, ENSI, Université de Lomé – Togo

pachoukova@Yahoo.com

Département de Géologie de la Faculté de Science de l'Université de Lomé – Togo

christophe\_johnson@yahoo.fr

### INTRODUCTION

Les matériaux utilisés dans les constructions des infrastructures telles que les bâtiments, les routes, les aéroports, les chemins de fer, les réservoirs, les barrages, les ouvrages souterrains doivent présenter des propriétés de plus en plus spécifiques du fait de la compétitivité entre les entreprises de construction, de l'exigence esthétique accrue des architectes et des contraintes nouvelles en matière d'environnement et de sécurité au travail.

Pour réaliser ces constructions de nombreux matériaux de natures diverses (béton, acier, bois, etc.) sont utilisés dont

le plus important est le béton. Compte tenu du rôle de ce matériau, la recherche d'une bonne maniabilité du béton ou du mortier devient une préoccupation constante.

Pour résoudre les problèmes de temps de prise, de consistance, d'adhérence, d'étanchéité, liés à l'utilisation du béton et du mortier, on introduit certains produits dénommés adjuvants qui ont pour rôles d'améliorer les performances des bétons et mortiers dans un large domaine d'application : chapes de dallage étanche, chapes d'usure, enduits de protection et d'étanchéité, montage et jointement de maçonnerie, arrêts de venues d'eau, étanchéité de parois ruisselantes, collage de carrelage, etc.

Les adjuvants sont importés d'Europe et utilisés par les laboratoires de génie civil ainsi que par les entreprises de construction. Pour résoudre les problèmes de pénurie, de prix élevé et d'absence d'études du comportement de ces produits par rapport aux matériaux locaux que des recherches ont été entreprises au Département de Génie civil de l'Ecole Nationale Supérieure d'Ingénieurs (ENSI) de l'Université de Lomé.

Cet article se propose d'étudier le comportement du mortier en présence de certains produits connus pour leur rôle de retardement de la prise du béton (particulièrement critique en pays chaud) ou du mortier (EDTA, Citrate de sodium) ou d'accélération (Acide oxalique, Chlorure de calcium, Chlorure de magnésium) d'une part, et d'autre part avec des produits tels que le phosphate de Hahotoé-Kpogamé, l'amidon de manioc et la cendre ou des engrais disponibles et utilisés au Togo (Urée, NPK) et leurs mélanges, d'autre part, avec le ciment CPJ-CEM II/A 35 de la Cimenterie du Togo (CIMTOGO).

La solidification du mortier ou du béton est due au phénomène d'hydratation qui regroupe un ensemble de réactions chimiques se produisant entre le ciment et l'eau (figure 1) [1,2].

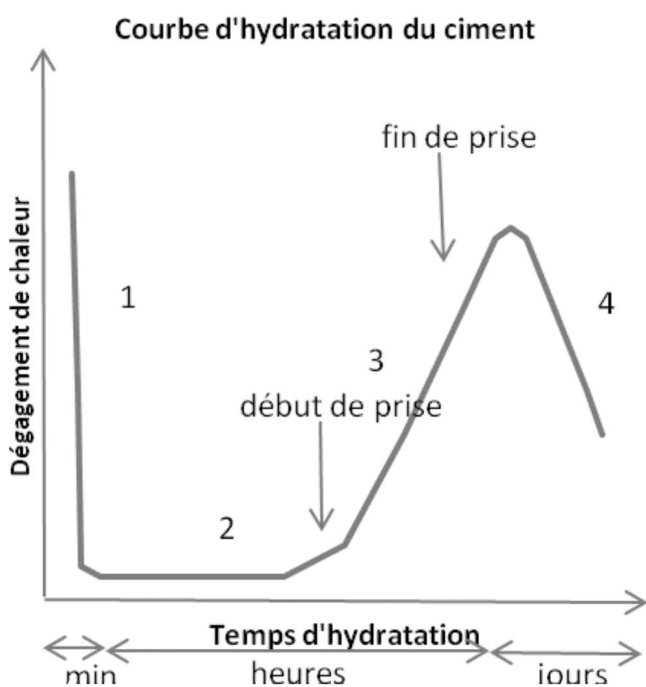


Figure 1 : Courbe caractéristique de calorimétrie isotherme d'un ciment [3].

## MATÉRIEL ET MÉTHODES

Les travaux sont effectués sur un mortier composé de liant, de sable, d'eau, et éventuellement d'ajouts et d'adjuvants. Ciment : pour notre étude, nous avons utilisé le ciment CPJ 35 produit par la société CIMTOGO selon les exigences de la norme EN 197-1.

Sable : un sable de mer prélevé à la carrière de sable de Lomé, située dans la zone portuaire au sud-ouest de la ville a été utilisé.

Eau de gâchage : l'eau de gâchage est l'eau utilisée pour la confection de la pâte pure de ciment, des mortiers et des bétons fournie par la société Togolaise des Eaux (TdE), qui est une eau potable.

Adjuvants : les adjuvants [4] testés : le phosphate ( $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ ), l'EDTA (Ethyle Di Tétra Amine,  $(\text{CO}_2\text{-CH}_2)_2\text{-N-(CH}_2)_2\text{-N-(CH}_2\text{-CO}_2)_2$ ), le citrate de Sodium ( $[\text{OCC}(\text{OH})(\text{CH}_2\text{COO})_2]\text{Na}_3$ ), l'acide oxalique ( $\text{HO}_2\text{C-CO}_2\text{H}$ ), l'urée ( $\text{NH}_2\text{-CO-NH}_2$ ), l'amidon ( $\text{C}_6\text{O}_5\text{H}_{11}\text{-O-C}_6\text{O}_4\text{H}_{10}\text{-O-C}_6\text{O}_5\text{H}_{11}$ ), le NPK (30% d'azote, 30% de phosphore et 30% de potassium), la cendre ( $\text{K}_2\text{CO}_3$ , KOH), le chlorure de magnésium ( $\text{MgCl}_2$ ) et le chlorure de calcium ( $\text{CaCl}_2$ ).

Les essais de consistance, de granulométrie, de prise, de résistance à la compression et à la traction par flexion ont été effectués sur les éprouvettes de mortier confectionnées :

- l'essai de consistance [5] permet de déterminer la quantité optimale d'eau de gâchage et l'objectif de cet essai est de définir une consistance dite « consistance normalisée » conformément à la norme EN 196-3 [6] ;
- l'essai granulométrique [5]. Les résultats sont présentés dans la courbe granulométrique (figure 2) et cela donne un module de finesse  $M_f=2.13$  ;

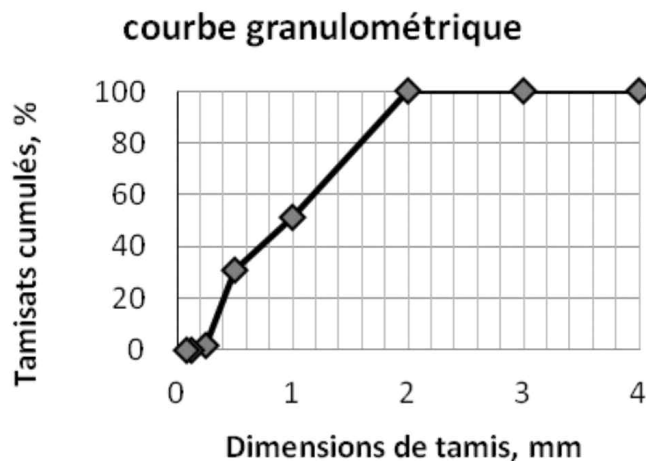


Figure 2 : Courbe granulométrique du sable utilisé.

- l'essai de prise [5] permet de connaître les temps de début et de fin de prise du ciment afin de pouvoir évaluer le temps disponible pour la mise en œuvre correcte des mortiers et des bétons ;
- l'essai de flexion [5] est effectué selon la norme EN 196-1 après 3, 7, 14 et 28 jours ;
- l'essai de compression [5] est effectué selon la norme EN 196-1 après 3, 7, 14 et 28 jours.

Après avoir décrit le matériel et les essais, la méthodologie utilisée est la suivante :

- l'essai de consistance et l'essai granulométrique permettent de confectionner le mortier de référence (pâte pure de ciment) utilisé pour l'essai de prise et pour le contrôle de la résistance à flexion et à compression ;
- les mortiers adjuvés à divers dosages, subissent des essais de prise en vue de l'évaluation de leur durcisse-

ment : retardement (R), retardement avec accélération initiale (RAI) ou accélération (A), accélération avec retardement initiale (ARI) ;

- après identification, il sera procédé au contrôle des résistances à la flexion et à la compression des éprouvettes confectionnées selon les dosages présentant la meilleure efficacité.

Pour estimer l'efficacité des adjuvants il faut déterminer le temps de début de prise et l'angle d'évolution du durcissement. La courbe de prise présente trois critères qui sont le temps de début de prise, l'angle d'évolution et le niveau d'hydratation. Afin de mieux apprécier le nuage des points compris entre le début et la fin de prise, il faut tracer la droite de régression qui permet de déterminer le début de la prise. Les coefficients de la droite de régression sont obtenus à l'aide de la méthode des moindres carrés, ce qui permet un meilleur ajustement des données. L'intersection de la droite de régression avec l'axe des abscisses donne le temps de début de prise  $\tau$  en minutes. La droite de régression ainsi obtenue forme avec l'axe des abscisses un angle appelé l'angle d'évolution  $\theta$  de la courbe de prise. Il est déterminé par l'expression :

$$\theta = \tan^{-1}(\alpha) \quad [1]$$

Où  $\alpha$  est le niveau d'hydratation du ciment.

La méthode de classification des adjuvants est basée sur le temps de début de prise  $\tau$ , le niveau d'hydratation  $\alpha$  et l'angle d'évolution  $\theta$  [7]. La classification est présentée dans le tableau 1.

Accélérateur classique (A)	Accélérateur avec retardement initial (ARI)	Neutre	Retardateur classique (R)	Retardateur avec accélération initiale (RAI)
$\tau_c > \tau_a$	$\tau_c < \tau_a$	$\tau_c = \tau_a$	$\tau_c < \tau_a$	$\tau_c > \tau_a$
$\theta_c < \theta_a$	$\theta_c < \theta_a$	$\theta_c = \theta_a$	$\theta_c > \theta_a$	$\theta_c > \theta_a$
$\alpha_c < \alpha_a$	$\alpha_c < \alpha_a$	$\alpha_c = \alpha_a$	$\alpha_c > \alpha_a$	$\alpha_c > \alpha_a$

**Tableau 1 : Classification des adjuvants accélérateurs ou retardateurs.**

À partir de la durée de la période d'induction, de la vitesse d'hydratation et du degré d'hydratation, les critères d'efficacité de ces paramètres par rapport au durcissement de la pâte du ciment sont définis et notés dans le tableau 2.

Le niveau d'hydratation du ciment pur et du ciment adjuvant est le même, donc le degré d'hydratation est  $K\alpha=I$ . L'ensemble des critères d'efficacité reflète, de façon complète, l'influence des adjuvants du point de vue régulation

Critères	Expression
Durée de la période d'induction	$K\tau=\tau_a/\tau_c$
Vitesse d'hydratation	$K_\theta=\theta_a/\theta_c$
Degré d'hydratation	$K\alpha=\alpha_a/\alpha_c$

**Tableau 2 : Expressions pour calcul des critères d'efficacité.**

de vitesse initiale de solidification et permet de faire le pronostic et définir l'indice d'efficacité de l'adjuvant dans son domaine d'utilisation.

Selon le type d'adjuvant et en utilisant les critères d'efficacité des adjuvants pour chaque période d'hydratation les indices d'efficacité sont déterminés. Leurs expressions sont présentées dans le tableau 3.

## RÉSULTATS ET DISCUSSION

Pour les différents dosages d'adjuvants, les résultats du comportement du mortier estimé à l'aide des indices d'efficacité déterminés selon les expressions données dans le tableau pour les retardateurs ont été consignés dans les tableaux 4 et 5.

L'analyse de ces résultats pour les adjuvants purs, présentés dans le tableau 4, nous indique les adjuvants et leurs dosages pouvant jouer le rôle de : retardateur (R), retardateur avec accélération initiale (RAI), accélérateur (A) et accélérateur avec retardement initial (ARI).

À l'exception des chlorures de magnésium et de calcium qui sont des accélérateurs reconnus (A, ARI), les autres adjuvants présentent plusieurs fonctionnalités en fonction du dosage.

Les résultats des essais montrent que les produits purs tels que le phosphate, l'acide oxalique, l'EDTA et le citrate de sodium ont un comportement de retardateurs de durcissement du mortier.

Si le phosphate est un produit facile d'accès, avec un coût relativement faible et une efficacité de retardateur de prise, il demeure cependant, en quantité élevée néfaste à la qualité du béton (les résistances à la flexion et à la compression du béton diminuent).

Le NPK qui est également un retardateur présente un comportement complexe par rapport à la résistance à la flexion et à la compression (figures 3 et 4).

Types	accélérateur	retardateur	neutre	accélérateur avec retardement initial	retardateur avec accélération initiale
Indice d'efficacité E (a/c)	$\frac{K_\alpha K_\theta}{K_\tau}$	$\frac{K_\tau}{K_\alpha K_\theta}$	-	$\frac{1}{K_\alpha K_\theta K_\tau}$	$K_\alpha K_\theta K_\tau$

**Tableau 3 : Expressions des indices d'efficacité.**

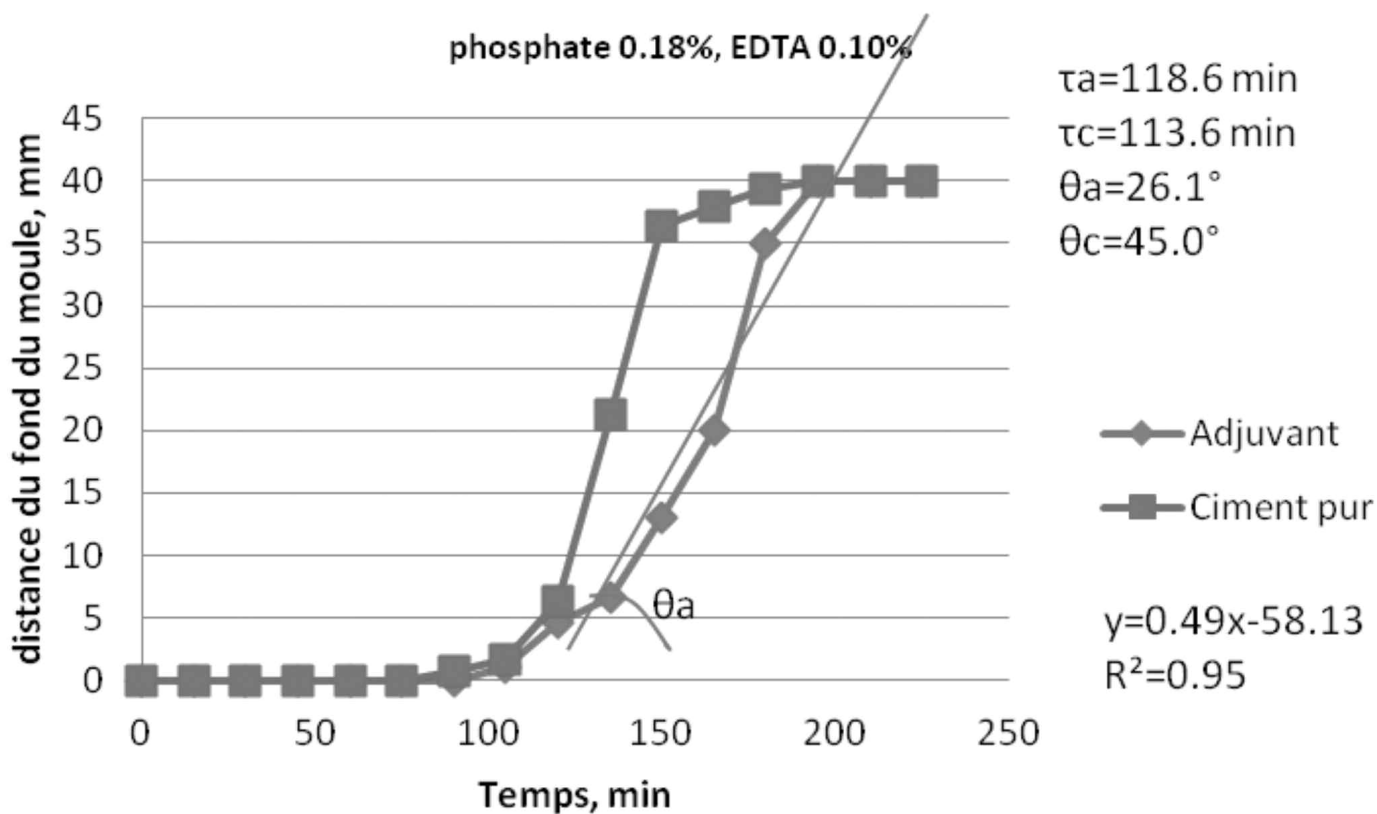


Figure 2bis : Exemple de tracée de l'essai de prise du mortier confectionné avec du ciment et de l'adjuvant (phosphate 0.18% et EDTA 0.10%).

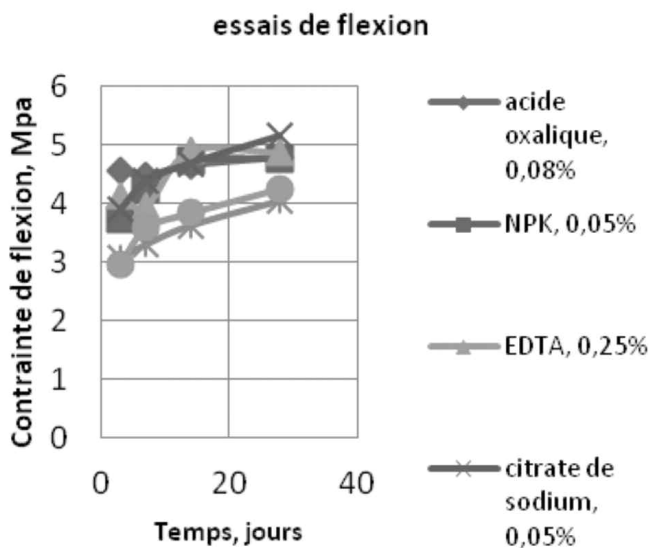
Adjuvant											
Phosphate	Dosage	0.02	0.03	0.06	0.08	0.09	0.10	0.12	0.15	0.18	
	Type	ARI	R	R	R	R	R	R	R	R	
	Indice d'efficacité	1.02	1.14	1.11	0.95	0.96	1.08	0.87	0.9	1.37	
Acide Oxalique	Dosage	0.03	0.06	0.09	0.12	0.15	0.18				
	Type	R	R	R	R	R	R				
	Indice d'efficacité	1.34	1.42	1.25	1.15	1.16	0.66				
EDTA	Dosage	0.02	0.03	0.04	0.08	0.10	0.12	0.13	0.15	0.18	0.20
	Type	ARI	R	R	R	R	R	R	R	R	R
	Indice d'efficacité	1.05	1.12	1.06	1.19	1.25	0.82	0.80	0.76	0.46	0.54
Citrates de Sodium	Dosage	0.02	0.03	0.04	0.05	0.06	0.08	0.09	0.10	0.12	0.15
	Type	R	R	R	R	R	R	R	R	R	R
	Indice d'efficacité	1.46	2.31	1.5	1.6	1.79	2.19	7.23	2.07	5.79	7.64
NPK	Dosage	0.03	0.06	0.09	0.12	0.15	0.18				
	Type	R	R	R	R	R	R				
	Indice d'efficacité	1.17	0.74	1.27	1.42	0.77	1.58				
Urée	Dosage	0.05	0.08	0.10	0.13	0.15	0.18	0.20	0.23	0.25	
	Type	ARI	ARI	ARI	ARI	R	R	ARI	RAI	A	
Amidon	Dosage	0.05	0.08	0.10	0.13	0.15	0.18	0.20	0.23	0.25	
	Type	R	ARI	ARI	RAI	ARI	ARI	RAI	A	ARI	
Cendre	Dosage	0.05	0.08	0.10	0.13	0.15	0.18	0.20	0.23	0.25	
	Type	ARI	ARI	ARI	R	ARI	ARI	ARI	R	R	
Chlorure de Sodium	Dosage	0.50	0.75	1.00	1.25	1.5	1.75	2.00	2.25	2.5	
	Type	ARI	ARI	ARI	ARI	A	A	A	A	A	
Chlorure de Magnésium	Dosage	0.50	0.75	1.00	1.25	1.5	1.75	2.00	2.25	2.5	
	Type	ARI	ARI	ARI	ARI	ARI	A	A	A	A	

R=retardateurs, RAI=retardateurs avec accélération initiale, A=accélérateurs, ARI=accélérateurs avec retardement initial

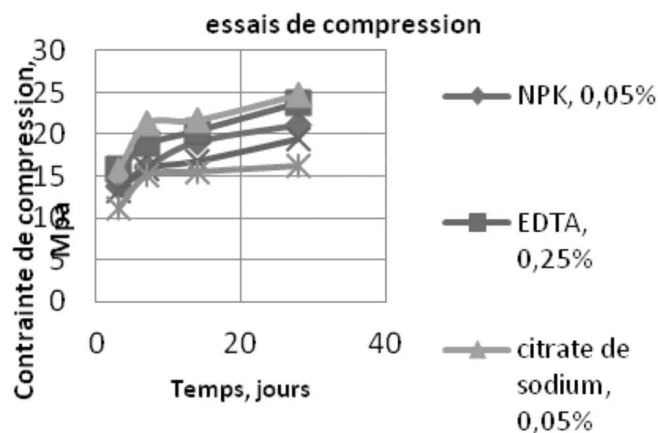
Tableau 4 : Dosages des produits.

Les mortiers confectionnés avec le citrate de sodium et l'EDTA possèdent la résistance à la flexion et à la compression les plus élevées par rapport aux mortiers de ciment pur, mais avec des coûts très élevés.

Par contre, les mortiers confectionnés avec de la cendre ou de l'amidon présentent une résistance plus faible par rapport aux mortiers de ciment pur.



**Figure 3 : Variation de la contrainte de flexion des échantillons avec des adjuvants purs.**



**Figure 4 : Variation de la contrainte de compression des échantillons avec des adjuvants purs.**

Le phosphate peut donc être utilisé comme produit de base pour l'élaboration des adjuvants retardateurs ou retardateurs avec accélération initiale en ajoutant d'autres produits (EDTA, acide oxalique, NPK et citrate de sodium), pouvant diminuer sinon annuler les effets nuisibles liés à la présence du phosphate dans le mortier ou béton.

Les dosages des mélanges étudiés sont indiqués dans le tableau 5.

Pour définir les mélanges pouvant jouer le rôle de retardateur ou de retardateur avec accélération initiale les critères de

Dosage en phosphate, %	EDTA					NPK			
	Dosage, %					Dosage, %			
0.05	0.05	0.07	0.09	0.11	---	---	---	---	
0.08	0.05	0.07	0.09	0.11	---	---	---	---	
0.10	0.05	0.07	0.09	0.11	---	---	---	---	
0.13	0.05	0.10	0.15	0.20	0.25	0.05	0.10	0.15	
0.15	0.05	0.10	0.15	0.20	0.25	0.05	0.10	0.15	
0.18	0.05	0.10	0.15	0.20	0.25	0.05	0.10	0.15	

Dosage en phosphate, %	Citrate de sodium					Acide oxalique				
	Dosage, %					Dosage, %				
0.05	0.03	0.05	0.07	0.09	---	---	---	---	---	
0.08	0.03	0.05	0.07	0.09	---	---	---	---	---	
0.10	0.03	0.05	0.07	0.09	---	---	---	---	---	
0.13	0.05	0.10	0.15	0.20	0.25	0.05	0.10	0.15	0.20	
0.15	0.05	0.10	0.15	0.20	0.25	0.05	0.10	0.15	0.20	
0.18	0.05	0.10	0.15	0.20	0.25	0.05	0.10	0.15	0.20	

**Tableau 5 : Dosages des mélanges d'adjuvants.**

sélection proposés sont : l'efficacité maximale du retardateur, le faible dosage total du mélange et le faible dosage de l'EDTA, de l'acide oxalique, du NPK et du citrate de sodium. Selon ces critères les mélanges des produits ont été sélectionnés à partir des essais de prise (tableau 5) pour subir les essais de flexion et de compression.

Les essais de compression effectués (figure 5) ont démontré que pratiquement toutes les éprouvettes confectionnées avec du ciment adjuvanté avec les différents mélanges (tableau 6, cellules grisées) ont les résistances de flexion et de compression supérieures à celles du ciment non adjuvanté.

mélange		efficacité	mélange		efficacité	mélange		efficacité	mélange		efficacité
Phosphate, %	EDTA, %		Phosphate, %	NPK, %		Phosphate %	Citrate de Na, %		Phosphate, %	Acide oxalique, %	
0.05	0.05	1.19	0.13	0.15	1.40	0.05	0.05	3.29	0.13	0.20	1.50
0.08	0.11	1.24	0.15	0.10	1.07	0.05	0.09	6.25	0.18	0.10	1.11
0.13	0.10	1.18	0.15	0.15	1.14	0.08	0.07	4.28	0.18	0.15	1.15
0.13	0.25	1.58	0.18	0.10	1.11	0.10	0.09	5.47			
0.15	0.15	1.21	0.18	0.15	1.20	0.13	0.20	6.97			
0.15	0.25	2.08				0.15	0.10	4.36			
0.18	0.10	1.79				0.18	0.15	6.24			

Tableau 6 : Les dosages des mélanges utilisés pour les essais de flexion et de compression.

## Essais de compression

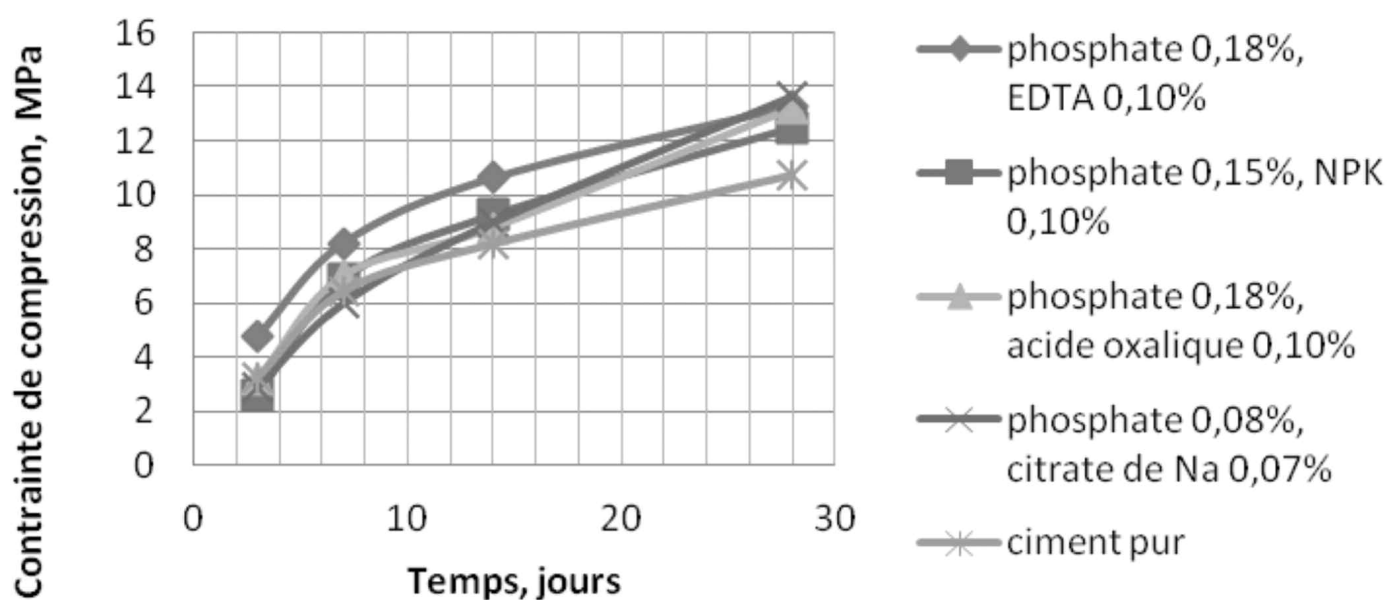


Figure 5 : Exemple des essais de compression pour les différents retardateurs proposés.



## CONCLUSION

L'objectif de cet article était de concevoir un retardateur à base de phosphate pouvant résoudre les problèmes liés au coût des adjuvants importés au Togo et dans ce but proposer des adjuvants confectionnés à base de produits disponibles localement et ayant des coûts financiers raisonnables.

Pour atteindre cet objectif, des séries d'essais avec des adjuvants purs et des mélanges élaborés ont été effectuées et selon les résultats obtenus, les produits suivants peuvent être recommandés comme retardateurs :

- phosphate (0.18%) dosé à 90g avec l'EDTA (0.10%) dosé à 50g par paquet de ciment,
- phosphate (0.15%) dosé à 75g avec le NPK (0.10%) dosé à 50g par paquet de ciment,
- phosphate (0.18%) dosé à 90g avec l'acide oxalique (0.10%) dosé à 50g par paquet de ciment,
- phosphate (0.08%) dosé à 40g avec le citrate de sodium (0.07%) dosé à 35g par paquet de ciment,

## BIBLIOGRAPHIE

- [1] PESCHARD A., 2003, Aspects physico-chimiques de l'interaction ciment-polysaccharides dans les enduits/Effet des polysaccharides sur l'hydratation du ciment, Thèse de doctorat, France, 214 p.
- [2] GROSSEAU P. et al, 2007, Impact of cellulose ethers on the C3S hydration, Communication : ICCI 2007, International Congress on the Chemistry of Cement, Montréal, Canada.
- [3] MIROLUBOV I., 1967, Résistance des matériaux, Science, Moscou, 4<sup>e</sup> édition, 484 p.
- [4] RATINOV V.B., ROZENBERG T.I., 1989, Ajouts au béton, Stroiizdat, Moscou, 189 p.
- [5] DUPAN R. et al, 2004, Granulats, sols, ciments et bétons, CASTELLA.
- [6] Fiche technique CIMBETON CB2, 1998, Constituants du béton « les adjuvants pour bétons, mortiers et coulis, CONSEILS.
- [7] Usherov-MarshaK A.V., 2006, Adjuvants au béton : progrès et problèmes, Matériaux de construction, vol. 10, pp. 8-12.