



HAL
open science

Comportement rhéo-mécanique des matériaux cimentaires adaptés pour une mise en place par impression 3D

Ilhame Harbouz

► **To cite this version:**

Ilhame Harbouz. Comportement rhéo-mécanique des matériaux cimentaires adaptés pour une mise en place par impression 3D. Génie civil. École centrale de Nantes; Université de Sherbrooke (Québec, Canada), 2022. Français. NNT : 2022ECDN0061 . tel-04030989

HAL Id: tel-04030989

<https://theses.hal.science/tel-04030989v1>

Submitted on 15 Mar 2023

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

THESE DE DOCTORAT DE

L'ÉCOLE CENTRALE DE NANTES
Et l'UNIVERSITÉ DE SHERBROOKE

ÉCOLE DOCTORALE N° 602
Sciences pour l'Ingénieur
Spécialité : Génie Civil

Par

Ilhame HARBOUZ

Comportement rhéo-mécanique des matériaux cimentaires adaptés pour une mise en place par impression 3D

Thèse présentée et soutenue à l'École Centrale de Nantes, le 06/12/2022

Unité de recherche : UMR 6183, Institut de Recherche en Génie Civil et Mécanique (GeM)

Rapporteurs avant soutenance :

Sébastien RÉMOND

Professeur des universités, Université d'Orléans (France)

Abdelhak KACI

Maitre de conférences, HDR, Université de Cergy Pontoise (France)

Composition du Jury :

Président : **Arnaud PERROT**

Professeur des universités, Université de Bretagne Sud (France)

Examineurs : **William WILSON**

Associate Professor, Université de Sherbrooke (Canada)

Laury BARNES-DAVIN

Directrice du Pôle scientifique, Groupe VICAT (France)

Dir. de thèse : **Ahmed LOUKILI**

Professeur des universités, Ecole Centrale de Nantes (France)

Dir. de thèse : **Ammar YAHIA**

Full Professor, Université de Sherbrooke (Canada)

Co-encadrant : **Emmanuel ROZIÈRE**

Professeur des universités, Ecole Centrale de Nantes (France)



اللهم لا علم لنا إلا ما علمتنا، إنك أنت العليم الحكيم،

اللهم علمنا ما ينفعنا، وانفعنا بما علمتنا، وزدنا علما





إلى من جرع الكأس فارغاً ليستقيني قطرة حب

إلى من حصد الأشواك عن دربي ليمهد لي طريق العلم



إلى

" أمي وأبي "

إلى

" جدتي الغالية "



REMERCIEMENTS

L'achèvement de ce travail mené sur plusieurs années procure une grande satisfaction. Il est l'occasion de se remémorer les différentes embûches qu'il a fallu surmonter mais surtout les personnes qui m'ont aidé et soutenu tout au long de ce parcours.

Tout d'abord, je tiens à remercier l'ensemble des membres de jury pour leur disponibilité, leur expertise et leurs précieux commentaires, qui ont été très utiles pour l'affinement de cette thèse.

Je tiens également à exprimer ma profonde reconnaissance à mes directeurs de thèse : Ahmed Loukili et Ammar Yahia, pour leur confiance, leur soutien indéfectible et leurs précieux conseils tout au long de ces années. J'associe à ces remerciements mon encadrant, Emmanuel Rozière, pour sa rigueur intellectuelle, sa disponibilité et son investissement dans ce projet.

Mes remerciements sont ensuite portés à l'équipe des techniciens de l'école Centrale de Nantes et de l'Université de Sherbrooke. Ce projet n'aurait pas abouti de la même façon sans l'aide précieuse de Mathias, Vincent, Manon, Masoud, Alexandre et Claude. Merci pour votre bonne humeur et pour toutes les blagues qui ont rendu le travail au laboratoire plus plaisant.

Mes remerciements vont aussi à mes amis et mes collègues au laboratoire. Je remercie Imane E., Faten, Reda, Abdelilah, Imane B. et Sonia, pour leur compagnie précieuse. Je n'oublie pas non plus Yousra, José, Asma, Yacine, Yosra, Aguiles, Tooran, Mohamed, Abdelraouf, Younes et Abdelmoujib. Merci pour tous les souvenirs que nous avons partagé ensemble au cours de ces années.

Merci à tous mes amis qui m'ont accompagné pendant cette aventure. Merci à Imane El., Nazih, Simo et Anass pour tous les moments que nous avons vécu ensemble, pour toutes les parties de cartes, les jeux de sociétés et les activités que nous avons faites ensemble pour oublier la charge stressante de la rédaction.

Je tiens à remercier toutes les personnes œuvrant dans l'ombre sans qui ce travail n'aurait jamais vu le jour.

Je ne pourrai être juste sans rendre compte de toute ma reconnaissance pour ma famille, qui a été une source de motivation et de réconfort tout au long de cette aventure. Merci à mes parents, à qui je serai toujours redevable pour leur soutien inestimable et leur confiance indéfectible dans mes choix. Merci à mes deux sœurs, pour leur encouragement et leur amour inconditionnel.

A tout ceux pour qui ma réussite compte,

Merci à vous tous !

Avec l'émergence des technologies de fabrication additive dans le secteur de la construction, l'impression 3D du béton a suscité une attention particulière en raison de son potentiel à modifier les pratiques de construction traditionnelles. Cette nouvelle méthode de construction offre des opportunités sans précédent pour augmenter la productivité et réduire l'impact environnemental du secteur de la construction. Malgré ces avantages, il existe encore plusieurs défis qui entravent son implémentation sur chantier, notamment le contrôle de la qualité, la conformité dimensionnelle, les joints froids, la qualité de l'interface entre les couches, etc. Ces différentes problématiques sont généralement reliées à la non-conformité du matériau vis-à-vis des exigences du processus de l'impression, associées principalement aux propriétés rhéo-mécaniques du matériau.

Le présent projet de doctorat vise à combler les lacunes dans les connaissances et la compréhension actuelles vis-à-vis de l'imprimabilité des matériaux cimentaires d'un point de vue 'matériau', ainsi que les paramètres d'impression sélectionnés dépendamment du comportement rhéologique du mélange d'un point de vue 'procédés'. Le projet exploite différentes approches de formulation afin d'identifier et comparer les différentes rhéologies adaptées à ce type de mise en place pour discerner les différents comportements rhéo-mécaniques des matériaux cimentaires imprimables des plus fluides au plus fermes. Les formulations imprimables développées ont été testées dans des expériences à petite et grande échelles sur deux procédés d'impression différents.

Mots clefs : Impression 3D, matériaux cimentaires, structuration, rhéologie, comportement mécanique.

ABSTRACT

With the emergence of additive manufacturing technologies in the construction industry, 3D printing concrete has gained particular attention due to its potential to transform traditional construction practices. This cutting-edge construction method offers unprecedented opportunities to increase productivity and reduce the environmental impact of the construction industry. Despite these advantages, there are still several challenges that hinder its implementation on-site, including quality control, dimensional compliance, cold joints, interlayer bonding quality, etc. Most of these challenges pertain to the non-conformity of the rheo-mechanical material properties with printing requirements.

The key objective of this research project is to fill in the gaps in the current knowledge and understanding of cement-based materials printing behavior from a material perspective while considering the effects of the printing parameters from a process standpoint. While using different mix design approaches, the project explores various rheologies adapted to extrusion-based 3D printing processes in order to assess the different rheo-mechanical behaviors of printable cement-based materials. The developed printable mix designs were tested in small and large-scale printing experiments with two different processes.

Keywords : 3D printing, cement-based materials, structuration, rheology, mechanical behavior.

TABLE DES MATIÈRES

REMERCIEMENTS	i
RÉSUMÉ	iii
ABSTRACT	iv
Liste des figures.....	ix
Liste des tableaux	xiii
Liste des symboles	xiv

INTRODUCTION

1. Introduction générale.....	2
2. Contexte de l'étude	3
2.1.Contexte historique.....	3
2.2.Contextes environnemental et économique.....	5
3. Problématique et objectifs	6
3.1.Problématique.....	6
3.2.Objectifs de la thèse	7
4. Méthodologie de recherche.....	7
5. Organisation de la thèse	8
Références.....	10

CHAPITRE 1. REVUE DE LA LITTERATURE

1. Impression 3D dans le secteur de la construction	12
1.1. Procédés de l'impression 3D	12
1.1.1.Impression 3D par extrusion du béton.....	13
1.1.2. Impression 3D par injection dans un lit de particules.....	14
1.1.3. Autres procédés.....	16
1.2. Exemples de projets	17
1.2.1.Murs structurels imprimés en 3D (XtreeE)	17
1.2.2.Extension d'hôtel imprimée en 3D (Total Kustom)	18
1.2.3.Pont pour vélos imprimé en 3D (BAM & TU/e).....	18
1.2.4.Puits imprimé en 3D (Groupe VICAT).....	19
1.3. Bilan	20
2. Matériaux cimentaires dédiés à l'impression 3D	20
2.1. Exigences du processus d'impression.....	20
2.1.1.Propriétés requises pour le transport et le pompage.....	20
2.1.2.Propriétés requises pour l'extrusion	22
2.1.3.Propriétés requises pour la constructibilité et la stabilité des couches	23
2.1.4.Bilan	25

2.2. Formulation de matériaux cimentaires imprimables.....	25
2.2.1.Approches de formulation.....	25
2.2.2.Composition et paramètres de formulation.....	27
3. Comportement des matériaux cimentaires dédiés à l'impression 3D ..	29
3.1. Comportement rhéologique des matériaux cimentaires dédiés à l'impression 3D	29
3.1.1.Viscosité.....	29
3.1.2.Seuil d'écoulement.....	30
3.1.3.Cinétique de structuration.....	30
3.2. Comportement mécanique des matériaux cimentaires imprimés	31
4. Synthèse bibliographique.....	33
Références.....	34

CHAPITRE 2. IMPRIMABILITÉ : MATÉRIAU VS. PROCÉDÉ

1. Introduction	40
2. Imprimabilité : aspect Matériau.....	41
2.1. De la non imprimabilité à l'imprimabilité.....	41
2.1.1.Programme expérimental	43
2.1.2.Résultats et discussions	53
2.1.3.Approche W.E.B d'optimisation	63
2.1.4.Conclusions.....	67
2.2. Imprimabilité : variabilité du processus et de l'échelle d'impression.....	69
2.2.1.Variabilité du processus.....	69
2.2.2.Échelle d'impression.....	70
3. Imprimabilité : aspect Procédé	71
3.1. Démarches de l'étude	72
3.2. Contrôle de la qualité - Paramètres d'impression	72
3.2.1.Hauteur initiale de la buse (Stand-off height)	72
3.2.2.Vitesse d'impression vs. débit d'extrusion.....	74
3.3. Contrôle de la qualité - Stratégies d'impression.....	75
4. Conclusions du chapitre	76
Références.....	77

CHAPITRE 3. STRUCTURATION DES MATÉRIEAUX CIMENTAIRES IMPRIMABLES

1. Introduction	82
2. Phases de structuration des matériaux cimentaires imprimables	83
2.1. Programme expérimental.....	83
2.1.1.Protocoles de mesures de la rhéologie oscillatoire.....	84
2.1.2.Protocoles de suivi de structuration par ondes ultrasonores	86

2.2. Phases de structuration	87
2.3. Effets de l'âge, de la dispersion et de l'historique de cisaillement sur les phases de structuration.....	89
2.3.1.Effets de l'âge et de la dispersion	89
2.3.2.Effet de l'historique du cisaillement.....	93
2.4. Conclusions	94
3. Contrôle de la qualité d'impression des matériaux cimentaires en condition d'écoulement et au repos.....	95
3.1. Cadre théorique.....	96
3.1.1.Comportement des matériaux cimentaires en condition d'écoulement.....	96
3.1.2.Constructibilité des matériaux cimentaires (Buildability)	97
3.1.3.Contrôle de la qualité d'impression	101
3.2. Méthodologie.....	104
3.2.1.Cycles d'hystérésis d'écoulement.....	105
3.2.2.Suivi d'évolution du seuil d'écoulement.....	107
3.2.3.Suivi d'évolution du module de stockage.....	108
3.2.4.Essais d'impression 3D.....	108
3.3. Résultats	108
3.3.1.Comportement des matériaux cimentaires imprimables sous écoulement	109
3.3.2.Comportement des matériaux cimentaires imprimables au repos	112
3.3.3.Contrôle de la qualité d'impression	115
3.4.Conclusions.....	119
4. Classification des matériaux cimentaires imprimables	120
5. Conclusions du chapitre	121
Références.....	122

CHAPITRE 4. IMPRIMABILITÉ DES MATERIAUX CIMENTAIRES FERMES : DE LA RHÉOLOGIE À LA MÉCANIQUE

1. Introduction	128
2. Imprimabilité des matériaux cimentaires fermes.....	129
2.1. Limites de la rhéométrie	129
2.2. Essai de compression uni-axiale « <i>squeeze test</i> »	130
2.2.1. <i>Squeeze test</i> et extrudabilité	134
2.2.2. <i>Squeeze test</i> et constructibilité	135
2.3.Évaluation de l'imprimabilité à l'aide du « <i>squeeze test</i> ».....	136
2.3.1.Programme expérimental	136

2.3.2. Résultats et discussions	140
2.4. Conclusions	146
3. Matériaux cimentaires imprimables : de la rhéologie à la mécanique	146
3.1. Démarches de l'étude	147
3.1.1. Préparation des éprouvettes	148
3.1.2. Essais mécaniques	149
3.2. Comportement mécanique des matériaux cimentaires imprimés en 3D	149
3.2.1. Stabilité dimensionnelle	149
3.2.2. Performance mécanique des éprouvettes imprimées	150
3.2.3. Modes de rupture	152
3.3. Conclusions	153
4. Conclusions du chapitre	154
Références	155

CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

1. Conclusions	160
2. Perspectives	163

ANNEXES	165
----------------------	------------

Liste des figures

Fig. 1 : Procédé d'impression 3D « <i>Contour Crafting</i> » [3].....	3
Fig. 2 : Évolution de la maîtrise de la rhéologie des matériaux cimentaires au fil du temps (reproduit de [6])	4
Fig. 3 : Schéma représentatif des principaux volets de recherche abordés dans la thèse	6
Fig. 4 : Programme expérimental de la thèse	8
Fig. 1. 1 : Schéma représentatif de la technique d'impression 3D par extrusion	13
Fig. 1. 2 : Schéma représentatif de la méthode d'impression 3D par injection dans un lit de particules [8]	15
Fig. 1. 3 : Principe du procédé de coffrage glissant : (a) Préparation du béton auto-plaçant à l'aide du retardateur de prise ; (b) Ajout d'accélérateur de prise (c) et (d) Contrôle de l'évolution de la rhéologie ; (e) Mise en forme par glissement du coffrage [11].....	16
Fig. 1. 4 : Le procédé d'impression 3D mis en place par <i>Soliquid</i> [12].....	17
Fig. 1. 5 : Mur imprimé en 3D [13]	18
Fig. 1. 6 : L'extension imprimée en 3D du <i>Lewis Grand Hôtel</i> [14]	18
Fig. 1. 7 : Pont imprimé en 3D [15]	19
Fig. 1. 8 : Puits imprimé en 3D [16].....	19
Fig. 1. 9 : Critères de l'imprimabilité d'un mélange [20].....	21
Fig. 1.10 : À gauche : bonne qualité d'extrusion du matériau ; à droite : mauvaise extrudabilité reflétée par une discontinuité de filament	23
Fig. 1.11 : Effet de la géométrie et de la forme de la buse sur la qualité d'impression [18,23].....	23
Fig. 1.12 : Cycle de restructuration de matériaux thixotropes [28]	24
Fig. 1.13 : Effet de l'accélérateur de prise sur la courbe de calorimétrie du ciment [33]	27
Fig. 1.14 : Composition du béton imprimé en comparaison avec le béton ordinaire (BO), le béton auto-plaçant (BAP) et le béton à haute performance (BHP) (reproduit de [37])	27
Fig. 1.15 : Processus itératif d'optimisation des formulations dédiées à l'impression	28
Fig. 1.16 : (a) variation du rapport eau/liant et la résistance à la compression et (b) la différence entre la résistance maximale et minimale des matériaux cimentaires imprimés [39].....	32
Fig. 2.1 : Propriétés intrinsèques des matériaux liés à l'ouvrabilité, l'extrudabilité et la constructibilité (WEB)	43
Fig. 2.2 : Aperçu général du programme expérimental.....	43
Fig. 2.3 : Approches de formulation d'un béton imprimable	44
Fig. 2.4 : Distribution granulométrique des poudres et du sable.....	45
Fig. 2.5 : Procédure de malaxage.....	47
Fig. 2.6 : À droite : la vis sans fin du système d'extrusion de l'imprimante. À gauche, l'imprimante 3D utilisée pour réaliser les essais d'impression.....	48
Fig. 2.7 : Le Rhéomètre <i>DHR2</i> et la géométrie de mesure utilisés.....	49
Fig. 2.8 : Courbe d'optimisation du protocole de mesure du seuil d'écoulement à différents temps de mesure et taux de cisaillement	50
Fig. 2.9 : Protocole expérimental du suivi de l'évolution du seuil d'écoulement	50

Fig. 2.10 : Phases de l'évolution du seuil d'écoulement selon Kruger et al. [9].....	51
Fig. 2.11 : Protocoles des tests de restructuration	52
Fig. 2.12 : Paramètres d'ouvrabilité des mélanges étudiés	55
Fig. 2.13 : Paramètres d'extrudabilité des mélanges étudiés.....	57
Fig. 2.14 : Courbes de balayage de déformation des mélanges étudiés.....	59
Fig. 2.15 : Courbes d'écoulement des mélanges d'eau, avec SP et VMA à des dosages faibles et élevés	61
Fig. 2.16 : Courbes d'évolution des propriétés élastiques des mélanges étudiés	63
Fig. 2.17 : Paramètres W.E.B des mélanges étudiés	65
Fig. 2.18 : Méthodologie de formulation de matériaux cimentaires imprimables	68
Fig. 2.19 : Plage d'ouvrabilité de matériaux cimentaires adaptés pour une mise en place par impression 3D	71
Fig. 2.20 : Variation de la qualité d'impression d'un mélange d'argile par ajustement des paramètres d'impression.....	71
Fig. 2.21 : Effet de la variation de la hauteur initiale de la buse sur la variation de la qualité d'impression du filament	73
Fig. 2.22 : Variation de la distance d'écartement de la buse causée par le tassement des couches imprimées	73
Fig. 2.23 : Variation de la qualité d'impression en fonction du choix de la vitesse d'impression et du débit d'extrusion.....	74
Fig. 2.24 : Différentes stratégies d'impression 3D [45]	75
Fig. 2.25 : Problèmes dus à un mauvais ajustement de vitesse de transition.....	76
Fig. 3.1 : Aperçu général du programme expérimental	84
Fig. 3.2 : Protocoles de balayage de déformation.....	85
Fig. 3.3 : Protocoles d'évaluation des effets de la dispersion sur la rigidification.....	86
Fig. 3.4 : Protocole d'évaluation de l'effet de l'historique de cisaillement sur la rigidification.....	86
Fig. 3.5 : Protocoles de suivi de structuration par ondes ultrasonores pour différentes échéances et historique de cisaillement	87
Fig. 3.6 : Évolution des modules en fonction du degré d'hydratation.....	88
Fig. 3.7 : (a) évolution des modules de stockage et de perte en fonction de l'amplitude de la déformation à l'âge de 10 min et de 2h. (b) Variation des signaux d'entrée et de sortie et des courbes L-B en fonction des déformations à 10 min et 2h	90
Fig. 3.8 : Variation de l'évolution des modules de stockage et de perte en fonction de l'amplitude de la déformation avant et après dispersion	92
Fig. 3.9 : Evolution du module de stockage (G') avant et après dispersion à 10, 15, 20 et 45 min.....	92
Fig. 3.10 : Evolution du comportement viscoélastique (E, G) après dispersion à 20, 60 et 90 min.....	93
Fig. 3.11 : Effet de l'historique de cisaillement sur l'évolution du module de stockage	94
Fig. 3.12 : Étapes du processus d'impression 3D par extrusion et paramètres associés	95
Fig. 3.13 : Schéma des mécanismes physico-chimiques du comportement en fonction du temps des matériaux cimentaires dans des conditions de cisaillement et de repos	100
Fig. 3.14 : Contrôle de la qualité de l'impression par le contrôle de l'évolution du comportement des matériaux cimentaires imprimables en fonction du temps	102
Fig. 3.15 : Représentation de l'indice (ϕ_{thix})	103

Fig. 3.16 : Représente de l'indice de thixotropie pour les différents procédés d'impression par extrusion, notamment (a) l'impression par extrusion gravitationnelle ; (b) l'impression par activation de la prise et (c) l'impression par briques infinies.	104
Fig. 3.17 : Courbes de régime permanent à différents âges	106
Fig. 3.18 : Protocole d'application des cycles de cisaillement.....	106
Fig. 3.19 : Variation des boucles d'hystérésis en fonction de la direction des courbes d'écoulement.....	107
Fig. 3.20 : Protocole des essais CSR.....	108
Fig. 3.21 : Boucles d'hystérésis d'écoulement des mortiers étudiés à 15 min et 60 min	110
Fig. 3.22 : Compétition entre la destruction par effet de dispersion (ligne pointillée) et la structuration par floculation (ligne en gras) des mélanges avec le temps.....	111
Fig. 3.23 : Évolution dans le temps des propriétés d'écoulement des mélanges étudiés.....	112
Fig. 3.24 : Ajustement des paramètres du modèle de Wang et al. [22] à partir des données expérimentales.....	112
Fig. 3.25 : Evolution en fonction du temps du :	115
Fig. 3.26 : Aperçu de la qualité d'impression des cylindres à 15, 30 et 45 min.....	117
Fig. 3.27 : Contrôle de la qualité de l'impression des mélanges à l'âge de 15, 30 et 45 min	117
Fig. 3.28 : Variation de la déformation tolérable en fonction du temps	118
Fig. 3.29 : Types de rupture dans les applications d'impression 3D par extrusion .	119
Fig. 3.30 : Variation du comportement des matériaux cimentaires imprimables	121
Fig. 4.1 : (a) Différents artefacts de mesures rhéométriques ; (b) Cisaillement provoquant des hétérogénéités dans le mélange.	130
Fig. 4.2 : Configurations géométriques du « <i>squeeze test</i> ».....	131
Fig. 4.3 : Profil classique charge-déformation des matériaux cimentaires obtenu par le « <i>squeeze test</i> » (Schéma reproduit de Cardoso et al. [12])	133
Fig. 4.4 : Récapitulatif de l'effet des paramètres du « <i>squeeze test</i> » sur le profil 'contrainte-déformation' des matériaux cimentaires (reproduit de [3,6,7,9,10,12,16,17]).....	133
Fig. 4.5 : Modes de rupture selon l'évolution de la contrainte induite par gravité en comparaison avec les contraintes ultimes élastique et plastique du matériau (reproduit de [22]).....	136
Fig. 4.6 : Aperçu général du programme expérimental.....	137
Fig. 4.7 : Valeurs d'affaissement des mortiers confectionnés après 10 min et 1h de malaxage.....	138
Fig. 4.8 : Dispositif du <i>squeeze test</i> développé à l'Université de Sherbrooke	139
Fig. 4.9 : Courbe de régression pour la détermination du seuil plastique K_i	139
Fig. 4.10 : Résultats des essais de compression uni-axiale	141
Fig. 4.11 : Evolution temporelle des réponses des mortiers M1 et M3 au <i>squeeze test</i>	142
Fig. 4.12 : À gauche, courbe de variation de la hauteur de la première couche au cours de l'impression. À droite, comparaison de l'évolution de la contrainte induite par gravité avec les contraintes ultimes (σ_{el} , σ_{pl}) des mortiers étudiés.....	144
Fig. 4.13 : (a) Rupture plastique du mortier M1 ; (b) Rupture par flambement élasto-plastique du mortier M3 (La ligne en pointillée limite les zones élastique et plastique).....	144
Fig. 4.14 : Profil de variation de la hauteur en fonction de la force normale au cours	

du <i>squeeze test</i> pour les échantillons monocouches et bicouches.....	145
Fig. 4.15 : Aperçu du programme expérimental	147
Fig. 4.16 : (a) Schéma de la trajectoire d'impression ; (b) Récapitulatif des essais mécaniques réalisés ; (c) Conservation des éprouvettes dans la salle humide ; (d) Échantillon prismatique utilisé pour les essais de compression de la phase 2; (e) Échantillons utilisés pour les essais de flexion.....	148
Fig. 4.17 : Variation des dimensions des éprouvettes imprimées des mortiers confectionnés.....	149
Fig. 4.18 : Résistances à la flexion des mortiers étudiés à 7 et 28 jours	150
Fig. 4.19 : Faciès de rupture lors de l'essai de flexion des éprouvettes imprimées des mortiers M1-V et M3	151
Fig. 4.20 : Résistances à la compression des mortiers étudiés à 7 et 28 jours	152

Liste des tableaux

Tableau 1.1 : Récapitulatif des exigences d'imprimabilité des matériaux cimentaires	25
Tableau 2.1 : Composition physicochimique du ciment CEM I 52,5 N et des ajouts cimentaires utilisés.....	45
Tableau 2.2 : Composition des formulations étudiées.....	46
Tableau 2.3 : Paramètres d'impression	48
Tableau 2.4 : Le module de stockage initial et les valeurs de déformation critique des mélanges étudiés.....	60
Tableau 2.5 : Temps d'ouvrabilité des mélanges.....	61
Tableau 2.6 : Résultats des essais d'impression des mélanges étudiés	65
Tableau 2.7 : Étapes d'impression, processus et propriétés intrinsèques requises des matériaux cimentaires connexes (reproduit de [37]).....	70
Tableau 2.8 : Formulation du mortier utilisé dans l'étude paramétrique.....	72
Tableau 2.9 : Caractéristiques du procédé d'impression utilisé.....	72
Tableau 3.1 : Différents comportements transitoires d'écoulement stable en fonction du taux de cisaillement appliqué et du temps de repos.....	98
Tableau 3.2 : Composition des mortiers étudiés.....	105
Tableau 3.3 : Paramètres d'écoulement des mélanges étudiés	109
Tableau 3.4 : Paramètres de structuration	114
Tableau 3.5 : Paramètres de rigidification	115
Tableau 3.6 : Récapitulatif des résultats des essais d'impression.....	116
Tableau 3.7 : Classification des matériaux cimentaires imprimables	121
Tableau 4.1 : Composition et cinétiques de structuration des mortiers étudiés	138
Tableau 4.2 : Paramètres inhérents au comportement élasto-plastique des mortiers étudiés.....	140
Tableau 4.3 : Paramètres d'impression reliés à l'ouvrabilité et l'extrudabilité des mortiers étudiés.....	143
Tableau 4.4 : Taux de perte de la résistance à la compression des éprouvettes imprimées à 7 et 28 jours.....	152
Tableau 4.5 : Modes de rupture des éprouvettes prismatiques imprimées suivant la direction de chargement	153
Tableau 5.1 : Synthèse globale de l'évaluation de l'imprimabilité des matériaux cimentaires	161

Liste des symboles

Paramètres WEB

- $\tau_{s,0}$ seuil d'écoulement statique initial [Pa];
- η_0 viscosité apparente initiale à $\dot{\gamma} = 0.01s^{-1}$ [Pa.min];
- A_{thix} taux de structuration [Pa/min];
- R taux de restitution de la viscosité apparente;
- G'_r taux de restructuration du module de stockage G' [Pa/min];
- R_{thix} taux de refloculation [Pa/min];
- E, G modules d'élasticité et de cisaillement [Pa];
- t_0 période d'ouvrabilité correspondante à la période dormante [min];
- α degré d'hydratation.

Propriétés d'écoulement du matériau

- $\tau_d(t)$ seuil d'écoulement dynamique [Pa];
- μ_p viscosité plastique [Pa.s];
- c indice de pseudo-plasticité, basé sur le modèle de Bingham Modifié [Pa.s²];
- β taux de structuration dynamique [Pa/min];
- $A_{breakdown}$ aire des courbes d'écoulement de déstructuration [Pa/s];
- $A_{buildup}$ aire des courbes d'écoulement de structuration [Pa/s];
- t_{fl} période de maintien d'ouvrabilité [min];
- $\dot{\gamma}_c$ taux de cisaillement critique au-delà duquel l'efficacité du cisaillement diminue [1/s];
- t_{trans} période de transition à partir duquel l'efficacité du cisaillement diminue [min].

Propriétés de structuration du matériau

- $\tau_s(t)$ seuil d'écoulement statique du matériau à l'instant t après le pré-cisaillement [Pa];
- $\tau_{d,eq}$ valeur d'équilibre du seuil dynamique déterminée à travers les mesures CSR [Pa];
- β_{eq} taux d'évolution de $\tau_{d,eq}$ [Pa/min];
- $\tau_{s,floc}$ seuil d'écoulement statique (Pa) du matériau après refloculation [Pa];
- t_{rf} période de refloculation [min];
- G Module élastique de cisaillement (Elastic Shear Modulus) [Pa];
- t'_c période pendant laquelle la structuration non linéaire se produit au repos [min] ;
- t_c période de transition entre les structurations linéaires et non linéaires [min] ($t_c = \min(t_{fl}, t'_c)$);
- $G'(t)$ module de stockage [Pa];
- G'_0 module de stockage initial [Pa];
- G'_{floc} module de stockage après la période de refloculation [Pa];

- γ_{lim} déformation maximale que le matériau imprimable peut tolérer avant la rupture.

Paramètres d'impression

- $P_{pump/extrusion}$ pression de pompage/extrusion [bar];
- $h(t)$ hauteur de l'objet imprimé pendant le temps d'impression 't' [m];
- τ_{requis} contrainte induite par le poids des couches imprimées [Pa];
- ρ densité du matériau imprimable [kg/m^3];
- h_{design} hauteur de la couche d'impression [m];
- w_{design} largeur de la couche d'impression [m].

Paramètres de rupture

- w_c largeur critique provoquant l'instabilité de la structure imprimée [m];
- h_c hauteur critique à partir duquel on s'attend à un flambement de l'objet imprimé [m].

Paramètres du squeeze test

- h/R rapport géométrique entre la variation de la hauteur et le rayon de l'échantillon au cours de l'essai ;
- F^* force de compression réduite [kPa] ;
- C cohésion apparente [kPa];
- H_0 hauteur initial de l'échantillon [mm];
- K_i seuil plastique [Pa];
- $\sigma_{el}, \epsilon_{el}$ contrainte ultime élastique et la déformation correspondante [kPa, -];
- E_{el} module élastique mesuré par le squeeze test [kPa];
- $\sigma_{pl}, \epsilon_{pl}$ contrainte ultime plastique et la déformation correspondante [kPa, -];
- σ_c capacité ultime de rétention du matériau imprimable [kPa].

INTRODUCTION

1. Introduction générale

Avec l'avènement du *Building Information Modeling* (BIM), une nouvelle forme de construction écologique, économique, créative et plus rapide est apparue. Grâce à cette technologie, il est devenu possible de construire des éléments structurels, des ouvrages d'art et des bâtiments au moyen d'une impression 3D. Selon une étude menée par *Contour Crafting* à l'Université de Californie du Sud, il est établi que l'usage de cette technologie de construction peut réduire les émissions de CO₂ de 75 % et la consommation d'énergie grise de 50 % [1]. De plus, la diminution remarquable des déchets rend l'utilisation de cette technologie très attractive, dans un monde où les questions socio-environnementales sont au cœur des débats de tout secteur.

À présent, de nombreux fabricants d'imprimantes 3D ont vu le jour, afin de révolutionner les techniques de production et de construction. Bien que plusieurs vitrines de structures imprimées en 3D de béton soient exposées dans le monde entier, de nombreux défis subsistent au niveau du déploiement de cette technologie, allant de la formulation de matériaux adaptés aux exigences du processus, jusqu'aux effets de l'impression sur les propriétés mécaniques et de durabilité des éléments imprimés. Toutefois, comme l'impression 3D du béton fait appel à la fois à de nouvelles technologies et à des théories établies, en plus des problématiques connues liées au matériau lui-même (ressuage, ségrégation, fissuration, etc.), de nouveaux obstacles apparaissent liés au processus. En réalité, ces processus de construction impliquent une certaine complexité de formulation, qui se présente sous la forme d'un grand nombre d'exigences simultanées difficiles à satisfaire. Le domaine restreint des propriétés admises a des conséquences sur le comportement rhéo-mécanique des matériaux cimentaires utilisés. Une compréhension approfondie des leviers qui permettent de contrôler ces propriétés est donc indispensable pour l'utilisation future de cette technologie sur le terrain.

L'enjeu initial de cette recherche consiste à discerner les différents comportements rhéologiques qui peuvent se présenter lors de l'impression, ainsi que les conséquences inhérentes à la stabilité des éléments imprimés et leur performance mécanique globale. L'étude expérimentale se base sur un ensemble de matériaux cimentaires imprimables de compositions et de propriétés très diverses, allant des plus fluides aux plus fermes. Avant d'aborder la problématique et les principaux objectifs de cette thèse, il est nécessaire

d'acquérir une vision globale du contexte historique, environnemental et économique de cette technologie, justifiant ainsi l'intérêt qui lui est porté.

2. Contexte de l'étude

2.1. Contexte historique

Les premiers procédés de construction par impression 3D ont vu le jour vers 1990 aux États-Unis, lorsque le professeur Behrokh Khoshnevis de l'Université du Sud de la Californie a eu l'idée d'imprimer en 3D un mur en béton. Il a en effet mis au point une imprimante 3D de type dépôt de matière fondue (*Fused Deposition Modeling*), montée sur un bras robotisé qui, au lieu d'extruder du plastique, crée des couches de béton selon un modèle 3D [2]. Véritable innovation dans le domaine de la construction, cette technologie nommée *Contour Crafting*, fait révolution et marque ainsi le début de l'impression 3D dans le secteur de la construction. Il s'agit d'un procédé par lequel le matériau est déposé en multicouches selon un modèle tridimensionnel, afin de créer des structures à grande échelle. Des rails installés autour du terrain de construction font office de portique pour diriger le bras robotisé (cf. **Fig. 1**). Ce dernier glisse en avant et en arrière pour appliquer, couche par couche, du béton. Sur le côté et au-dessus de la buse sont fixées des truelles qui viennent aplatir les couches extrudées et garantir une stabilité suffisante.



Fig. 1 : Procédé d'impression 3D « *Contour Crafting* » [3]

En raison de l'absence de coffrage, un béton ordinaire n'aurait pas pu être utilisé, puisqu'il n'aurait pas pu supporter son propre poids. En effet, le matériau utilisé doit maintenir une stabilité suffisante au fur et à mesure du dépôt des couches. C'est donc un béton à faible affaissement et une cinétique de structuration optimisée qui est employé

dans cette méthode. De là nait l'importance de la maîtrise du comportement rhéologique des matériaux cimentaires destinés à de semblables applications.

Au fil du temps, on peut distinguer quatre époques illustrant les progrès réalisés dans la maîtrise de la rhéologie des matériaux cimentaires (cf. **Fig. 2**). Le béton était considéré longtemps un matériau granulaire nécessitant des outils rudimentaires (pelle, dame, râteau, pique, etc.) pour sa mise en œuvre dans le domaine de la construction jusqu'à l'apparition des premiers plastifiants en 1940, qui ont introduit les méthodes de vibration et de pompage du béton [4]. Vers la fin du XXème siècle, les superplastifiants ont vu le jour, avec l'avènement des bétons à hautes performances et des bétons autoplaçants. Ces dernières années, l'implantation de la robotisation dans le secteur du BTP a fait apparaître la notion de la prise à la demande, qui a donné naissance à un nouveau type de béton : le « *Digital Concrete* ». Chaque transition technologique est liée à des progrès dans la compréhension de la rhéo-physique des matériaux cimentaires [5]. Dans le cadre de ces explorations en cours, la principale quête de l'impression 3D du béton est de pouvoir ajuster les propriétés intrinsèques des matériaux cimentaires de façon à garantir à la fois les exigences des procédés d'impression et la performance globale souhaitée des structures.

1850 – 1940 : matériau granulaire	1940 – 1990 : matériau plastique	1990 – 2010 : matériau fluide	2010 – 2022 : Smart concrete
<p>Outils : Pelle – dame – râteau – pique</p> 	<p>Outils : Vibration – Tremis – Pompe</p> <p>Introduction des premiers plastifiants</p> 	<p>Outils: moule, coffrage</p> <p>Introduction des superplastifiants</p> 	<p>Outils : Robots, imprimante 3D, etc.</p> <p>Maîtrise de la rhéologie dans le temps</p> 

Fig. 2 : Évolution de la maîtrise de la rhéologie des matériaux cimentaires au fil du temps (reproduit de [6])

2.2. Contextes environnemental et économique

A l'heure actuelle, le monde connaît une très grande vague de croissance urbaine. Plus de la moitié de la population mondiale est aujourd'hui concentrée dans les zones urbaines. Il est projeté que d'ici 2060, les deux tiers de la population de 10 milliards d'habitants vivront dans les villes [7]. Pour faire face à cette croissance rapide, 230 milliards de m² au parc immobilier mondial seraient nécessaires. Cela équivaut à ajouter une ville de New York chaque mois pendant 40 ans. Ce nouveau parc immobilier doit être conçu pour répondre aux normes "zéro carbone net" [7]. Rappelons qu'à l'échelle mondiale, le secteur de la construction est responsable d'impacts environnementaux considérables, tels que 40 % de consommation d'énergie, 40 % de production de déchets solides et 38 % des émissions de gaz à effet de serre [8]. Les préoccupations croissantes de la société en matière de développement durable favorisent ainsi l'émergence de processus de construction innovants qui permettent de minimiser les impacts environnementaux. En particulier, des procédés de fabrication additive ont été associés à une fabrication rentable qui réduit la consommation d'énergie, les besoins en ressources et les émissions de CO₂ au cours du cycle de vie du produit, notamment l'impression 3D qui promet de nombreux avantages dans ce contexte [9,10]. Celle-ci offre un potentiel important pour réduire la consommation des matières premières. En effet, l'impression 3D n'utilise que la matière dont elle a besoin en venant la déposer couche par couche. Par conséquent, le taux de production des déchets est également réduit [11]. Ces avantages environnementaux ont conféré à l'impression 3D le label de technologie « verte ». Toutefois, la consommation excessive du ciment dans la formulation des matériaux dédiés à ces techniques de construction remet en cause ce label.

Grâce à l'impression 3D, il est devenu plus facile de mettre en place des caractéristiques structurelles et fonctionnelles, très précises et complexes dans le bâtiment, y compris la ventilation, la plomberie et le câblage. Cette technologie permettrait ainsi de raccourcir les délais de construction, de minimiser les risques d'erreurs et d'augmenter le niveau de sécurité et de réduire la pénibilité des projets de construction. Compte tenu de sa rapidité et de son coût de production modéré, l'impression 3D génère un gain économique considérable par rapport aux méthodes de construction conventionnelles, grâce à la réduction du coût de coffrage qui représente jusqu'à 50% du coût global de projet [12], ce qui explique ainsi l'intérêt majeur porté à cette technologie.

3. Problématique et objectifs

3.1. Problématique

À la lumière des informations rapportées précédemment, l'implémentation de l'impression 3D dans le secteur de la construction se justifie à différents niveaux. Cela permettrait de réduire l'impact environnemental du secteur sans avoir à décélérer le taux de construction. Ainsi, pour atteindre un tel objectif, il faudra tout d'abord évaluer les effets des procédés d'impression sur le comportement du matériau afin de s'assurer de la performance globale requise des structures imprimées. Compte tenu de la nouveauté de cette technique de construction, il n'existe pas encore de normes qui définissent les critères d'acceptation d'un mélange vis-à-vis du processus d'impression 3D, ni les paramètres d'impression à utiliser pour une formulation donnée. Ce travail s'inscrit dans ce cadre et se veut être une contribution à la mise en place d'une méthodologie de l'évaluation de l'imprimabilité des matériaux cimentaires à partir d'une étude basée sur l'interaction entre la formulation, la réponse rhéologique et le comportement mécanique des matériaux cimentaires imprimables (cf. **Fig. 3**).

Les résultats de cette thèse devraient faciliter l'optimisation de formulations destinées à une mise en place par impression 3D, ainsi que le choix des paramètres d'impression adaptés à leur rhéologie. Ce projet de recherche vise également à établir une compréhension fondamentale des origines des instabilités qui peuvent se produire lors de l'impression, et les bases nécessaires à un meilleur contrôle de la qualité de l'impression permettant d'atteindre ainsi les performances ciblées des structures imprimées.

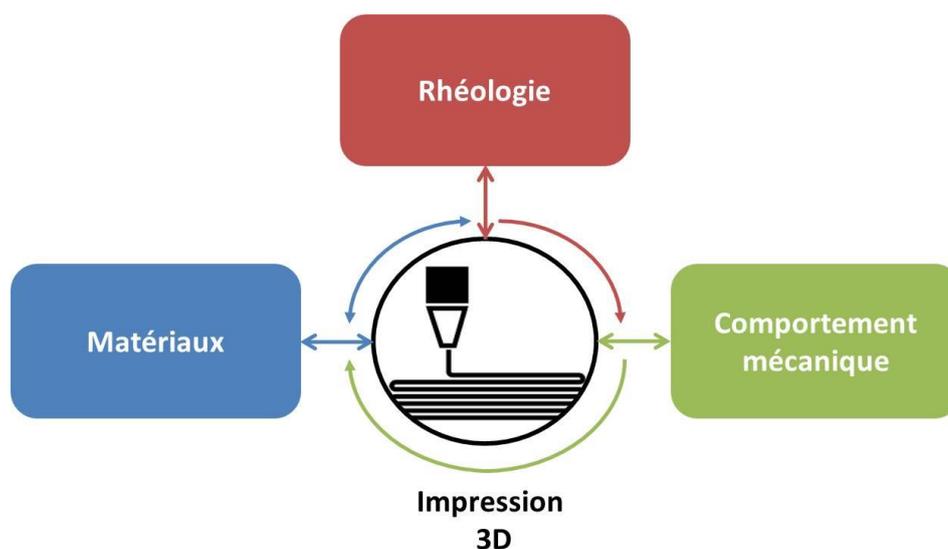


Fig. 3 : Schéma représentatif des principaux volets de recherche abordés dans la thèse

3.2. Objectifs de la thèse

Contrairement aux méthodes de construction traditionnelles, le procédé d'impression 3D s'appuie uniquement sur la résistance structurelle du matériau à court terme pour assurer sa stabilité, sans avoir recours au coffrage. Ceci rend le contrôle des propriétés à l'état frais du matériau crucial pour assurer son imprimabilité. Dans ce contexte, différentes approches sont adoptées afin de caractériser l'évolution de l'hydratation et des propriétés rhéologiques et mécaniques permettant de surmonter les difficultés liées à l'absence du coffrage. L'objectif principal de cette thèse est de proposer une approche rationnelle pour la formulation des matériaux cimentaires adaptés pour une mise en place par impression 3D, ainsi que de déterminer les paramètres d'impression à utiliser en fonction de la rhéologie du mélange. Cette thèse vise également à étudier le comportement rhéomécanique de ces matériaux.

Afin de pouvoir atteindre cet objectif, des objectifs spécifiques ont été fixés et sont présentés comme suit :

- Identifier les propriétés intrinsèques du matériau déterminant son imprimabilité et définir le cahier des charges pour l'impression 3D par extrusion des matériaux cimentaires ;
- Évaluer l'effet de la variation des paramètres d'impression sur la qualité de l'impression pour une rhéologie donnée ;
- Étudier la structuration des matériaux cimentaires adaptés pour une mise en place par impression 3D, en considérant les effets de l'âge et de l'historique de cisaillement ;
- Distinguer les différents comportements rhéomécaniques des matériaux cimentaires imprimables et évaluer les différents modes de rupture correspondants.

4. Méthodologie de recherche

Le présent projet de recherche s'inscrit dans le cadre d'une cotutelle entre le laboratoire de recherche sur le ciment et le béton du département de génie civil et du génie du bâtiment de *l'Université de Sherbrooke* et le laboratoire de l'Institut de Recherche en Génie Civil et Mécanique de *Centrale Nantes*. Cette collaboration vise à regrouper les expertises de ces deux laboratoires notamment la rhéologie et le comportement mécanique des matériaux cimentaires. Le programme de recherche est subdivisé en quatre phases expérimentales illustrées dans la **Fig. 4**. Les deux premières phases sont réalisées à

l'aide d'une imprimante 3D à échelle réduite et les deux dernières sont menées au moyen d'une imprimante à grande échelle. Compte tenu de la variabilité des procédés d'impression utilisés dans le cadre de cette étude, différentes formulations sont étudiées, allant des plus fluides aux plus fermes. Cela a permis de distinguer entre les différents comportements rhéo-mécaniques qui peuvent se présenter lors du processus de l'impression.

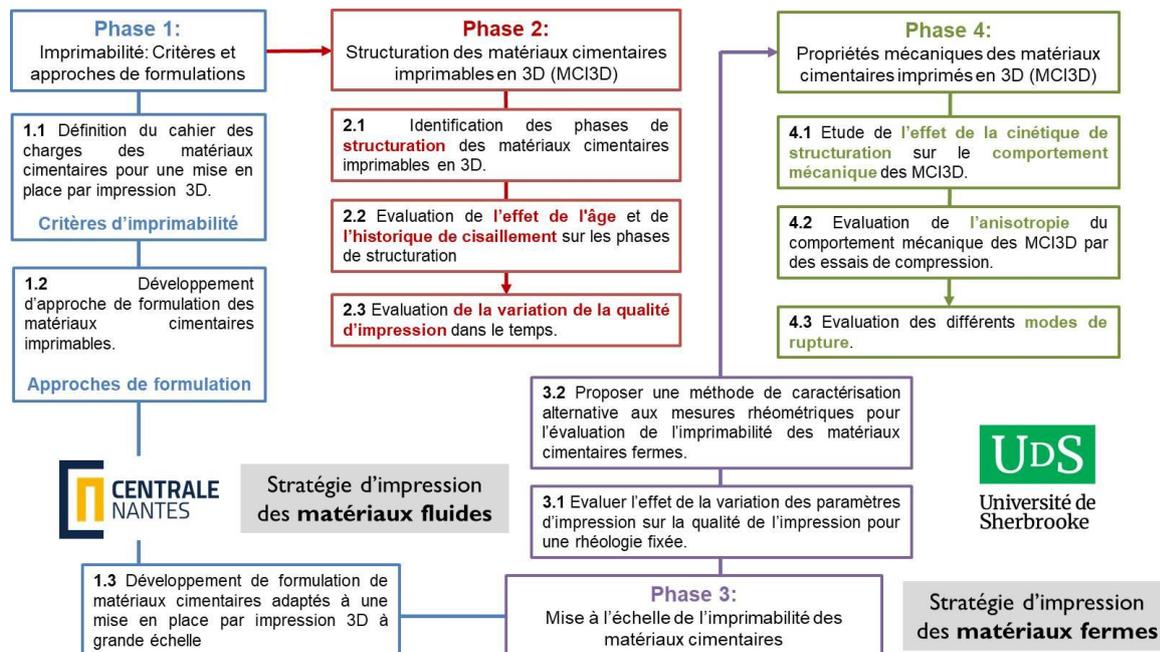


Fig. 4 : Programme expérimental de la thèse

5. Organisation de la thèse

Ce mémoire est composé principalement de quatre chapitres structurés comme suit :

- Le **CHAPITRE 1** présente une revue de la littérature et résume l'état de l'art des connaissances sur les procédés d'impression, les exigences d'imprimitabilité des matériaux cimentaires ainsi que les approches de formulation adoptées. Ce chapitre est articulé en plusieurs parties qui abordent les notions de base de cette étude et seront autant de ressources pour l'analyse ultérieure des résultats. Une synthèse bibliographique des travaux menés sur l'impression 3D par extrusion des matériaux cimentaires est par la suite présentée. Ceci a pour objectif de définir les points nécessitant une étude approfondie, dans le but de contribuer à l'avancement de la maîtrise du comportement rhéo-mécanique des matériaux cimentaires destinés à une mise en place par impression 3D.
- Le **CHAPITRE 2** vise à établir le lien entre les propriétés intrinsèques des matériaux

cimentaires et les exigences du processus d'impression 3D afin de proposer une approche rationnelle d'optimisation de formulations imprimables. Ce chapitre est organisé en deux parties : la première aborde les aspects inhérents au 'matériau' tandis que la seconde se focalise sur la qualité de l'impression du point de vue 'procédé'.

- Le **CHAPITRE 3** s'intéresse à la compréhension de la physique des processus d'impression 3D à travers l'étude du comportement des matériaux cimentaires imprimables au cours du temps de l'état frais à l'état durci, et l'évaluation de la transition entre les états fluide et solide.
- Le **CHAPITRE 4** est dédié à l'évaluation de l'imprimabilité des matériaux cimentaires fermes à travers une méthode de caractérisation alternative aux mesures rhéométriques. Ce chapitre étudie le comportement élasto-plastique de ces matériaux en se focalisant sur les aspects d'extrudabilité, de constructibilité, ainsi que la qualité d'interface inter-couche et la performance mécanique globale à long terme.

Enfin, une synthèse globale de la thèse est présentée, faisant ressortir les principaux résultats et les conclusions qui en découlent. Une ouverture vers de nouvelles perspectives de recherche est présentée également.

Références

- [1] Batiprint3D, « Dossier thématique fabrication additive », septembre 2017. <https://www.ouest-valorisation.fr/wp-content/uploads/2018/08/THEMATIC-DOSSIER-3D-PRINTING.pdf> (consulté le 20 mai 2020).
- [2] B. Khoshnevis, « Automated construction by contour crafting—related robotics and information technologies », *Automation in Construction*, vol. 13, n° 1, p. 5-19, janv. 2004, doi: 10.1016/j.autcon.2003.08.012.
- [3] M. R. Khorramshahi et A. Mokhtari, « Automatic Construction by Contour Crafting Technology », *Emerging Science Journal*, vol. 1, n° 1, p. 28-33, juill. 2017, doi: 10.28991/esj-2017-01113.
- [4] P.-C. Aïtcin, « Cements of yesterday and today: Concrete of tomorrow », *Cement and Concrete Research*, vol. 30, n° 9, p. 1349-1359, sept. 2000, doi: 10.1016/S0008-8846(00)00365-3.
- [5] P. Arnaud, *Impression-3D-du-béton_Perrot.pdf*. 2019.
- [6] A. Perrot, « Formation doctorale SPI: Rhéologie avancée des matériaux cimentaires », 2019.
- [7] « Why The Building Sector? – Architecture 2030 ». https://architecture2030.org/buildings_problem_why/ (consulté le 2 mars 2020).
- [8] G. De Schutter, K. Lesage, V. Mechtcherine, V. N. Nerella, G. Habert, et I. Agustí-Juan, « Vision of 3D printing with concrete — Technical, economic and environmental potentials », *Cement and Concrete Research*, vol. 112, p. 25-36, oct. 2018, doi: 10.1016/j.cemconres.2018.06.001.
- [9] M. R. M. Saade, A. Yahia, et B. Amor, « How has LCA been applied to 3D printing? A systematic literature review and recommendations for future studies », *Journal of Cleaner Production*, vol. 244, p. 118803, janv. 2020, doi: 10.1016/j.jclepro.2019.118803.
- [10] K. Kuzmenko, N. Ducoulombier, A. Feraille, et N. Roussel, « Environmental impact of extrusion-based additive manufacturing: generic model, power measurements and influence of printing resolution », *Cement and Concrete Research*, vol. 157, p. 106807, juill. 2022, doi: 10.1016/j.cemconres.2022.106807.
- [11] Y. Yao, M. Hu, F. D. Maio, et S. Cucurachi, « Life cycle assessment of 3D printing geo-polymer concrete: An ex-ante study », *Journal of Industrial Ecology*, vol. 24, n° 1, p. 116-127, 2020, doi: 10.1111/jiec.12930.
- [12] V. N. Nerella, M. Krause, M. Näther, et V. Mechtcherine, « Studying printability of fresh concrete for formwork free Concrete on-site 3D Printing technology (CONPrint3D) », p. 11, mars 2016.

REVUE DE LA LITTÉRATURE

Sommaire

1. Impression 3D dans le secteur de la construction.....	12
1.1. Procédés de l’impression 3D	12
1.1.1. Impression 3D par extrusion du béton.....	13
1.1.2. Impression 3D par injection dans un lit de particules.....	14
1.1.3. Autres procédés	16
1.2. Exemples de projets	17
1.2.1. Murs structurels imprimés en 3D (XtreeE)	17
1.2.2. Extension d’hôtel imprimée en 3D (Total Kustom)	18
1.2.3. Pont pour vélos imprimé en 3D (BAM & TU/e).....	18
1.2.4. Puits imprimé en 3D (Groupe VICAT)	19
1.3. Bilan.....	20
2. Matériaux cimentaires dédiés à l’impression 3D.....	20
2.1. Exigences du processus d’impression.....	20
2.1.1. Propriétés requises pour le transport et le pompage	20
2.1.2. Propriétés requises pour l’extrusion	22
2.1.3. Propriétés requises pour la constructibilité et la stabilité des couches	23
2.1.4. Bilan.....	25
2.2. Formulation de matériaux cimentaires imprimables	25
2.2.1. Approches de formulation	25
2.2.2. Composition et paramètres de formulation.....	27
3. Comportement des matériaux cimentaires dédiés à l’impression 3D.....	29
3.1. Comportement rhéologique des matériaux cimentaires dédiés à l’impression 3D	29
.....	29
3.1.1. Viscosité	29
3.1.2. Seuil d’écoulement	30
3.1.3. Cinétique de structuration.....	30
3.2. Comportement mécanique des matériaux cimentaires imprimés	31
4. Synthèse bibliographique.....	33
Références.....	34

L'impression 3D du béton gagne rapidement en popularité dans l'industrie de la construction. Celle-ci offre de nombreux avantages en créant des formes complexes sans avoir recours au coffrage, réduisant ainsi le coût des projets de construction. Plusieurs projets sont actuellement en cours dans le monde à un rythme accéléré pour tester la viabilité de cette technologie. Cette innovation, qui va d'un simple modèle 3D à une exécution par dépôt de couches, jusqu'à la construction des ouvrages par un simple clic, présente de nombreux défis. Ces derniers vont de l'adaptation du design aux capacités de fabrication, de la compatibilité des matériaux avec les exigences des procédés, à l'évaluation de la performance globale des structures.

Afin de mieux appréhender cette technologie, un bref aperçu de l'état de l'art est présenté dans ce chapitre. Dans un premier temps, nous présenterons les différentes techniques d'impression 3D dans l'industrie de la construction, ainsi que les projets phares réalisés. Ensuite, l'accent sera mis sur les procédés d'impression 3D par extrusion, en précisant les différents paramètres qui entrent en jeu lors de la formulation et au cours de l'impression. Une analyse bibliographique des formulations utilisées et le comportement mécanique qui en résulte est établie.

Ces éléments bibliographiques permettront d'aborder les questions liées à la détermination des relations entre l'imprimabilité des matériaux cimentaires et la rhéologie d'une part, et la performance mécanique structurelle à long terme d'autre part.

1. Impression 3D dans le secteur de la construction

1.1. Procédés de l'impression 3D

Bien que pratiquement toutes les structures et formes structurelles peuvent être produites par les techniques standards de construction (malaxage, coffrage et mise en place manuelle in situ du béton), divers procédés de construction ont été développés pour répondre à un certain niveau de complexité géométrique, à la cadence des projets de construction, à la logistique sur chantier et à la qualité et aux problèmes de main-d'œuvre [4]. L'impression 3D du béton est l'une des techniques de la fabrication additive où la construction se fait par dépôt de matériau couche par couche. Les procédés les plus couramment utilisés dans l'industrie de la construction sont présentés dans ce qui suit.

1.1.1. Impression 3D par extrusion du béton

a) Présentation du procédé

La méthode de l'impression la plus utilisée et la plus développée dans l'industrie de la construction est celle reposant sur le principe d'extrusion de la matière. Dans ce procédé, le béton est acheminé à travers une pompe ou par pression d'air jusqu'à son extrusion à travers la buse et son dépôt par couches successives (cf. **Fig. 1.1**). Ce dépôt en multicouche suit une trajectoire définie par les commandes de pilotage du procédé d'impression utilisé. Il existe en réalité trois systèmes de pilotage : les systèmes robotisés, les portiques et la grue. Ces trois systèmes sont déjà utilisés avec succès, mais chacun a ses propres avantages et ses limites. En effet, le portique, qui est techniquement considéré aussi comme un type de grue, est limité dans sa verticalité en raison de sa limite en hauteur, tandis que la grue peut être ajustée pour atteindre des hauteurs supérieures. Cependant, les deux systèmes sont généralement limités à quatre degrés de libertés (ddl), à savoir la hauteur, la largeur, la profondeur et la rotation de la buse autour de l'axe vertical. Les systèmes robotisés, par ailleurs, permettent une impression à six ddl, ajoutant deux ddl rotatifs à celles des systèmes en portique et à grue. Cependant, l'espace de mobilité des systèmes robotisés étant limité, des difficultés de mise à l'échelle peuvent se présenter [5].

Les procédés d'impression par extrusion se distinguent également par les dispositifs de transport et d'extrusion, ainsi que la géométrie et la forme de la buse utilisée. Ceci induit une variation des propriétés requises des matériaux imprimables en fonction des spécificités techniques des procédés. Ces exigences d'imprimabilité feront l'objet de la seconde partie de cet état de l'art.

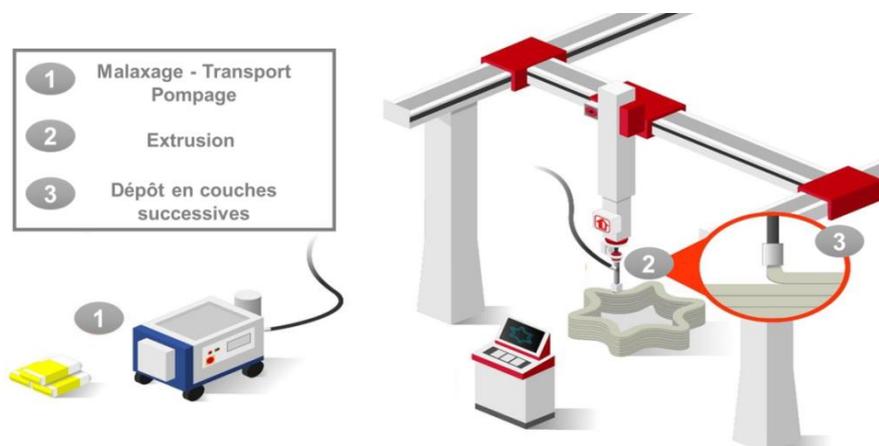


Fig. 1.1 : Schéma représentatif de la technique d'impression 3D par extrusion (système en portique) [6]

b) Avantages et inconvénients du procédé

Les procédés d'impression par extrusion ouvrent des possibilités infinies pour la conception architecturale et permettent de s'adapter à des projets de construction complexes (ex. projets de réparation de zones difficilement accessibles). Cette versatilité permet d'envisager l'impression de structures complexes, permettant ainsi de répondre aux enjeux futurs de la construction [7].

En revanche, la stabilité globale des éléments imprimés est remise en cause en raison de l'absence du coffrage, de la formation de joints froids et de l'exposition aux conditions environnementales du milieu ambiant (température, vent, etc.). De plus, afin d'améliorer la résistance en traction des éléments imprimés en 3D, la mise en place des armatures doit être repensé au cours de l'impression [4], ce qui pourra limiter les déplacements de la buse.

c) Enjeux du procédé

Certes, les procédés d'impression 3D par extrusion présentent de nombreux avantages pour l'industrie de la construction, mais étendre son utilisation dans le secteur de la construction de manière durable nécessite de repenser les méthodes et les matériaux traditionnellement utilisés. En réalité, le principal enjeu est de réaliser des constructions aussi résistantes et durables qu'avec du béton armé traditionnel. En outre, plusieurs compromis sont à prendre en considération lors de la mise en place par impression 3D, ce qui limite la gamme des matériaux utilisés.

1.1.2. Impression 3D par injection dans un lit de particules

a) Présentation du procédé

L'impression 3D par injection dans un lit de particules est le moyen privilégié pour la fabrication des objets complexes, nécessitant un certain degré de précision, que ce soit en les imprimant directement, ou par impression du coffrage dans lequel ils vont être coulés par la suite. Ce processus d'impression se compose de 2 étapes répétitives. La première étape consiste à déposer une couche de particules sèches. La seconde étape consiste en une injection sélective d'un fluide sur le lit de particules au moyen d'une tête d'impression ou d'une buse pour assurer la liaison entre les particules [8]. Les particules non liées sont éliminées par la suite [9]. Dépendamment des matériaux utilisés pour ce processus d'impression, on distingue entre trois différentes techniques représentées dans la **Fig. 1.2**. Pour les matériaux cimentaires, seules les deux premières méthodes sont utilisées : soit

utiliser du ciment et des agrégats sous forme de lit de poudre et injecter de l'eau ou un liant, soit injecter de la pâte de ciment dans un lit d'agrégat.

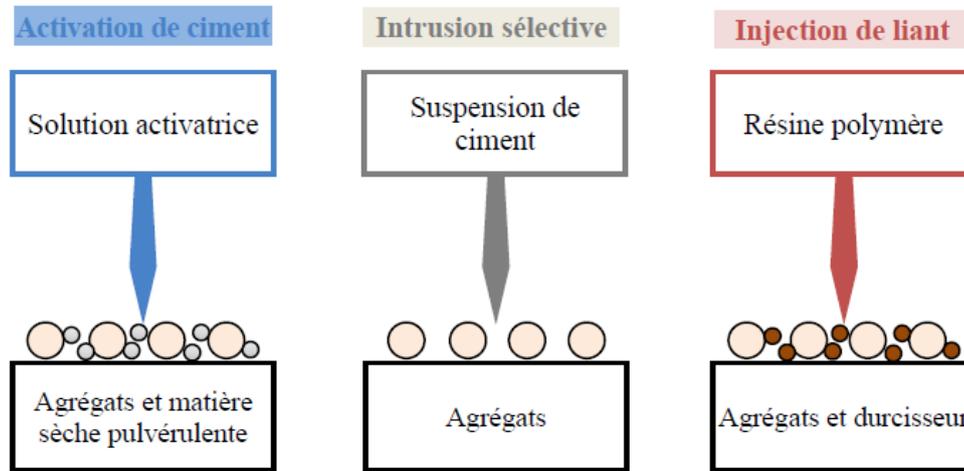


Fig. 1.2 : Schéma représentatif de la méthode d'impression 3D par injection dans un lit de particules [8]

b) Avantages et inconvénients du procédé :

Comparée à d'autres techniques de fabrication additive, l'impression 3D par injection dans un lit de particules a peu d'impact sur la qualité d'impression. Sa haute résolution représente son avantage majeur. En fonction de la taille des particules, une résolution jusqu'à 0,1 mm de profondeur est possible. De plus, le temps d'impression est indépendant de la complexité géométrique. Étant donné que les particules sèches sont mécaniquement stables, les structures inclinées, arches, voûtes, porte-à-faux peuvent facilement être réalisés [9].

L'un des principaux inconvénients de cette technique est la limitation de la taille des composants par l'espace d'impression, qui délimite à la fois la vitesse et le niveau de détail de l'impression. Cependant, des imprimantes 3D à lit de particules conçues pour la production d'éléments à grande échelle sont disponibles notamment *D-Shape* qui utilise une imprimante 3D à lit de particules pour des largeurs allant jusqu'à 6 m [10].

c) Enjeux du procédé :

L'un des principaux défis de ce procédé est le traitement supplémentaire après l'impression pour éliminer les particules non activées et éventuellement les recycler. L'enjeu principal de cette technologie serait donc d'élargir le spectre des combinaisons de liants en poudre imprimables afin d'augmenter la stabilité des pièces imprimées, de minimiser la période de traitement et d'obtenir une fabrication plus respectueuse de l'environnement.

1.1.3. Autres procédés

a) Coffrage glissant

Le coffrage glissant (SDC : *Smart Dynamic Casting*) est une méthode de préfabrication robotisée qui a émergé, de la méthode traditionnelle de mise en forme du béton avec un coffrage rigide, en un système presque entièrement automatisé permettant la production de structures en béton à section et géométrie variables, utilisant des coffrages actionnés et flexibles. Les systèmes de coffrage flexibles ont donné naissance à des prototypes à grande échelle (jusqu'à 3 mètres de hauteur) dont la forme, le volume, l'épaisseur et la géométrie varient. Durant ce processus, le béton est mis en place dans un coffrage creux à l'état fluide et en sort à l'état durci. Le contrôle de l'hydratation s'avère donc essentiel, réalisé généralement par des adjuvants chimiques. En effet, du béton auto-plaçant avec des retardateurs de prise est pompée et activée par incréments à l'aide d'accélérateurs [11], comme illustré dans la **Fig. 1.3**.

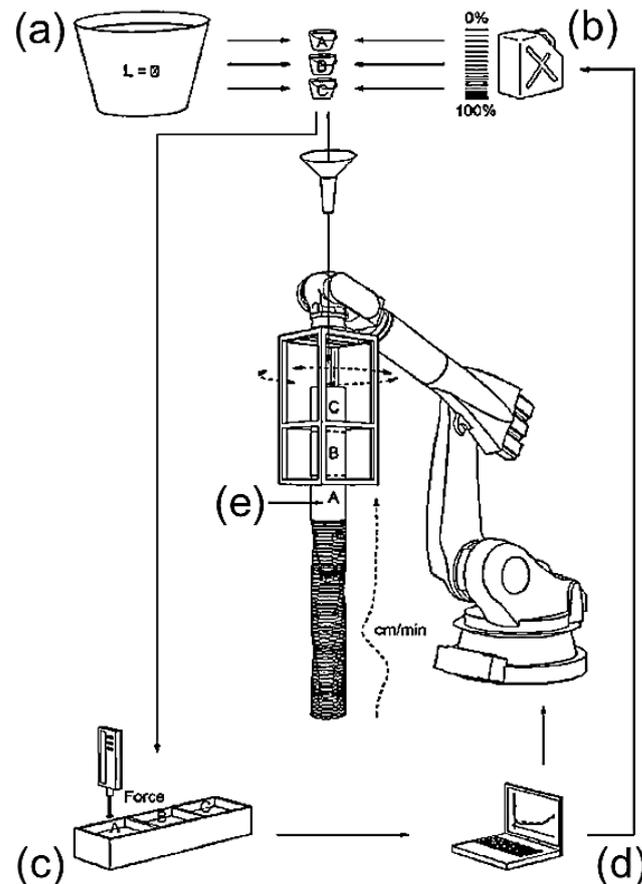


Fig. 1.3 : Principe du procédé de coffrage glissant : (a) Préparation du béton auto-plaçant à l'aide du retardateur de prise ; (b) Ajout d'accélérateur de prise (c) et (d) Contrôle de l'évolution de la rhéologie ; (e) Mise en forme par glissement du coffrage [11]

b) Impression en suspension dans une matrice de gel :

Un autre procédé, semblable à celui d'injection dans un lit de particules a été utilisé par la start-up *Soliquid* spécialisée dans la fabrication additive. Le procédé consiste à extruder du béton dans une matrice de gel durable et réutilisable à l'aide d'un robot à 6 axes comme illustré dans la figure ci-dessous. Le matériau cimentaire d'impression est maintenu en suspension dans la matrice, grâce à un équilibre entre la viscosité et la densité des matériaux utilisés. Le gel agit ainsi comme un support adaptatif jusqu'au durcissement de l'objet imprimé qui, une fois durci est retiré du plateau. La stabilité et la durabilité de la matrice d'impression permettent de répéter le processus plusieurs fois sur de longues périodes avec le même volume initial.

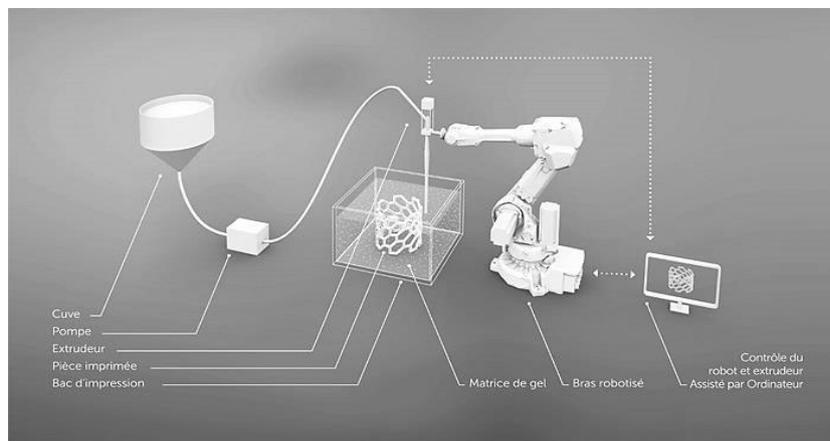


Fig. 1.4 : Le procédé d'impression 3D mis en place par *Soliquid* [12]

1.2. Exemples de projets

L'impression 3D imprègne l'industrie de la construction de jour en jour. Le nombre de projets et de réalisations ne cesse de croître. Dans ce qui suit, quelques projets phares sont présentés.

1.2.1. Murs structurels imprimés en 3D (XtreeE)

À l'initiative de la société *XtreeE*, le projet « Democrite » a été lancé en 2015 dans le but de fabriquer des murs structurels de $2 \times 1,5 \text{ m}^2$ en béton à haute performance (BHP), voire fibré (BFUP), via l'impression 3D. Ce mur figurant fait partie d'un projet plus vaste de réhabilitation d'une structure industrielle en région parisienne. Il est constitué d'un double poteau et d'un panneau vertical. Le mur se distingue entre autres par sa structure interne, une double courbe sinusoïdale réduisant les ponts thermiques et permettant la mise en place d'autres éléments de construction, tels que l'isolation thermique [13].



Fig. 1.5 : Mur imprimé en 3D [13]

1.2.2. Extension d'hôtel imprimée en 3D (Total Kustom)

Basé aux Philippines, le *Lewis Grand Hôtel* a fait appel en 2014 au fondateur de *Total Kustom* - un grand fournisseur d'imprimante 3D de maison - dans le but de construire une extension mesurant près de 10,5 m de large par 12,5 m de long et une hauteur de 3 m de haut [14]. Du béton issu de matériaux locaux dont du sable composé de cendres volcaniques difficile à extruder mais offrant de très bons résultats, a été utilisé pour l'impression. À la différence des constructions déjà réalisées par impression 3D, l'extension du *Lewis Grand Hôtel* constitue la première habitation ayant réellement vocation à recevoir des résidents.



Fig. 1.6 : L'extension imprimée en 3D du *Lewis Grand Hôtel* [14]

1.2.3. Pont pour vélos imprimé en 3D (BAM & TU/e)

Un projet de construction d'un pont en béton pour cyclistes aux Pays-Bas entièrement imprimé, a été réalisé par l'Université de Technologie d'Eindhoven et l'entreprise BAM

Infra en 2017. Afin de permettre une impression de 800 couches successives de béton pour un pont mesurant au final 3,5 m de large et 8 m de long, l'Université d'Eindhoven a mis à profit son matériel pendant 3 mois. Des précautions lors de l'estimation de la résistance au poids propre ont été prises en compte. Ainsi, une durée de vie de 30 ans environ est prévue pour cet ouvrage [15].



Fig. 1.7 : Pont imprimé en 3D [15]

1.2.4. Puits imprimé en 3D (Groupe VICAT)

Le dernier exemple de projet concret d'impression 3D est la construction de puits en béton en Suisse par l'entreprise *Creabeton Matériaux* filiale du groupe Vicat, spécialisée dans la préfabrication. Ce projet s'inscrit dans le cadre de la rénovation et de l'extension du réseau des conduites industrielles d'eau usée et de chauffage urbain de l'entreprise *Swisscom* [16]. La construction du puits a nécessité 45 minutes seulement, ce qui représente un énorme gain de temps.



Fig. 1.8 : Puits imprimé en 3D [16]

1.3. Bilan

Ces projets témoignent des avantages de l'utilisation de l'impression 3D dans l'industrie de la construction. Toutefois, une attention devra être accordée à la durée de vie de ces ouvrages, ainsi qu'au caractère de durabilité et de maintenance. Cela dit, la viabilité de cette technologie dépend de l'évaluation du comportement à long terme des structures imprimées. En revanche, afin de mieux cerner ce comportement, il va falloir tout d'abord appréhender les exigences imposées par le processus d'impression, afin d'évaluer les effets que le matériau subit au cours de ce processus et ses conséquences sur son comportement au jeune âge et à long terme.

2. Matériaux cimentaires dédiés à l'impression 3D

Parmi les matériaux de construction utilisés dans l'impression 3D, les matériaux cimentaires sont les plus exploités, compte-tenu du fait que le béton est le matériau le plus consommé après l'eau [17]. De plus, les propriétés des matériaux cimentaires sont largement adaptées aux exigences du processus d'impression, qui sont présentées ci-dessous.

2.1. Exigences du processus d'impression

L'impression 3D existe depuis 30 ans dans l'industrie de la construction et ce n'est que récemment que les chercheurs ont mis à l'essai différents matériaux de construction dédiés à cette technologie. Cela a poussé plusieurs chercheurs à concentrer leurs efforts pour comprendre les contraintes imposées par le processus de l'impression. La recherche sur le développement de matériaux pour l'impression 3D a été faite en se basant sur les propriétés requises selon les étapes du processus. Les principaux aspects du 'matériau' considérés dans le processus de l'impression sont donc les suivants (cf. **Fig. 1.9**) :

- « La pompabilité » ou globalement « l'ouvrabilité » (W^*),
- « L'extrudabilité » (E^\dagger),
- « La constructibilité » et la stabilité des couches (B^\ddagger).

2.1.1. Propriétés requises pour le transport et le pompage

Comme mentionné précédemment, le matériau est généralement transporté depuis l'unité

* W : Workability – Ouvrabilité

† E : Extrudability

‡ B : Buildability

de malaxage jusqu'à la buse à travers une pompe. Cela exige une ouvrabilité adaptée pour le transport des matériaux. La « pompabilité » fait référence ainsi à l'écoulement et à la stabilité d'un matériau sous pression [18]. Une viscosité relativement élevée est généralement nécessaire pour le maintien de la forme après le dépôt, ce qui exige des pressions de pompage relativement élevées dans la plage de 5 à 40 bars. Des ajustements de la formulation sont nécessaires pour éviter la ségrégation sous ces pressions de pompage [19]. La ségrégation pendant le pompage à haute pression peut entraîner la diminution de l'épaisseur de la couche de lubrification et provoquer le blocage du matériau dans les conduites. Pour une meilleure impression, il est souhaitable d'avoir un juste équilibre entre les paramètres de système de pompage et les propriétés du matériau.

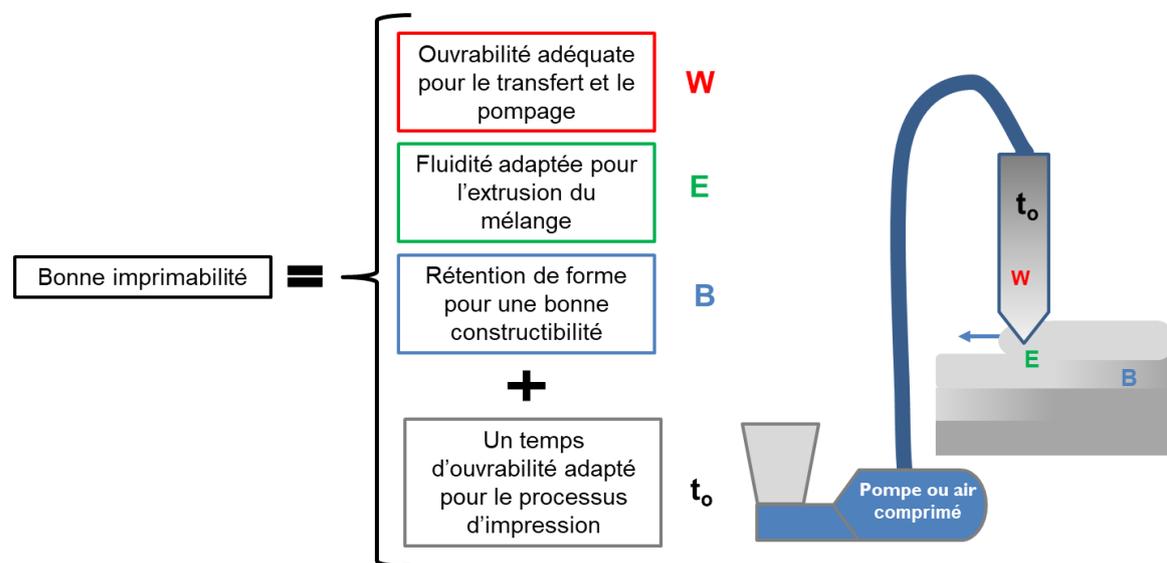


Fig. 1.9 : Critères de l'imprimabilité d'un mélange [20]

La pompabilité des matériaux cimentaires exige trois aspects importants à prendre en considération afin de limiter toute dégradation des propriétés du matériau. Le premier aspect étant la **stabilité sous pression** qui se traduit par la prévention de toute possibilité de *ségrégation* ou de *ressuage* pathologique. La ségrégation se produit lorsque la pression dans le mélange pousse la pâte cimentaire à travers le squelette granulaire, les séparant ainsi. Non seulement le mélange n'est plus homogène, ce qui affaiblit les propriétés mécaniques globales, mais aussi un grand risque de blocage peut se présenter. Par ailleurs, la pression peut également réduire la quantité de bulles d'air dans le mélange permettant une remontée d'eau, alors que la pression d'aspiration fera croître les bulles d'air. Ces deux facteurs peuvent modifier la distribution volumique du mélange imprimé et ne doivent pas être négligés [21], ce qui nous conduit vers le deuxième aspect à prendre en considération qu'est **la compacité**. Ce paramètre est étroitement lié au volume de la

pâte, qui représente la quantité nécessaire pour remplir les vides dans le squelette granulaire et entre le squelette et la paroi du tuyau pour pouvoir agir comme une couche lubrifiante. Comme le volume des vides peut varier en fonction de la pression, le *volume de pâte* varie également. En tenant compte des conditions imposées par le procédé d'impression 3D (taille des granulats, diamètre de buse, pression de pompage, etc.), il existe un pourcentage minimal de volume de pâte à prendre en considération en dessous duquel, le mélange ne peut être pompé en continu [22]. La continuité du processus de pompage est assurée par le dernier paramètre, à savoir **la mobilité**. Ce paramètre dépend impérativement des propriétés rhéologiques du mélange notamment son *seuil d'écoulement* et sa *viscosité*. Un optimum entre le seuil d'écoulement, la pression de pompage et la maniabilité du mélange doit être assuré [22].

2.1.2. Propriétés requises pour l'extrusion

Comme décrit dans la section précédente, une ouvrabilité adaptée est nécessaire pour la pompabilité des matériaux cimentaires. À la différence d'une extrusion traditionnelle, les effets du pompage sur les propriétés des matériaux cimentaires doivent être pris en considération lors de l'impression 3D par extrusion, ce qui rend le choix de la formulation plus limité. La notion d'**extrudabilité** fait référence à la capacité d'acheminer du béton frais à travers une trémie jusqu'à une buse où le béton doit être extrudé sous forme de filament continu. La rétention de la forme exige que l'extrudât soit suffisamment rigide pour conserver sa forme géométrique. Au niveau de la buse, une pression accrue peut survenir, en raison de la taille de la buse, qui est inférieure à la section transversale des tuyaux. Ici aussi, la ségrégation doit être évitée [23]. L'extrudabilité a des exigences comparables à celles de la pompabilité. Il convient toutefois de faire quelques nuances. Le matériau cimentaire peut être pompé sur de plus longues distances (par exemple des tuyaux), mais l'extrusion se fait au niveau de la buse et doit former un filament continu. Cela restreint la notion d'extrudabilité au niveau du passage entre les conduites de pompage et la buse. Ainsi, en plus des exigences imposées par le pompage, un matériau extrudable doit être suffisamment fluide pour pouvoir s'écouler, stable pour conserver sa forme au dépôt et homogène pour assurer la continuité des filaments (cf. **Fig. 1.10**) [4]. Désormais, la notion d'ouvrabilité sera utilisée pour désigner la pompabilité des matériaux ainsi que la fluidité nécessaire pour assurer leur extrusion.



Fig. 1.10 : À gauche : bonne qualité d'extrusion du matériau ; à droite : mauvaise extrudabilité reflétée par une discontinuité de filament

La qualité de l'extrusion dépend également de la géométrie de la buse utilisée. La buse circulaire crée de nombreux vides dans l'objet imprimé, comme le montre la **Fig. 1.11.a**, ce qui peut réduire la résistance. Toutefois, dans le cas d'une buse rectangulaire ou carrée, ce problème peut ne pas être significatif. Par contre, une buse circulaire est meilleure pour imprimer tout objet complexe car, à un angle de rotation différent, elle peut maintenir une section symétrique, alors que pour d'autres types de buses, cela peut être difficile à réaliser. Il ressort clairement de la **Fig. 1.11.b** que la position de la buse carrée se situe en dehors du trajet d'impression, tandis que la buse circulaire maintient un bon alignement [15,22]. Ceci souligne l'effet des paramètres d'impression (la taille de la buse, la trajectoire, etc.) sur les propriétés du matériau imprimé (volume de vide, résistance, etc.). Ces paramètres doivent donc être pris en compte lors de la conception des structures imprimées en 3D.

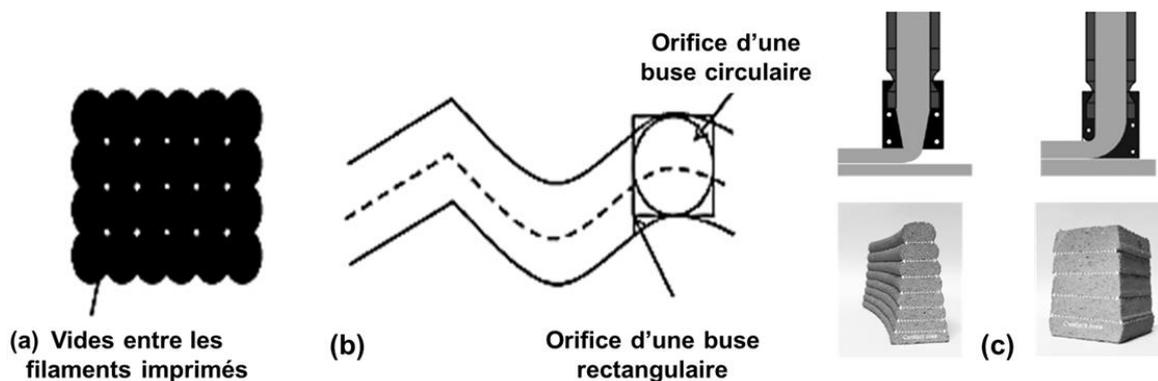


Fig. 1.11 : Effet de la géométrie et de la forme de la buse sur la qualité d'impression [18,23]

2.1.3. Propriétés requises pour la constructibilité et la stabilité des couches

Dès que le matériau sort de la buse, il devient partie intégrante de l'élément imprimé. La stabilité des couches devient ainsi primordiale. Cette stabilité est généralement reliée à la

constructibilité du matériau imprimable, qui fait référence à la capacité d'une couche de béton à retenir les couches supérieures sans s'effondrer. Le but est de s'assurer que chaque couche imprimée a la capacité de maintenir sa forme lors du dépôt, tout en restant suffisamment fluide pour assurer une bonne adhérence avec la couche qui la recouvre [4]. En tenant compte de l'évolution temporelle du comportement des matériaux cimentaires, la variation des propriétés rhéologiques est à prendre en considération durant tout le processus d'impression.

La maîtrise et le contrôle de l'évolution des propriétés rhéologiques s'avèrent d'une importance ultime, surtout que chaque étape du procédé d'impression 3D nécessite des exigences rhéologiques très différentes et parfois contrastées. En plus du caractère évolutif des matériaux cimentaires, leur comportement thixotropique est un paramètre supplémentaire à considérer. Il existe de nombreuses définitions de la thixotropie, certaines se juxtaposent, mais la majorité converge vers la dépendance des propriétés rhéologiques de l'historique de l'écoulement. Ainsi, la thixotropie se traduit pour les matériaux cimentaires par une variation de la viscosité en fonction du temps et du cisaillement subi antérieurement [27]. La diminution de la viscosité apparente au cours du cisaillement est expliquée par la déstructuration des flocs formés au repos. Une restitution de ces flocs se produit après l'arrêt du cisaillement. Ainsi, des cycles de restructuration se présentent, comme le montre la **Fig. 1.12**. Ce comportement est favorable pour assurer à la fois les exigences d'extrudabilité et de constructibilité citées précédemment.

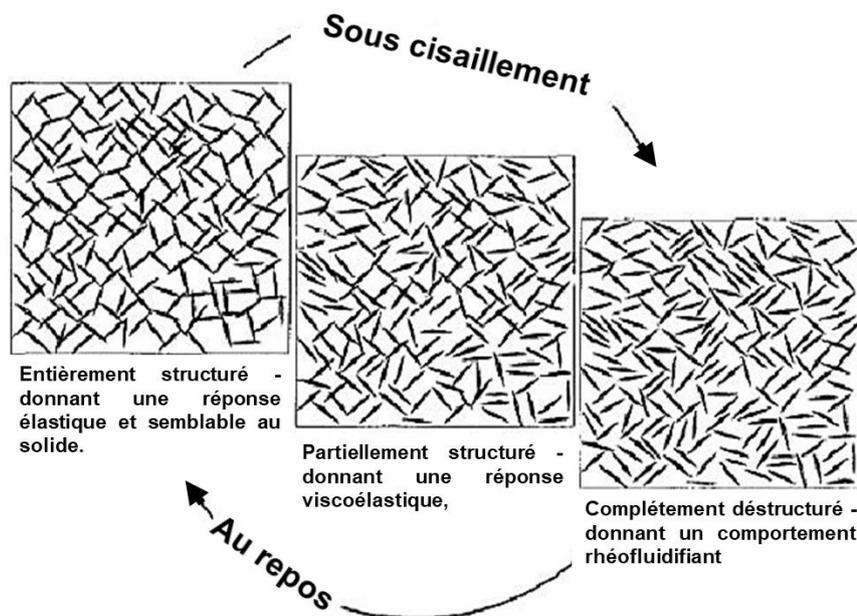


Fig. 1.12 : Cycle de restructuration de matériaux thixotropes [28]

2.1.4. Bilan

À la lumière de toutes ces propriétés requises pour l'impression 3D des matériaux cimentaires, le choix de la formulation adaptée à ces critères s'avère une tâche fastidieuse. Pourtant, plusieurs formulations ont été étudiées dans la littérature validant ce lourd cahier des charges. Le **Tableau 1.1** résume les exigences d'imprimabilité des matériaux cimentaires.

Tableau 1. 1 : Récapitulatif des exigences d'imprimabilité des matériaux cimentaires

Étapes du procédé	Paramètres clefs	Problématiques	Exigences
Transport (Pompage)	Seuil d'écoulement, viscosité	Ségrégation, ressuage, blocage	Stabilité, compacité, mobilité
Extrusion	Seuil d'écoulement, viscosité plastique, thixotropie	Ségrégation, discontinuité de filament, bulles d'air	Mobilité, stabilité, continuité de filament
Dépôt de couches	Seuil d'écoulement, temps d'ouvrabilité, thixotropie/structuration, module de rigidité	Instabilité, comportement stratifié	Stabilité, adhérence entre les couches

2.2. Formulation de matériaux cimentaires imprimables

2.2.1. Approches de formulation

Compte tenu des exigences du procédé citées précédemment, on ne peut qu'en déduire le rôle majeur que joue la formulation à la fois dans le processus d'impression 3D et dans la performance structurelle des éléments imprimés. Dans ce contexte, différentes approches de formulation ont été adoptées afin d'optimiser les propriétés rhéologiques, d'hydratation et mécaniques permettant de surmonter les problèmes inhérents à l'absence du coffrage.

Dans ce qui suit, trois méthodologies seront présentées. Ces dernières peuvent être classées en deux catégories : la première à variable chimique, permettant de contrôler la cinétique de l'hydratation par des ajouts chimiques (accélérateurs, retardateurs), la seconde à variable physique, contrôlant le taux de floculation et améliorant l'empilement granulaire tout en rajoutant des nanomatériaux ou des agents de viscosité.

a) Approche de formulation par ajout d'agents de viscosité

L'ajout des agents de viscosité (communément nommés en anglais par VMA[§]) permet aux matériaux cimentaires d'augmenter leur seuil d'écoulement et leur consistance, tout en

[§] VMA : Viscosity Modifying Agent

évitant le phénomène de ressuage et de ségrégation, ce qui constitue un avantage pour l'impression 3D. La plupart des VMA sont capables de s'adsorber simultanément sur plusieurs particules de ciment et de créer des ponts entre eux, ce qui augmente le taux de floculation [29]. Leur efficacité dépend de leur poids moléculaire et de leur affinité vis-à-vis de la surface du ciment. Ainsi, le type et le dosage en VMA sont des paramètres importants à considérer. En effet, les VMA de faible poids moléculaire ne peuvent pas s'adsorber sur de multiples particules et peuvent être à l'origine d'une diminution du seuil d'écoulement par encombrement stérique, ce qui peut être désavantageux lors du dépôt des couches imprimées [23,24].

b) Approche de formulation par ajout de nanomatériaux

Tout comme les VMA, l'ajout des nanomatériaux permet d'améliorer les propriétés mécaniques et rhéologiques des matériaux cimentaires en agissant sur la structure granulaire. Il a été prouvé que certains nanomatériaux améliorent la thixotropie, la porosité et, en conséquence, la structuration [32]. Par exemple, les nano-argiles ont un effet remarquable sur la thixotropie et la cinétique de structuration des mélanges. Ceci a permis d'améliorer l'imprimabilité et de réduire les problématiques liées à la stabilité des couches. Cependant, ces inclusions, ne permettant pas d'augmenter le taux de rigidification, limitent la constructibilité des structures imprimées en 3D à grande échelle. L'ajout des accélérateurs de prise au niveau de la buse peut être potentiellement utile à cet égard, ce qui représente l'objet de l'approche suivante.

c) Approche de formulation par ajout d'accélérateurs et de retardateurs de prise

Contrairement aux deux approches précédentes, cette approche se base principalement sur le contrôle de la cinétique d'hydratation tout en rajoutant des accélérateurs ou/et des retardateurs de prise. Le processus d'hydratation est un facteur déterminant de la cinétique de structuration et de l'évolution des propriétés mécaniques. Ainsi, en contrôlant ce processus, les propriétés ciblées de l'impression 3D peuvent être optimisées dépendamment du temps de l'impression tout en accélérant ou retardant la cinétique de la réaction d'hydratation et par suite le temps de la prise. Les principales phases de la réaction d'hydratation sont présentées dans la **Fig. 1.13**.

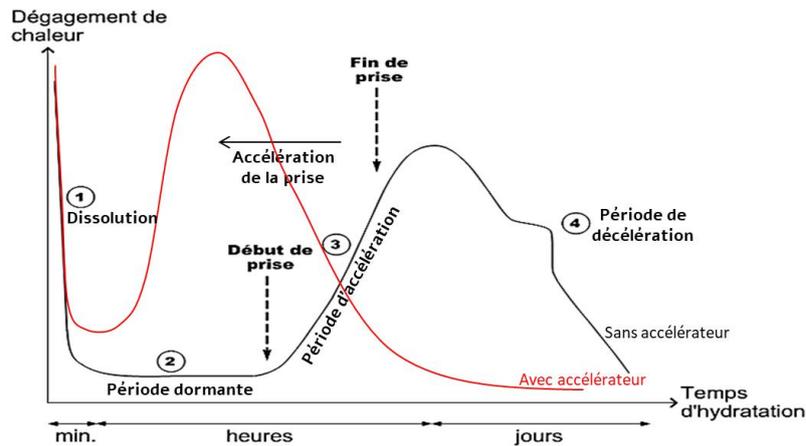


Fig. 1.13 : Effet de l'accélérateur de prise sur la courbe de calorimétrie du ciment [33]

2.2.2. Composition et paramètres de formulation

En réalité, les constituants typiques d'un béton imprimé restent les mêmes que celles d'un béton ordinaire. Cependant, en raison des limitations imposées par les procédés d'impression (i.e., taille de la buse, système de pompage, dispositif d'extrusion), les gros granulats ($\varnothing > 2 \text{ mm}$) ne sont généralement pas utilisés dans la formulation de matériaux cimentaires dédiés à l'impression [30,31]. Il s'agit donc de mortiers plutôt que de bétons qui sont généralement utilisés. Cependant, des études récentes ont utilisé des granulats d'une granulométrie allant jusqu'à 10 mm pour l'impression [36]. Par ailleurs, la composition du béton imprimé diffère de celles d'un béton ordinaire par sa teneur élevée en pâte et son faible rapport E/C. De plus, des adjuvants (superplastifiants, agents de viscosité, etc.) sont utilisés pour assurer les exigences du processus d'impression en termes d'ouvrabilité et de stabilité. La Fig. 1.14 représente la composition volumique moyenne de chaque constituant du béton imprimé, en comparaison avec les différents types de béton utilisés [37].

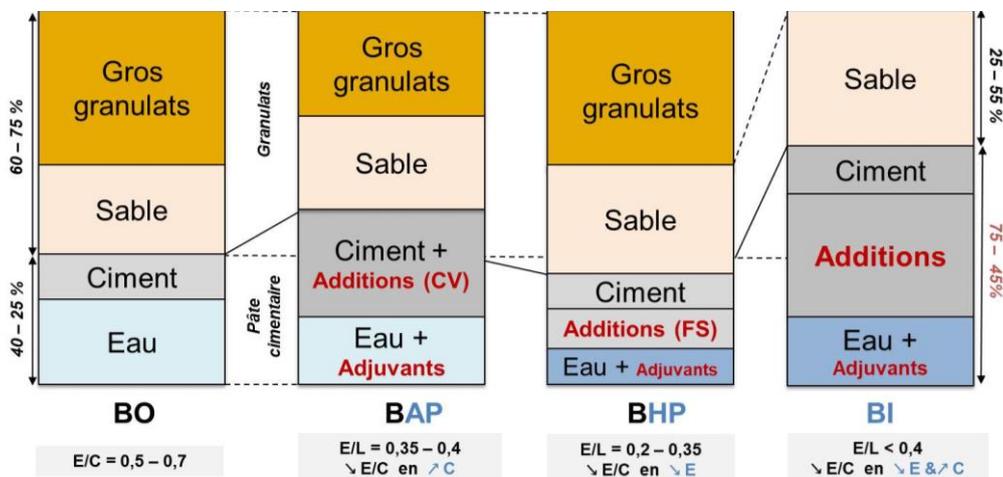


Fig. 1.14 : Composition du béton imprimé en comparaison avec le béton ordinaire (BO), le béton auto-plaçant (BAP) et le béton à haute performance (BHP) (reproduit de [37])

Les propriétés requises pour l'impression 3D comprennent à la fois l'ouvrabilité d'un béton auto-plaçant (BAP) et la résistance au jeune âge d'un béton à haute performance (BHP). Par conséquent, la composition du béton imprimé se rapproche de celles des BAPs et des BHPs, Leurs formulations peuvent donc être utilisées comme référence pour le développement de bétons imprimés. En effet, le processus de formulation adoptée, d'un béton imprimable, est un processus itératif. La compatibilité d'un mélange avec les exigences du processus d'impression est vérifiée par étapes séquentielles (cf. **Fig. 1.15**). Si un mélange est jugé compatible avec la première exigence (le pompage par exemple), il est alors testé pour l'exigence suivante. Dans le cas contraire, la formulation est optimisée en faisant varier sa composition, et ses propriétés sont à nouveau évaluées. Ce processus se poursuit jusqu'à ce que la formulation requière toutes les propriétés nécessaires pour l'impression [38]. L'enjeu principal de ce processus est qu'il repose sur des méthodes empiriques qui diffèrent d'une étude à l'autre selon les paramètres d'optimisation choisis. Il serait donc nécessaire de proposer une approche rationnelle de formulation, basée sur des indices permettant d'évaluer tous les aspects d'imprimabilité. De cette manière, différentes rhéologies adaptées à l'impression 3D pourraient être comparées et des normes standardisées pour l'impression 3D pourraient être proposées.

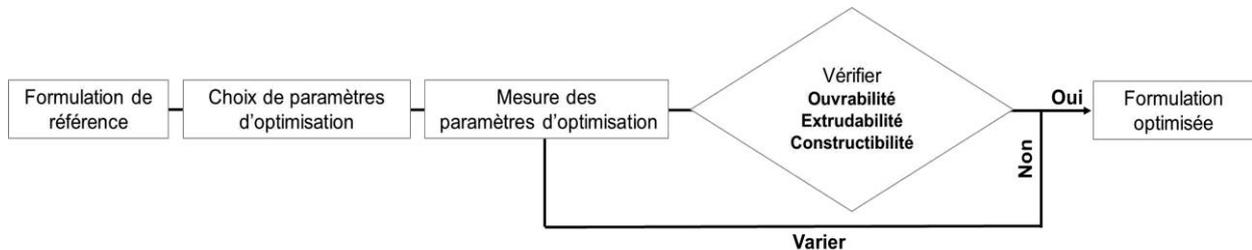


Fig. 1.15 : Processus itératif d'optimisation des formulations dédiées à l'impression

D'après les rapports de recherche actuels, un volume de pâte élevé ($> 50\%$) et une faible teneur en sable ($< 50\%$) permettent une meilleure pompabilité et extrudabilité à une consistance constante [39]. Le rapport sable/liant dans les formulations développées pour l'impression 3D dans la littérature reste inférieur à 2, alors qu'il est d'environ 3 à 5 dans un béton ordinaire, ce qui tend à l'encontre de l'aspect environnemental de cette technologie. Des études en cours sont menées pour réduire l'empreinte carbone du ciment en adoptant des substituants cimentaires (i.e., les cendres volantes, la fumée de silice, les matériaux argileux) et des granulats recyclés dans la formulation des bétons imprimés.

3. Comportement des matériaux cimentaires dédiés à l'impression 3D

3.1. Comportement rhéologique des matériaux cimentaires dédiés à l'impression 3D

Les matériaux cimentaires dédiés à l'impression 3D nécessitent une fluidité adéquate pour s'écouler dans les conduites lors du pompage, et être extrudés à travers la buse. Ainsi, la caractérisation et le contrôle des propriétés rhéologiques revêtent une grande importance. Par conséquent, les propriétés rhéologiques sont des indicateurs pertinents de l'ouvrabilité des matériaux cimentaires. Dans ce qui suit, les principaux paramètres rhéologiques inhérents aux aspects d'impression décrits précédemment sont présentés.

3.1.1. Viscosité

La viscosité est l'un des paramètres rhéologiques à prendre en considération pour l'impression 3D des matériaux cimentaires. La viscosité recouvre cependant différentes définitions selon que l'écoulement nécessite d'atteindre une contrainte seuil et que la fluidité est dépendante ou pas de la vitesse de cisaillement [40]. Ainsi, on distingue la viscosité apparente, la viscosité plastique et la viscosité newtonienne. Estimer cette aptitude à l'écoulement nécessite de produire un écoulement dont on mesure une vitesse caractéristique et une grandeur représentative d'un effort [40]. Dans le cas des matériaux cimentaires, la viscosité apparente augmente au repos en fonction du temps en raison de la floculation et de la réaction de l'hydratation [27]. Cependant, si l'on considère les procédés de l'impression 3D où le matériau subit une contrainte de cisaillement considérable (i.e., système d'extrusion à vis sans fin) avant le dépôt, ces changements de structure interne et l'influence qui en résulte sur la stabilité de la forme doivent être pris en compte. Ces changements provoquent des variations des propriétés rhéologiques notamment la viscosité du matériau et influent sur la formation de la couche lubrifiante [41]. Il est donc primordial de contrôler ces variations en fonction du temps suivant les différentes étapes du processus. Par ailleurs, des études récentes ont montré la contribution de la viscosité sur la déformabilité des matériaux cimentaires dédiés à l'impression 3D, et son effet sur l'étendue de la déformation admissible, ainsi que sur la stabilité des éléments imprimés et leur performance globale [7].

3.1.2. Seuil d'écoulement

Le seuil d'écoulement est un paramètre important pour évaluer l'imprimabilité des matériaux cimentaires. Compte tenu du comportement thixotrope de ces matériaux, il est important de distinguer deux seuils d'écoulement :

- **Un seuil d'écoulement statique τ_s** , défini comme étant la contrainte de cisaillement nécessaire pour qu'un matériau **initialement au repos** puisse s'écouler.
- **Un seuil d'écoulement dynamique τ_d** , défini comme étant la contrainte minimale pour maintenir l'écoulement, sa valeur est mesurée **en régime permanent sous cisaillement**.

Il est donc important de caractériser ces deux grandeurs pour des histoires de sollicitation bien définies, amenant de façon reproductible le matériau dans un état contrôlé.

Les différents seuils d'écoulement sont reliés à différents aspects d'imprimabilité du matériau. En effet, le **seuil d'écoulement dynamique** est associé à la **pompabilité** et l'**extrudabilité** du matériau. Des matériaux cimentaires à seuil dynamique variant de **10 à 500 Pa** ont été utilisés pour l'impression 3D [42]. En revanche, le **seuil d'écoulement statique** est relié à la **constructibilité du matériau** et la stabilité des couches, l'ordre de grandeur du seuil statique des matériaux cimentaires dédiés à l'impression peut aller jusqu'à **100 kPa** [42,43]. Lors du processus de l'impression, les matériaux cimentaires peuvent subir des déformations lorsque la contrainte générée par le dépôt de couches dépasse le seuil d'écoulement statique du matériau [44]. Par conséquent, afin de limiter ces déformations, la contrainte générée par la gravité (ρgh) lors de l'impression doit rester inférieure à la résistance normale du matériau, qui est reliée à sa résistance à l'écoulement (τ_s) par le critère de Von Mises. Ainsi, la condition exprimée dans l'équation **Eq. 1.1** doit être vérifiée [45].

$$\tau_s > \rho gh / \sqrt{3} \quad (1.1)$$

3.1.3. Cinétique de structuration

En raison de l'évolution temporelle du comportement des matériaux cimentaires, les paramètres rhéologiques décrits ci-dessus évoluent dans le temps. Pour décrire ce phénomène, plusieurs chercheurs se sont basés sur l'évolution du seuil d'écoulement statique en fonction du temps. Roussel [46] a proposé un modèle linéaire, introduisant le

paramètre A_{thix} qui représente le taux de structuration d'un mélange, défini par l'équation **Eq.1.2** :

$$\tau_s(t) = \tau_{s,0} + A_{thix}t \quad (1.2)$$

Avec : $\tau_{s,0}$ représente le seuil d'écoulement initial du matériau dans un état déstructuré et t étant la durée de la période de repos du mélange.

Le taux de structuration A_{thix} est une propriété importante qui affecte la constructibilité et la performance des structures imprimées. Ainsi, le contrôle de ce paramètre permet d'assurer une bonne qualité d'interface inter-couche, une résistance et une rigidité suffisantes pour assurer la stabilité des couches imprimées. Cette modélisation linéaire est généralement valable pendant les premières heures de la période de repos. Au-delà de cette période, la cinétique de la structuration devient exponentielle [49]. Cette transition est généralement reliée au début de la prise. Par ailleurs, un modèle bilinéaire a été proposé par Kruger et al. [47], introduisant le paramètre R_{thix} relié au processus de floculation réversible des matériaux cimentaires. Ce processus se produit principalement dans les premières minutes après la séquence de malaxage. En d'autres termes, il décrit la restructuration du matériau après l'arrêt du cisaillement. Ce paramètre est donc lié à la transition entre le seuil d'écoulement statique et le seuil dynamique. Son importance apparaît lors du dépôt des couches imprimées, où le matériau a subi un cisaillement lors de la phase de pompage et d'extrusion.

À la lumière des modèles décrits ci-dessus, la combinaison de ces paramètres permet de suivre l'évolution de la structuration des matériaux cimentaires, ce qui permettrait ainsi le contrôle des aspects inhérents au processus de l'impression. Ces aspects seront abordés plus en détails dans le **CHAPITRE 3**.

3.2. Comportement mécanique des matériaux cimentaires imprimés

Afin d'identifier les applications appropriées pour l'impression 3D dans l'industrie de la construction, il est nécessaire d'évaluer la performance mécanique des structures imprimées. Ainsi, l'évolution des propriétés mécaniques du béton imprimé en comparaison avec le béton ordinaire mérite plus d'attention.

La résistance du béton est souvent dominée par le rapport eau/liant (E/L). Un faible rapport E/L induit une résistance importante et vice versa. La Fig. **1.16** présente l'effet de ce rapport sur la résistance à la compression à 28 jours des matériaux cimentaires

imprimés. En raison de l'anisotropie des éléments imprimés, la résistance obtenue à différentes directions de chargement est différente. La différence entre les résistances maximale et minimale selon les directions de chargement a été considérée comme indicateur d'anisotropie [39]. La résistance à la compression des matériaux cimentaires imprimés montre une nette tendance à la baisse avec l'augmentation du rapport eau/liant. En revanche, la différence entre les valeurs de résistance maximale et minimale s'estompe avec l'augmentation du rapport eau/liant, indiquant ainsi qu'un rapport eau/liant élevé est utile pour réduire l'anisotropie des matériaux cimentaires imprimés [39].

Par ailleurs, la résistance à la compression est affectée par la résistance de l'interface inter-couche, la réduisant ainsi. Par conséquent, un coefficient de perte de résistance peut être défini pour quantifier le taux de réduction de la résistance des matériaux cimentaires imprimés, par rapport aux matériaux cimentaires confectionnés dans des moules, de la même formulation. Ce coefficient reflète les effets de divers paramètres, notamment le rapport eau/liant, les adjuvants, et la qualité de l'interface inter-couche. De même, les paramètres d'impression affectent également de manière significative ce coefficient de perte [48–50]. Par conséquent, il est important de maintenir les paramètres d'impression constants lors de l'évaluation de l'effet des paramètres de formulation sur le comportement mécanique des matériaux cimentaires imprimés. Il convient de noter que les coefficients de perte de résistance pour les matériaux cimentaires imprimés ne sont pas les mêmes dans les différentes directions de chargement dû à l'anisotropie. Ceci doit être pris en considération lors de la conception des structures imprimées en 3D.

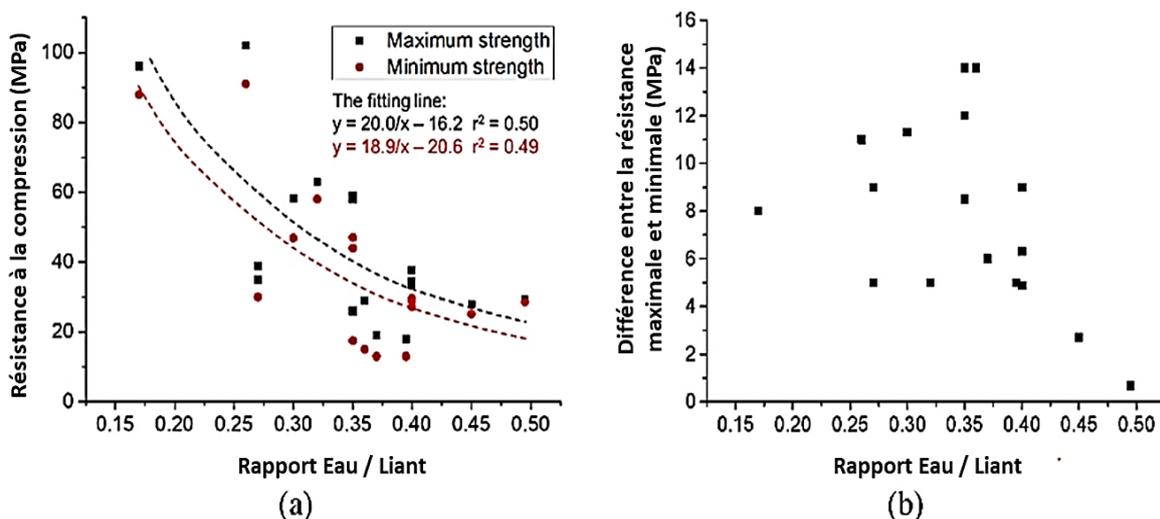


Fig. 1.16 : (a) variation du rapport eau/liant et la résistance à la compression et (b) la différence entre la résistance maximale et minimale des matériaux cimentaires imprimés [39]

4. Synthèse bibliographique

Au terme de cette revue de littérature, il apparaît clairement qu'il existe une interconnexion entre la formulation, le procédé d'impression et le comportement rhéomécanique qui en résulte.

Lors du processus d'impression, un écoulement se produit. Cet écoulement présente une typologie qui est liée à la géométrie de la buse et des dispositifs de transport et d'extrusion. Cette typologie, d'une part, impose certaines limites à l'égard de la formulation utilisée, et peut conduire d'autre part à des changements microstructuraux au sein du matériau lors de l'impression. Par ailleurs, les paramètres d'impression ainsi que le comportement stratifié des matériaux cimentaires imprimés en 3D, affectent significativement la performance globale de structures imprimées. Cela souligne l'importance d'une part, d'évaluer les effets que le matériau peut subir lors du processus de l'impression, et d'appréhender d'autre part les différents liens qui relient les exigences et les paramètres des procédés d'impression, au comportement rhéomécanique des matériaux cimentaires imprimables. La maîtrise de ces liens facilitera l'établissement d'un cadre normatif pour l'implémentation future de cette technologie à l'échelle industrielle.

Références

- [1] Batiprint3D, « Dossier thématique fabrication additive », septembre 2017. <https://www.ouest-valorisation.fr/wp-content/uploads/2018/08/THEMATIC-DOSSIER-3D-PRINTING.pdf> (consulté le 20 mai 2020).
- [2] B. Khoshnevis, « Automated construction by contour crafting—related robotics and information technologies », *Automation in Construction*, vol. 13, n° 1, p. 5-19, janv. 2004, doi: 10.1016/j.autcon.2003.08.012.
- [3] M. R. Khorramshahi et A. Mokhtari, « Automatic Construction by Contour Crafting Technology », *Emerging Science Journal*, vol. 1, n° 1, p. 28-33, juill. 2017, doi: 10.28991/esj-2017-01113.
- [4] R. A. Buswell, W. R. Leal de Silva, S. Z. Jones, et J. Dirrenberger, « 3D printing using concrete extrusion: A roadmap for research », *Cement and Concrete Research*, vol. 112, p. 37-49, oct. 2018, doi: 10.1016/j.cemconres.2018.05.006.
- [5] T. Wangler *et al.*, « Digital Concrete: Opportunities and Challenges », *RILEM Technical Letters*, vol. 1, p. 67, oct. 2016, doi: 10.21809/rilemtechlett.2016.16.
- [6] « HDB | Building Future-Ready Homes ». <https://www.hdb.gov.sg/about-us/news-and-publications/publications/dwellings/building-futureready-homes> (consulté le 15 octobre 2022).
- [7] Y. Jacquet, « Impression 3D sous-marine des matériaux cimentaires : formulation, optimisation du procédé et durabilité des matériaux imprimés », These en préparation, Lorient, 2019. Consulté le: 27 septembre 2022. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.theses.fr/s225156>
- [8] P. Arnaud, *Impression 3D du béton*, ISTE Editions. 2019.
- [9] D. Lowke, E. Dini, A. Perrot, D. Weger, C. Gehlen, et B. Dillenburger, « Particle-bed 3D printing in concrete construction – Possibilities and challenges », *Cement and Concrete Research*, vol. 112, p. 50-65, oct. 2018, doi: 10.1016/j.cemconres.2018.05.018.
- [10] G. Cesaretti, E. Dini, X. De Kestelier, V. Colla, et L. Pambaguian, « Building components for an outpost on the Lunar soil by means of a novel 3D printing technology », *Acta Astronautica*, vol. 93, p. 430-450, janv. 2014, doi: 10.1016/j.actaastro.2013.07.034.
- [11] M. Kohler, T. Wangler, F. Gramazio, L. Reiter, E. Lloret Fritschi, et R. J. Flatt, « Smart Dynamic Casting: Slipforming with Flexible Formwork - Inline Measurement and Control », *ETH Zurich*, 2017, doi: 10.3929/ethz-b-000219663.
- [12] « 3D Print », *SOLIQUID*. <https://soliquid.io/> (consulté le 15 octobre 2022).
- [13] « PROJECTS – 3D-Printed Concrete Wall | XtreeE ». <http://www.xtreee.eu/projects-3d-printed-concrete-wall/> (consulté le 2 mars 2020).
- [14] « Un hôtel imprimé en 3D aux Philippines », *3Dnatives*, 14 septembre 2015. <https://www.3dnatives.com/hotel-imprime-3d-philippines-14092015/> (consulté le 2 mars 2020).
- [15] « Inauguration du premier pont pour vélos imprimé en 3D », *PRIMANTE 3D*, 18 octobre 2017. <http://www.primante3d.com/pont-cyclable-18102017/> (consulté le 25 mars 2020).
- [16] « Impression 3D : du béton imprimé pour les chantiers ». <https://www.vicat.fr/actualites/impression-3d-du-beton-imprime-pour-les-chantiers> (consulté le 15 octobre 2022).
- [17] contributeur, « Le béton, mis au défi des enjeux environnementaux », *La fabrique écologique*, 25 mai 2020. <https://www.lafabriqueecologique.fr/le-beton-mis-au-defi-des-enjeux-environnementaux/> (consulté le 17 octobre 2022).

-
- [18] S. C. Paul, G. P. A. G. van Zijl, M. J. Tan, et I. Gibson, « A review of 3D concrete printing systems and materials properties: current status and future research prospects », *Rapid Prototyping Journal*, p. 00-00, avr. 2018, doi: 10.1108/RPJ-09-2016-0154.
- [19] E. Secrieru, V. Mechtcherine, C. Schröfl, et D. Borin, « Rheological characterisation and prediction of pumpability of strain-hardening cement-based-composites (SHCC) with and without addition of superabsorbent polymers (SAP) at various temperatures », *Construction and Building Materials*, vol. C, n° 112, p. 581-594, 2016, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2016.02.161.
- [20] I. Harbouz, « Impression 3D des matériaux cimentaires », *Academic Journal of Civil Engineering*, vol. 39, n° 1, p. 169-176, mai 2021.
- [21] M. Jolin, D. J. Burns, B. Bissonnette, F. Gagnon, et L.-S. Bolduc, « UNDERSTANDING THE PUMPABILITY OF CONCRETE », 2009.
- [22] B. CHOULNARD, « Etude des relations entre la rhéologie du béton et sa pompabilité ».
- [23] T. T. Le, S. A. Austin, S. Lim, R. A. Buswell, A. G. F. Gibb, et T. Thorpe, « Mix design and fresh properties for high-performance printing concrete », *Materials and Structures*, vol. 45, n° 8, p. 1221-1232, août 2012, doi: 10.1617/s11527-012-9828-z.
- [24] S. C. Paul, Y. W. D. Tay, B. Panda, et M. J. Tan, « Fresh and hardened properties of 3D printable cementitious materials for building and construction », *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, vol. 18, n° 1, p. 311-319, janv. 2018, doi: 10.1016/j.acme.2017.02.008.
- [25] V. N. Nerella, M. Krause, M. Näther, et V. Mechtcherine, « Studying printability of fresh concrete for formwork free Concrete on-site 3D Printing technology (CONPrint3D) », p. 11, mars 2016.
- [26] Y. Chen, S. He, Y. Gan, O. Çopuroğlu, F. Veer, et E. Schlangen, « A review of printing strategies, sustainable cementitious materials and characterization methods in the context of extrusion-based 3D concrete printing », *Journal of Building Engineering*, vol. 45, p. 103599, janv. 2022, doi: 10.1016/j.job.2021.103599.
- [27] N. Roussel, G. Ovarlez, S. Garrault, et C. Brumaud, « The origins of thixotropy of fresh cement pastes », *Cement and Concrete Research*, vol. 42, n° 1, p. 148-157, janv. 2012, doi: 10.1016/j.cemconres.2011.09.004.
- [28] H. A. Barnes, « Thixotropy—a review », *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, vol. 70, n° 1, p. 1-33, mai 1997, doi: 10.1016/S0377-0257(97)00004-9.
- [29] D. Marchon et R. J. Flatt, « 12 - Impact of chemical admixtures on cement hydration », in *Science and Technology of Concrete Admixtures*, P.-C. Aïtcin et R. J. Flatt, Éd. Woodhead Publishing, 2016, p. 279-304. doi: 10.1016/B978-0-08-100693-1.00012-6.
- [30] M. Rubio, M. Sonebi, et S. Amziane, « 3D PRINTING OF FIBRE CEMENT-BASED MATERIALS: FRESH AND RHEOLOGICAL PERFORMANCES », in *ICBBM 2017, 2nd International Conference On Bio-Based Building Materials*, Clermont Ferrand, France, juin 2017, vol. 119. Consulté le: 12 mars 2019. [En ligne]. Disponible sur: <https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-01576184>
- [31] C. K. Chua, W. Y. Yeong, M. J. Tan, et E. J. Liu, « PROPERTIES OF 3D PRINTABLE CONCRETE », p. 7.
- [32] D. Marchon, S. Kawashima, H. Bessaies-Bey, S. Mantellato, et S. Ng, « Hydration and rheology control of concrete for digital fabrication: Potential admixtures and cement chemistry », *Cement and Concrete Research*, vol. 112, p. 96-110, oct. 2018, doi: 10.1016/j.cemconres.2018.05.014.
- [33] A. Bresson, « Influence de la minéralogie sur le comportement DES MORTIERS de

-
- ciment AU JEUNE ÂGE », p. 197.
- [34] B. Panda, M. Li, Y. W. Tay, S. C. Paul, et M. J. Tan, « Modeling fly ash based geopolymer flow for 3D printing applications », *International Conference on Advances in Construction Materials and Systems*, p. 9-16, 2017.
- [35] K.-H. Jeon, M.-B. Park, M.-K. Kang, et J.-H. Kim, « Development of an Automated Freeform Construction System and its Construction Materials », présenté à 30th International Symposium on Automation and Robotics in Construction and Mining; Held in conjunction with the 23rd World Mining Congress, Montreal, Canada, août 2013. doi: 10.22260/ISARC2013/0153.
- [36] T. S. Rushing *et al.*, « Investigation of concrete mixtures for additive construction », *Rapid Prototyping Journal*, vol. 23, n° 1, p. 74-80, janv. 2017, doi: 10.1108/RPJ-09-2015-0124.
- [37] A. U. Rehman et J.-H. Kim, « 3D Concrete Printing: A Systematic Review of Rheology, Mix Designs, Mechanical, Microstructural, and Durability Characteristics », *Materials*, vol. 14, n° 14, p. 3800, janv. 2021, doi: 10.3390/ma14143800.
- [38] A. Kazemian, X. Yuan, E. Cochran, et B. Khoshnevis, « Cementitious materials for construction-scale 3D printing: Laboratory testing of fresh printing mixture », *Construction and Building Materials*, vol. 145, p. 639-647, août 2017, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2017.04.015.
- [39] C. Zhang *et al.*, « Mix design concepts for 3D printable concrete: A review », *Cement and Concrete Composites*, vol. 122, p. 104155, sept. 2021, doi: 10.1016/j.cemconcomp.2021.104155.
- [40] P. Estellé, C. Michon, C. Lanos, et J. L. Grossiord, « De l'intérêt d'une caractérisation rhéologique empirique et relative », p. 26.
- [41] E. Secrieru, D. Cotardo, V. Mechtcherine, L. Lohaus, C. Schröfl, et C. Begemann, « Changes in concrete properties during pumping and formation of lubricating material under pressure », *Cement and Concrete Research*, vol. 108, p. 129-139, juin 2018, doi: 10.1016/j.cemconres.2018.03.018.
- [42] V. Mechtcherine *et al.*, « Extrusion-based additive manufacturing with cement-based materials – Production steps, processes, and their underlying physics: A review », *Cement and Concrete Research*, vol. 132, p. 106037, juin 2020, doi: 10.1016/j.cemconres.2020.106037.
- [43] R. Nicolas *et al.*, « Assessing the fresh properties of printable cement-based materials: High potential tests for quality control », *Cement and Concrete Research*, vol. 158, p. 106836, août 2022, doi: 10.1016/j.cemconres.2022.106836.
- [44] Eugene c. Bingham, *Fluidity And Plasticity*. McGraw-Hill Book Company, Inc., 1922. Consulté le: 31 mai 2019. [En ligne]. Disponible sur: <http://archive.org/details/fluidityandplast007721mbp>
- [45] A. W. Saak, H. M. Jennings, et S. P. Shah, « A generalized approach for the determination of yield stress by slump and slump flow », *Cement and Concrete Research*, vol. 34, n° 3, p. 363-371, mars 2004, doi: 10.1016/j.cemconres.2003.08.005.
- [46] N. Roussel, « A thixotropy model for fresh fluid concretes: Theory, validation and applications », *Cement and Concrete Research*, vol. 36, n° 10, p. 1797-1806, oct. 2006, doi: 10.1016/j.cemconres.2006.05.025.
- [47] J. Kruger, S. Zeranka, et G. van Zijl, « An ab initio approach for thixotropy characterisation of (nanoparticle-infused) 3D printable concrete », *Construction and Building Materials*, vol. 224, p. 372-386, nov. 2019, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2019.07.078.

-
- [48] T. T. Le *et al.*, « Hardened properties of high-performance printing concrete », *Cement and Concrete Research*, vol. 42, n^o 3, p. 558-566, mars 2012, doi: 10.1016/j.cemconres.2011.12.003.
- [49] B. Panda, S. C. Paul, N. A. N. Mohamed, Y. W. D. Tay, et M. J. Tan, « Measurement of tensile bond strength of 3D printed geopolymer mortar », *Measurement*, vol. 113, p. 108-116, janv. 2018, doi: 10.1016/j.measurement.2017.08.051.
- [50] R. J. M. Wolfs, F. P. Bos, et T. A. M. Salet, « Hardened properties of 3D printed concrete: The influence of process parameters on interlayer adhesion », *Cement and Concrete Research*, vol. 119, p. 132-140, mai 2019, doi: 10.1016/j.cemconres.2019.02.017.

CHAPITRE 2

IMPRIMABILITÉ : MATÉRIAU VS. PROCÉDÉ

Sommaire

1. Introduction.....	40
2. Imprimabilité : aspect Matériau	41
2.1.De la non imprimabilité à l'imprimabilité	41
2.1.1.Programme expérimental	43
2.1.2.Résultats et discussions.....	53
2.1.3.Approche W.E.B d'optimisation.....	63
2.1.4.Conclusions.....	67
2.2.Imprimabilité : variabilité du processus et de l'échelle d'impression	69
2.2.1.Variabilité du processus	69
2.2.2.Échelle d'impression.....	70
3. Imprimabilité : aspect Procédé	71
3.1.Démarches de l'étude.....	72
3.2.Contrôle de la qualité - Paramètres d'impression	72
3.2.1.Hauteur initiale de la buse (Stand-off height).....	72
3.2.2.Vitesse d'impression vs. débit d'extrusion	74
3.3.Contrôle de la qualité - Stratégies d'impression	75
4. Conclusions du chapitre.....	76
Références	77

CE CHAPITRE COUVRE

- Identification des propriétés intrinsèques des matériaux cimentaires déterminant son imprimabilité.
- Comparaison de deux approches d'amélioration de la constructibilité.
- Une nouvelle approche (WEB*) d'optimisation des matériaux cimentaires imprimables.
- Etude paramétrique d'optimisation des paramètres d'impression pour une rhéologie donnée.

1. Introduction

L'impression 3D du béton présente de nombreux défis pour la rhéologie et le comportement des matériaux cimentaires. En raison de la nouveauté de cette technique de construction, il n'existe actuellement aucune norme qui couvre les critères de formulation des matériaux cimentaires adaptés pour une mise en place par impression 3D, ni les paramètres d'impression à choisir en adéquation avec la rhéologie du mélange imprimé.

La formulation de matériaux cimentaires imprimables vise à atteindre des propriétés ciblées pour répondre à des critères de performance spécifiques. À l'état frais, le matériau doit satisfaire des exigences rhéologiques particulières pour assurer un compromis entre son ouvrabilité, son extrudabilité et sa constructibilité^{**}. Ces aspects liés au processus d'impression doivent être traduits en fonction des propriétés intrinsèques des matériaux. Selon ces propriétés, les paramètres d'impression doivent être optimisés afin de garantir une meilleure qualité d'impression. Le présent chapitre vise à décrire le lien entre les propriétés intrinsèques des matériaux et le procédé d'impression 3D par extrusion afin d'établir une approche d'optimisation de formulations imprimables. La première partie est dédiée à la description du cahier des charges d'un matériau imprimable. Les

^{**} WEB : Workability, Extrudability, Buildability

propriétés intrinsèques des matériaux cimentaires caractérisant leur imprimabilité seront présentées, ainsi que les techniques de caractérisation de ces propriétés, et le procédé d'impression exploité. Dans une seconde partie, l'attention est portée sur l'optimisation des paramètres d'impression pour une rhéologie donnée.

2. Imprimabilité : aspect Matériau

2.1. De la non imprimabilité à l'imprimabilité

Les matériaux cimentaires imprimables doivent être fluides pour faciliter le transport et l'extrusion, mais suffisamment rigides et résistants pour garantir une bonne constructibilité après le dépôt. Ces exigences font appel à des propriétés rhéologiques qui demeurent antagonistes. Plus le béton est fluide, plus il est pompable et extrudable. En revanche, celui-ci risque de ne pas supporter le poids des couches imprimées en raison de sa haute capacité d'affaissement. Par ailleurs, un béton ferme résistera davantage aux poids des couches superposées, mais présentera une bien moins bonne ouvrabilité et risque d'être difficilement pompable [1]. Cela met en lumière toute la difficulté de la formulation de tels matériaux. Il est nécessaire de trouver un juste équilibre dans les propriétés du matériau afin que l'extrudabilité et la constructibilité soient simultanément satisfaites. Par conséquent, afin d'évaluer l'imprimabilité d'un mélange, la première étape serait d'identifier les propriétés intrinsèques du matériau qui contrôlent son imprimabilité. Afin de prendre en considération les aspects globaux de l'imprimabilité, une nouvelle approche **WEB**, reflétant l'ouvrabilité (**Workability**), l'extrudabilité (**Extrudability**) et la constructibilité (**Buildability**) est proposée dans cette étude, pour concevoir des matériaux cimentaires adaptés pour une mise en place par impression 3D. Contrairement aux études rapportées dans la littérature [2–4], où les paramètres choisis relatifs à l'ouvrabilité et à la constructibilité sont indépendants, les paramètres **WEB** sont choisis de manière à considérer l'interaction entre les trois aspects susmentionnés. L'ouvrabilité sera donc évaluée en fonction du **seuil d'écoulement initial** (τ_{s0}), de sa cinétique de structuration (A_{thix}), tel que définie par Roussel [5] et de la **viscosité apparente** (η_{app}). Le seuil d'écoulement initial est un paramètre clé pour le processus d'impression 3D, en particulier pendant la phase de dépôt au cours duquel le matériau peut subir des déformations et s'effondrer, si la contrainte de cisaillement générée pendant l'impression dépasse la valeur du seuil de cisaillement à

ce moment-ci [6]. La combinaison de ces paramètres nous permettra d'évaluer l'ouvrabilité du mélange tout en prenant compte du taux de structuration A_{thix} qui renseigne également sur l'aspect Constructibilité, et la viscosité apparente reliée à la facilité de transport et de l'extrusion du matériau. Cependant, le matériau peut subir un cisaillement considérable pendant l'extrusion, provoquant ainsi des changements structurels et rhéologiques internes [7]. Ces changements et leur influence sur la stabilité de la forme des couches doivent donc être pris en considération [8]. Il est donc essentiel de contrôler ces variations tout au long des différentes étapes du processus d'impression. L'influence de la phase d'extrusion, pendant laquelle le matériau peut subir des déformations importantes, dépend de la pression d'extrusion, du diamètre et de l'élévation initiale de la buse et du dispositif d'extrusion. Les changements rhéologiques induits pendant la phase d'extrusion ne sont généralement pas pris en compte lors de la conception des matériaux imprimables. Dans cette étude, l'effet de l'extrusion sur les propriétés rhéologiques des matériaux cimentaires est évalué en déterminant sa restructuration après extrusion, qui définira son extrudabilité. La **restitution de la viscosité apparente (R)**, le **taux de restructuration du module de stockage (G'_r)**, et le **taux de refloculation (R_{thix})** tel que défini par Kruger et al. [9] seront évalués pour quantifier l'extrudabilité des matériaux. Immédiatement après l'extrusion, la résistance et la rigidité du matériau imprimable deviennent primordiales. L'évolution des modules d'élasticité (**E**) et de cisaillement (**G**) en fonction de la cinétique d'hydratation sera étudiée et exploitée pour évaluer l'aspect constructibilité des mélanges. D'autre part, la période d'ouvrabilité sera estimée au moyen de t_0 qui représente le temps de prise, c'est-à-dire ici la période de temps avant le début de la phase d'accélération de la réaction d'hydratation du ciment. Les interconnexions possibles entre ces paramètres sont illustrées dans la **Fig. 2.1**. Il convient de mentionner qu'un paramètre donné peut représenter simultanément plusieurs aspects de l'imprimabilité.

Dans le présent chapitre, l'imprimabilité des mélanges étudiés est évaluée selon les paramètres WEB précédemment définis. Dans une première partie, les effets combinés de la teneur en pâte et de son dosage en SP respectif sur l'imprimabilité sont évalués. Ensuite, deux différentes approches d'amélioration de la constructibilité sont étudiées dans une seconde partie. Dans la première approche, l'effet de l'addition d'un agent de viscosité (VMA : *Viscosity Modifying Agent*) à dosage variable est analysé. Par ailleurs, l'effet de l'ajout de différents substituants

cimentaires (SCM : *Supplementary Cementitious Materials*) est évalué dans la seconde approche.

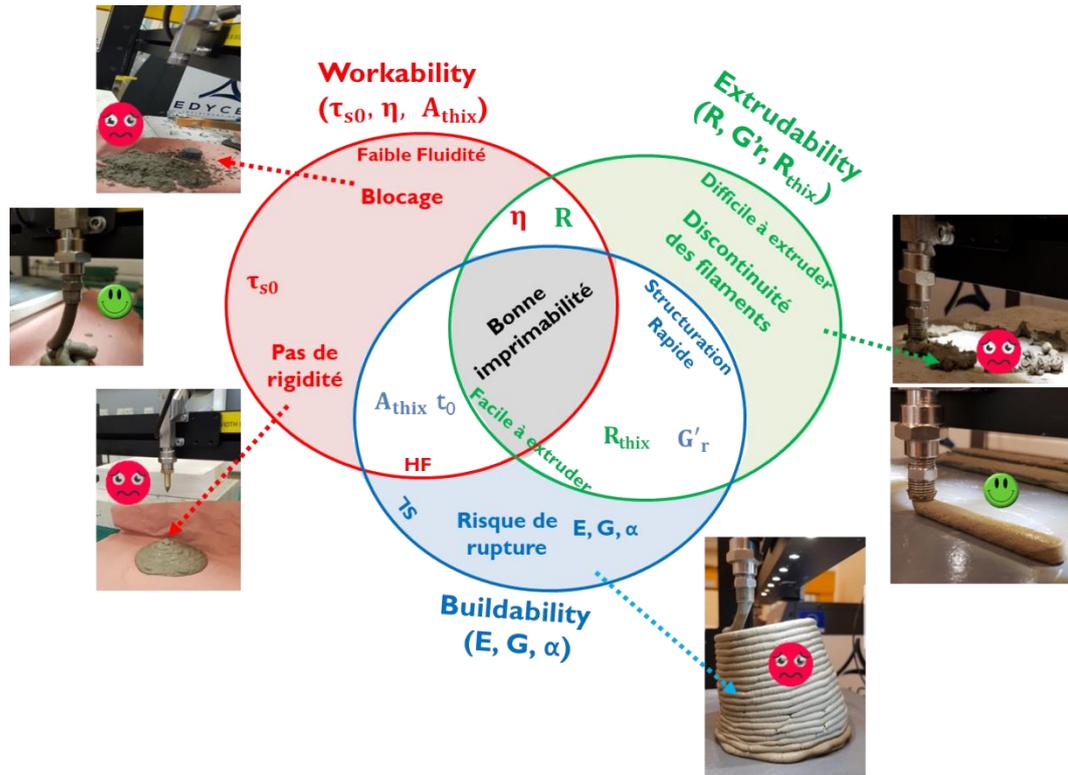


Fig. 2.1 : Propriétés intrinsèques des matériaux liés à l'ouvrabilité, l'extrudabilité et la constructibilité (WEB)

2.1.1. Programme expérimental

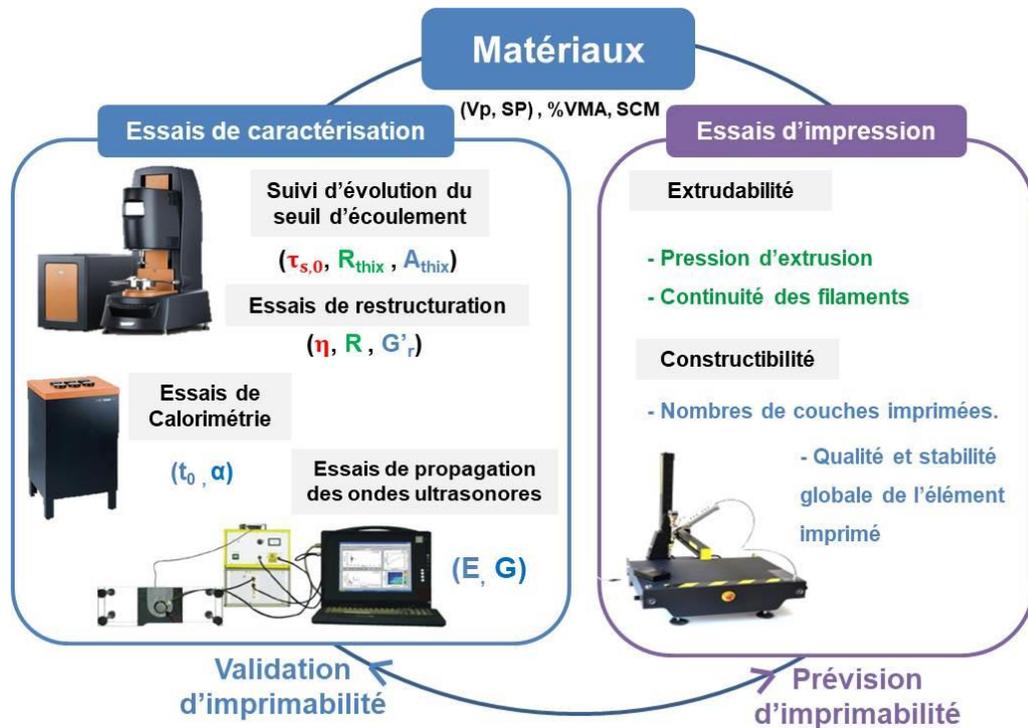


Fig. 2. 2 : Aperçu général du programme expérimental

a) Matériaux et compositions

La formulation d'un matériau cimentaire imprimable comporte plusieurs variables. Vu qu'aucune norme n'existe encore à cet égard, il est donc judicieux de se référer aux approches utilisées pour formuler les bétons coffrés notamment le béton autoplaçant (BAP) et le béton à haute performance (BHP). En se référant aux critères d'imprimabilité, les matériaux cimentaires doivent satisfaire à la fois les exigences d'ouvrabilité d'un BAP et la constructibilité d'un BHP pour assurer une bonne qualité d'impression. Deux approches de formulation peuvent donc être exploitées. La première vise à améliorer la constructibilité d'une formulation de BAP pour retenir sa forme après le dépôt sans avoir recours au coffrage, et la seconde consiste à adapter la fluidité d'un BHP pour faciliter son extrusion (cf. **Fig. 2.3**). Dans la présente étude, la seconde approche est exploitée pour formuler des matériaux cimentaires imprimables. Une formulation de référence d'un BHP a été optimisée de manière à obtenir un affaissement au mini cône (150 mm) compris entre 60 et 120 mm assurant la fluidité adaptée pour l'impression. D'autres variantes de cette formulation sont étudiées afin de couvrir différentes rhéologies adaptées pour une mise en place par impression 3D.

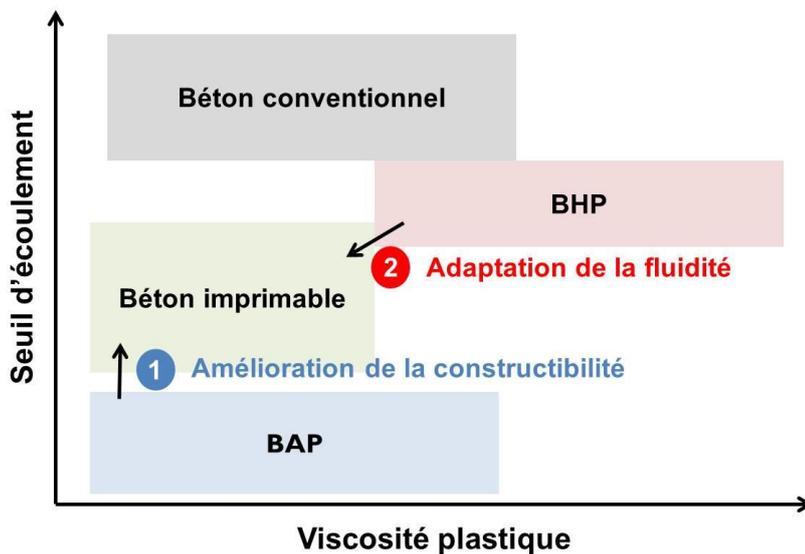


Fig. 2.3 : Approches de formulation d'un béton imprimable

Les mélanges étudiés sont confectionnés en utilisant du ciment Portland CEM I 52,5 N et un superplastifiant compatible à base de polycarboxylate modifié (SP). La composition chimique et les propriétés physiques du ciment CEM I sont résumées dans le **Tableau 2.1**. Du sable fin de Fontainebleau ayant une gravité spécifique de 2,65 est utilisé. En général, un rapport maximal de 1/10 est souvent utilisé entre le

diamètre maximal des particules du sable et la taille de la buse [10,11]. Cependant, afin d'éviter tout risque de blocage, le diamètre maximal des particules de sable est limité à 0,4 mm. En plus du ciment, des cendres volantes de classe F (**CV**), de la fumée de silice (**FS**), du filler calcaire (**FC**) et de l'argile à base de kaolinite (**K**) sont utilisés. Les distributions granulométriques de ces poudres et du sable sont résumées dans la **Fig. 2.4**. Un agent de viscosité (**VMA**) **MasterMatrix SDC 100** du fournisseur **BASF** est utilisé pour évaluer son effet sur l'imprimabilité des matériaux.

Tableau 2.1 : Composition physicochimique du ciment CEM I 52,5 N et des ajouts cimentaires utilisés

	Composants chimiques (%)								Densité (g/cm ³)	Finesse (m ² /kg)
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	Na ₂ O eq.	ZrO ₂		
Ciment	19,6	4,5	2,3	63,7	3,9	2,6	0,13	-	3,14	390
FS	93,5	3,5	0,15	0,02	< 0,02	0,006	0,1	2,4	2,60	12 000
CV	52,5	22,5	8,5	3,5	3	0,37	2,96	-	2,24	230
FC	0,9	-	-	97,8	-	-	-	-	2,71	426
Kaolinite	53,8	43,75	-	0,02	-	-	-	-	2,60	2000

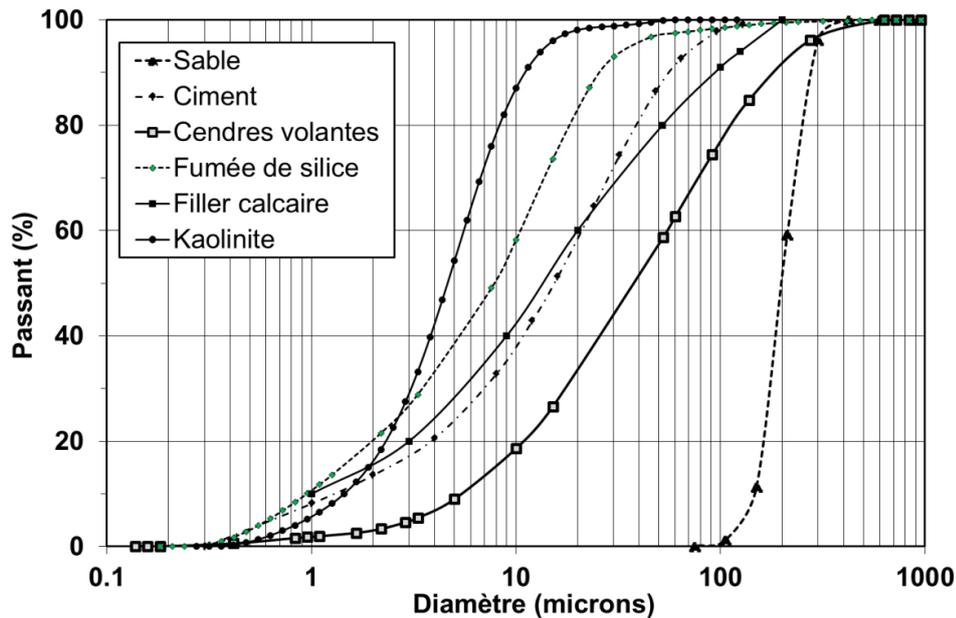


Fig. 2.4 : Distribution granulométrique des poudres et du sable

Les proportions des mélanges étudiés sont résumées dans le **Tableau 2.2**. Les mélanges ont un rapport eau/liant (E/L) de 0,28. Tout d'abord, l'effet combiné du volume de pâte et de leurs dosages respectifs en SP sur l'imprimabilité des mélanges est évalué. Ces mélanges sont identifiés par M100, M80, et M63, indiquant leur teneur en pâte. Dans la seconde phase de cette étude, le mortier M63 est ensuite utilisé pour évaluer l'effet de l'ajout du VMA sur les propriétés rhéologiques. Ces

mélanges sont désignés par M-x, où x est le dosage en VMA. Par ailleurs, trois autres mélanges sont considérés pour évaluer l'effet du remplacement des cendres volantes et de la fumée de silice par des volumes égaux de filler calcaire et d'argile à base de kaolinite. Dans cette partie, le mélange M63 sera noté CV-FS pour des raisons de simplicité. L'objectif est d'évaluer l'effet des ajouts cimentaires sur l'imprimabilité en utilisant différentes combinaisons de liants ternaires.

Tableau 2.2 : Composition des formulations étudiées

Formulations	Variation du volume de la pâte et le dosage en SP			Variation de la concentration du VMA				Effets de l'addition du FC et K		
	M100	M80	M63 (Réf) CV - FS	M-0.2	M-0.5	M-0.8	M-1.5	CV - K	FC - K	FC - FS
Sable	0	530	981	981	981	981	981	981	981	981
CEM I	1030	825	650	650	650	650	650	650	650	650
CV	294	235	185	185	185	185	185	185	-	-
FS	148	118	93	93	93	93	93	-	-	93
FC	-	-	-	-	-	-	-	-	200	200
K	-	-	-	-	-	-	-	93	93	-
Total	1472	1178	928	928	928	928	928	928	943	943
eau	413	330	260	260	260	260	260	260	260	260
Adjuvants (%, du poids du ciment)	SP	0,3	0,5	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2
	VMA	-	-	-	0,2	0,5	0,8	1,5	0	0
Ratio Eau/Liant (E/L)		0,28								
Volume de pâte (l/m ³)		100	80	63	63			63		

Les mélanges sont préparés à l'aide d'un malaxeur à mortier conventionnel conformément aux spécifications de la norme ASTM 305. La procédure de malaxage illustrée dans la **Fig. 2.5** est adoptée pour assurer un malaxage efficace, un état de dispersion et un historique de cisaillement similaires.

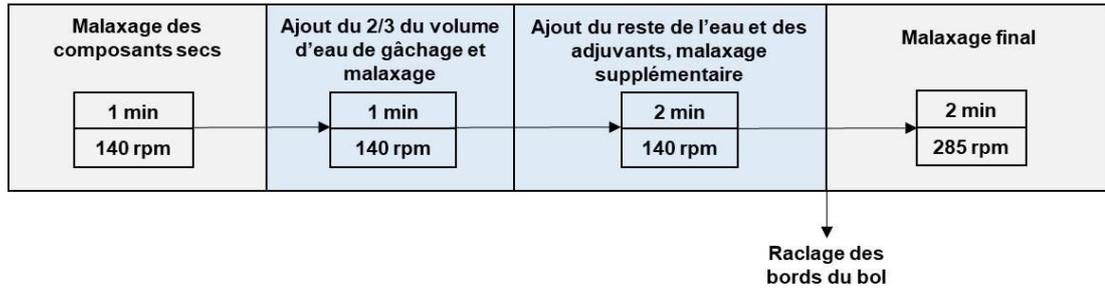


Fig. 2.5 : Procédure de malaxage

b) Procédé d'impression

Les tests d'impression sont réalisés à l'aide d'une imprimante 3D simple extrusion *LUTUM v4.x* de la société *VormVrij*. Cette imprimante est équipée d'une buse de 10 mm de diamètre fonctionnant sous des pressions d'air et des débits contrôlés. Tout d'abord, le mélange est chargé dans un baril cylindrique situé au-dessus de la tête de l'imprimante. La pression générée par l'air comprimé est ajustée en fonction de l'ouvrabilité du mélange à l'aide d'un régulateur. L'extrusion est réalisée au moyen d'une vis sans fin qui exerce une force supplémentaire sur le mélange pour le pousser en dehors de la buse. Le dispositif d'extrusion est relié à un moteur et à un limiteur de couple pour contrôler le débit d'extrusion et la vitesse d'impression. Ces deux paramètres peuvent être modifiés à partir d'un boîtier de commande, comme le montre la **Fig. 2.6**. L'ensemble du dispositif est monté sur un système de pilotage à portique qui assure les mouvements dans les directions X, Y et Z (**Fig. 2.6**).

L'imprimabilité des mélanges étudiés est évaluée en imprimant des cylindres creux circulaires. Celle-ci est évaluée en termes de facilité d'extrusion et de la stabilité des cylindres imprimés. Ces aspects sont évalués en fonction de la pression d'extrusion et du nombre de couches imprimées. Plusieurs séries d'images en vue latérale des cylindres imprimés sont capturées pour comparer les textures des différents mélanges d'impression. Pour chaque mélange, trois essais d'impression sont réalisés, et une pression d'extrusion moyenne et le nombre de couches imprimées sont enregistrés. Les paramètres d'impression sont résumés dans le **Tableau 2.3**.

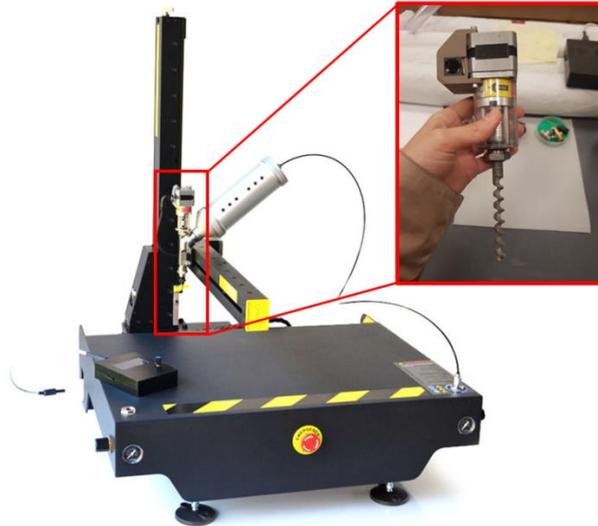


Fig. 2.6 : À droite : la vis sans fin du système d’extrusion de l’imprimante. À gauche, l’imprimante 3D utilisée pour réaliser les essais d’impression

Tableau 2.3 : Paramètres d’impression

Vitesse d’impression (mm/s)	Hauteur de la couche (mm)	Largeur de la couche (mm)	Pression d’extrusion (bar)	Taux d’extrusion (mm ³ /s)
20	5	10	Variable 0.1 - 4	275,71

c) Mesures rhéologiques

Les mesures rhéologiques sont effectuées à l'aide du rhéomètre à contrainte imposée *DHR2 (Discovery Hybrid Rheometer)* de la société *TA Instruments*. La géométrie à ailettes est utilisée pour évaluer les propriétés rhéologiques des mélanges de pâte et de mortier, comme le montre la **Fig. 2.7**. Les diamètres externe et interne de la cuve sont respectivement de 30,36 mm et 26,20 mm. Un entrefer de 4 mm est choisi de façon à assurer une homogénéisation du cisaillement appliqué. Le système de mesure et les échantillons testés sont protégés par une enceinte pour éviter l'évaporation pendant les mesures (cf. **Fig. 2.7**). Toutes les mesures sont effectuées à une température constante de 20°C. Trois protocoles de mesure sont réalisés pour évaluer le seuil d'écoulement et son évolution dans le temps, le comportement viscoélastique par balayage de déformation et les paramètres de restructuration.



Fig. 2.7 : Le Rhéomètre *DHR2* et la géométrie de mesure utilisés

Protocole de mesure du seuil d'écoulement

Le seuil d'écoulement est mesuré en soumettant l'échantillon à un taux de cisaillement constant de 0.01 s^{-1} pendant 2 minutes. Ce protocole est optimisé de façon à identifier à la fois les seuils d'écoulement statique et dynamique (**Fig. 2.8**). La valeur maximale de la contrainte de cisaillement correspond au seuil d'écoulement statique, tandis que la contrainte de cisaillement d'équilibre après la rupture thixotropique correspond au seuil d'écoulement dynamique. Initialement, les échantillons sont pré-cisailés pendant 2 min à un taux de cisaillement de 200 s^{-1} afin d'obtenir un état de dispersion de référence bien défini pour tous les mélanges [12]. L'échantillon est laissé ensuite au repos pendant une durée de 5 min avant chaque mesure (**Fig. 2.9**). Le suivi de l'évolution du seuil d'écoulement a duré 25 min. Comme les essais d'impression ont été menés durant la première heure après le malaxage, l'évolution exponentielle ultérieure du seuil d'écoulement rapportée par Perrot et al. [13] n'est pas évaluée dans cette étude. Les processus de refloculation et de structuration linéaire, ainsi que leurs cinétiques correspondantes (\mathbf{R}_{thix} , \mathbf{A}_{thix}) telles que définies respectivement par Kruger et al. [9] et Roussel [14], sont évalués. Ces paramètres sont calculés à l'aide des équations **Eqs.2.1** et **2.2**, suivantes :

$$\tau_s(t) = A_{\text{thix}} \cdot t + \tau_{s,\text{floc}} ; \quad t_{\text{rf}} < t \leq t_c \quad (2.1)$$

$$\tau_s(t) = R_{\text{thix}} \cdot t + \tau_{d,\text{eq}0} ; \quad t \leq t_{\text{rf}} \quad (2.2)$$

où $\tau_s(t)$ correspond au seuil d'écoulement statique du matériau à l'instant t après le pré-cisaillement (Pa), et $\tau_{d,\text{eq}0}$ est son seuil d'écoulement dynamique initiale. Par ailleurs, $\tau_{s,\text{floc}}$ correspond au seuil d'écoulement statique (Pa) du matériau après

refloculation, et est calculé en soustrayant du seuil d'écoulement statique initiale $\tau_{s,0}$, la structuration qui a eu lieu pendant la période de refloculation t_{rf} ($A_{thix} \cdot t_{rf}$), comme suit : $\tau_{s,floc} = \tau_{s,0} - A_{thix} \cdot t_{rf}$ (Fig. 2.10).

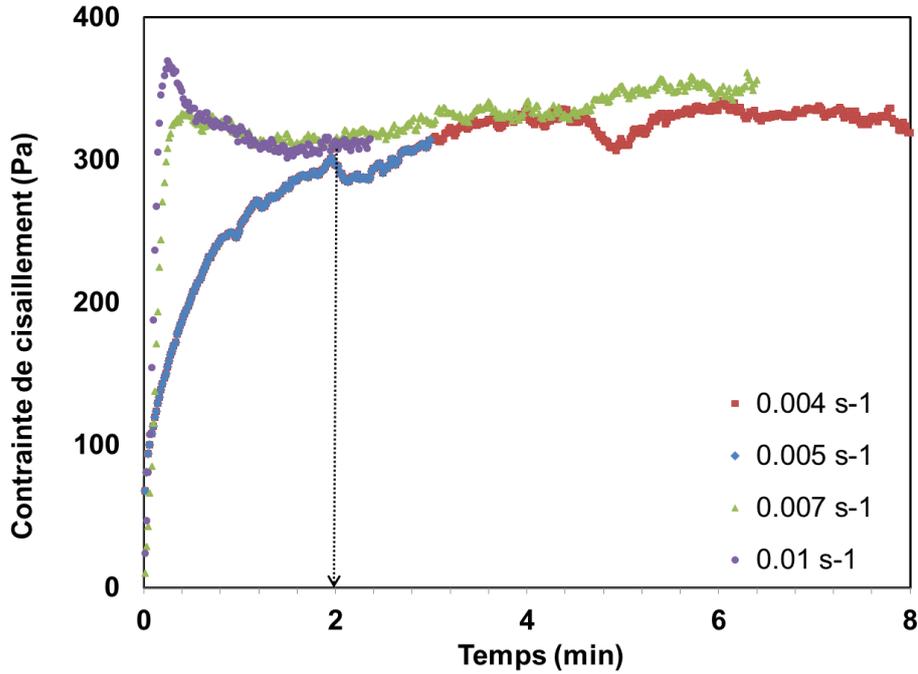


Fig. 2.8 : Courbe d'optimisation du protocole de mesure du seuil d'écoulement à différents temps de mesure et taux de cisaillement

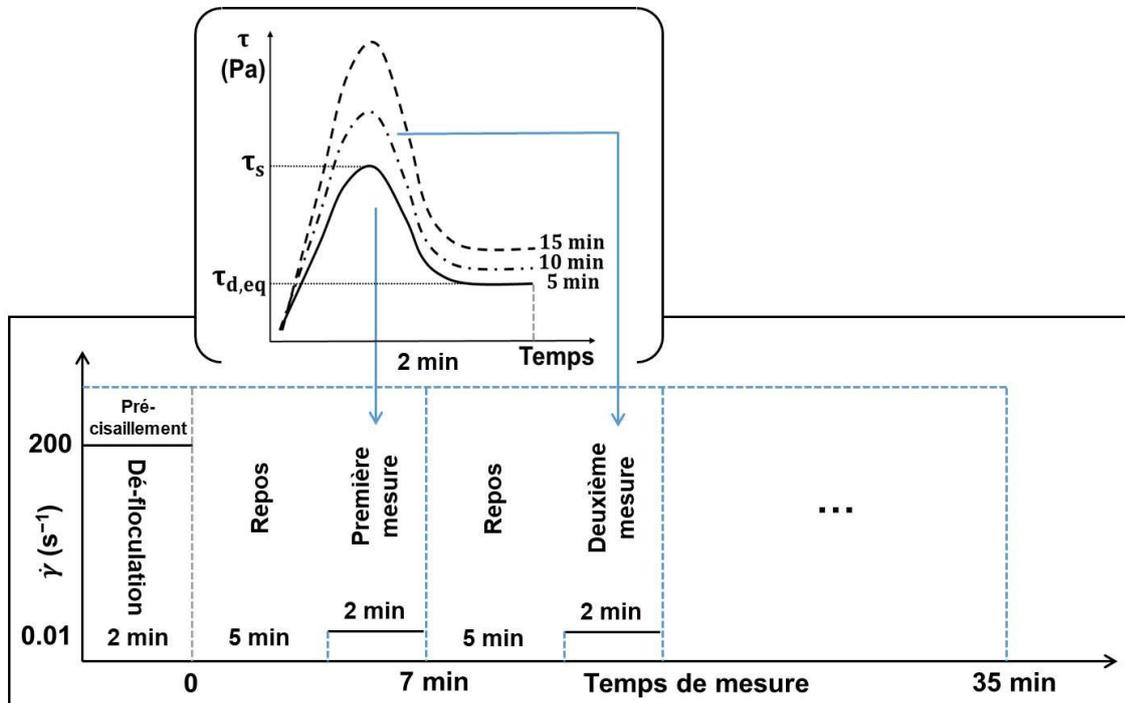


Fig. 2.9 : Protocole expérimental du suivi de l'évolution du seuil d'écoulement

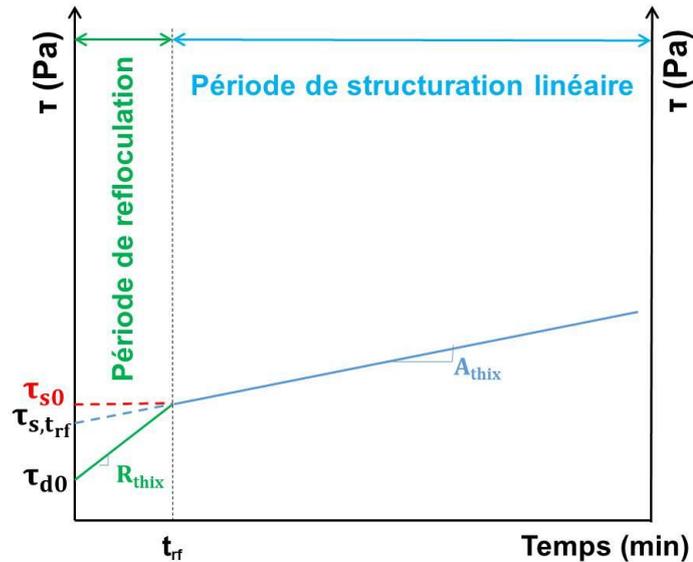


Fig. 2.10 : Phases de l'évolution du seuil d'écoulement selon Kruger et al. [9]

Protocole de Balayage de déformation

Des mesures de balayage de déformation sont effectuées pour déterminer les régions viscoélastiques linéaires des mélanges étudiés. Cela a permis d'identifier la déformation à appliquer lors des essais de restructuration selon la déformation critique obtenue. Par ailleurs, cet essai a permis également de comparer la stabilité des formulations vis-à-vis de leur comportement viscoélastique.

Protocole de mesure des cinétiques de la restructuration

Deux approches différentes sont utilisées pour quantifier la restructuration des mélanges étudiés et évaluer les variations de leurs propriétés rhéologiques après extrusion, notamment la viscosité et le module de stockage. La première approche consiste à appliquer initialement une déformation constante dans le domaine viscoélastique linéaire (LVD : *Linear viscoelastic domain*) pour identifier un état de référence de l'échantillon. Ensuite, une déformation plus élevée est appliquée, simulant ainsi le processus d'extrusion. La dernière étape est similaire à la première, dans laquelle la restructuration de l'échantillon est évaluée. Une déformation de 0,001 % et une fréquence de 10 rad/s sont utilisées pour les premier et troisième intervalles (**Fig. 2.11a**). Le paramètre de restructuration (G'_r) représente le taux d'évolution du module de stockage G' .

La seconde approche consiste à évaluer le taux de restitution de la viscosité apparente après dispersion, comme le montre la **Fig. 2.11b**. Tout d'abord, un taux de cisaillement très faible est appliqué pour identifier la viscosité initiale de référence.

Un taux de cisaillement plus élevé est ensuite appliqué pour simuler le processus d'extrusion. À la fin du régime de cisaillement, l'échantillon est soumis à un faible taux de cisaillement de $0,01 \text{ s}^{-1}$ pour simuler les conditions de repos, ce qui correspond à la phase de dépôt après impression. La viscosité apparente restituée η_1 est ensuite déterminée et utilisée pour calculer le paramètre de restitution R en utilisant l'équation suivante :

$$R = \frac{\eta_1}{\eta_0} \quad (2.3)$$

où η_0 et η_1 sont les viscosités apparentes initiale et restituée, respectivement.

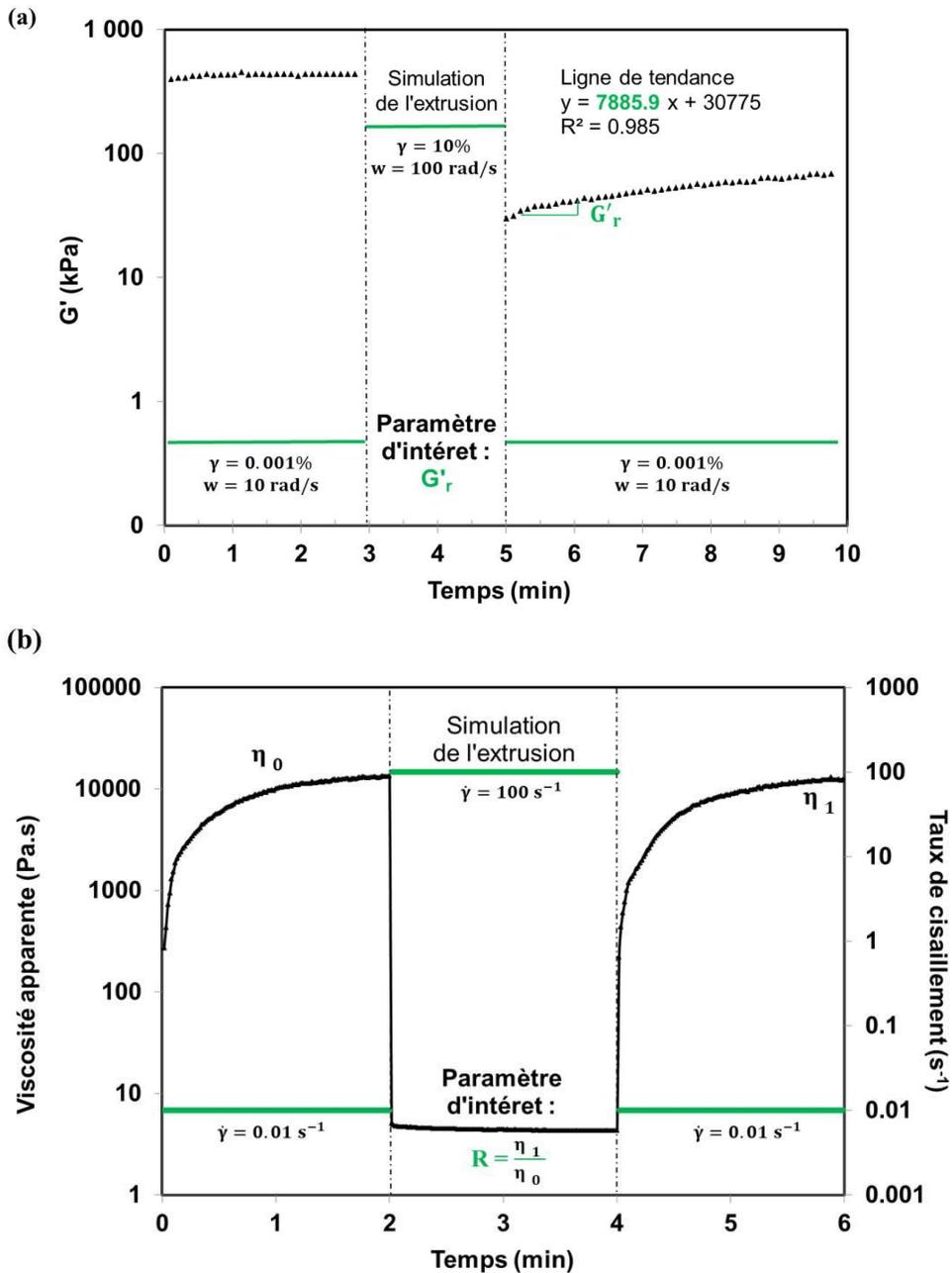


Fig. 2.11 : Protocoles des tests de restructuration

d) Suivi de l'hydratation

Un calorimètre isotherme *TAM Air* est utilisé pour déterminer le degré d'hydratation des mélanges étudiés. Les mesures sont effectuées avec des échantillons de 100 g à une température contrôlée de 20°C. Les échantillons testés sont préparés en utilisant les mêmes procédures de malaxage décrites dans la **section 2.1.1 (a)**, et immédiatement transférés dans le calorimètre. Le degré d'hydratation (α) est calculé selon l'équation suivante :

$$\alpha = \frac{Q(t)}{Q_{\infty}} \quad (2.4)$$

La période d'ouvrabilité est estimée à travers le temps de prise t_0 qui représente la période dormante. L'influence des ajouts minéraux et des dosages en VMA sur l'hydratation est évaluée en utilisant le mortier M63 comme mélange de référence. Tandis que pour l'effet de la teneur en pâte, le mélange M100 est pris comme référence. Le t_0 normalisé ($= t_0$ du mélange / t_0 Réf) est utilisé pour évaluer ces effets sur le processus d'hydratation (retardé si $t_0 > 1$ et accéléré si $t_0 < 1$).

e) Propriétés élastiques au jeune âge

L'évolution des propriétés élastiques au jeune âge des mélanges est suivie à travers l'évaluation des vitesses de propagation des ondes ultrasonores. Le dispositif utilisé est le *FreshCon*, initialement développé à l'Université de Stuttgart pour analyser la prise et le durcissement des matériaux cimentaires. Le fonctionnement du dispositif est détaillé en **ANNEXE A**. Les mesures sont effectuées à une température ambiante contrôlée de $20 \pm 2^\circ\text{C}$. Le contrôle des propriétés viscoélastiques permet de fournir des informations utiles concernant la rigidité et la stabilité du matériau lors de l'impression. Les modules d'élasticité (**E**) et de cisaillement (**G**) sont déterminés à partir des vitesses des ondes ultrasonores de compression (P) et de cisaillement (S) selon les équations suivantes **Eqs.2.5 et 2.6**:

$$E = \left(\frac{3.v_p^2 - 4.v_s^2}{v_p^2 - v_s^2} \right) \cdot v_s^2 \cdot \rho_c \quad (2.5)$$

$$G = v_s^2 \cdot \rho_c \quad (2.6)$$

2.1.2. Résultats et discussions

a) Paramètres d'ouvrabilité

Les paramètres d'ouvrabilité mesurés pour les mélanges étudiés sont résumés dans la

Fig. 2.12. Le mélange de référence (*i.e.* M100) a la viscosité la plus élevée dû à son faible dosage en SP, entraînant ainsi des interactions colloïdales plus importantes. Cela a induit une cinétique de structuration plus importante, reflétée par une valeur A_{thix} plus élevée. En contrepartie, le mélange M63 contenant une quantité plus élevée de SP a présenté une viscosité et un A_{thix} plus faibles que le mélange M100, en raison de l'effet dispersant du superplastifiant. Ceci est susceptible de faciliter son extrusion mais peut en revanche impacter son aspect de constructibilité. D'autre part, l'incorporation de VMA pour un dosage en SP constant a augmenté de manière significative la viscosité apparente et le taux de structuration A_{thix} . Cela peut être principalement dû aux longues chaînes et au poids moléculaire élevé du VMA qui absorbent l'eau libre et augmentent l'effet d'enchevêtrement [15]. Il est bien établi que les VMAs modifient de manière significative la rhéologie des matériaux cimentaires, ce qui, dans une certaine mesure, augmente le seuil d'écoulement [15–18]. Il existe très peu d'études dans la littérature sur l'effet des VMAs sur l'imprimabilité des matériaux cimentaires. Chen et al. [3] ont évalué les effets compétitifs entre l'effet dispersif du SP et l'aspect visqueux du VMA. Cette compétition peut détériorer l'imprimabilité du mélange en fonction de l'équilibre résultant entre les deux effets opposés, qui est fonction des dosages d'adjuvants et de leur compatibilité. De plus, la synergie entre le ciment, le SP et le VMA devient très critique dans ce contexte. Le type et la composition chimique du système ciment-SP-VMA peuvent grandement modifier les propriétés du mélange.

En outre, le type et la teneur en ajouts cimentaires peuvent modifier de manière significative l'ouvrabilité du mélange pour un dosage en SP constant. Par exemple, les mélanges contenant du filler calcaire (**FC**) ont montré une plus grande ouvrabilité que ceux incorporant des cendres volantes (**CV**). Ainsi, le remplacement des cendres volantes par les fillers calcaires tend à améliorer l'ouvrabilité du mélange, ce qui se traduit par des valeurs de viscosité et de seuil d'écoulement plus faibles. D'autre part, l'utilisation du filler calcaire a induit un taux de structuration plus élevé. Cela peut être dû à l'effet physique du FC qui modifie la distribution granulométrique, la densité et accélère l'hydratation en augmentant les sites de nucléation du système [19]. La densité plus élevée combinée à la faible demande en eau du FC contribue à améliorer l'ouvrabilité du mélange, tandis que la modification de la distribution granulométrique et la nucléation contribuent à augmenter A_{thix} .

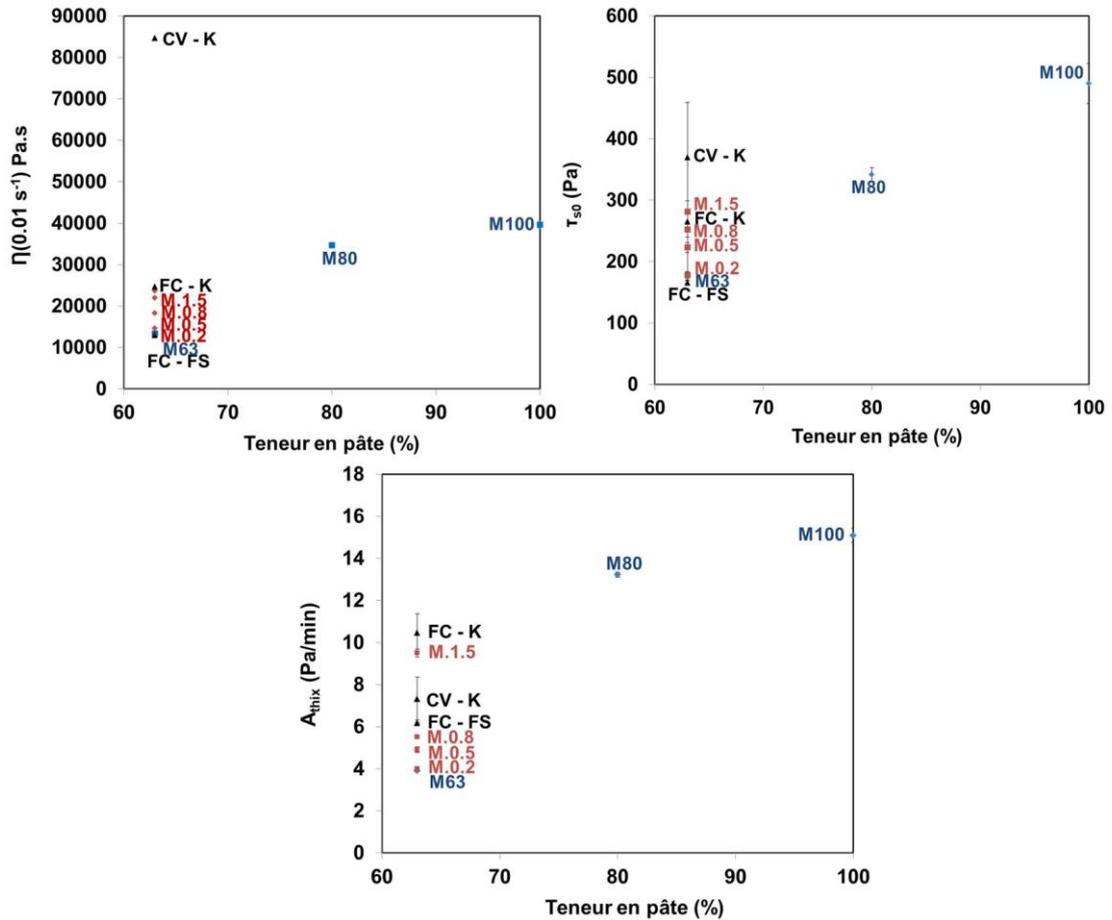


Fig. 2.12 : Paramètres d’ouvrabilité des mélanges étudiés

(τ_{50} : seuil d’écoulement statique initial, $\eta_{0,01 \text{ s}^{-1}}$: viscosité apparente initiale et A_{thix} : taux de structuration linéaire)

D’autre part, le remplacement de la fumée de silice par la kaolinite a augmenté à la fois le seuil d’écoulement initial et le taux de structuration. En raison de sa forte demande en eau [20], la kaolinite peut absorber une partie importante de l’eau de gâchage - qui autrement contribuerait normalement à la lubrification du système et faciliterait le glissement des particules pendant le cisaillement - ce qui diminue la fluidité du mélange. Ceci explique l’augmentation significative de la viscosité, qui est plus importante dans le cas du mélange CV-K que FC-K.

Il est intéressant de mentionner que la plage des paramètres d’ouvrabilité obtenue dans cette étude est comparable à celle rapportée dans la littérature [21–23]. Néanmoins, ces paramètres d’ouvrabilité doivent être adaptés selon le processus d’impression utilisé. Par exemple, des matériaux plus fermes peuvent être utilisés pour des processus d’impression différents et à plus grande échelle [9,13]. Ces cas seront discutés ultérieurement dans la **section 2.2**.

b) Paramètres d’extrudabilité

Bien que les paramètres d'ouvrabilité mesurés précédemment donnent un aperçu de l'imprimabilité des mélanges étudiés, plusieurs changements des propriétés du matériau peuvent avoir lieu pendant le pompage et l'extrusion [24]. Comme mentionné dans l'introduction de ce chapitre, une faible viscosité est requise pendant les phases de pompage et d'extrusion, mais une valeur plus élevée est nécessaire après l'extrusion. Bien que ces exigences semblent contradictoires, elles peuvent être facilement satisfaites en exploitant le comportement thixotropique et la rhéofluidification des matériaux cimentaires. Ces comportements sont généralement contrôlés par la pâte cimentaire, ce qui explique la teneur en pâte relativement élevée utilisée dans la formulation des matériaux imprimables.

Les paramètres d'extrudabilité des mélanges étudiés sont résumés dans la **Fig. 2.13**. Le mélange M100 se caractérise par un taux de récupération élevé, en raison de la floculation rapide des particules cimentaires. L'inclusion de sable dans les matériaux à base de ciment inhibe la floculation des particules de ciment, réduisant ainsi la structuration induite par la floculation, comme le reflète la faible valeur de R_{thix} du mélange M63. Ceci peut également être dû au dosage relativement élevé de SP dans le mélange. En effet, la présence de chaînes de SP induit des forces interparticulaires répulsives et réduit l'attraction globale entre les particules de ciment et le taux de refloculation [25].

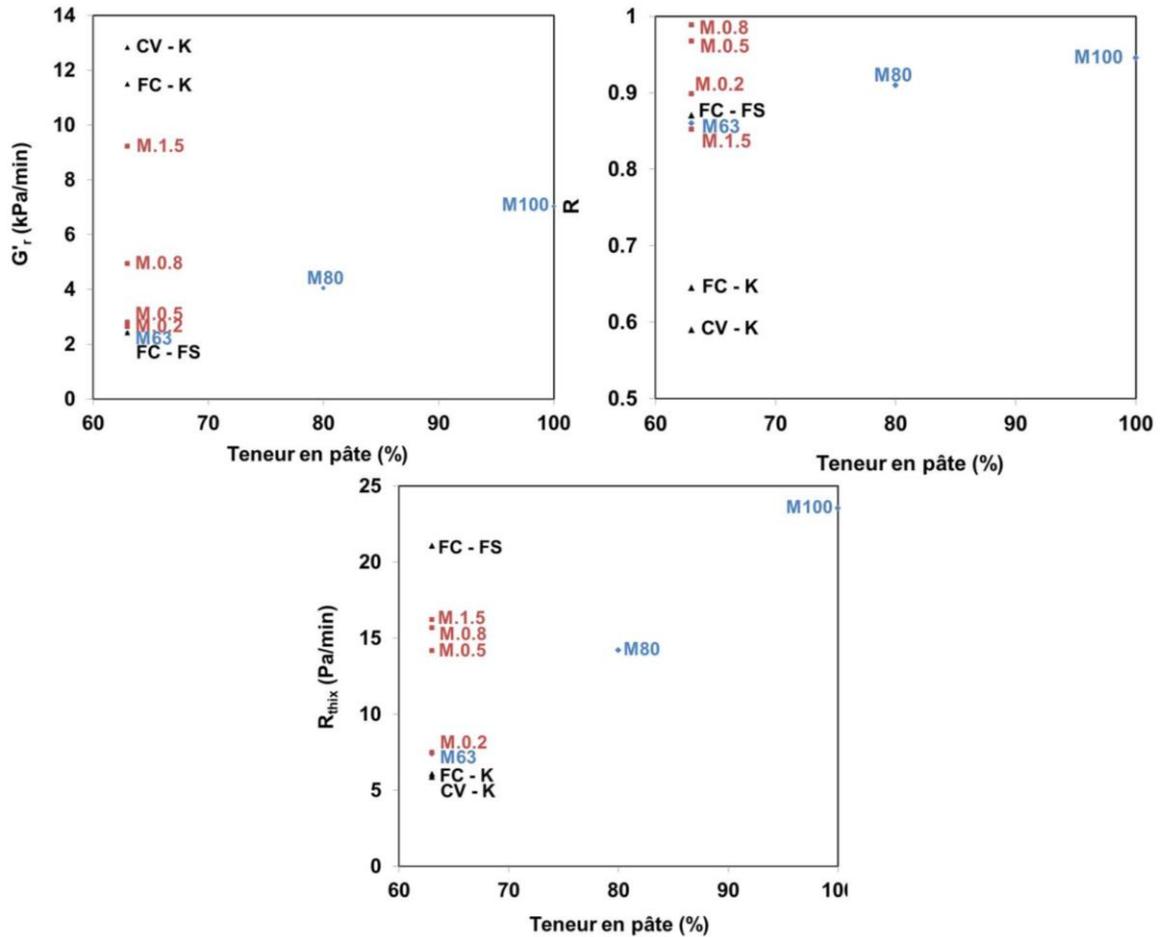


Fig. 2.13 : Paramètres d'extrudabilité des mélanges étudiés

(G'_r : taux de restructuration du module de stockage, R: taux de restitution de la viscosité apparente et R_{thix} : taux de refloculation)

Le temps de restructuration d'un mortier imprimable augmente avec la teneur en SP en raison de la réduction des forces attractives, ceci limite sa capacité de rétention des couches lors de l'impression [26]. Il est possible de remédier à ce problème en utilisant des accélérateurs ou des agents de viscosité permettant d'augmenter le taux de structuration du mélange. En effet, comme le montre la **Fig. 2.13**, les taux de restructuration et de refloculation augmentent avec la concentration en VMA. En revanche, le taux de restitution de la viscosité **R** a augmenté jusqu'à une certaine limite. Ceci suggère l'existence d'un dosage optimal de VMA au-delà duquel la récupération de la viscosité apparente initiale est limitée, ce qui peut détériorer la qualité des filaments extrudés. Ce comportement peut être expliqué par l'effet compétitif de l'épaississement des longues chaînes de VMA perçu initialement, et l'effet dispersif induit par le SP, réduisant le taux de restitution de la viscosité. Ce comportement a été rapporté également dans la littérature [3,27].

Le remplacement des cendres volantes par le filler calcaire a amélioré le taux de

refloculation. Ceci est principalement dû à l'effet physico-chimique des fillers calcaires, expliqué dans la **section 2.1.2(a)**. Cependant, le remplacement de la fumée de silice par la kaolinite a amélioré l'empilement granulaire et, par conséquent, a réduit le taux de restructuration du mélange induit par la floculation, mais a accéléré en contrepartie sa rigidification, reflétée par des valeurs plus élevées de G'_r des systèmes FC-K et CV-K.

À ce stade, les paramètres déterminés sont suffisants pour évaluer l'imprimabilité des mélanges étudiés, notamment pour des essais d'impression de courte durée. Par ailleurs, le suivi de leur structuration physico-chimique à long terme peut s'avérer nécessaire, en tenant compte de l'aspect évolutif du comportement des matériaux cimentaires en fonction du temps.

c) Paramètres de constructibilité

Les résultats des mesures du balayage de déformation sont présentés à la **Fig. 2.14**. Les valeurs du module élastique initial (G'_0) et de déformation critique (γ_c) des mélanges étudiés sont résumées dans le **Tableau 2.4**. Le mélange M100 a présenté un module de stockage initial et une déformation critique plus élevés par rapport aux mélanges M80 et M63. En effet, la présence de grains de sable et de SP réduit l'attraction des particules cimentaires et augmente les distances interparticules du ciment. Par ailleurs, le mélange M100 a montré un faible dépassement de déformation en G'' (*weak strain overshoot*) avant la chute par rapport aux autres mélanges. Le dépassement observé résulte de la résistance à l'écoulement du matériau due à la formation d'une microstructure formée de liaisons faibles (e.g. liaison hydrogène) [28]. Ce comportement a été également observé dans les mélanges contenant de la kaolinite.

L'ajout de VMA jusqu'à 0,8 % en poids de ciment, a augmenté jusqu'à une certaine limite le module de stockage initial et la déformation critique. Au-delà de ce dosage, une réduction de la déformation critique est observée, reflétant ainsi l'aspect compétitif complexe entre l'effet du SP et celui du VMA.

Les mélanges contenant de la kaolinite ont un domaine viscoélastique plus large que ceux contenant de la fumée de silice, reflétant ainsi une meilleure stabilité. Comme mentionné précédemment, ceci est dû à la contribution de sa distribution granulaire dans l'amélioration de la compacité du mélange. Par ailleurs, l'incorporation du FC a entraîné une déformation critique plus faible que celle observée avec les CV, mais

l'influence des CV et du FC sur ces propriétés est relativement mineure (cf. **Tableau 2.4**). Ceci est principalement dû à la formation d'une microstructure moins stable formée par les particules de calcaire, nécessitant ainsi une déformation critique plus faible pour initier l'écoulement [29].

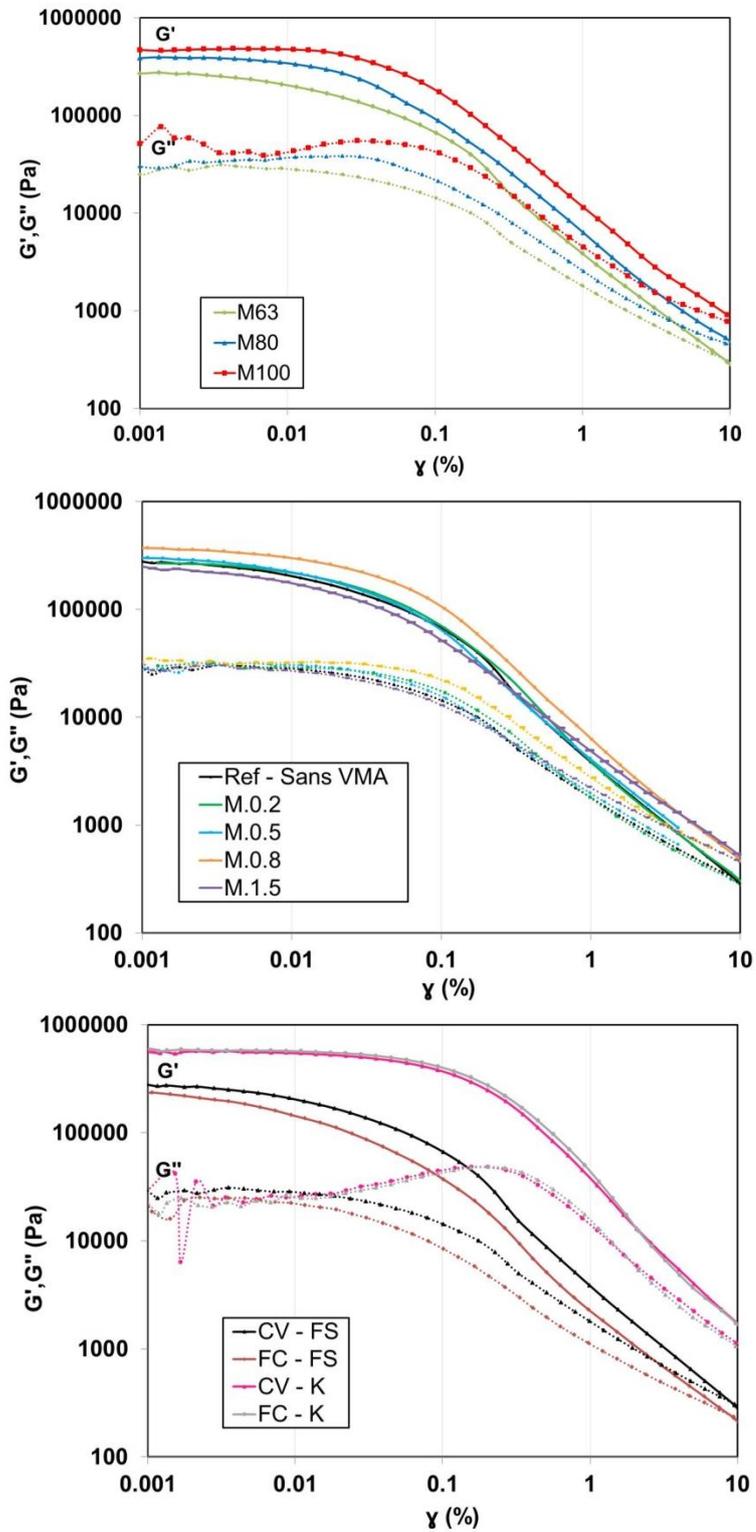


Fig. 2.14 : Courbes de balayage de déformation des mélanges étudiés

Tableau 2.4 : Le module de stockage initial et les valeurs de déformation critique des mélanges étudiés

Mélange	G'_0 (10^5 Pa)	γ_c (10^{-1})
M100	4,51	17,7
M80	3,48	8,89
M63 - (CV-FS)	2,51	3,52
M.0.2	2,47	4,86
M.0.5	2,52	5,64
M.0.8	3,05	8,95
M.1.5	2,1	4,47
CV - K	5,52	22,1
FC - FS	1,96	2,25
FC - K	5,15	17,5

Les valeurs du temps d'ouvrabilité (t_0) des mélanges étudiés sont présentées dans le **Tableau 2.5**. Le mélange M63 a une période d'ouvrabilité plus étendue que les autres mélanges en raison de son dosage relativement élevé en SP, qui retarde la prise [30]. D'autre part, la période d'induction est réduite avec la concentration en VMA jusqu'à 0,8 %, en poids de ciment. Au-delà de ce dosage, la tendance s'est infléchie. La compétition entre le SP et le VMA peut être à l'origine de cette variation. En effet, à faible concentration de VMA, les longues chaînes des polymères peuvent s'adsorber sur les particules de ciment sans entraver la cinétique d'hydratation [31]. En revanche, pour un dosage plus élevé, seules quelques particules cimentaires sont exposées à l'eau, ce qui ralentit l'hydratation. L'adsorption de molécules de SP peut également contribuer à retarder l'hydratation. Dans ce contexte, les courbes d'écoulement du système (eau - SP - VMA) sont comparées à celles du système (eau - VMA) pour différents dosages de VMA afin d'évaluer l'interaction entre les adjuvants sur le comportement d'écoulement de l'eau de gâchage. Comme on peut l'observer sur la **Fig. 2.15**, la viscosité de l'eau est fortement affectée par l'incorporation du SP et du VMA. L'efficacité du superplastifiant est plus élevée dans le cas de mélanges à fort dosage en VMA. Ce qui reflète l'aspect compétitif du SP-VMA, rapporté dans la littérature [15,32].

L'incorporation des ajouts cimentaires a également affecté la cinétique d'hydratation. En effet, les résultats présentés dans le **Tableau 2.5** ont révélé que le remplacement de la fumée de silice par la kaolinite a réduit de trois fois la période d'ouvrabilité (t_0). Ceci est principalement dû à la demande en eau relativement plus élevée de la kaolinite comparée à celle de la fumée de silice. Ceci est cohérent avec les

paramètres d'ouvrabilité présentés précédemment. L'effet accélérateur de prise du filler calcaire est également observé. Cela peut être attribué à son triple effet comprenant (1) une meilleure densité, (2) une augmentation de sites de nucléation, et (3) la réactivité du filler calcaire lui-même [32–34].

Tableau 2.5 : Temps d'ouvrabilité des mélanges

Mélange	t_0 (h)	
	Valeur mesurée	Valeur normalisée
M100	3,26	1,00
M80	6,00	1,84
M63	8,00	1,33
Réf. - M63	8,00	1,00
M-0.2	5,50	0,69
M-0.5	5,00	0,63
M-0.8	4,22	0,53
M-1.5	6,50	0,81
CV-FS (M63)	8,00	1,00
CV-K	3,54	0,32
FC-FS	5,36	0,67
FC-K	2,56	0,44

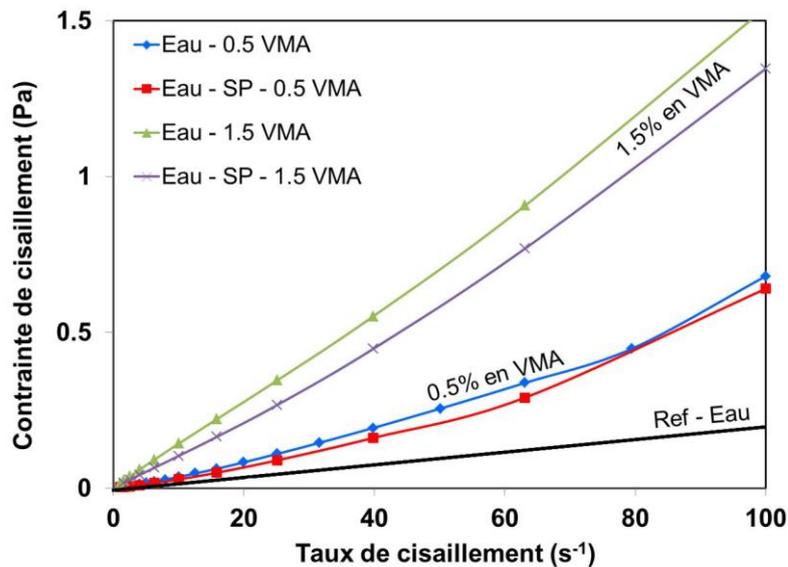


Fig. 2.15 : Courbes d'écoulement des mélanges d'eau, avec SP et VMA à des dosages faibles et élevés

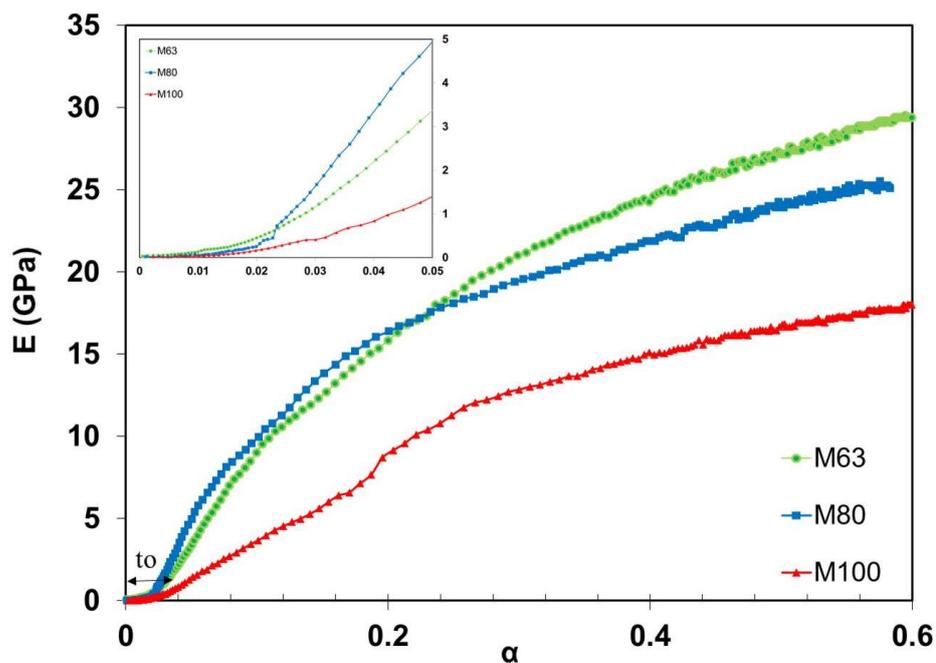
L'évolution du module élastique (E) en fonction du degré d'hydratation (α) des mélanges étudiés est illustrée dans la Fig. 2.16. Les résultats obtenus ont montré que le module de cisaillement (G) suivait la même tendance que le module élastique.

Il convient de mentionner que l'ajout du VMA n'a pas eu d'effet significatif sur le développement du module élastique des mélanges étudiés. En effet, son effet est

restreint au jeune âge pendant la période dormante. En revanche, la combinaison de différents SCMs a influencé l'évolution des propriétés élastiques des mélanges. Toutefois, le développement du module élastique pendant la période dormante était comparable, quel que soit le type du SCM. Le mélange contenant de la fumée de silice a présenté le module élastique le plus élevé au jeune âge par rapport aux autres mélanges. Cela peut être attribué à sa grande réactivité pouzzolanique par rapport aux autres ajouts cimentaires.

D'autre part, l'accélération de la prise et le développement du module élastique (E) observé avec les fillers calcaires peuvent être dus à la stabilisation de l'ettringite qui augmente le volume des produits d'hydratation, améliorant ainsi la compacité et la résistance de la matrice [35]. Ces résultats suggèrent que le mélange FC-FS présente le meilleur aspect de constructibilité en termes de temps d'ouvrabilité (t_0) et de développement du module (E), tandis que les mélanges M100 et M80 ont montré les paramètres (t_0 , E) les plus faibles.

A la lumière des résultats obtenus, la combinaison de différents ajouts cimentaires (SCM) peut être plus appropriée que l'ajout d'un agent de viscosité, selon le temps d'impression et la performance mécanique visée. Cependant, l'incorporation du VMA peut être bénéfique pour atteindre les paramètres requis pour l'impression 3D au jeune âge.



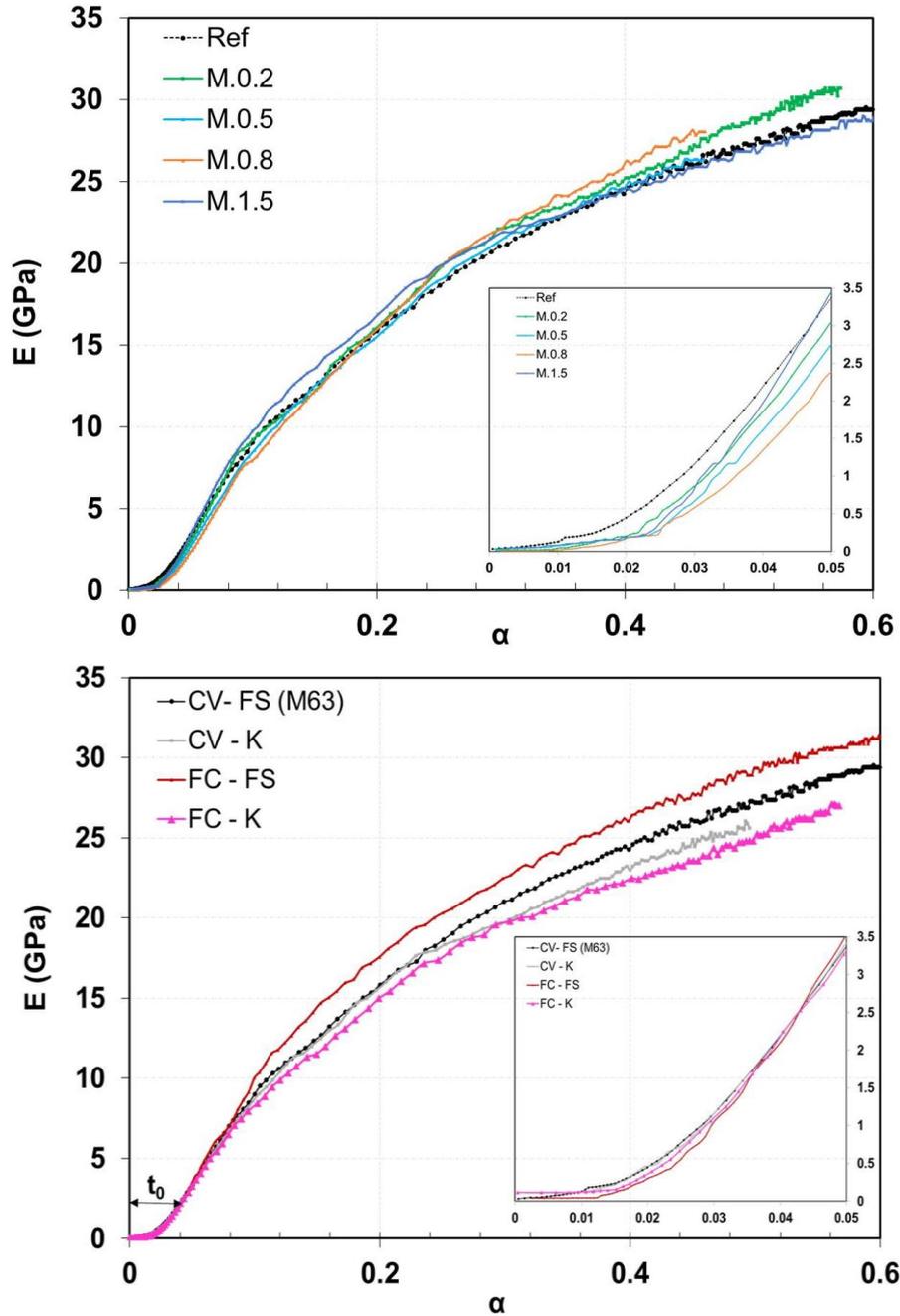


Fig. 2.16 : Courbes d'évolution des propriétés élastiques des mélanges étudiés

(N.B : Les résultats représentés dans ces graphes sont les résultats du suivi de la structuration provenant du FreshCon corrélés avec le suivi de l'hydratation provenant de la calorimétrie isotherme)

2.1.3. Approche W.E.B d'optimisation

a) Indicateurs W.E.B

Afin d'évaluer l'imprimabilité des mélanges étudiés, trois indices sont définis reflétant les aspects d'ouvrabilité, d'extrudabilité et de constructibilité, en se basant sur les paramètres identifiés précédemment :

$$W = \tau_{s0}/\eta_{app}, \quad E = R_{thix}/G'_{r \cdot R}, \quad B = A_{thix}/t_0$$

où **W**, **E** et **B** représentent les indicateurs d'ouvrabilité, d'extrudabilité et de constructibilité, respectivement. L'indicateur **W** représente le rapport du seuil d'écoulement statique initial à la viscosité apparente. En effet, une ouvrabilité optimale pour une mise en place par impression 3D nécessite un seuil d'écoulement élevé pour assurer une bonne rétention de forme et une viscosité adaptée pour faciliter le transport et l'extrusion (i.e. pompage). L'indicateur d'extrudabilité relie les paramètres de restructuration du matériau. Une bonne qualité d'extrusion implique un taux de refloculation relativement élevé et une cinétique modérée de rigidification et de restitution de la viscosité, afin d'assurer une bonne qualité d'interface entre les couches. Par ailleurs, l'indicateur de constructibilité dépend principalement de la cinétique de structuration du matériau et est inversement proportionnel à son temps d'ouvrabilité. En raison de la courte période d'impression, les résultats du suivi de la structuration physicochimique (**E**, α) ne sont pas pris en compte dans l'indice de constructibilité. Les paramètres **W**, **E**, et **B** des mélanges étudiés sont présentés dans la **Fig. 2.17**. Les indicateurs **WEB** d'imprimabilité peuvent être utiles pour faciliter la sélection de la formulation optimale afin d'obtenir une bonne qualité d'impression, et prédire à l'avance les problèmes qui peuvent survenir durant l'impression (cf. **Fig. 2.1**).

Plusieurs essais d'impression sont réalisés pour valider l'imprimabilité des mélanges étudiés. Les résultats de ces essais sont présentés dans le **Tableau 2.6**. Sur la base de ces résultats, les mélanges présentant les indices d'ouvrabilité et d'extrudabilité les plus faibles et les indices de constructibilité les plus élevés ont donné lieu à une qualité de surface médiocre des filaments. Ceci est évalué par la présence de bulles d'air, de fissures et de déformations lors de l'impression (voir les mélanges M100, FC-K, CV-K et M.1.5). Par ailleurs, le mélange M63 a montré une très bonne qualité d'extrusion et une bonne adhésion entre les couches, mais un taux de constructibilité modéré. Cependant, l'ajout du VMA à un dosage inférieur à 0.8 %, en poids de ciment, a amélioré le taux de constructibilité. En revanche, un surdosage a affecté la qualité de l'extrusion, comme observé avec le mélange M.1.5 (cf. **Tableau 2.6**).

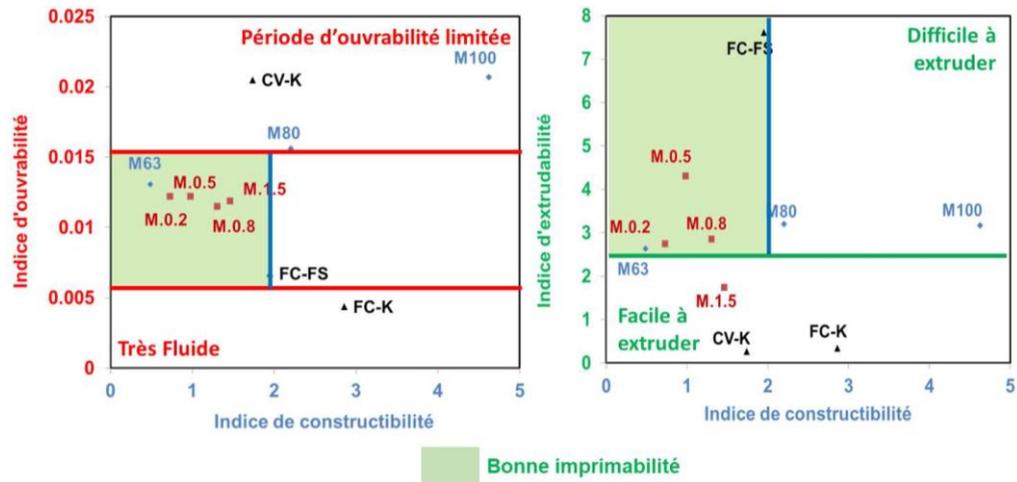
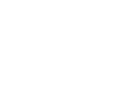


Fig. 2.17 : Paramètres W.E.B des mélanges étudiés

Tableau 2.6 : Résultats des essais d'impression des mélanges étudiés

Essais d'impression	Mélanges	Pression moyenne d'extrusion (bar)	Qualité de l'extrudât	Nombre moyen de couches imprimées	Commentaires
	M100	0.7		20	Le taux de constructibilité est élevé. L'adhérence entre les couches n'est pas assez bonne, compte tenu des taux élevés de refloculation et de structuration par rapport à la vitesse d'impression. Le temps d'imprimabilité est très limité, et des bulles d'air ont été observées pendant l'impression.
	M80	0.5		18	La qualité de l'extrusion est assez bonne. L'adhérence entre les couches est bonne. Le taux de constructibilité est proche de celui de la pâte M100, et moins de bulles d'air ont été observés lors de l'impression.
	M63	0.2		15	Le mélange est très facile à extruder. Sa fluidité a permis une meilleure adhésion entre les couches à un taux de constructibilité modéré.
	M0.2	0.3		18	
	M0.5	0.5		23	En augmentant le dosage en VMA, le taux de constructibilité a augmenté en raison de l'effet stabilisateur de l'agent colloïdal. En revanche, la qualité de l'extrusion s'est détériorée avec l'augmentation de la concentration en VMA. Des microfissures et des bulles d'air sont réapparues à la surface des filaments, particulièrement prononcés pour M1.5. L'affaissement de certaines couches a également été observé dans M1.5, ce qui reflète la nature hétérogène du mélange.
	M0.8	0.8		26	
	M1.5	1		25	
	FC - FS	0.5		27	Le mélange présente une bonne texture. Seules de légères déformations ont été observées. Le temps d'imprimabilité est assez large.
	FC - K	1.3		23	La géométrie du cylindre imprimé est très déficiente. La texture des filaments est hétérogène mais la stabilité est conservée.
	CV - K	1.5		23	La forme du filament est parfaite. La stabilité dimensionnelle est conservée mais des déformations plastiques ont été observées. Le temps d'impression est limité et le taux de constructibilité est élevé.

L'indice d'extrudabilité obtenu avec le mélange M.1.5 ($E = 1,7$) est inférieur à celui du mélange M63 - sans VMA - ($E = 2,6$). D'autre part, le mélange FC-FS a montré un très bon taux de constructibilité même avec des valeurs de viscosité et de seuil d'écoulement initial assez faibles. Cela peut être dû à ses taux élevés de refloculation et de structuration (A_{thix} , R_{thix}), augmentant ainsi sa facilité d'extrusion et sa rétention de forme. D'autre part, la pression d'extrusion a augmenté avec la viscosité apparente des mélanges. Puisqu'une seule gâchée a été utilisée pour les essais d'impression, l'augmentation du nombre de couches d'impression a entraîné une diminution de l'extrudabilité des mélanges, en particulier ceux ayant des valeurs élevées de A_{thix} et G'_r . La rhéologie initiale du matériau n'est donc pas suffisante pour évaluer l'imprimabilité des matériaux cimentaires. En revanche, les paramètres d'extrudabilité s'avèrent plus pertinents à considérer. Afin d'assurer une bonne qualité d'impression, la plage des paramètres W , E et B ciblée correspond à $0,006 < W < 0,015$, $E > 2,5$, et $B < 2$ (cf. Fig. 2.17). Cette plage peut être étendue selon le processus utilisé.

b) Recommandations

Sur la base des résultats discutés ci-dessus, les recommandations suivantes peuvent être établies pour formuler des matériaux cimentaires adaptés pour une mise en place par impression 3D :

- Une teneur optimale en pâte et en superplastifiant vise à faciliter l'extrusion tout en limitant le taux de constructibilité du mélange.
- Un dosage optimal en agent de viscosité (jusqu'à 0,8 % en poids de ciment, dans le cas de cette étude) a montré un grand potentiel dans l'amélioration de la constructibilité des matériaux cimentaires dans l'impression 3D, sans affecter le développement de leur module élastique à l'état durci. Cependant, un dosage plus élevé peut détériorer la qualité de l'extrusion. En outre, une bonne compatibilité entre le ciment, le SP et le VMA est essentielle pour obtenir des paramètres WEB adaptés pour une impression réussie.
- Les effets des ajouts cimentaires (SCM), utilisées en remplacement partiel du ciment, sur le temps d'ouvrabilité et le développement du module élastique dépendent de leur type et de leur teneur. Par exemple, un mélange contenant de la fumée de silice et du filler calcaire s'est avérée favorable aux applications d'impression 3D. Par contre, l'utilisation de la kaolinite a altéré les aspects

d'ouvrabilité et d'extrudabilité des mélanges étudiés, mais le taux de constructibilité a été amélioré en contrepartie. Cela peut être dû à sa teneur relativement élevée (10 %) utilisée dans cette étude. Par ailleurs, en plus d'améliorer les aspects d'imprimabilité, l'utilisation des ajouts cimentaires réduit également l'empreinte carbone des matériaux cimentaires.

c) Méthodologie de formulation de matériaux imprimables

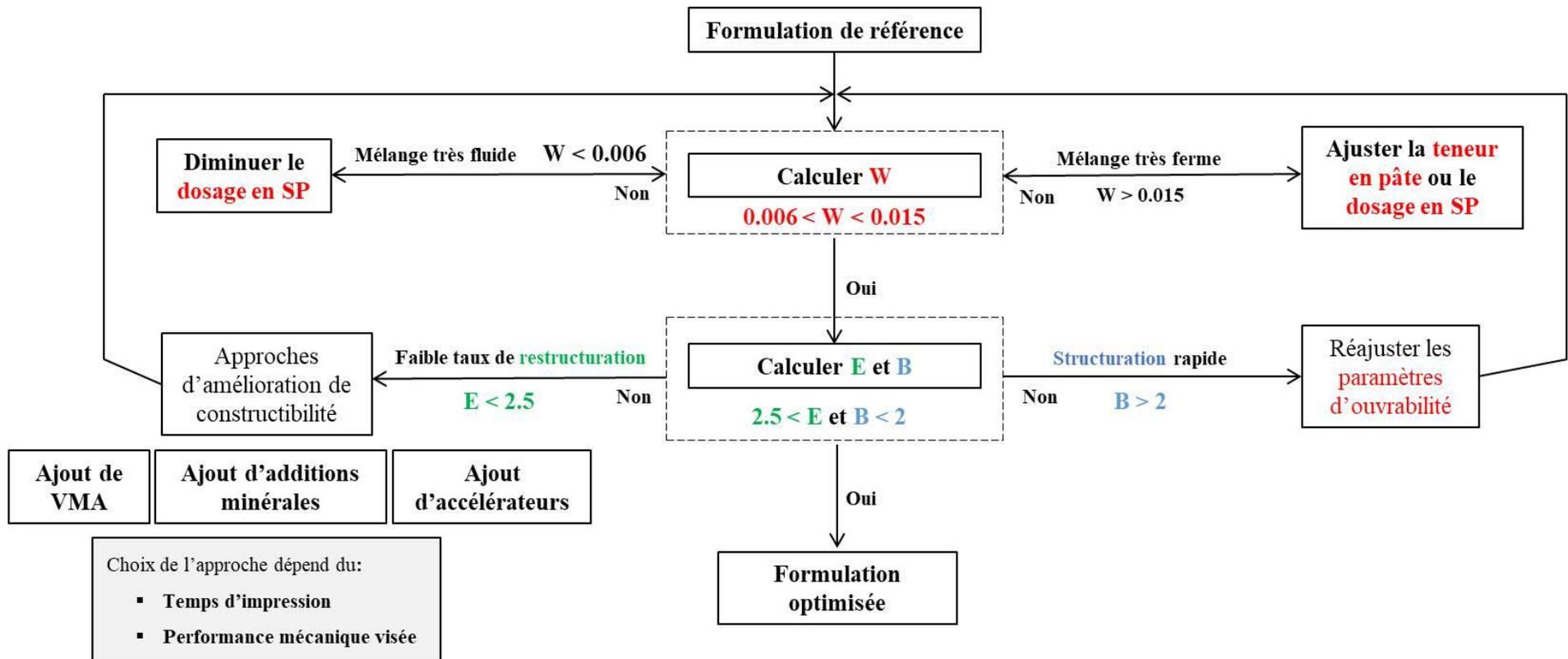
L'équation à résoudre lors de la formulation d'un matériau cimentaire imprimable comporte plusieurs variables et une solution pas nécessairement unique. À la lumière des résultats présentés précédemment et selon la formulation de référence (BAP ou BHP) choisie, une méthodologie itérative de formulation de matériaux cimentaires imprimables a été proposée, représentée dans la **Fig. 2.18**.

2.1.4. Conclusions

A ce stade, les propriétés intrinsèques des matériaux cimentaires à l'état frais ont été reliées à leur imprimabilité. Une nouvelle méthodologie de formulation de matériaux cimentaires imprimables a été proposée. L'imprimabilité a été évaluée en termes d'ouvrabilité, d'extrudabilité et de constructibilité (**WEB**). Les mélanges étudiés ont été formulés pour couvrir une large gamme de propriétés rhéologiques, en faisant varier la teneur en pâte, le dosage en superplastifiant et en ajoutant un agent de viscosité à dosage variable ou de différents ajouts cimentaires. On peut déduire des résultats obtenus les conclusions suivantes :

- L'imprimabilité des matériaux cimentaires dépend amplement de la rhéologie du mélange, notamment sa viscosité apparente (η_{app}), et son seuil d'écoulement initial (τ_{s0}) ainsi que ses taux d'évolution (\mathbf{R}_{thix} , \mathbf{A}_{thix}). Cela reflète l'importance de la structure formée au jeune âge pendant le processus de floculation dans les applications d'impression 3D.
- La rhéologie initiale du mélange s'est avérée insuffisante pour évaluer adéquatement l'imprimabilité des matériaux cimentaires. Il est important de considérer les paramètres de restructuration (\mathbf{R} , \mathbf{G}'_r) pour suivre les changements qui peuvent se produire pendant la phase d'extrusion. L'imprimabilité des mélanges peut nécessiter par ailleurs des ajustements selon le processus d'impression utilisé.

Fig. 2.18 : Méthodologie de formulation de matériaux cimentaires imprimables



- Le choix de l'approche d'amélioration de la constructibilité dépend du temps d'impression et de la performance mécanique ciblée. L'utilisation du VMA s'est avérée efficace pour améliorer le taux de constructibilité, tandis que les ajouts cimentaires sont efficaces pour ajuster la structuration physico-chimique et le temps d'ouvrabilité au cours de l'hydratation et du durcissement. La combinaison des deux approches peut contribuer à améliorer l'imprimabilité des matériaux cimentaires.

2.2. Imprimabilité : variabilité du processus et de l'échelle d'impression

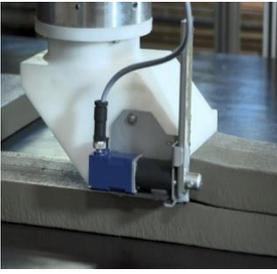
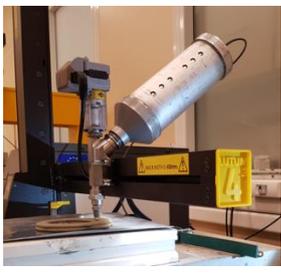
L'imprimabilité est la capacité du matériau à créer un objet 3D couche par couche selon une conception définie par ordinateur [36]. Celle-ci dépend amplement du processus utilisé, et l'échelle d'impression détermine le temps ainsi que les dimensions finales à réaliser. Chaque type de processus nécessite un ensemble spécifique d'exigences. Par conséquent, les propriétés intrinsèques de matériaux cimentaires imprimables peuvent varier en fonction du type de processus. Dans la section suivante, la variabilité du cahier des charges de l'impression 3D par extrusion des matériaux cimentaires est discutée en fonction des différences des procédés d'extrusion et de l'échelle de l'impression.

2.2.1. Variabilité du processus

Les procédés d'impression par extrusion incluent les mêmes étapes d'impression 3D. Les différences résident dans les dispositifs utilisés au moyen d'accomplir ces étapes. Le **Tableau 2.7** résume les différentes variabilités des processus d'impression par extrusion, ainsi que les propriétés intrinsèques des matériaux cimentaires requises associées. Comme mentionné dans le **CHAPITRE 1**, le matériau doit être alimenté et acheminé vers un dispositif d'extrusion pour être déposé en couches successives. Une pompe peut être utilisée pour livrer le matériau jusqu'à la buse. Dans ce cas, la longueur des tuyaux, la capacité et le type de la pompe (ex. péristaltique) devront être choisis en fonction de la rhéologie du mélange à imprimer. La plage des paramètres d'ouvrabilité définie précédemment peut donc varier. L'acheminement du matériau par écoulement gravitationnel est une autre solution possible, qui peut être soutenu par une force supplémentaire d'entraînement d'une vis sans fin ou une force de poussée d'air ou de piston. Ainsi, la limite du seuil d'écoulement du matériau à

imprimer est fonction de l'effort maximal appliqué pour extruder ce matériau. Plus cet effort est important, plus il est possible d'imprimer des matériaux à seuil et structuration élevés.

Tableau 2.7 : Étapes d'impression, processus et propriétés intrinsèques requises des matériaux cimentaires connexes (reproduit de [37])

	Extrusion par activation de prise	Impression par briques infinies	Extrusion gravitationnelle (sans agitation)	Extrusion gravitationnelle (avec agitation)
Transport	Pompage ou écoulement gravitationnel avec ou sans agitation			
Dispositif d'extrusion	Extrusion pneumatique ou par piston ou écoulement gravitationnel			Extrusion par vis sans fin ou écoulement gravitationnel soutenu par vibration
Exemples de procédé				
Matériau	$\tau_{d,0}$	$10 \text{ Pa} \leq \tau_{d,0} \leq 100 \text{ Pa}$	$\tau_{d,0} > 100 \text{ Pa}$ [37]	$10 \text{ Pa} \leq \tau_{d,0} \leq 500 \text{ Pa}$ [37,38]
	$\tau_{s,0}$	$\tau_{s,0} > 1\text{kPa}$ [39,40]	$\tau_{s,0} > 500\text{Pa}$ [37]	$\tau_{s,0} > 500\text{Pa}$ [41,42] $\tau_{s,0} \geq 150\text{Pa}$ [5,22]
	A_{thix}	$A_{thix} > 100\text{Pa}/\text{min}$ [39,40]	$A_{thix} > 20\text{Pa}/\text{min}$ [37]	$A_{thix} > 20\text{Pa}/\text{min}$ [41,43] $A_{thix} \leq 20\text{Pa}/\text{min}$ [23]

2.2.2. Échelle d'impression

Outre les variantes du procédé d'impression, la mise à l'échelle de l'impression 3D peut également modifier la plage de propriétés intrinsèques du matériau requise. En effet, la hauteur finale de l'élément à imprimer limite le seuil d'écoulement à atteindre au cours de l'impression, afin d'assurer la stabilité de celui-ci. Par ailleurs, la longueur du contour de l'élément est reliée à la cinétique de structuration et au temps de dépôt entre les couches, qui doivent être optimisés de manière à assurer une bonne qualité d'interface inter-couches.

Sur la base de l'analyse bibliographique présentée au **CHAPITRE 1** et des résultats présentés précédemment, les différentes plages d'ouvrabilité adaptée pour une mise en place par impression 3D sont représentées dans la **Fig. 2.19**. En dehors de ces

plages, divers problèmes peuvent survenir altérant la qualité d'impression, rendant même l'impression impossible.

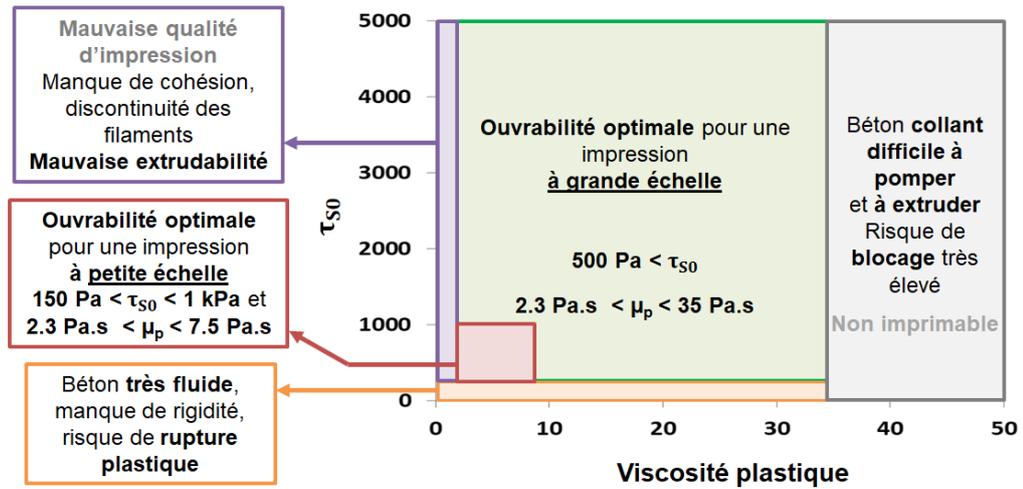


Fig. 2.19 : Plage d'ouvrabilité de matériaux cimentaires adaptés pour une mise en place par impression 3D

3. Imprimabilité : aspect Procédé

L'imprimabilité d'un mélange est principalement régie par les propriétés intrinsèques du matériau. Toutefois, même si le mélange possède les propriétés requises pour l'impression, la qualité d'impression peut être médiocre si le choix des paramètres d'impression est inapproprié (cf. Fig. 2.20). Un ajustement des paramètres d'impression est donc nécessaire en fonction de la rhéologie du mélange utilisé. Dans cette section, les effets de la variation des paramètres d'impression sont étudiés par le biais d'une imprimante à grande échelle. Les démarches de l'étude sont présentées dans ce qui suit.

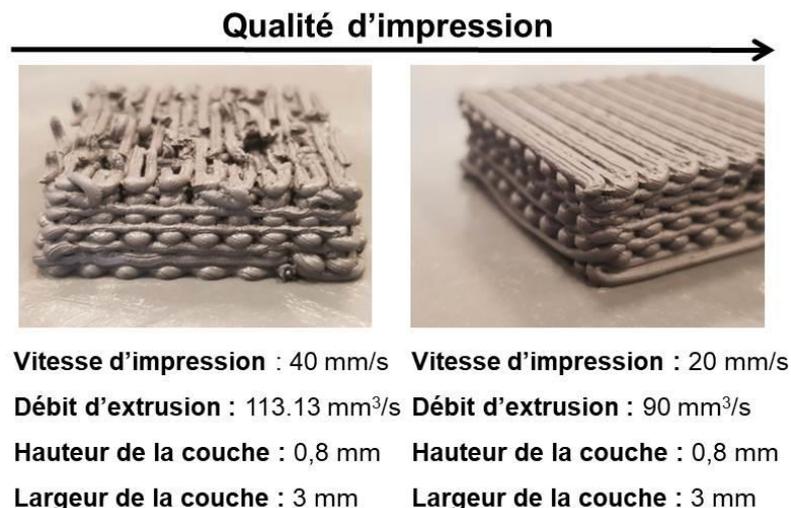


Fig. 2.20 : Variation de la qualité d'impression d'un mélange d'argile par ajustement des paramètres d'impression

3.1. Démarches de l'étude

Une étude paramétrique a été réalisée afin d'évaluer les effets de la variation des paramètres d'impression sur la qualité d'impression. A cet effet, un mélange, dont les proportions sont présentées dans le **Tableau 2.8**, a été optimisé en se basant sur la méthodologie présentée dans la **section 2**. Les caractéristiques du procédé d'impression exploité sont résumées dans le **Tableau 2.9**. La qualité d'impression a été examinée en termes de conformité dimensionnelle de l'élément imprimé (Fidélité au modèle CAO), de la qualité d'extrusion du filament et de sa stabilité. Trois paramètres d'impression sont évalués : la hauteur initiale de la buse, la vitesse d'impression et le débit (ou vitesse) d'extrusion.

Tableau 2.8 : Formulation du mortier utilisé dans l'étude paramétrique

Sable fin 0.1 - 0.3mm (kg/m ³)	Sable 0.3 – 0.7mm (kg/m ³)	Ciment GU (kg/m ³)	Eau (kg/m ³)	SP (%)	E/C	S/C	W	E	B
465	465	931	326	0.02	0.35	1.0	0.01	5	1.8

Tableau 2.9 : Caractéristiques du procédé d'impression utilisé

Procédé d'impression	Transport	Dispositif d'extrusion	Système de pilotage	Limites de vitesse	Buse
	Pompe à vis excentrée (1.5 kW) 	Ecoulement gravitationnel (sans agitation)	Portique 	1 – 200 mm/s	Circulaire Ø25mm 

3.2. Contrôle de la qualité - Paramètres d'impression

3.2.1. Hauteur initiale de la buse (Stand-off height)

La hauteur initiale de la buse (ou la distance d'écartement par rapport à la plateforme d'impression) est l'un des paramètres d'impression qui doit être choisie minutieusement. Plusieurs essais d'impression sont réalisés pour différentes distances d'écartement. Ces distances sont variées par rapport à la hauteur de la couche à imprimer ($h_{\text{design}} = 15 \text{ mm}$) définie dans le modèle CAO. Les résultats expérimentaux montrent que le choix de la hauteur initiale de la buse affecte non

seulement les dimensions du filament mais aussi la stabilité de sa forme (cf. **Fig. 2.21**). Un flambement est observé lorsque la distance d'écartement de la buse dépassait $1.5 \cdot h_{\text{design}}$. Une distance d'écartement de la buse comprise entre h_{design} et $1.5 \cdot h_{\text{design}}$ permet un dépôt régulier du filament et évite toute pression appliquée par la buse, entraînant des déformations sur la surface du filament.

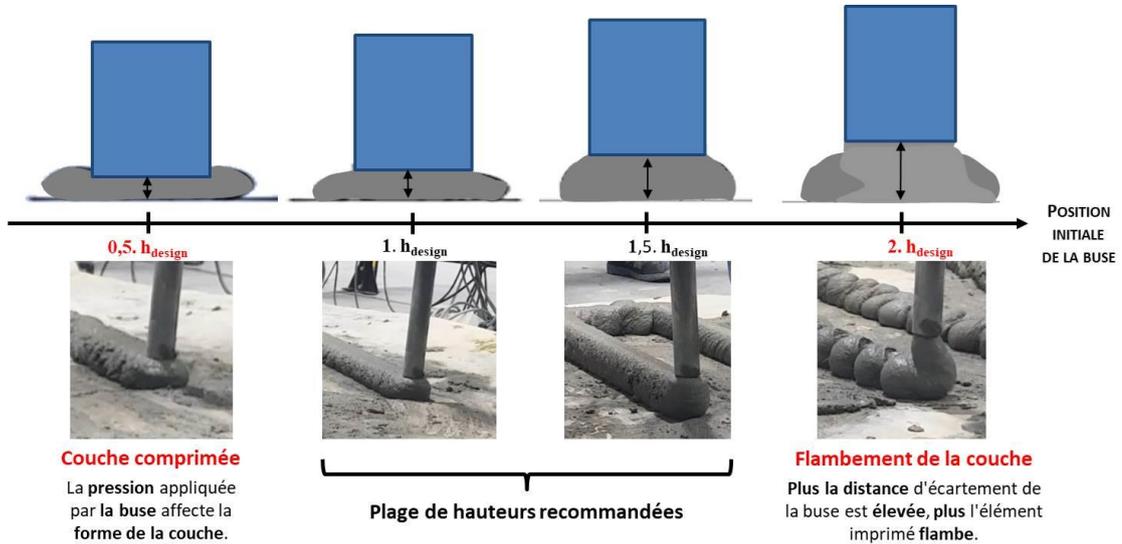


Fig. 2.21 : Effet de la variation de la hauteur initiale de la buse sur la variation de la qualité d'impression du filament

Par ailleurs, une variation de la qualité du filament est observée lors du dépôt de couches successives, comme l'illustre la **Fig. 2.22**. Cette variation est principalement liée à la déformabilité du matériau utilisé au jeune âge. En effet, la distance d'écartement devient plus grande lorsque la couche déposée provoque un tassement des couches imprimées en dessous. Ainsi, la forme du filament varie en fonction des modes représentés dans la **Fig. 2.21**. Un réajustement de la hauteur de la buse semble être nécessaire pour améliorer la qualité du dépôt des filaments, comme est représenté dans la **Fig. 2.22**.



Fig. 2.22 : Variation de la distance d'écartement de la buse causée par le tassement des couches imprimées

3.2.2. Vitesse d'impression vs. débit d'extrusion

Le choix de la vitesse d'impression ainsi que le débit d'extrusion est fonction de la rhéologie du matériau à imprimer. Un optimum (V_{opt} , Q_{crit}) doit être retrouvé afin de garantir une conformité dimensionnelle et une stabilité géométrique tout au long du processus d'impression. Cependant, lorsque l'impression est réalisée en dessous d'un débit et vitesse optimales, la géométrie du filament peut ne plus être contrôlée. Un risque de blocage se présente si le débit est en-dessous d'un débit critique d'extrusion du mélange (Q_{crit}), entraînant un mélange hétérogène. Ainsi, le filament extrudé est déposé par fragment discontinu. Par ailleurs, une vitesse d'impression plus élevée (supérieure à la vitesse optimale par rapport à un certain débit) peut générer des micro-vides dans la couche déposée, ce qui peut affecter les propriétés mécaniques de l'élément imprimé. Un mode de dépôt par ondulation peut être observé également, causé par la non-synchronisation de la vitesse de dépôt de la couche (contrôlé par le débit d'extrusion) avec la vitesse de déplacement de l'imprimante. Ce type d'instabilité a été reporté également par [44]. Ces derniers suggèrent qu'un flambement local est à l'origine de cette instabilité. La **Fig. 2.23** récapitule les effets de la variation de la vitesse d'impression et du débit d'extrusion sur la qualité de la couche imprimée. Le débit Q_{max} et la vitesse maximale V_{max} sont définis en fonction du dispositif d'impression utilisé (Dispositif d'extrusion, capacité de la pompe, vitesse de déplacement du robot, etc.).

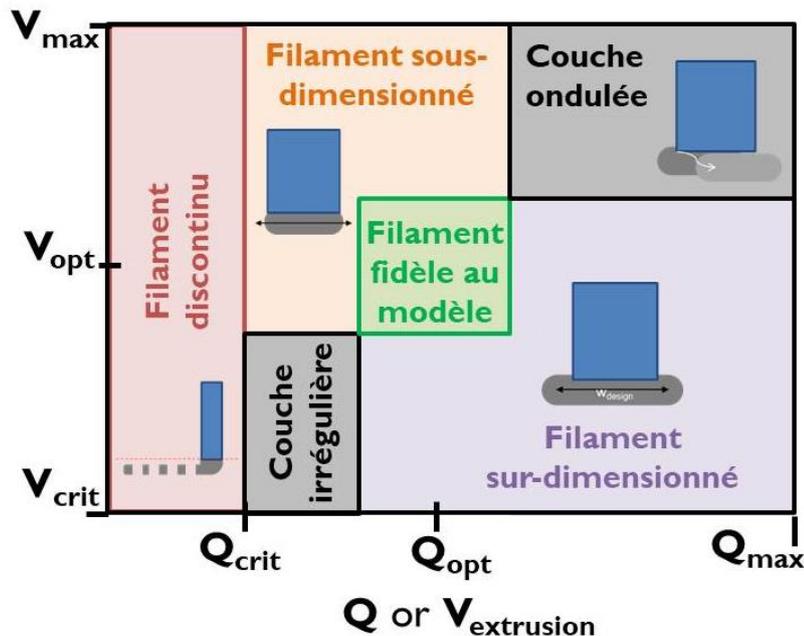


Fig. 2.23 : Variation de la qualité d'impression en fonction du choix de la vitesse d'impression et du débit d'extrusion

3.3. Contrôle de la qualité - Stratégies d'impression

La qualité de l'impression d'un mélange est le résultat de la maîtrise de trois composants principaux : le **matériau**, le **procédé d'impression** et le **design**. Sur la base des résultats présentés dans les **sections 2** et **3.2**, l'optimisation des propriétés intrinsèques du matériau ainsi que les paramètres d'impression dépend amplement du design choisi. Le design comprend les dimensions de la couche à imprimer (h_{design} , w_{design}), la trajectoire, et la stratégie d'impression. Les dimensions de la couche à imprimer, en particulier la hauteur, sont généralement choisies selon le délai de la production et la performance globale envisagée. Quant à la trajectoire, elle est minimisée de façon à optimiser la consommation énergétique globale du procédé. Il reste à considérer la stratégie d'impression, qui peut faire considérablement varier la qualité d'impression. La **Fig. 2.24** représente quelques stratégies d'impressions utilisées. Un dépôt spiral à hauteur de couche variable permet d'assurer une meilleure adhérence entre les couches et améliore l'aspect esthétique de l'élément imprimé. Cette stratégie peut être une solution pour le problème relié au tassement représenté dans la **section 3.2.1**.



Source : BRESEGHELLO et al., 2021, CAADRIA

Fig. 2.24 : Différentes stratégies d'impression 3D [45]

D'autre part, la stratégie d'impression comprend également le contrôle de la vitesse de changement de direction, qui peut créer des zones de faiblesse où des fissures peuvent apparaître (cf. **Fig. 2.25**).



Référence : Atta Ur Rehman and Jung-Hoon Kim, 2021, Materials

Source : Université de Sherbrooke

Fig. 2.25 : Problèmes dus à un mauvais ajustement de vitesse de transition

4. Conclusions du chapitre

Ce chapitre fournit des résultats expérimentaux et des recommandations vis-à-vis de la formulation de matériaux cimentaires imprimables et du choix des paramètres d'impression appropriés. Une nouvelle approche WEB de formulation est proposée, permettant de relier l'imprimabilité des matériaux cimentaires à leurs propriétés intrinsèques. La rhéologie du matériau et les caractéristiques du dispositif d'impression 3D sont avérés deux aspects essentiels et indissociables à prendre en compte lors de la formulation. En outre, les paramètres d'impression doivent être adaptés à la rhéologie du matériau. Afin d'obtenir une meilleure qualité d'impression, il est important de choisir la bonne stratégie d'impression.

Compte tenu de la variation temporelle du comportement rhéologique des matériaux cimentaires, la qualité d'impression peut ne pas être conservée tout au long de l'impression. La maîtrise de ces changements nécessite une compréhension globale de leurs causes et de leurs conséquences. Le prochain chapitre vise à établir une meilleure compréhension des phases de structuration physico-chimique des matériaux cimentaires imprimables. Les effets du temps et de l'historique de cisaillement seront évalués.

Références

- [1] L. Saelen et À. F. Université de Liège > Master ingé. civ. arch., « Composition des bétons imprimés en 3D - Substitution de composants issus des matières premières par des fines de briques », juin 2020, Consulté le: 17 octobre 2022. [En ligne]. Disponible sur: <https://matheo.uliege.be/handle/2268.2/9095>
- [2] P. Shakor, J. Renneberg, S. Nejadi, et G. Paul, « Optimisation of Different Concrete Mix Designs for 3D Printing by Utilising 6DOF Industrial Robot », juin 2017. doi: 10.22260/ISARC2017/0036.
- [3] Y. Chen *et al.*, « Improving printability of limestone-calcined clay-based cementitious materials by using viscosity-modifying admixture », *Cement and Concrete Research*, vol. 132, p. 106040, juin 2020, doi: 10.1016/j.cemconres.2020.106040.
- [4] T. S. Rushing *et al.*, « Investigation of concrete mixtures for additive construction », *Rapid Prototyping Journal*, vol. 23, n° 1, p. 74-80, janv. 2017, doi: 10.1108/RPJ-09-2015-0124.
- [5] N. Roussel, « Rheological requirements for printable concretes », *Cement and Concrete Research*, vol. 112, p. 76-85, oct. 2018, doi: 10.1016/j.cemconres.2018.04.005.
- [6] L. Reiter, T. Wangler, N. Roussel, et R. J. Flatt, « The role of early age structural build-up in digital fabrication with concrete », *Cement and Concrete Research*, vol. 112, p. 86-95, oct. 2018, doi: 10.1016/j.cemconres.2018.05.011.
- [7] K. Vallurupalli, N. Farzadnia, et K. H. Khayat, « Effect of flow behavior and process-induced variations on shape stability of 3D printed elements – A review », *Cement and Concrete Composites*, vol. 118, p. 103952, avr. 2021, doi: 10.1016/j.cemconcomp.2021.103952.
- [8] A. Kazemian, X. Yuan, R. Meier, et B. Khoshnevis, « Performance-Based Testing of Portland Cement Concrete for Construction-Scale 3D Printing », in *3D Concrete Printing Technology*, Elsevier, 2019, p. 13-35. doi: 10.1016/B978-0-12-815481-6.00002-6.
- [9] J. Kruger, S. Zeranka, et G. van Zijl, « An ab initio approach for thixotropy characterisation of (nanoparticle-infused) 3D printable concrete », *Construction and Building Materials*, vol. 224, p. 372-386, nov. 2019, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2019.07.078.
- [10] F. Sanchez, « Tools of the Future - Printing Cement-Based Materials in 3D ». Consulté le: 18 janvier 2022. [En ligne]. Disponible sur: <https://onlinepubs.trb.org/onlinepubs/webinars/201117.pdf>
- [11] F. Lyu, D. Zhao, X. Hou, L. Sun, et Q. Zhang, « Overview of the Development of 3D-Printing Concrete: A Review », *Applied Sciences*, vol. 11, n° 21, p. 9822, janv. 2021, doi: 10.3390/app11219822.
- [12] A. M. Mostafa, P. Diederich, et A. Yahia, « Effectiveness of rotational shear in dispersing concentrated cement suspensions », *Journal of Sustainable Cement-Based Materials*, vol. 4, n° 3-4, p. 205-214, oct. 2015, doi: 10.1080/21650373.2015.1010659.
- [13] A. Perrot, D. Rangeard, et A. Pierre, « Structural built-up of cement-based materials used for 3D-printing extrusion techniques », *Materials and Structures*, vol. 49, n° 4, p. 1213-1220, avr. 2016, doi: 10.1617/s11527-015-0571-0.
- [14] N. Roussel, G. Ovarlez, S. Garrault, et C. Brumaud, « The origins of thixotropy of fresh cement pastes », *Cement and Concrete Research*, vol. 42, n° 1, p. 148-157, janv. 2012, doi: 10.1016/j.cemconres.2011.09.004.

- [15] « Effect of Welan Gum-High-Range Water Reducer Combinations on Rheology of Cement Grout », *MJ*, vol. 94, n° 5, 1997, doi: 10.14359/321.
- [16] H. Bessaies-Bey, R. Baumann, M. Schmitz, M. Radler, et N. Roussel, « Effect of polyacrylamide on rheology of fresh cement pastes », *Cement and Concrete Research*, vol. 76, p. 98-106, oct. 2015, doi: 10.1016/j.cemconres.2015.05.012.
- [17] M. Sonebi et A. Perrot, « Effect of mix proportions on rheology and permeability of cement grouts containing viscosity modifying admixture », *Construction and Building Materials*, vol. 212, p. 687-697, juill. 2019, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2019.04.022.
- [18] M. Benaïcha, X. Roguiez, O. Jalbaud, Y. Burtschell, et A. H. Alaoui, « Influence of silica fume and viscosity modifying agent on the mechanical and rheological behavior of self compacting concrete », *Construction and Building Materials*, vol. 84, p. 103-110, juin 2015, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2015.03.061.
- [19] D. K. Panesar et R. Zhang, « Performance comparison of cement replacing materials in concrete: Limestone fillers and supplementary cementing materials – A review », *Construction and Building Materials*, vol. 251, p. 118866, août 2020, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2020.118866.
- [20] Y. Fan, S. Zhang, S. Kawashima, et S. P. Shah, « Influence of kaolinite clay on the chloride diffusion property of cement-based materials », *Cement and Concrete Composites*, vol. 45, p. 117-124, janv. 2014, doi: 10.1016/j.cemconcomp.2013.09.021.
- [21] Y. Zhang, Y. Zhang, W. She, L. Yang, G. Liu, et Y. Yang, « Rheological and harden properties of the high-thixotropy 3D printing concrete », *Construction and Building Materials*, vol. 201, p. 278-285, mars 2019, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2018.12.061.
- [22] D. P. Bentz, S. Z. Jones, I. R. Bentz, et M. A. Peltz, « Towards the formulation of robust and sustainable cementitious binders for 3-D additive construction by extrusion », *Construction and Building Materials*, vol. 175, p. 215-224, juin 2018, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2018.04.167.
- [23] O. A. Mendoza Reales, P. Duda, E. C. C. M. Silva, M. D. M. Paiva, et R. D. T. Filho, « Nanosilica particles as structural buildup agents for 3D printing with Portland cement pastes », *Construction and Building Materials*, vol. 219, p. 91-100, sept. 2019, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2019.05.174.
- [24] H. Jeong, S.-J. Han, S.-H. Choi, Y. Lee, S. Yi, et K. Kim, « Rheological Property Criteria for Buildable 3D Printing Concrete », *Materials*, vol. 12, n° 4, p. 657, févr. 2019, doi: 10.3390/ma12040657.
- [25] M. T. Souza, I. M. Ferreira, E. Guzi de Moraes, L. Senff, et A. P. Novaes de Oliveira, « 3D printed concrete for large-scale buildings: An overview of rheology, printing parameters, chemical admixtures, reinforcements, and economic and environmental prospects », *Journal of Building Engineering*, vol. 32, p. 101833, nov. 2020, doi: 10.1016/j.job.2020.101833.
- [26] D. Marchon, S. Kawashima, H. Bessaies-Bey, S. Mantellato, et S. Ng, « Hydration and rheology control of concrete for digital fabrication: Potential admixtures and cement chemistry », *Cement and Concrete Research*, vol. 112, p. 96-110, oct. 2018, doi: 10.1016/j.cemconres.2018.05.014.
- [27] R. Bouras, A. Kaci, et M. Chaouche, « Influence of viscosity modifying admixtures on the rheological behavior of cement and mortar pastes », *Korea-Aust. Rheol. J.*, vol. 24, n° 1, p. 35-44, mars 2012, doi: 10.1007/s13367-012-0004-3.

- [28] K. Hyun, S. H. Kim, K. H. Ahn, et S. J. Lee, « Large amplitude oscillatory shear as a way to classify the complex fluids », *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, vol. 107, n° 1, p. 51-65, déc. 2002, doi: 10.1016/S0377-0257(02)00141-6.
- [29] F. J. Rubio-Hernández, J. M. Morales-Alcalde, et A. I. Gómez-Merino, « Limestone filler/cement ratio effect on the flow behaviour of a SCC cement paste », *Advances in Cement Research*, vol. 25, n° 5, p. 262-272, oct. 2013, doi: 10.1680/adcr.12.00027.
- [30] « (PDF) Effect of polycarboxylate superplasticizer on hydration characteristics of cement pastes containing silica fume ». https://www.researchgate.net/publication/258819594_Effect_of_polycarboxylate_superplasticizer_on_hydration_characteristics_of_cement_pastes_containing_silica_fume (consulté le 22 août 2022).
- [31] H. Bessaies-Bey, K. H. Khayat, M. Palacios, W. Schmidt, et N. Roussel, « Viscosity modifying agents: Key components of advanced cement-based materials with adapted rheology », *Cement and Concrete Research*, vol. 152, p. 106646, févr. 2022, doi: 10.1016/j.cemconres.2021.106646.
- [32] L. R. Gurney, D. P. Bentz, T. Sato, et W. J. Weiss, « Reducing Set Retardation in High-Volume Fly Ash Mixtures with the Use of Limestone: Improving Constructability for Sustainability », *Transportation Research Record*, vol. 2290, n° 1, p. 139-146, janv. 2012, doi: 10.3141/2290-18.
- [33] M. Aqel et D. K. Panesar, « Hydration kinetics and compressive strength of steam-cured cement pastes and mortars containing limestone filler », *Construction and Building Materials*, vol. 113, p. 359-368, juin 2016, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2016.03.031.
- [34] T. Oey, A. Kumar, J. W. Bullard, N. Neithalath, et G. Sant, « The Filler Effect: The Influence of Filler Content and Surface Area on Cementitious Reaction Rates », *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 96, n° 6, p. 1978-1990, 2013, doi: <https://doi.org/10.1111/jace.12264>.
- [35] A. Schöler, B. Lothenbach, F. Winnefeld, M. B. Haha, M. Zajac, et H.-M. Ludwig, « Early hydration of SCM-blended Portland cements: A pore solution and isothermal calorimetry study », *Cement and Concrete Research*, vol. 93, p. 71-82, mars 2017, doi: 10.1016/j.cemconres.2016.11.013.
- [36] G. Sotorrió, J. Alonso, N. O. E. Olsson, et J. A. Tenorio, « Printability of materials for extrusion 3D printing technologies: a review of material requirements and testing », *Materiales de Construcción*, vol. 71, n° 344, p. e267-e267, déc. 2021, doi: 10.3989/mc.2021.11821.
- [37] V. Mechtcherine *et al.*, « Extrusion-based additive manufacturing with cement-based materials – Production steps, processes, and their underlying physics: A review », *Cement and Concrete Research*, vol. 132, p. 106037, juin 2020, doi: 10.1016/j.cemconres.2020.106037.
- [38] M. Chen, L. Li, Y. Zheng, P. Zhao, L. Lu, et X. Cheng, « Rheological and mechanical properties of admixtures modified 3D printing sulphoaluminate cementitious materials », *Construction and Building Materials*, vol. 189, p. 601-611, nov. 2018, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2018.09.037.
- [39] A. Prevedello Rubin, J. A. Hasse, et W. Longuini Repette, « The evaluation of rheological parameters of 3D printable concretes and the effect of accelerating admixture », *Construction and Building Materials*, vol. 276, p. 122221, mars 2021, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2020.122221.
- [40] L. Reiter, T. Wangler, A. Anton, et R. J. Flatt, « Setting on demand for digital

- concrete – Principles, measurements, chemistry, validation », *Cement and Concrete Research*, vol. 132, p. 106047, juin 2020, doi: 10.1016/j.cemconres.2020.106047.
- [41] M. Tramontin Souza *et al.*, « Role of chemical admixtures on 3D printed Portland cement: Assessing rheology and buildability », *Construction and Building Materials*, vol. 314, p. 125666, janv. 2022, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2021.125666.
- [42] M. Papachristoforou, V. Mitsopoulos, et M. Stefanidou, « Evaluation of workability parameters in 3D printing concrete », *Procedia Structural Integrity*, vol. 10, p. 155-162, 2018, doi: 10.1016/j.prostr.2018.09.023.
- [43] F. P. Bos, P. J. Kruger, S. S. Lucas, et G. P. A. G. van Zijl, « Juxtaposing fresh material characterisation methods for buildability assessment of 3D printable cementitious mortars », *Cement and Concrete Composites*, vol. 120, p. 104024, juill. 2021, doi: 10.1016/j.cemconcomp.2021.104024.
- [44] R. Wolfs, T. Salet, et N. Roussel, « Filament geometry control in extrusion-based additive manufacturing of concrete: The good, the bad and the ugly », *Cement and Concrete Research*, vol. 150, p. 106615, déc. 2021, doi: 10.1016/j.cemconres.2021.106615.
- [45] « A Performative Approach To 3D Printed Architecture // Luca Breseghello by Luca Breseghello - Issuu ». https://issuu.com/lucabreseghello/docs/lb_-_a_performative_approach_toward (consulté le 18 octobre 2022).

STRUCTURATION DES MATÉRIAUX CIMENTAIRES IMPRIMABLES DE L'ÉTAT FRAIS À L'ÉTAT DURCI

Sommaire

1. Introduction	82
2. Phases de structuration des matériaux cimentaires imprimables.....	83
2.1. Programme expérimental.....	83
2.1.1. Protocoles de mesures de la rhéologie oscillatoire	84
2.1.2. Protocoles de suivi de structuration par ondes ultrasonores	86
2.2. Phases de structuration	87
2.3. Effets de l'âge, de la dispersion et de l'historique de cisaillement sur les phases de structuration.....	89
2.3.1. Effets de l'âge et de la dispersion	89
2.3.2. Effet de l'historique du cisaillement.....	93
2.4. Conclusions	94
3. Contrôle de la qualité d'impression des matériaux cimentaires en condition d'écoulement et au repos	95
3.1. Cadre théorique	96
3.1.1. Comportement des matériaux cimentaires en condition d'écoulement	96
3.1.2. Constructibilité des matériaux cimentaires (Buildability)	97
3.1.3. Contrôle de la qualité d'impression.....	101
3.2. Méthodologie.....	104
3.2.1. Cycles d'hystérésis d'écoulement.....	105
3.2.2. Suivi d'évolution du seuil d'écoulement	107
3.2.3. Suivi d'évolution du module de stockage.....	108
3.2.4. Essais d'impression 3D	108
3.3. Résultats	108
3.3.1. Comportement des matériaux cimentaires imprimables sous écoulement	109
3.3.2. Comportement des matériaux cimentaires imprimables au repos	112
3.3.3. Contrôle de qualité d'impression.....	115
3.4. Conclusions	119
4. Classification des matériaux cimentaires imprimables	120
5. Conclusions du chapitre	121
Références	122

CE CHAPITRE COUVRE

- Phases de structuration physico-chimique des matériaux cimentaires imprimables.
- Effets de l'âge, de la dispersion et de l'historique de cisaillement sur les phases de structuration.
- Contrôle de la qualité d'impression des matériaux cimentaires en condition d'écoulement et au repos.
- Classification des matériaux cimentaires imprimables.

1. Introduction

La compréhension de la physique des processus est une condition préalable à la conception et à l'optimisation de matériaux destinés à être imprimés, ainsi qu'au contrôle efficace et robuste de la qualité. Avec l'introduction de la technologie d'impression 3D dans le domaine de la construction, l'attention portée aux matériaux cimentaires s'est récemment orientée vers la maîtrise de leur comportement, y compris leur rhéologie et structuration physico-chimique. En réalité, la variation des propriétés rhéologiques des matériaux cimentaires en fonction du temps crée de nombreux obstacles dans les processus d'impression 3D. Les exigences en matière d'ouvrabilité et de constructibilité interfèrent généralement en raison de la dépendance temporelle du comportement des matériaux cimentaires dans les conditions d'écoulement et au repos. Un taux de structuration élevé est généralement recommandé pour garantir une bonne constructibilité et stabilité des éléments imprimés. En revanche, la perte de maniabilité peut survenir rapidement, entraînant une réduction significative de la qualité d'impression. Afin de contrôler l'impact de ces changements sur la qualité d'impression, il est nécessaire d'identifier les différentes phases de structuration des matériaux cimentaires imprimables et d'établir une maîtrise de leur transition de l'état fluide (pendant le pompage et l'extrusion) à l'état solide (après le dépôt).

Ce chapitre présente une vue d'ensemble de la physique sous-jacente pertinente pour la compréhension du comportement des matériaux cimentaires au cours des différentes étapes de construction par impression 3D. La première partie de ce chapitre vise à

identifier les différentes phases de structuration des matériaux cimentaires imprimables en fonction du temps. Un suivi de structuration physico-chimique a été mené à travers le suivi de la réaction d'hydratation par calorimétrie isotherme et le suivi de la rigidification par mesures oscillatoires et mesures de vitesses de propagation des ondes ultrasonores. L'accent est mis sur l'évaluation des effets de l'âge, de la dispersion et de l'historique de cisaillement sur les différentes phases de structuration des matériaux cimentaires imprimables. Les résultats obtenus ont été exploités dans la seconde partie pour le contrôle de la qualité d'impression des mélanges étudiés. Une comparaison a été menée sur le comportement des matériaux cimentaires imprimables au cours de l'écoulement et au repos. Des formules analytiques ont été exploitées afin de prédire le comportement d'écoulement du matériau ainsi que sa constructibilité pendant l'impression. Un nouvel indice de thixotropie/structuration a été proposé permettant de quantifier la plage d'imprimabilité d'un mélange. Ainsi, une classification des matériaux cimentaires imprimables a été proposée en se basant sur leurs cinétiques de structuration.

2. Phases de structuration des matériaux cimentaires imprimables

Comme conclu dans le **CHAPITRE 2**, la rhéologie est le facteur clé contrôlant les performances de l'impression 3D des matériaux cimentaires. En pratique, le matériau imprimé doit satisfaire simultanément une bonne maniabilité pour assurer une extrusion réussie et une résistance suffisante à l'état frais pour supporter les couches déposées sans s'affaisser. Ceci nécessite un contrôle délicat de la cinétique de structuration physico-chimique.

Dans ce qui suit, une nouvelle méthodologie de caractérisation combinant les propriétés rhéologiques et mécaniques, ainsi que les mesures de calorimétrie isotherme est proposée. La méthode proposée permet une meilleure compréhension de la structuration physico-chimique des matériaux cimentaires imprimables, permettant ainsi d'optimiser la formulation d'un mélange imprimable d'un point de vue rhéologique et mécanique.

2.1. Programme expérimental

Dans la présente étude, l'objectif est d'analyser l'évolution temporelle des propriétés des matériaux cimentaires, en tenant compte de l'effet du cisaillement, qui peut être induit lors des phases de pompage et d'extrusion. Un suivi de rigidification a été réalisé ainsi par

des essais de rhéologie oscillatoire pour évaluer la structuration à l'état frais et sa variation en fonction du temps. Un balayage de déformation ainsi qu'un suivi de propagation des ondes ultrasonores ont été exploités pour suivre la transition entre l'état frais et l'état durci. Ces essais ont été réalisés à différentes échéances et historiques de cisaillement. Ces mesures ont été couplées à la calorimétrie isotherme afin de corréliser les différentes phases de rigidification à l'avancement de la réaction d'hydratation. Les essais ont été effectués en parallèle sur le mélange de référence (**M63**), dont les proportions ont été présentées dans le **CHAPITRE 2** (cf. **Tableau 2.2**). La **Fig. 3.1** présente un aperçu des échéances des essais réalisés dans cette étude. Les protocoles de mesures de la rhéologie oscillatoire et de suivi de la structuration par ondes ultrasonores sont détaillés dans les sections suivantes. La procédure de suivi de l'avancement de la réaction de l'hydratation reste la même que celle représentée dans le **CHAPITRE 2**.

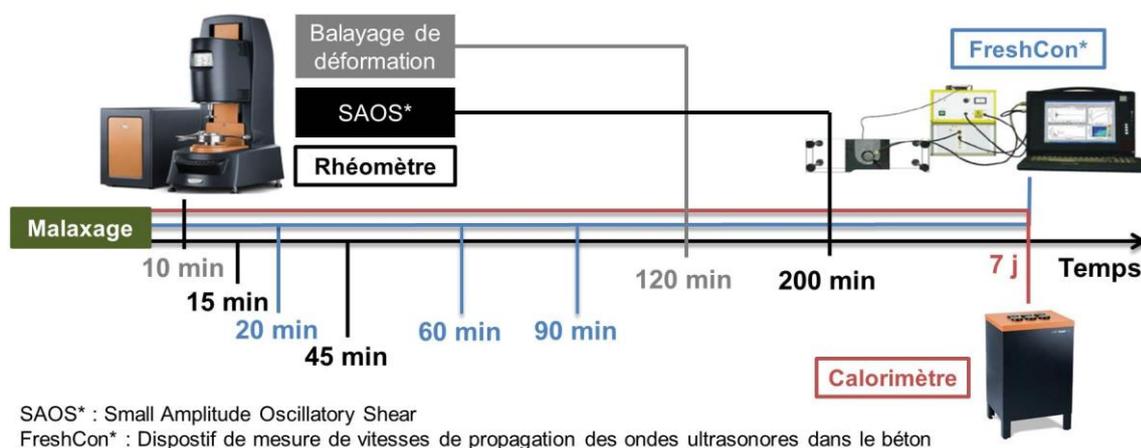


Fig. 3.1 : Aperçu général du programme expérimental

2.1.1. Protocoles de mesures de la rhéologie oscillatoire

Les mesures de la rhéologie oscillatoire ont été effectuées à une température constante de 20°C à l'aide du rhéomètre *DHR2*. La géométrie ailette, représentée au **CHAPITRE 2**, a été utilisée. Le système de mesure et les échantillons testés ont été protégés par un couvercle pour éviter l'évaporation pendant les mesures (cf. **Fig. 2.7**).

a) Balayage de déformation

Afin de discerner la transition de phase solide ↔ fluide et sa variation en fonction du temps, un balayage de déformation (0,0005 % - 10 %) a été réalisé 10 min après la fin de la séquence de malaxage et à l'âge de 2 heures à une fréquence angulaire de 10 rad/s comme le montre la **Fig. 3.2**. Une attention particulière a été accordée au changement du signal de contrainte de sortie par rapport au signal de déformation d'entrée. Les données

ont été visualisées dans un diagramme contrainte-déformation (courbes de Lissajous-Bowditch, désignées ci-après par courbes L-B) en éliminant la variable temps. Les détails du traitement des données sont présentés en ANNEXES.

Afin d'évaluer la restructuration du mélange en fonction du temps, un protocole de dispersion a été appliqué et des essais de balayage de déformation ont ensuite été réalisés chaque 5 minutes (cf. **Fig. 3.2**). Le protocole de dispersion consiste en un pré-cisaillement à un taux de cisaillement constant de 200 s^{-1} pendant 2 min, puis un cisaillement oscillant de grande amplitude (LAOS^{††}) à 5 % de déformation de cisaillement et 100 rad/s de fréquence angulaire pendant 10 s. Ce protocole a été jugé efficace pour assurer une bonne dispersion des matériaux cimentaires [1]. Les essais ont été réalisés sur différents échantillons, et repris trois fois pour assurer la répétabilité des mesures.

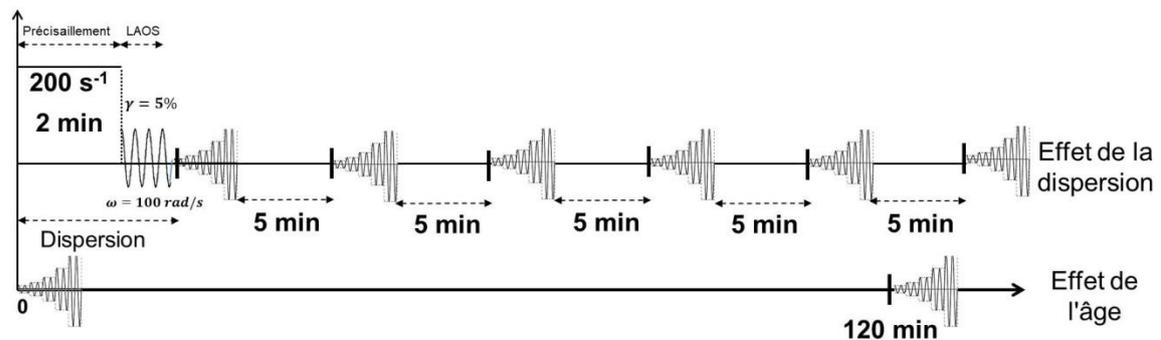


Fig. 3.2 : Protocoles de balayage de déformation

b) Suivi de rigidification (SAOS)

Des essais de cisaillement oscillatoire de faible amplitude (SAOS^{‡‡}) ont été réalisés à une déformation de cisaillement de 10^{-3} %, qui se situe dans le domaine viscoélastique linéaire (LVD^{§§}), et à une fréquence angulaire de 10 rad/s. Les échantillons ont d'abord été pré-conditionnés en appliquant le protocole de dispersion présenté précédemment afin de maintenir un état de référence comparable. Les échantillons ont été dispersés à différentes échéances comme le montre la **Fig. 3.3**. Cette dispersion permettra d'évaluer la réversibilité de la structure à différentes phases de rigidification du mélange en comparaison avec la mesure de référence, où aucune dispersion n'est appliquée lors de la mesure. Par ailleurs, l'effet de l'historique de cisaillement sur les phases de rigidification a été évalué en dispersant le mélange à plusieurs reprises comme illustré sur la **Fig. 3.4**.

^{††} LAOS : Large Amplitude Oscillatory Shear

^{‡‡} SAOS : Small Amplitude Oscillatory Shear

^{§§} LVD : Linear Viscoelastic Domain

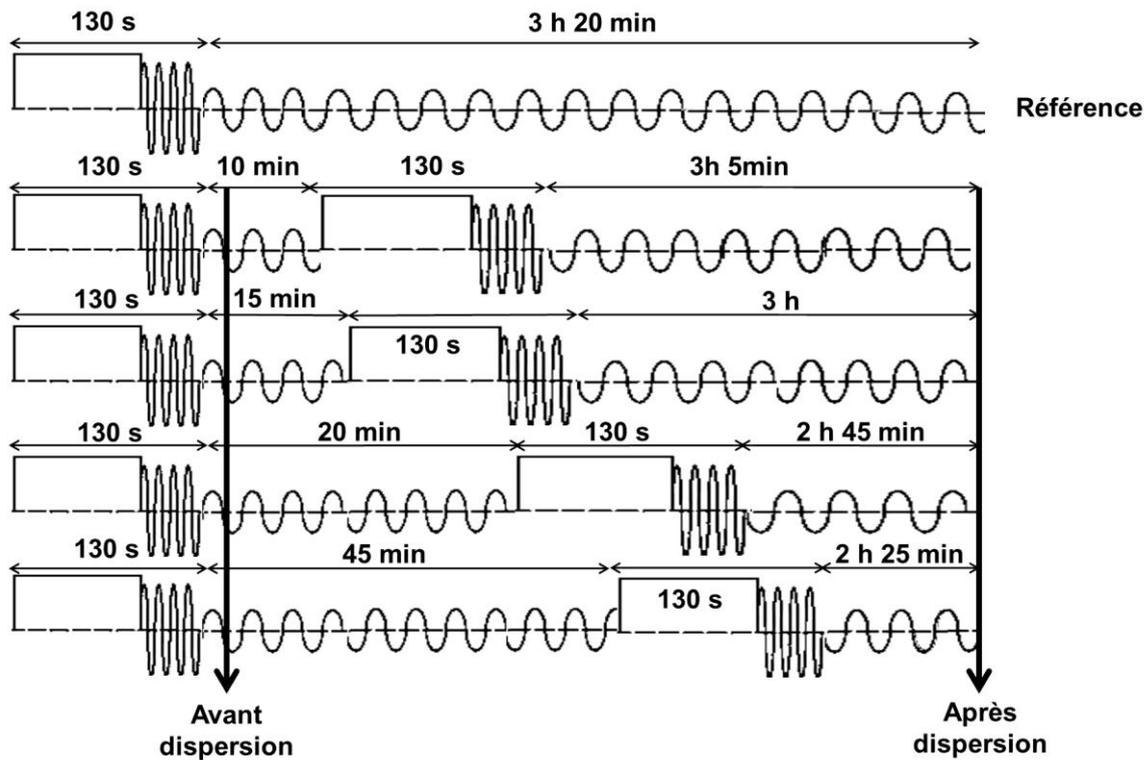


Fig. 3.3 : Protocoles d'évaluation des effets de la dispersion sur la rigidification

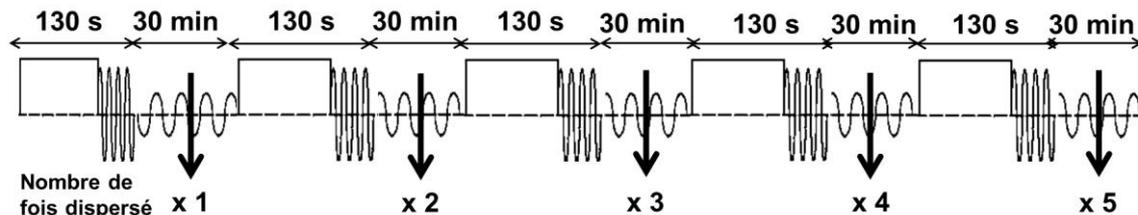


Fig. 3.4 : Protocole d'évaluation de l'effet de l'historique de cisaillement sur la rigidification

2.1.2. Protocoles de suivi de structuration par ondes ultrasonores

Le suivi de la structuration du mélange étudié (M63) a été réalisé par ondes ultrasonores à l'aide du dispositif du FreshCon. L'évolution des modules d'élasticité (E) et de cisaillement (G) a été déterminée à partir des vitesses des ondes de compression et de cisaillement, selon les **Eqs. 2.4** et **2.5** précédemment présentés dans le **CHAPITRE 2**. Pour des fins de comparaison, les protocoles d'évaluation de l'effet du temps et de la dispersion sur la structuration ont été adaptés à ceux de la rhéologie oscillatoire (SAOS) présentés précédemment (cf. **Fig. 3.5**). Ainsi, la dispersion a été simulée par un malaxage rapide du mélange (285 rpm) de 2 minutes supplémentaires. L'effet de l'historique de cisaillement a été évalué en comparant les résultats de référence avec ceux du mélange malaxé à 2 reprises.

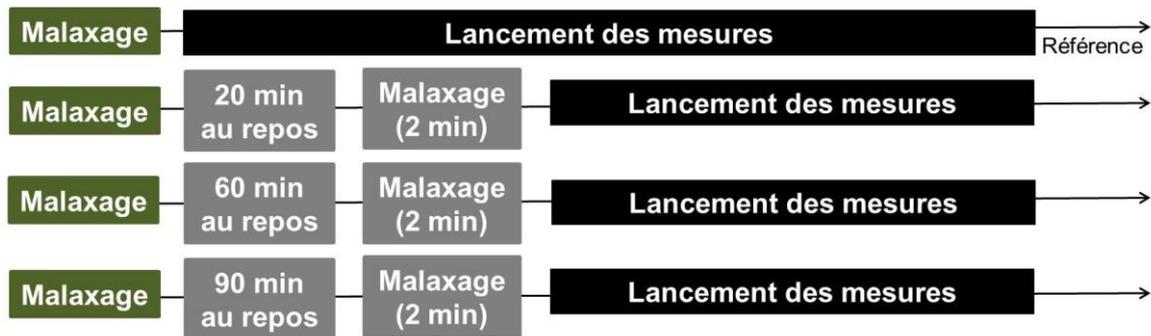


Fig. 3.5 : Protocoles de suivi de structuration par ondes ultrasonores pour différentes échéances et historique de cisaillement

2.2. Phases de structuration

Les résultats expérimentaux de cette étude permettent d'évaluer la structuration d'un mélange imprimable en fonction de l'avancement de sa réaction d'hydratation. La **Fig. 3.6** illustre les différentes phases de structuration, qui peuvent être subdivisées en trois phases. La première région est caractérisée par une légère augmentation des modules de stockage (**G'**), élastique (**E**) et de cisaillement (**G**) précédant la phase d'accélération de la réaction d'hydratation. En effet, durant les premières heures suivant la fin de la séquence de malaxage, les particules peuvent flocculer en raison des forces d'attraction de Van der Waals. Par conséquent, un réseau d'interaction de particules et de floccs se forme, entraînant une légère augmentation linéaire des modules comme le montre la **Fig. 3.6 (Phase I-A)**. Cette phase se produit très rapidement dans les matériaux cimentaires imprimables en raison de leur teneur élevée en suspension solide qui favorise la refloculation quelques minutes après l'arrêt du malaxage [2]. Cette floculation est accompagnée d'une augmentation du nombre de pseudo-points de contact entre les particules flocculées au repos, conduisant à une cinétique de rigidification plus élevée. Ceci contribue à la formation de chemins de percolation successifs interconnectés [3], constituant une phase de transition (**Phase I-B**) pour former une structure « solide » initiale (**Phase I-C**) dont les propriétés viscoélastiques (**E,G**) évoluent considérablement. Cette période (**Phase I**) est cruciale dans le processus d'impression, car toutes les propriétés doivent être optimisées pour répondre aux critères de l'imprimabilité [4]. En raison du faible degré d'avancement de la réaction d'hydratation durant cette phase, les mécanismes à l'origine de la structuration dans cette phase sont donc principalement physiques. Immédiatement après la période d'induction, la cinétique d'hydratation s'accélère, et une structuration non linéaire se produit (**Phase II**). Un seuil de percolation

est atteint et des chemins continus d'hydrates peuvent être observés dans la microstructure de la pâte de ciment [5,6]. La troisième région coïncide généralement avec la fin de la prise, après la formation d'une structure stable durcie. La transition entre les phases II et III est généralement marquée par une décélération de l'évolution des modules viscoélastiques (**Fig. 3.6**).

Sur la base des phases de structuration présentées, deux approches de formulation peuvent être utilisées pour contrôler la constructibilité des matériaux cimentaires imprimables. La première approche consiste à assurer la stabilité de la microstructure à l'état frais (phases **I-B** et **I-C**) en utilisant des agents modificateurs de la rhéologie tels que les agents viscosants ou de thixotropie. Ces agents ont généralement moins d'effet sur le développement de la résistance. La seconde approche porte sur l'accélération du processus de durcissement en incorporant des additions minérales (cf. **Fig. 3.16**) ou des accélérateurs de prise (**Phases II et III**) [7]. Cette dernière est généralement utilisée dans des procédés d'impression nommés « à 2K^{***} » [8], où l'accélérateur de prise est injecté au niveau de la buse afin de ne pas entraver l'ouvrabilité du mélange. Pour utiliser l'une ou l'autre approche, des systèmes spécifiques reliés à la chimie du ciment et des adjuvants sont exploités, tels qu'ils ont été examinés par Marchon et al. [9] et Reiter et al. [10].

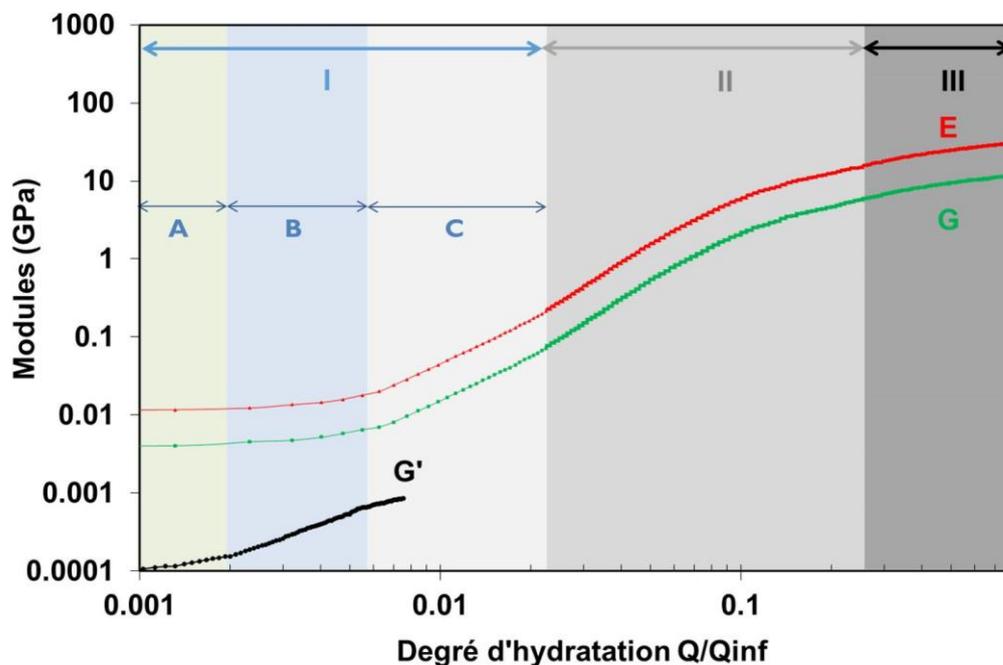


Fig. 3.6 : Évolution des modules en fonction du degré d'hydratation

*** K réfère au terme « composant » en allemand (Komponente). Dans l'approche de formulation 2K, le pré-mix et l'accélérateur de prise sont les composants considérés dans la formulation du béton imprimé

La combinaison des mesures de la rhéologie oscillatoire avec les résultats de suivi de la propagation des ondes ultrasonores a permis d'avoir une meilleure visibilité sur les phases de structuration d'un matériau cimentaire imprimable. La différence d'ordre de grandeur des modules d'élasticité et de cisaillement par rapport au module de stockage peut être expliquée par la différence des gammes de fréquences accessibles en rhéologie oscillatoire et dans les essais de propagation ultrasonore. Par ailleurs, le couplage de ces deux méthodes a permis un suivi continu de la structuration de l'état frais à l'état durci. En effet, compte tenu des limites des mesures rhéologiques et de la difficulté de la propagation des ondes ultrasonores à très jeune âge, les deux essais s'avèrent être complémentaires en terme de fiabilité des résultats.

2.3. Effets de l'âge, de la dispersion et de l'historique de cisaillement sur les phases de structuration

2.3.1. Effets de l'âge et de la dispersion

Le comportement des matériaux cimentaires imprimables évolue en fonction du temps, ainsi que la transition de phase « solide ↔ fluide ». La **Fig. 3.7a** met en relief l'évolution de cette transition à un âge de **10 min** et de **2 h**. Les modules (G' , G'') présentent un plateau (délimitant le régime LVD) à de faibles amplitudes de déformation suivi d'une baisse significative là où la transition de phase se produit. A l'âge de 2 heures, le module de stockage (G') du mélange a augmenté de 50 %, en contrepartie sa limite d'élasticité est réduite de 20 %. Par ailleurs, les courbes Lissajous (L-B) pour l'amplitude de déformation ($\gamma = 10^{-3}$ %) située dans l'intervalle LVD sont de forme elliptique (cf. **Fig. 3.7b**) correspondant au comportement élastique linéaire des matériaux viscoélastiques [11]. Au-delà du régime LVD (**Fig. 3.7b**), la transition vers le régime non linéaire est caractérisée par une déviation claire des courbes L-B par rapport à une ellipse. L'étendue de la surface et la forme non elliptique des courbes L-B indiquent respectivement une forte dissipation visqueuse et une non-linéarité de la réponse plus importante à très jeune âge (régime dominé par l'écoulement) [12]. Cependant, des zones locales de raidissement des contraintes (\uparrow) peuvent être observées près de l'inversion des contraintes (cf. **Fig. 3.7b**). De plus, le signal de contrainte de sortie s'écarte significativement d'une forme sinusoïdale, indiquant une contribution notable des harmoniques d'ordre supérieur à la contrainte (non-linéarités élevées). Conte et Chaouch. [13] ont rapporté qu'à l'intérieur des intervalles de raidissement de la contrainte (*stress-stiffening*), la cinétique de

structuration peut être subdivisée en (i) une évolution extrêmement faible de la contrainte en fonction de la déformation après que la contrainte soit passée par zéro, ce qui correspond à **un comportement intra-cycle fortement raidisseur**, (ii) **une seconde zone de raidissement** suivant l'inversion de la contrainte, et (iii) **un comportement quasi-élastique** entre les deux. Ces intervalles de raidissement peuvent provoquer des hétérogénéités dans les couches imprimées à très jeune âge. Ainsi, une limite de déformation tolérable est fixée de façon à éviter la formation de ces zones ($\gamma_{tol} < 1 \%$). La surface matérialisée par les courbes Lissajous (L-B) diminue légèrement dans le temps, ce qui indique que l'élasticité du mélange augmente et que la dissipation de l'énergie (due aux effets visqueux) sur un cycle diminue en fonction du temps, reflétant la structuration du matériau avec l'âge (cf. **Fig. 3.7 (b)**). Ce comportement favorise la stabilité des couches imprimées en minimisant la déformabilité du mélange. Toutefois, ceci peut détériorer la qualité d'extrusion des couches, ainsi que sa pompabilité si l'impression est réalisée par une seule gâchée.

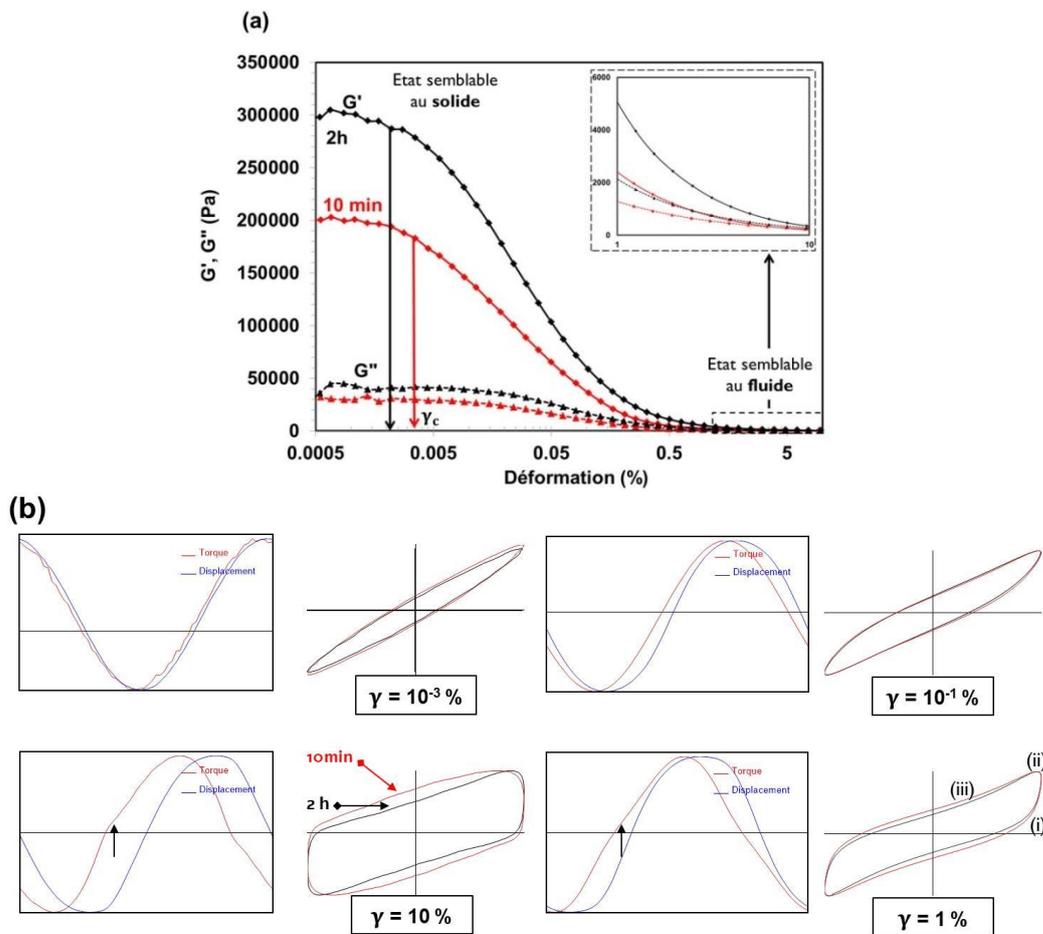


Fig. 3.7 : (a) évolution des modules de stockage et de perte en fonction de l'amplitude de la déformation à **10 min** et **2h**. (b) Variation des signaux d'entrée et de sortie et des courbes L-B en fonction des déformations à **10 min** et **2h**

Lors du processus d'impression, les matériaux cimentaires sont généralement soumis à une dispersion avant la phase de dépôt. Cette dispersion peut être provoquée par un cisaillement ou une vibration lors de l'extrusion. Celle-ci a un effet important sur la structuration du mélange. La **Fig. 3.8** illustre les résultats de l'évolution des modules de stockage (G') avant et après dispersion en fonction de l'amplitude de déformation. Le module de stockage (G') a diminué de 99.5 % après dispersion. Ce dernier a été restitué de 23 % après 25 min. Par ailleurs, la cinétique de restructuration du mélange est plus élevée à un très jeune âge puis décroît par la suite. Ceci peut être expliqué par le processus de refloculation qui contribue à la restitution de la rigidité initiale de matériau, suivi par la formation des produits d'hydratation aux points de pseudo-contact dont la cinétique est plus faible [2]. Par ailleurs, cette cinétique de structuration diminue lorsque le mélange est dispersé, mais tend à s'accélérer à partir d'un certain âge (30 min) comme le montre la **Fig. 3.9**. Cette transition correspond à la **phase I-B** présentée précédemment dans la **section 2.2**. En effet, au cours de la phase (**I-A**) l'effet de la dispersion est efficace de telle sorte que les liaisons entre les particules peuvent facilement être rompues. Toutefois, cette efficacité diminue en fonction du temps à mesure que le degré d'irréversibilité augmente et des liaisons chimiques se forment. Cette tendance a été observée également dans les résultats de suivi d'évolution du comportement viscoélastique (E , G) par propagation des ondes ultrasonores, illustrés dans la **Fig. 3.10**. La phase de structuration I-A a été prolongée par l'effet de la dispersion (cf. **Fig. 3.10**). Par conséquent, le temps pendant lequel les liaisons entre les particules sont mécaniquement réversibles s'est allongé. En revanche, la cinétique de structuration a augmenté au cours des phases (**I-C**) et (**II**), ce qui a entraîné un développement de modules viscoélastiques plus élevés à l'état durci par rapport au mélange de référence. Cette accélération peut être à l'origine d'une structuration induite par l'effet du cisaillement. En effet, le cisaillement a permis la réactivation de la réaction d'hydratation, en créant des zones d'accessibilité à l'eau dans les particules cimentaires, entraînant ainsi l'accélération du processus de percolation. Ces résultats sont en bon accord avec ceux rapportés dans la littérature [14,15]. Par ailleurs, le temps du malaxage (jusqu'à 90 min) n'a pas eu d'effet significatif sur le comportement du matériau à l'état durci.

En se référant aux résultats présentés ci-dessus, l'effet de la dispersion semble être favorable pour les procédés d'impression 3D, en raison du prolongement de la période d'ouvrabilité (Phase **I**) et de l'accélération des phases de durcissement (Phases **II** et **III**) [7].

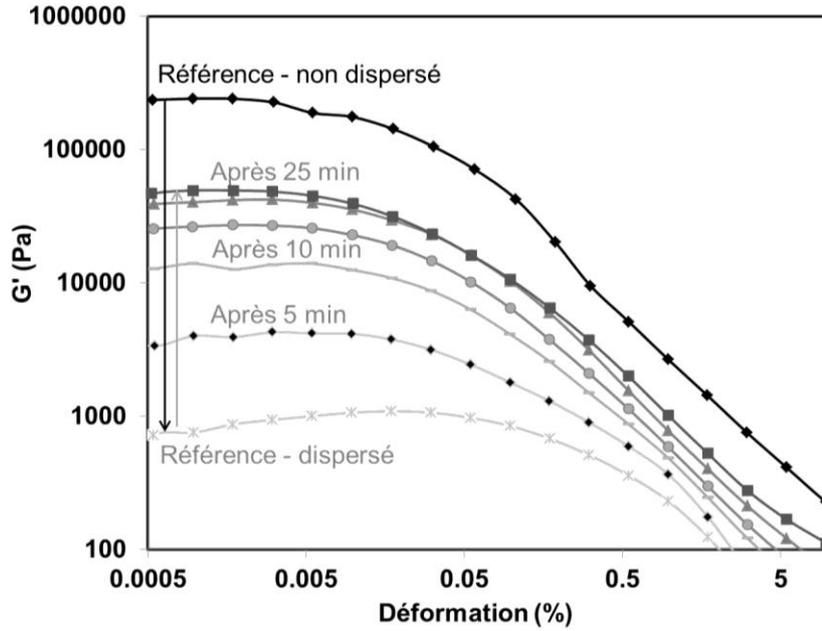


Fig. 3.8 : Variation de l'évolution du module de stockage en fonction de l'amplitude de la déformation avant et après dispersion
(cf. Fig.3.2 pour plus de détails sur le protocole expérimental associé à ces résultats)

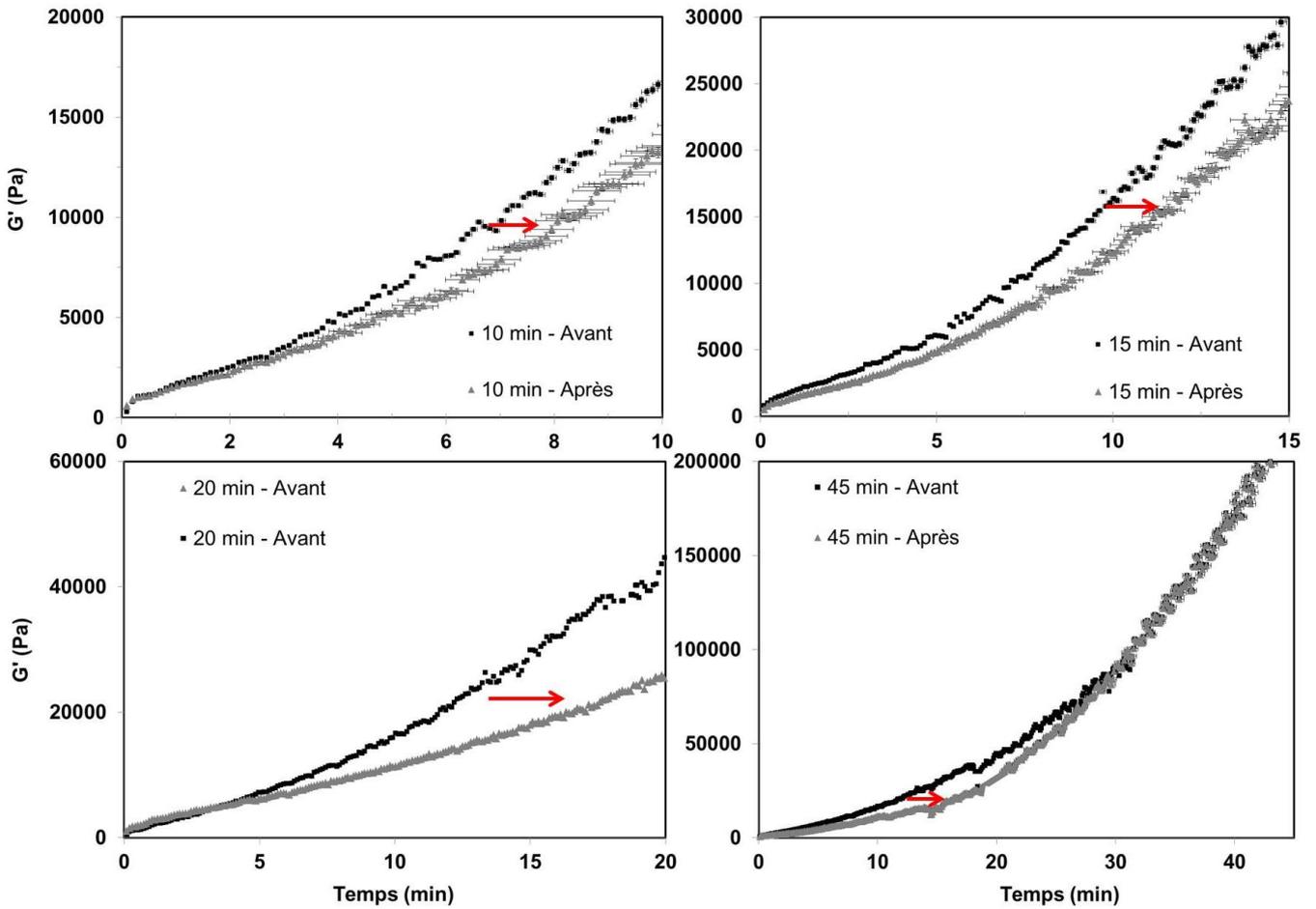


Fig. 3.9 : Evolution du module de stockage (G') avant et après dispersion à 10, 15, 20 et 45 min
(cf. Fig.3.3 pour plus de détails sur le protocole expérimental associé à ces résultats)

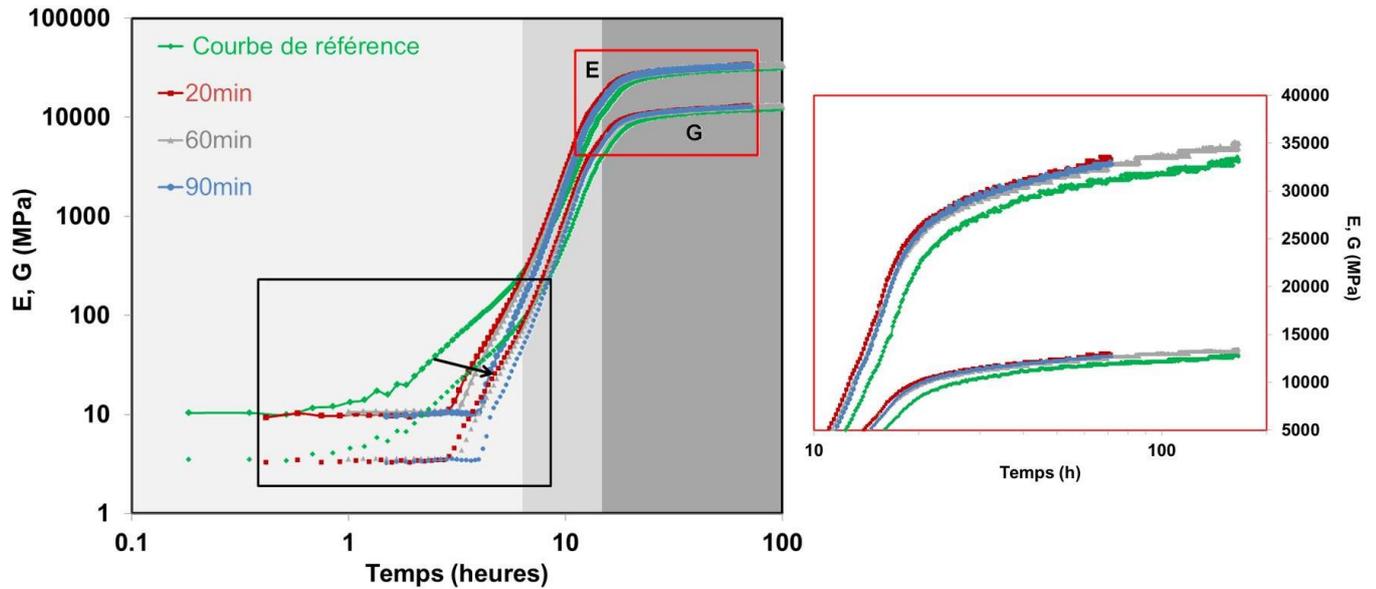


Fig. 3.10 : Evolution du comportement viscoélastique (E, G) après dispersion à 20, 60 et 90 min

(cf. **Fig.3.5** pour plus de détails sur le protocole expérimental associé à ces résultats)

2.3.2. Effet de l'historique du cisaillement

Durant le processus d'impression, les matériaux cimentaires peuvent avoir différents historiques de cisaillement. Cela dépend principalement du type du procédé d'impression et du mode de production utilisés [16]. Comme mentionné précédemment, le comportement des matériaux cimentaires imprimables dépend fortement du cisaillement subi, il est donc important d'évaluer l'effet de l'historique du cisaillement sur la structuration. La **Fig. 3.11** illustre l'effet de l'historique de cisaillement sur l'évolution du module de stockage. Plus le mélange est cisailé, plus le taux de restructuration est rapide. Ce résultat a été rapporté également par Yuan et al. [17] avec de faibles taux cisaillement dans le cas de pâte cimentaire à faible rapport E/C. En effet, en comparant les différentes cinétiques de restructuration avec la courbe d'évolution du module de stockage de référence non cisailé, il apparaît que la réversibilité de la structure du mélange évolue en fonction du temps dépendamment de la phase de structuration dans laquelle se produit le cisaillement (**Fig. 3.11**). Ainsi, l'évolution de la cinétique de restructuration pendant la phase I-B (cf. **Courbes x4** et **x5**) est principalement attribuée à la formation des ponts d'hydrates entre les particules de ciment. Cela peut provoquer des instabilités lors de l'impression. Il est donc recommandé d'optimiser le temps de résidence du mélange lors du pompage et d'extrusion pour assurer son homogénéité au cours de l'impression [8].

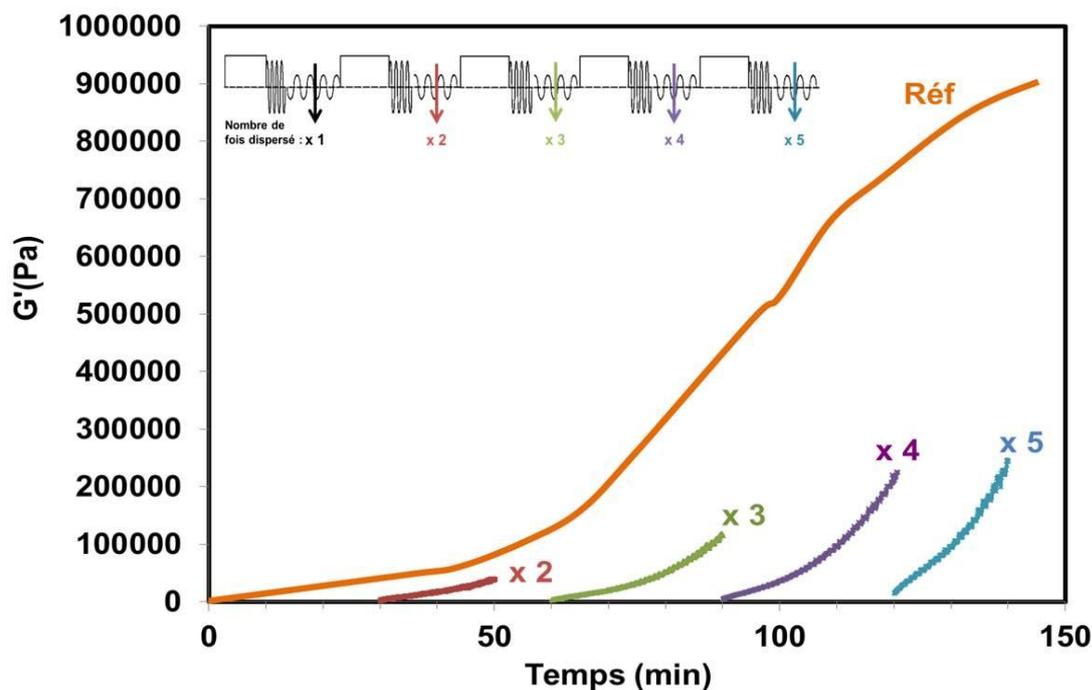


Fig. 3.11 : Effet de l'historique de cisaillement sur l'évolution du module de stockage (' $\times n$ ' : signifie le nombre de fois le mélange a été dispersé)

2.4. Conclusions

Dans la présente section de ce chapitre, une nouvelle méthode combinant les mesures rhéométriques (SAOS) et ultrasonores est utilisée pour évaluer la structuration d'un matériau cimentaire imprimable. La méthode proposée a permis une meilleure compréhension de la cinétique de structuration physico-chimique des matériaux cimentaires imprimables. Différentes phases de structuration ont été identifiées. Par ailleurs, la restructuration a été évaluée en fonction de l'âge, de la dispersion et de l'historique de cisaillement du mélange. Une attention particulière a été portée sur la transition (solide \leftrightarrow fluide) du comportement du matériau. Une limite de déformation admissible pour la stabilité au cours de l'impression a été identifiée, au-delà de laquelle la microstructure se déforme majoritairement et des zones de raidissement se créent. Au cours du temps, cette transition est dominée principalement par l'élasticité du matériau, ce qui est favorable pour la constructibilité des matériaux cimentaires. De plus, sur la base des résultats expérimentaux reportés précédemment, la dispersion a montré un effet bénéfique sur l'amélioration de l'imprimabilité des matériaux cimentaires, de par la prolongation de la période d'ouvrabilité et l'accélération du processus de durcissement. En revanche, différents historiques de cisaillement peuvent créer des hétérogénéités lors de l'impression, entravant la stabilité globale de l'élément imprimé.

3. Contrôle de la qualité d'impression des matériaux cimentaires en condition d'écoulement et au repos

L'évolution du comportement des matériaux cimentaires en fonction du temps a un impact majeur sur la qualité de l'impression. Ainsi, dans la section suivante, l'accent sera mis sur le contrôle de la qualité d'impression en tenant compte de l'évolution temporelle du comportement des matériaux cimentaires. Les différentes phases de structuration seront confrontées aux exigences imposées durant les différentes étapes du processus d'impression (Pompage – Extrusion – Dépôt de couches) (cf. **Fig. 3.12**). L'attention sera portée sur les mécanismes de développement de la microstructure dans des **conditions d'écoulement** et **au repos** durant la **phase I** de structuration (cf. **section 2.2**). Les exigences de structuration des différents procédés d'impression par extrusion sont d'abord comparées. Une étude expérimentale est ensuite réalisée sur des mortiers imprimables à différents degrés de thixotropie pour évaluer la variation de la qualité d'impression en fonction de la cinétique de structuration du matériau.

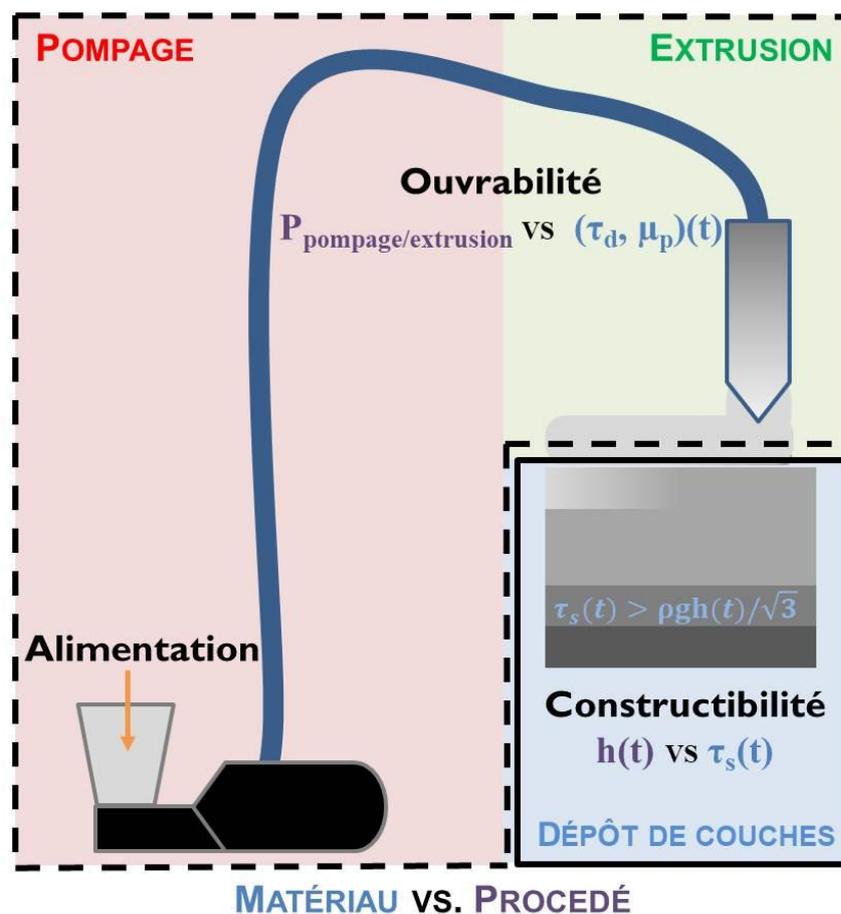


Fig. 3.12 : Étapes du processus d'impression 3D par extrusion et paramètres associés

3.1. Cadre théorique

Les matériaux cimentaires étudiés sont des matériaux thixotropes et présentent un comportement à seuil dépendant du temps. Ces propriétés jouent un rôle important dans le pompage, la pression de coffrage et la mise en place par dépôt multicouches. Sous cisaillement, ces matériaux présentent un comportement rhéofluidifiant, caractérisé par une diminution de la viscosité apparente avec le taux de cisaillement, et une restructuration au repos. Toutefois, ce caractère est dépendant du temps, ce qui peut modifier la qualité d'impression des suspensions cimentaires. La maîtrise du comportement des matériaux cimentaires en condition d'écoulement et au repos, ainsi qu'en régime transitoire peut aider à surmonter les difficultés qui peuvent survenir pendant le processus d'impression et garantir une bonne qualité d'impression. Dans cette partie, nous ferons l'inventaire des mécanismes intervenant dans la structuration des suspensions cimentaires au repos et sous écoulement. Des formules analytiques seront exploitées afin de prédire ces comportements et contrôler la variation de la qualité d'impression suivant les différentes étapes d'impression en fonction du temps.

3.1.1. Comportement des matériaux cimentaires en condition d'écoulement

Les matériaux cimentaires ne s'écoulent généralement pas à moins d'être soumis à une contrainte critique supérieure à la résistance initiale interne de la structure. En raison du comportement rhéofluidifiant de ces matériaux, cette valeur diminue à mesure que la structure se décompose jusqu'à atteindre une contrainte de cisaillement d'équilibre (τ_d) correspondant au seuil d'écoulement dynamique. Cette contrainte de cisaillement seuil doit être maintenue pour assurer le pompage et l'extrusion des matériaux cimentaires, ce qui dépend principalement de l'échelle d'impression et du type de processus utilisé (cf. **Tableau 2.7**). Sous un régime de cisaillement donné, deux processus se produisent simultanément, notamment la déstructuration du réseau formé due aux forces hydrodynamiques et sa restructuration due aux mécanismes de floculation [18]. En effet, le cisaillement ne brise pas seulement les floccs mais induit également une floculation ortho-cinétique [19,20]. La compétition entre les deux processus devient de plus en plus complexe en présence des adjuvants (i.e. polymères), ce qui est le cas pour les matériaux cimentaires imprimables [9,21]. Celle-ci sera évaluée dans le cadre de cette étude en considérant des cycles d'hystérésis en condition d'écoulement dont le protocole sera

détaillé dans la **section 3.2.1**. Le comportement résultant correspond à un équilibre entre ces deux processus. La structure d'équilibre qui en résulte dépend à la fois de l'âge du mélange et du taux de cisaillement appliqué, qui tend vers une déstructuration plus importante à des taux de cisaillement plus élevés.

Par ailleurs, en raison de la réaction d'hydratation des matériaux cimentaires, une structuration irréversible se produit avec le temps, qui correspond à une cinétique exponentielle de structuration [22,23]. Il en résulte une perte d'ouvrabilité qui entrave le pompage et l'extrusion du matériau [24]. En raison de leur taux de structuration relativement élevé, les matériaux cimentaires imprimables peuvent présenter une perte d'ouvrabilité en un temps réduit. Dans ce cas, l'évolution du seuil d'écoulement dynamique doit être prise en considération pour le contrôle de la qualité de l'impression pendant les phases de pompage et d'extrusion. Wang et al. [15] ont proposé un modèle analytique pour décrire l'évolution temporelle de la contrainte seuil dynamique, basé sur des modèles de comportement reliés à la cinétique de structuration [22], exprimé comme suit :

$$\tau_d(t) = \tau_{d,0} + \beta_{thix} \cdot t_{fl}(e^{t/t_{fl}} - 1) \quad (3.1)$$

où $\tau_{d,0}$ représente le seuil d'écoulement dynamique initiale, t_{fl} indique le début de la perte d'ouvrabilité, paramètre ajusté à partir des mesures expérimentales, et β_{thix} est le taux d'évolution de la contrainte seuil dynamique. En considérant uniquement la structuration linéaire, l'équation **Eq.3.1** peut être exprimée suivant l'équation suivante :

$$\tau_d(t) = \tau_{d,0} + \beta_{thix} \cdot t \quad (3.2)$$

Afin de maintenir l'extrudabilité du matériau, le poids propre du matériau qui va être extrudé doit dépasser le seuil de résistance à l'écoulement dynamique pendant toute la durée de l'impression. La pression d'extrusion/pompage doit donc être ajustée en tenant compte de la structuration dynamique des matériaux cimentaires.

3.1.2. Constructibilité des matériaux cimentaires (Buildability)

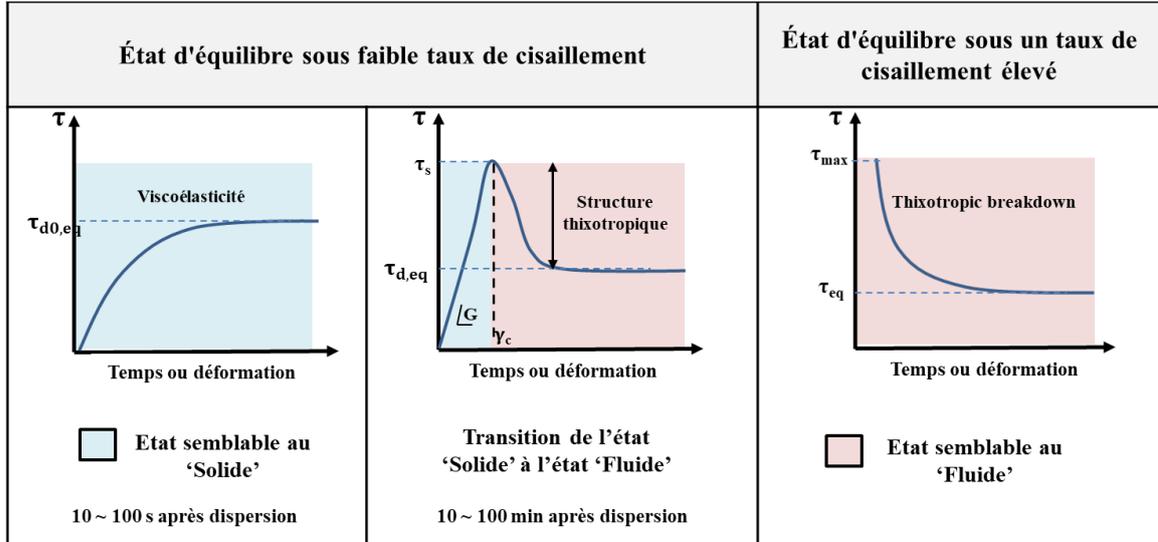
La constructibilité des matériaux cimentaires est une propriété importante pour évaluer son aptitude à l'impression. Comme mentionné aux **CHAPITRES 1 et 2**, cette propriété dépend des propriétés intrinsèques du matériau, de la géométrie de l'élément imprimé et des paramètres d'impression (e.g. vitesses d'impression et d'extrusion) [16]. Du point de vue du matériau, la constructibilité est généralement liée à sa cinétique de structuration au repos. Plusieurs approches ont été rapportées pour évaluer l'évolution de cette

structuration [3,25–28]. Le suivi de l'évolution du **seuil d'écoulement statique** ou du **module de stockage** en fonction du temps sont le plus souvent exploités à cet égard. Les modèles les plus courants sont présentés dans la section suivante.

a) **Régime transitoire d'écoulement**

La méthode la plus couramment utilisée pour suivre l'évolution du seuil d'écoulement statique des matériaux imprimables consiste à évaluer le régime transitoire d'écoulement à travers l'essai CSR (Constant Shear Rate). Ce dernier consiste à appliquer un faible taux de cisaillement, simulant les conditions au repos. En effet, après que la structure interne du matériau a été brisée, la microstructure doit retrouver à nouveau son équilibre après un temps caractéristique pendant la relaxation de la contrainte. Dans le cas des suspensions cimentaires, il existe une compétition entre la viscoélasticité et la thixotropie. La réponse du matériau varie ainsi en fonction de l'âge du mélange, de la durée de l'essai et de l'amplitude du taux de cisaillement appliqué [29]. Immédiatement après l'arrêt du malaxage, si le taux de cisaillement appliqué est suffisamment faible pour éviter toute rupture de la structure, la réponse la plus attendue serait une augmentation progressive de la contrainte, reflétant la viscoélasticité du matériau, jusqu'à atteindre un état d'équilibre stable (**Tableau 3.1**). Après un certain temps au repos, une structure peut se former en raison de la thixotropie, et un dépassement de contrainte est observée, reflétée par un pic représentant le seuil d'écoulement statique (τ_s), suivie par une rupture jusqu'à atteindre une contrainte de cisaillement d'équilibre ($\tau_{d,eq}$) [2] (**Tableau 3.1**). La déformation correspondant à la contrainte maximale est la déformation critique qui marque le début du régime transitoire d'écoulement. Le taux linéaire d'augmentation de la contrainte en fonction de la déformation représente le module de rigidité **G**.

Tableau 3.1 : Différents comportements transitoires d'écoulement stable en fonction du taux de cisaillement appliqué et du temps de repos



Kruger et al. [2] ont attribué la réponse thixotrope initiale au processus de floculation réversible des particules, caractérisé par le taux de refloculation rapide (R_{thix}), qui se produit dans les premières centaines de secondes après l'arrêt du malaxage. Le coefficient R_{thix} peut être calculé à l'aide de l'équation Eq. 3.3, comme suit :

$$R_{thix} = \frac{\tau_{s,0} - \tau_{d,eq0}}{t_{rf}} \quad (3.3)$$

Où $\tau_{s,0}$ est la contrainte seuil statique initiale (Pa), $\tau_{d,eq0}$ est la contrainte d'équilibre initiale mesurée durant l'essai CSR (Pa), et t_{rf} est la période pendant laquelle la refloculation se produit et domine le processus de développement du seuil d'écoulement. Le processus de refloculation est principalement régi par la floculation ortho-cinétique, péri-cinétique et la sédimentation résultant des forces induites par le cisaillement, du mouvement brownien et de la gravité, respectivement [2,19]. La structure résultante évolue linéairement [30] et tend à dévier de la linéarité vers une tendance exponentielle en raison de la structuration irréversible [25]. Par conséquent, l'évolution temporelle du seuil d'écoulement statique peut être décrite suivant l'équation suivante :

$$\tau_s(t) = \tau_{s,floc} + A_{thix} \cdot t'_c (e^{t/t'_c} - 1) \xrightarrow{\text{linear domain}} \tau_{s,floc} + A_{thix} \cdot t \quad (3.4)$$

Où $\tau_{s,floc}$ est la contrainte seuil statique résultant du processus de refloculation (Pa), A_{thix} est le taux de structuration (Pa/min), et t'_c est la période pendant laquelle la structuration non linéaire se produit.

b) Processus de rigidification

Le processus de rigidification (*structural build-up*) des suspensions cimentaires est souvent évalué par le suivi d'évolution du module de stockage (G') au repos. Un

cisaillement oscillatoire à faible amplitude (SAOS) - comme utilisé dans la **section 2.1** - est la méthode d'essai non destructif la plus recommandée pour suivre le processus de rigidification. Récemment, Ma et al. [26] ont proposé un modèle pour évaluer la structuration des matériaux cimentaires, basé sur l'évolution temporelle de G' , exprimé comme suit :

$$G'(t) = G'_{floc} + R_{G'} \cdot t \quad (3.5)$$

$$G'_{floc} = G'_0 + R_{refloc} \cdot t_{rf} \quad (3.6)$$

Où G'_0 est le module de stockage initial, G'_{floc} est le module de stockage résultant du processus de refloculation (Pa) et $R_{G'}$ est le taux de rigidification (Pa/min). Comme a été discuté précédemment dans la **section 2.2**, deux cinétiques de rigidification peuvent être observées au jeune âge, dont une cinétique de floculation (R_{refloc}) à court terme qui se produit en quelques centaines de secondes, comme est le cas du seuil d'écoulement statique, puis une rigidification ($R_{G'}$) à long terme due à la nucléation et à la réaction d'hydratation du ciment. Cette similarité de phases de développement de la microstructure entre les deux essais CSR et SAOS explique leurs usages courants et l'équivalence des éventuels résultats obtenus. Les différents mécanismes responsables de l'évolution du comportement rhéologique des matériaux cimentaires sont résumés dans la **Fig. 3.13**.

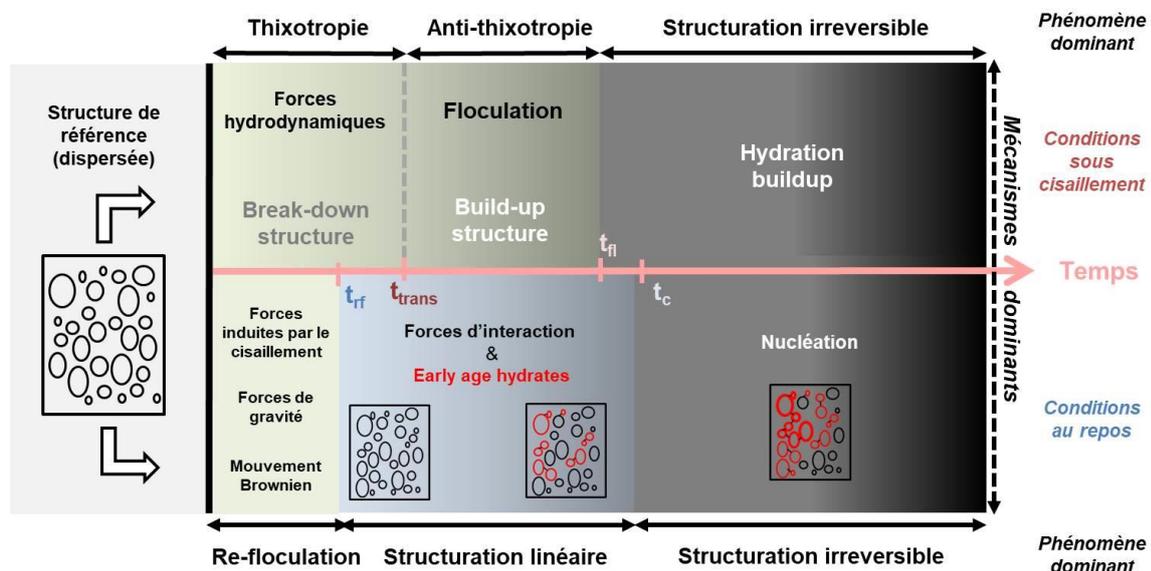


Fig. 3.13 : Schéma des mécanismes physico-chimiques du comportement en fonction du temps des matériaux cimentaires dans des conditions de cisaillement et de repos

c) Contrôle de stabilité

Afin d'assurer la stabilité lors de l'impression, une couche imprimée doit être capable de

résister à son propre poids. Au fur et à mesure que les couches suivantes sont déposées, les couches en-dessous doivent être capables de supporter les contraintes induites par gravité [24,31]. En considérant l'évolution temporelle du comportement rhéologique des matériaux cimentaires, la vitesse de dépôt des couches doit alors être ajustée en fonction de la cinétique de structuration du matériau. Ainsi, afin d'éviter la rupture, le seuil d'écoulement statique du matériau imprimé doit satisfaire la condition de stabilité exprimée par l'équation **Eq. 1.1** (cf. **CHAPITRE 1**).

Bien que la contrainte induite par la gravité puisse rester inférieure au seuil d'écoulement du matériau, la déformation qui en résulte dans la couche peut compromettre la stabilité dimensionnelle de l'élément imprimé. Par conséquent, la déformation des couches imprimées doit rester inférieure à une déformation tolérable γ_{lim} pour éviter toute instabilité dimensionnelle. Par conséquent, la rigidité du matériau imprimable $G = \tau_s/\gamma_c$ doit être supérieure à $\rho gh(t)/\gamma_{lim}$ [24].

En dehors de la condition de stabilité basée sur la résistance décrite ci-dessus, le flambement de l'élément imprimé peut aussi provoquer la rupture lors de l'impression. Ce mode de rupture est principalement régi par les propriétés du matériau, telles que le module d'élasticité à l'état frais. De plus, la géométrie ou l'élanement de la structure imprimée peut être également à l'origine le flambement. D'autres facteurs qui peuvent entraîner le flambement lors de l'impression seront abordés ultérieurement.

3.1.3. Contrôle de la qualité d'impression

Il est important de contrôler la qualité de l'impression au fil du temps en raison du comportement évolutive des matériaux cimentaires. Les principaux aspects à considérer sont résumés dans la **Fig. 3.14**.

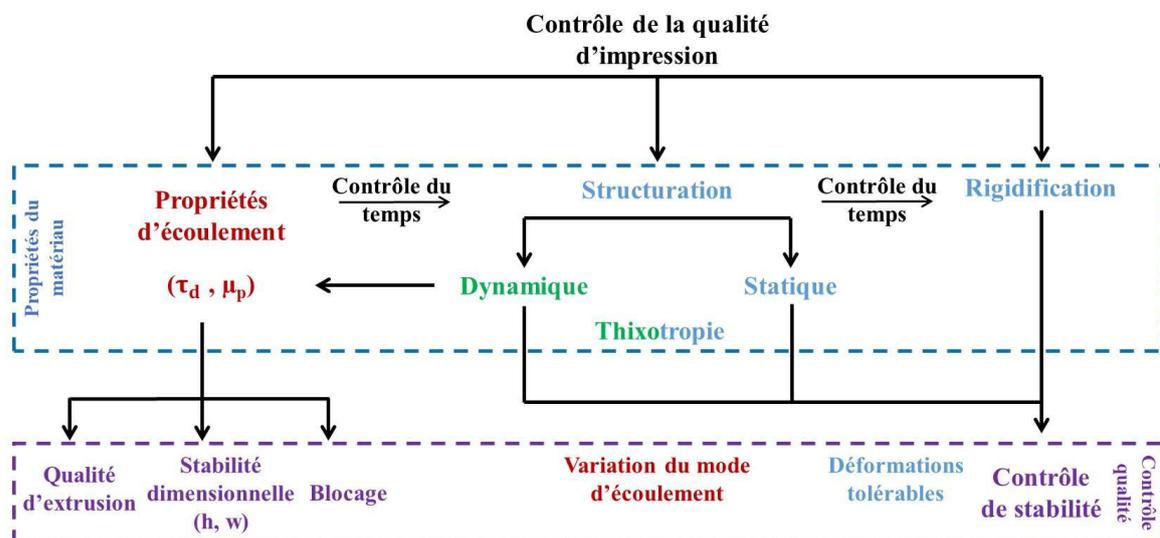


Fig. 3.14 : Contrôle de la qualité de l'impression par le contrôle de l'évolution du comportement des matériaux cimentaires imprimables en fonction du temps

a) Indice de thixotropie

Dans les applications d'impression 3D, les matériaux à fort taux de structuration sont généralement utilisés pour éviter les déformations plastiques [24]. Cependant, une structuration élevée pendant les phases de pompage et d'extrusion peut entraîner un colmatage du matériau et une diminution de la qualité de l'extrusion [32,33], ce qui nuit à la stabilité de l'élément imprimé. Il est donc essentiel de tenir compte du taux d'augmentation du seuil dynamique, qui peut être utile pour éviter ces problèmes. Dans ce qui suit, l'aire délimitée par les courbes d'évolution des contraintes seuils statique et dynamique dans le domaine linéaire (**Fig. 3.15**) a été utilisée comme un indice de thixotropie pour quantifier la plage d'imprimabilité des matériaux cimentaires. Cette aire peut être exprimée par l'équation **Eq. 3.7** :

$$\Phi_{thix} = \underbrace{(\tau_{s,floc} - \tau_{d,0}) \cdot t_c}_{(1)} + \underbrace{A_{thix} \cdot t_c^2 / 2}_{(2)} - \underbrace{\beta_{thix} \cdot t_c^2 / 2}_{(3)} = \Phi_0 + \Phi_{struct} \quad (3.7)$$

où le premier terme **(1)** représente l'énergie requise pour former une structure rigide interne initiale, le deuxième terme **(2)** réfère à l'énergie de stockage due à la structuration statique, et le troisième terme **(3)** est la perte d'énergie due à la structuration dynamique.

Dans le cas des matériaux à faible thixotropie, les termes de structuration **(2)** et **(3)** peuvent être négligés et la différence entre les contraintes seuils initiales (Φ_0) devient le critère dominant de l'imprimabilité. En revanche, pour les matériaux présentant un degré élevé de thixotropie, le terme de structuration (Φ_{struct}) sera le terme dominant à considérer. Ce terme prend en compte non seulement les cinétiques de structuration du matériau mais aussi sa période d'ouvrabilité t_c , pendant laquelle l'évolution des propriétés du matériau reste linéaire et réversible. Il est important de distinguer les différents comportements qui peuvent se produire en fonction du mode d'impression, ce qui sera abordé dans la section suivante.

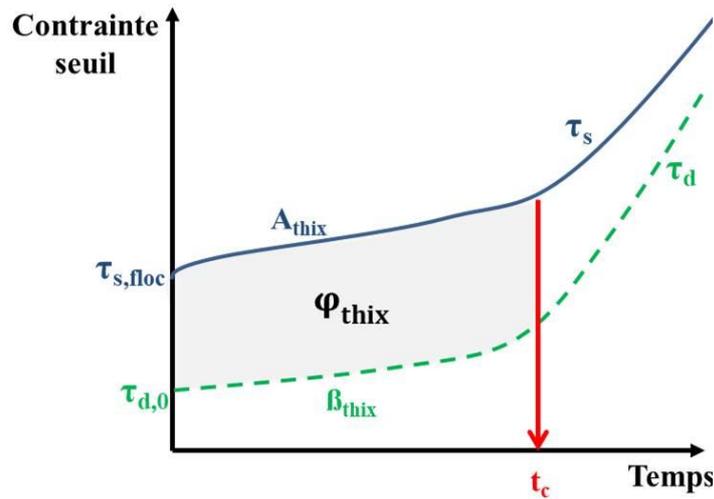


Fig. 3.15 : Représentation de l'indice (φ_{thix})

b) Modes d'impression

Comme mentionné précédemment, l'indice de thixotropie φ_{thix} permet d'avoir un aperçu de la plage d'imprimabilité du matériau. Des valeurs plus élevées de φ_{thix} assurent une plage d'imprimabilité plus large. Cependant, cet indice semble être plus adapté aux procédés d'impression par extrusion gravitationnelle avec ou sans agitation (cf. **Tableau 2.7**). Dans le cas de l'impression par activation de la prise, où les accélérateurs sont injectés au niveau de la buse, l'ouvrabilité n'interfère pas avec l'aspect constructible du matériau. Dans ce cas, le taux de structuration dynamique β_{thix} peut être négligé. Dans le cas d'une impression par briques infinies, le matériau n'est pas cisailé. Par conséquent, la structuration pseudo-dynamique β_{eq} peut être considérée à la place de β_{thix} , obtenue à partir de l'évolution de $\tau_{d,eq}$ durant le régime transitoire de l'écoulement. Le terme structurel $\phi_{struct,static}$ peut donc être exprimé comme suit.

$$\phi_{struct,static} = (A_{thix} - \beta_{eq}) \cdot t_c^2 / 2 \quad (3.8)$$

Les différentes représentations de l'indice de thixotropie (φ_{thix}) en fonction des différents modes d'impression sont résumées dans la **Fig. 3.16**. Dans ce qui suit, seul le mode d'impression par extrusion gravitationnelle (à cisaillement continu) sera étudié.

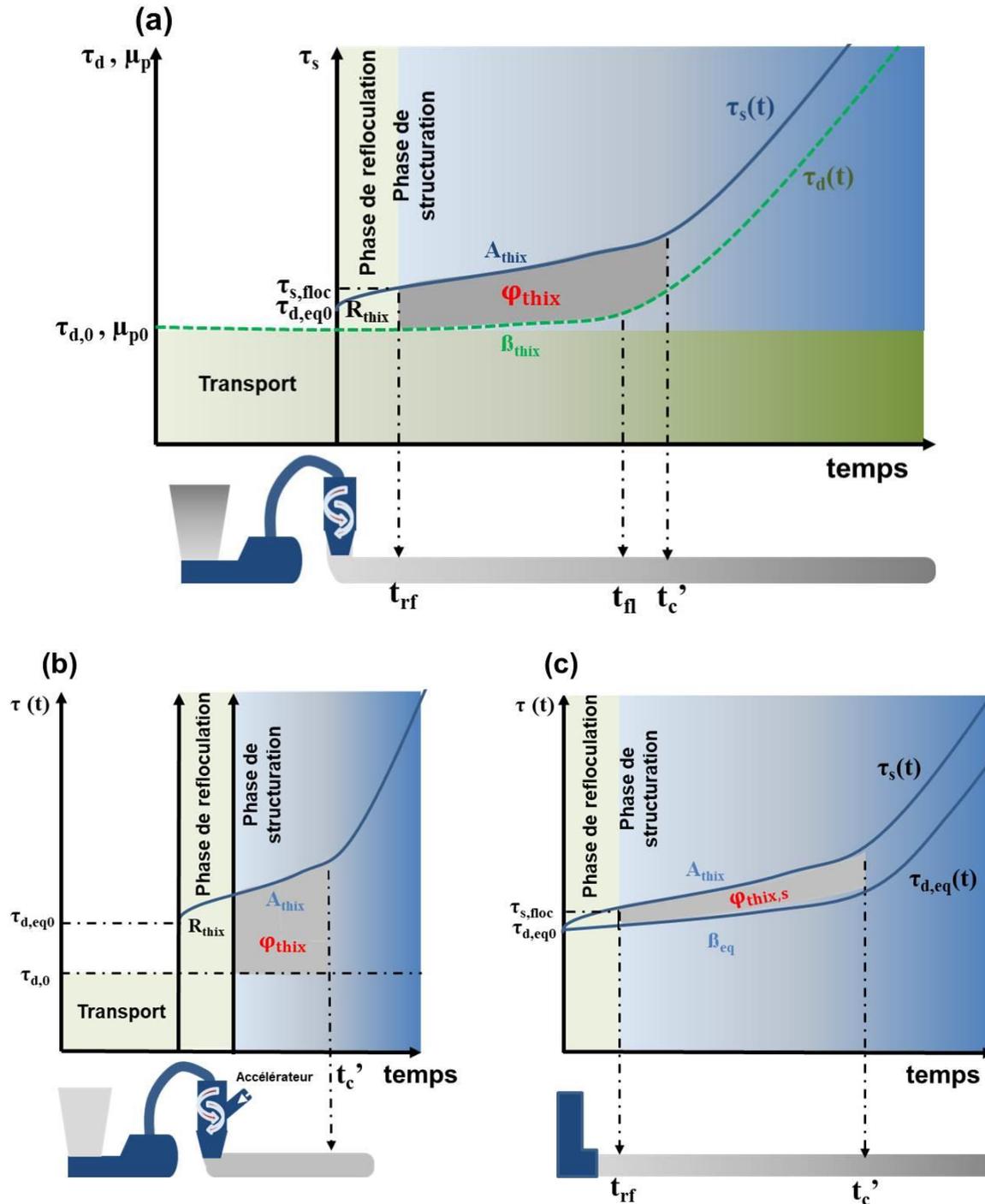


Fig. 3.16 : Représente de l'indice de thixotropie pour les différents procédés d'impression par extrusion, notamment (a) l'impression par extrusion gravitationnelle ; (b) l'impression par activation de la prise et (c) l'impression par briques infinies.

3.2. Méthodologie

Dans le but d'évaluer les effets de l'aspect évolutif du comportement des matériaux cimentaires imprimables sur la variation de la qualité d'impression au cours du temps, deux mortiers imprimables (M63: MCV, FC-FS : MFC) ont été sélectionnés pour cette

étude. L'agent de viscosité **MasterMatrix SDC 100** du fournisseur *BASF* a été ajouté pour évaluer son effet sur la cinétique de structuration des mélanges ainsi que la qualité d'impression au cours du temps. Son dosage a été optimisé de façon à éviter la détérioration de la qualité d'extrusion (cf. **CHAPITRE 2**). La composition des mortiers étudiés dans cette section est présentée dans le **Tableau 3.2**. Le programme expérimental de cette étude comprend le suivi d'évolution du comportement des mortiers imprimables en condition d'écoulement et au repos au cours du temps, par l'application de cycles d'hystérésis d'écoulement et des essais CSR et SAOS respectivement. Des essais d'impression à différents âges ont été réalisés pour suivre la variation de la qualité d'impression au cours du temps. Tous les essais ont été réalisés à une température ambiante contrôlée de $20 \pm 1^\circ\text{C}$. La procédure de malaxage et l'historique de cisaillement ont été maintenus constants, comme présentée dans le **CHAPITRE 2**. Les protocoles expérimentaux des essais réalisés sont présentés dans ce qui suit.

Tableau 3.2 : Composition des mortiers étudiés

	Sable fin (kg/m ³)	CEM 1 (kg/m ³)	Fumée de silice (kg/m ³)	Cendres volantes (kg/m ³)	Filler calcaire (kg/m ³)	Eau (kg/m ³)	SP (% pdc)	VMA (% pdc)
Référence - MCV	981	649	93	185	-	260	1,2	-
MCV-V	981	649	93	185	-	260	1,2	0,5
MFC (FC-FS)	981	649	93	-	223	260	1,2	-
MFC-V	981	649	93	-	223	260	1,2	0,5

3.2.1. Cycles d'hystérésis d'écoulement

Des cycles de cisaillement ont été appliqués pour étudier l'hystérésis du comportement d'écoulement des mélanges étudiés en fonction du temps et reproduire les conditions de pompage pendant l'impression. Des taux de cisaillement par paliers ont été appliqués de 1 s^{-1} à 200 s^{-1} , suivis de rampes descendantes. Chaque rampe a été maintenue pendant 20 s pour atteindre un état d'équilibre, comme le montre **la Fig. 3.17**. Cette procédure a été répétée pendant les deux premières heures, avec une période de repos de 20 secondes entre chaque test, comme le montre **la Fig. 3.18**. Le modèle de Bingham modifié a été exploité pour déterminer la contrainte seuil dynamique et la viscosité plastique en utilisant les courbes descendantes, selon l'équation suivante [34]:

$$\tau(\dot{\gamma}) = \tau_d + \mu_p \dot{\gamma} + c \dot{\gamma}^2 \quad (3.9)$$

où τ_d désigne le seuil d'écoulement dynamique du mélange, μ_p sa viscosité plastique et c un indice de pseudoplasticité.

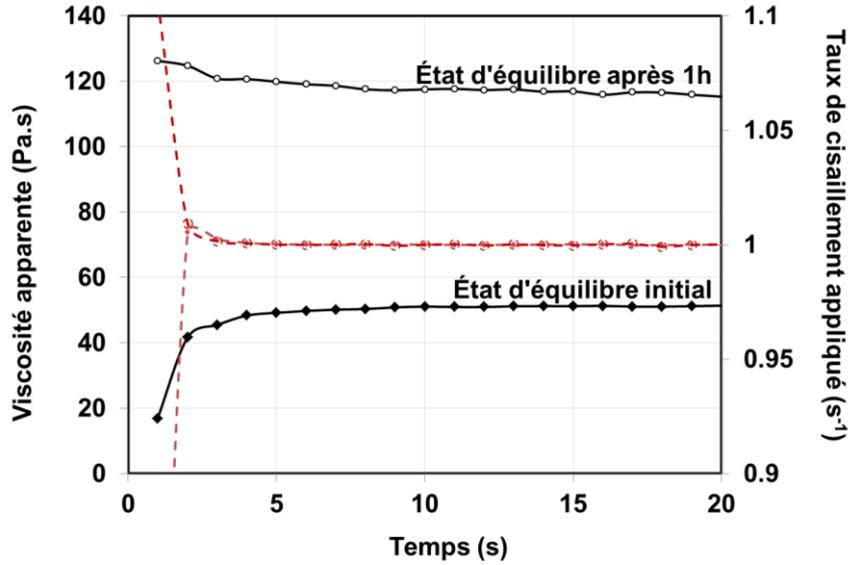


Fig. 3.17 : Courbes de régime permanent à différents âges

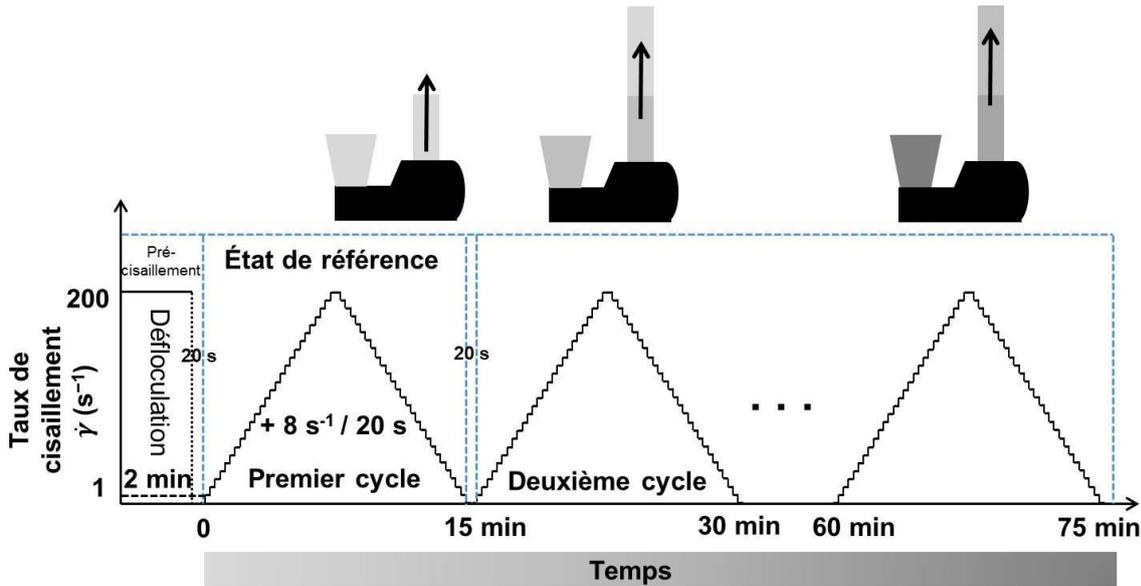


Fig. 3.18 : Protocole d'application des cycles de cisaillement

Au cours de l'écoulement, une compétition entre la floculation (dominé par l'effet des interactions colloïdales) et la dispersion (dominé par l'effet des forces hydrodynamiques) se produit, modifiant ainsi la forme des boucles d'hystérésis au fil du temps. Ceci sera évalué pour suivre les changements du comportement d'écoulement qui peuvent se produire pendant le pompage et l'extrusion. L'aire délimitée par les courbes d'écoulement ascendantes et descendantes a été déterminée et utilisée pour évaluer les taux de déstructuration (*structural breakdown*) et de restructuration (*structural buildup*) des mélanges étudiés, selon les équations suivantes :

$$R_{\text{buildup}} = \frac{|A_{\text{buildup}}|}{|A_{\text{buildup}}| + |A_{\text{breakdown}}|} \quad \text{et} \quad R_{\text{breakdown}} = 1 - R_{\text{buildup}} \quad (3.10)$$

où $A_{\text{breakdown}}$ représente l'aire où les courbes d'écoulement ascendantes sont supérieures aux courbes descendantes et A_{buildup} est l'aire du cas opposé. Le taux de cisaillement de croisement entre les deux aires $\dot{\gamma}_c$ a été également déterminé (cf. **Fig. 3.19**).

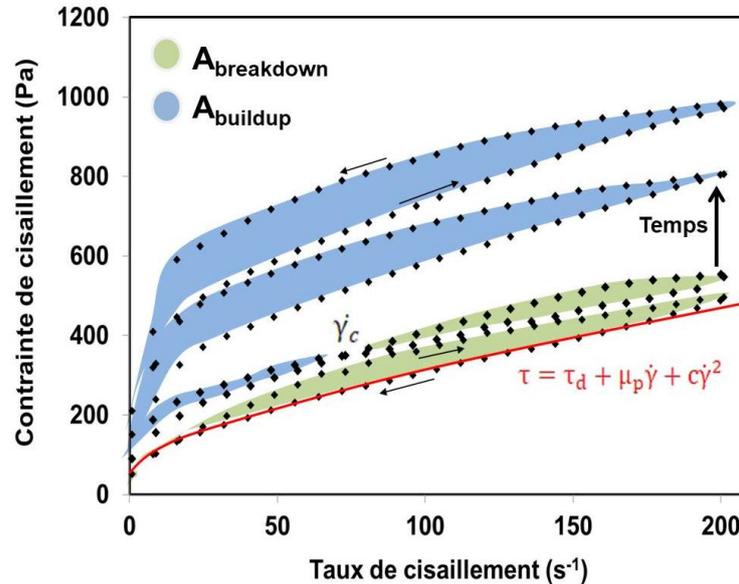


Fig. 3.19 : Variation des boucles d'hystérésis en fonction de la direction des courbes d'écoulement

3.2.2. Suivi d'évolution du seuil d'écoulement

Dès que le matériau sort de la buse, il commence à restituer sa structure au repos, qui évolue avec le temps. Afin de suivre l'évolution de cette restructuration après extrusion, des essais CSR ont été réalisés. Le matériau a été soumis à un faible taux de cisaillement de $0,01 \text{ s}^{-1}$ immédiatement après le pré-cisaillement (à la différence du protocole présenté au **CHAPITRE 2**). Ce faible taux de cisaillement est réappliqué chaque 2 minute, comme le montre la **Fig. 3.20**. L'évolution des contraintes seuils statique τ_s et dynamique $\tau_{d,eq}$ représentées par la valeur maximale de la courbe du régime transitoire d'écoulement, et celle d'équilibre comme expliqué dans la **section 3.1.2**, a été évaluée et comparée avec les modèles présentés dans les **Eqs 3.3** et **3.4**. Cette fois-ci la transition vers le régime non linéaire a été considérée (Modèle de Perrot) pour déterminer la cinétique de structuration des mélanges (A_{thix}).

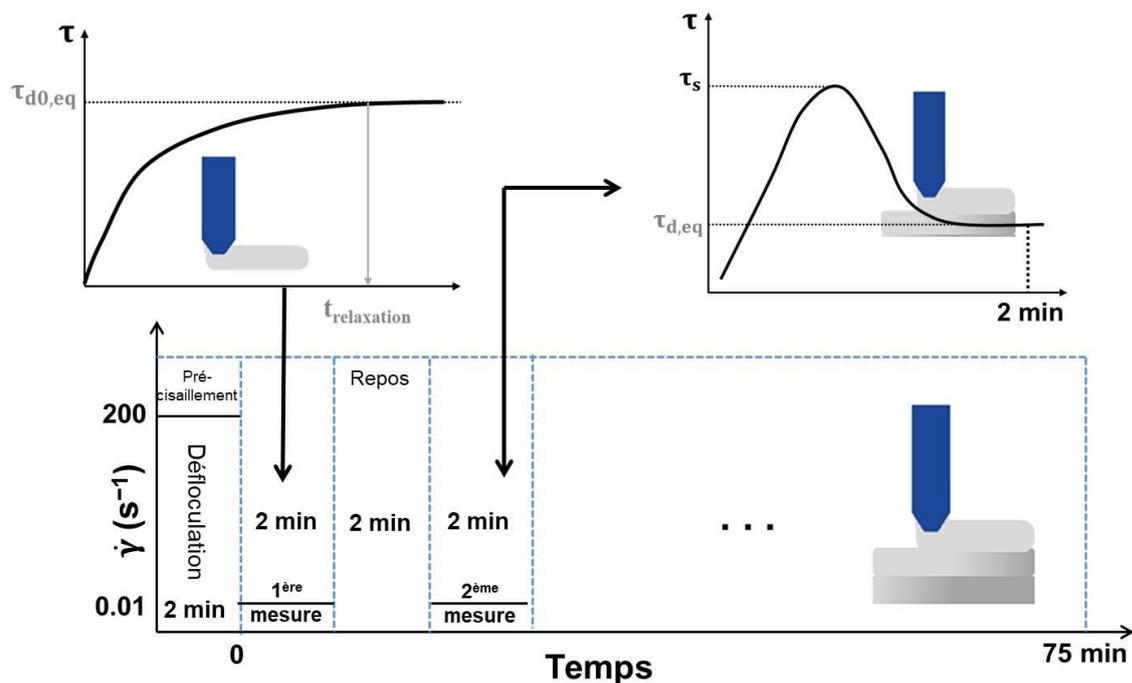


Fig. 3.20 : Protocole des essais CSR

3.2.3. Suivi d'évolution du module de stockage

Des essais de cisaillement oscillatoire de faible amplitude (SAOS) ont été utilisés pour suivre la rigidification des mortiers étudiés. Le même protocole présenté précédemment dans la **section 2.1.2.** a été utilisé. Une étude comparative a été menée sur l'effet de l'agent de viscosité sur la rigidification et le développement des contraintes seuils au cours du temps des mortiers imprimables.

3.2.4. Essais d'impression 3D

Dans le but d'évaluer la variation de la qualité d'impression au cours du temps, des essais d'impression ont été réalisés à différents âges, en utilisant le procédé d'impression présenté dans la **Fig. 2.6** (cf. **CHAPITRE 2**). Le premier essai a été réalisé **15 min** après la fin de la séquence de malaxage, le second après **30 min**, et le troisième après **45 minutes**. Des cylindres creux de 100 mm de diamètre et 10 mm de largeur ont été imprimés jusqu'à la rupture, afin d'évaluer la constructibilité des mortiers étudiés. L'évolution des contraintes seuils des mélanges étudiés a été comparée à l'évolution du poids des couches imprimées. Les paramètres d'impression ont été ajustés initialement de façon à obtenir les dimensions désirées du cylindre.

3.3. Résultats

3.3.1. Comportement des matériaux cimentaires imprimables sous écoulement

Les résultats des cycles d'hystérésis d'écoulement des mélanges étudiés sont résumés dans le **Tableau 3.3** et la **Fig. 3.21**. Conformément à nos attentes, les boucles d'hystérésis et les paramètres d'écoulement (τ_d , μ_p) évoluent en fonction du temps. Cette évolution est plus prononcée pour les mélanges contenant un agent de viscosité. En effet, les mortiers MCV-V et MFC-V ont présenté une augmentation des propriétés d'écoulement plus importante par rapport à ceux sans VMA, et les valeurs minimales de taux de cisaillement $\dot{\gamma}_c$ nécessaires pour détruire le réseau formé étaient plus élevées par rapport aux autres mélanges. Cela peut être dû à l'adsorption de l'eau sur les polymères à longue chaîne du VMA par des liaisons hydrogènes et ioniques, ce qui entraîne une plus grande cohésion et nécessite une plus grande énergie pour détruire les floes formés [21]. Un temps de transition de 25 minutes a été observé entre les deux phases pour les mélanges MCV-V et MFC-V, contre 65 minutes pour les mélanges sans VMA, comme le montre la **Fig. 3.22**. Ce temps définit la période pendant laquelle certains des floes formés ne peuvent plus être détruits sous l'énergie de cisaillement fournie. Pendant cette période, la viscosité augmente progressivement en raison de la friction entre les floes non détruits et les particules en suspension, ce qui entraîne un comportement de cisaillement rhéoépaississant. Cela peut provoquer des instabilités lors de l'écoulement pendant l'impression, ce qui peut compromettre la pompabilité et la qualité de l'extrusion du matériau [35]. La compétition entre la déstructuration due aux forces hydrodynamiques et la restructuration due aux collisions induites par les mécanismes de floculation (floculation ortho-cinétique) est l'origine de ces changements microstructuraux dans les matériaux cimentaires, comme évoqué dans la **section 3.1.1** [36]. Le mouvement brownien par ailleurs incite les particules à se déplacer vers les positions les plus favorables en termes d'entropie.

Tableau 3.3 : Paramètres d'écoulement des mélanges étudiés

	Temps (min)	τ_d (Pa)	μ_p (Pa.s)	c	A_{buildup} (Pa/s)	$A_{\text{breakdown}}$ (Pa/s)	$\dot{\gamma}_c$ (s ⁻¹)
MCV	15	70	2,86	0,0044	0	8 279	-
	30	87	2,90	0,0050	-134	5 552	6,5
	45	108	3,09	0,0058	-451	3 719	18,6
	60	143	3,26	0,0071	-1 306	4 661	47,9
	75	185	4,86	0,0132	-9 356	361	-
	90	254	6,36	0,0191	-15 002	422	-
	105	338	7,93	0,0251	-18 188	500	-

MCV - V	15	161	4,21	0,0091	-782	4 177	21,8
	30	202	5,00	0,0128	-3 930	1 161	-
	45	258	6,42	0,019	-11 570	519	-
	60	337	8,14	0,0253	-17 934	631	-
	75	456	11,52	0,0393	-36 176	816	-
	90	691	17,15	0,0637	-66 014	554	-
	105	1 068	28,28	0,1085	-119 869	404	-
MFC	15	89	3,06	0,0041	-2 157	13 897	35,0
	30	103	3,09	0,0042	-18	6 793	1,0
	45	117	3,54	0,0070	-356	4 390	8,50
	60	166	3,21	0,0051	-1 282	4 733	30,09
	75	213	4,82	0,0122	-6 450	556	-
	90	279	7,03	0,0210	-16 782	626	-
	105	354	8,62	0,0268	-18 880	776	-
MFC - V	15	242	2,83	0,0025	-272	11 361	29,43
	30	310	3,81	0,0069	-7 249	577	188,07
	45	367	4,26	0,0085	-5 505	895	184,28
	60	463	4,27	0,0085	-6 309	1 089	144,63
	75	634	6,48	0,0192	-31 494	1 074	-
	90	781	11,20	0,0362	-47 452	1 147	-
	105	1357	31,39	0,1217	-75 616	1 920	-

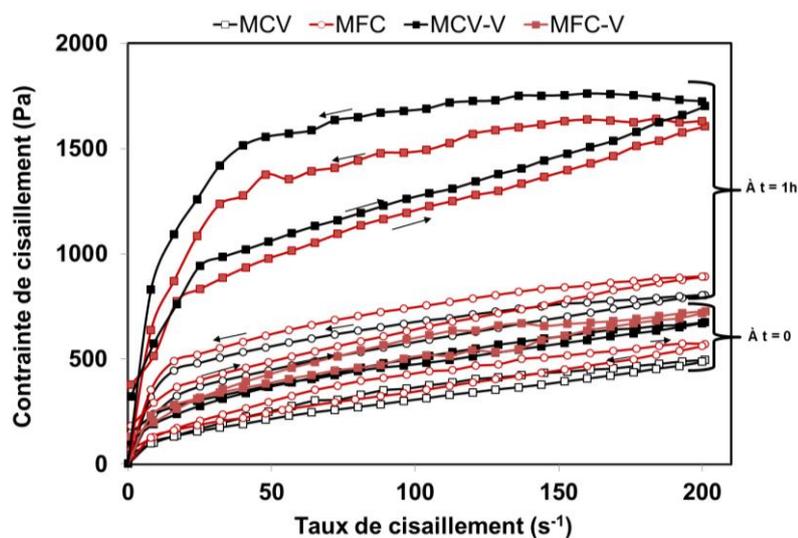


Fig. 3.21 : Boucles d'hystérésis d'écoulement des mortiers étudiés à un temps de mesure **t = 0 et 1 h**

De plus, les mélanges contenant les fillers calcaires ont présenté une tendance instable de déstructuration et de restructuration au fil du temps (**Fig. 3.22**). Cela peut s'expliquer par la structure instable formée par les particules de calcaire [35]. Ceci est lié aux effets du phénomène de mûrissement d'Ostwald dû à la dissolution et à la précipitation des

particules de CaCO_3 [3,37]. Cela peut conduire à une diminution du taux de cisaillement $\dot{\gamma}_c$ pour les mélanges MFC et MFC-V initialement et une augmentation de la déstructuration par rapport aux mélanges MCV et MCV-V. Par conséquent, l'évolution du comportement des matériaux cimentaires en condition d'écoulement dépend de la composition du mélange.

Par ailleurs, l'évolution du comportement des matériaux cimentaires en condition d'écoulement peut être décomposée en deux phases (cf. **Fig. 3.23**). Dans une première phase, le seuil d'écoulement dynamique augmente en raison de la restructuration de la structure (*structural buildup*), tandis que la viscosité plastique varie légèrement. Dans la seconde phase, la viscosité plastique augmente de manière drastique, marquant le début de la perte d'ouvrabilité. Afin d'éviter tout blocage pendant le processus d'impression, il est crucial de contrôler la première phase d'évolution des propriétés d'écoulement. Ce qui revient à contrôler l'évolution du seuil dynamique.

Comme le montre la **Fig. 3.24**, une bonne corrélation a été observée entre le modèle proposé dans l'équation **Eq. 3.1** et les résultats expérimentaux obtenus. D'autre part, les mélanges contenant du VMA semblent avoir une période d'ouvrabilité plus courte et une cinétique de structuration dynamique plus élevée que les autres mélanges.

Il est important de mentionner que la période de perte d'ouvrabilité (t_{fl}) peut ne pas correspondre au temps de transition entre les phases de déstructuration et de restructuration. En effet, le t_{fl} marque le début de la structuration irréversible due à l'hydratation, tandis que t_{trans} est relié au nombre de floccs formés et détruits, qui dépend principalement de l'énergie de cisaillement fournie.

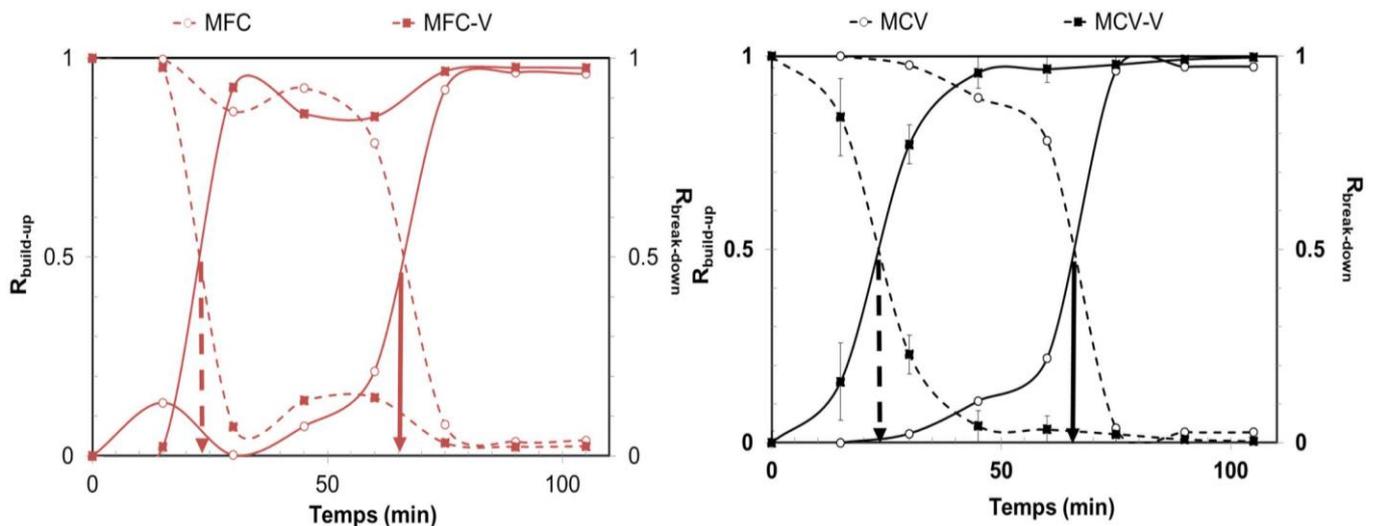


Fig. 3.22 : Compétition entre la destruction par effet de dispersion (ligne pointillée) et la structuration par floculation (**ligne en gras**) des mélanges avec le temps

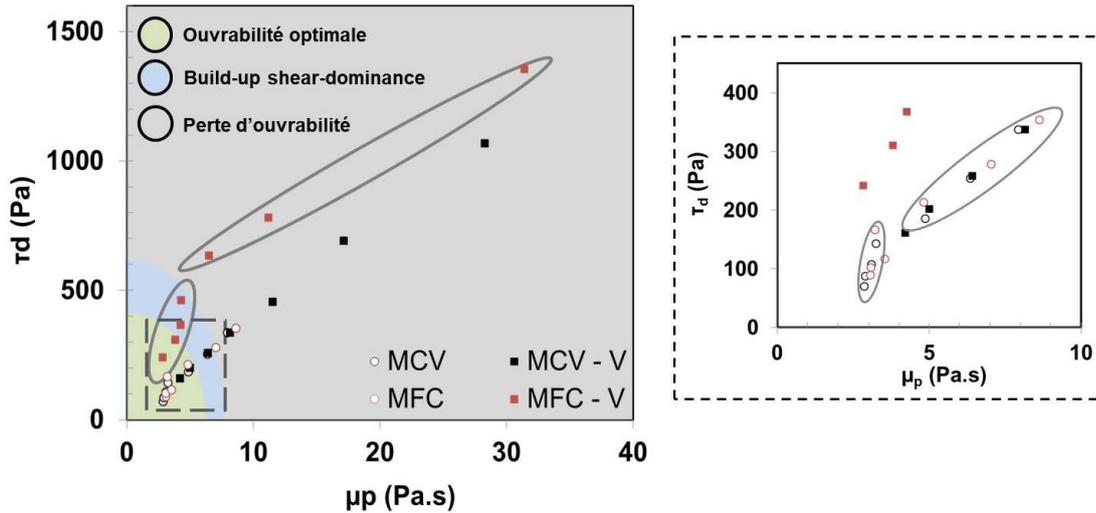


Fig. 3.23 : Évolution dans le temps des propriétés d'écoulement des mélanges étudiés

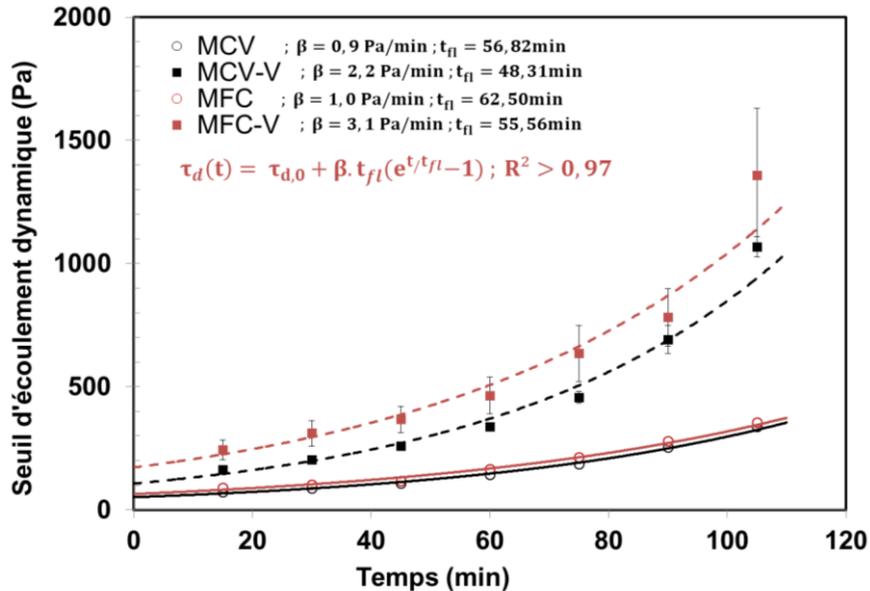


Fig. 3.24 : Ajustement des paramètres du modèle de Wang et al. [22] à partir des données expérimentales

3.3.2. Comportement des matériaux cimentaires imprimables au repos

Les courbes d'évolution des contraintes seuils pendant les différentes phases de structuration au repos sont présentées en ANNEXES. Comme mentionné précédemment dans la **section 3.1**, le mouvement brownien, les forces induites par le cisaillement et la gravité entraîneront une refloculation, ce qui conduit à la restitution de la structure après l'arrêt du cisaillement. Ce processus dure quelques centaines de secondes jusqu'à ce que les forces interparticulaires atteignent l'équilibre, bien que cela puisse prendre plus de temps pour les mélanges contenant des agents de viscosité en raison de leur poids moléculaire élevé (**courbes vertes**). Lorsque les forces interparticulaires atteignent l'équilibre, la structure thixotrope regagne rapidement de la rigidité en raison d'une

augmentation de la viscosité apparente après l'arrêt du cisaillement. Ensuite, la contrainte seuil statique augmente en raison de l'agglomération des particules cimentaires causée par les interactions colloïdales et la nucléation des produits d'hydratation à leurs points de contact (**courbes bleues**). Un réseau de chemins de percolation se forme avec une résistance significative à l'écoulement (**courbes rouges**).

D'après les résultats présentés dans le **Tableau 3.4**, l'ajout du VMA a entraîné un effet plus important sur la cinétique de refloculation R_{thix} que sur le taux de structuration A_{thix} . La présence des polymères dans l'agent de viscosité induit des forces de pontage qui favorisent la floculation du système et l'augmentation rapide de son seuil d'écoulement au repos [38,39]. De plus, l'ajout du VMA semble retarder également le temps critique entre les régimes linéaire et non linéaire, ce qui peut être corrélé avec le temps de prise. Des résultats similaires ont également été rapportés dans la littérature [40–42]. Cependant, sous écoulement, le temps critique t_{fl} a diminué dans le cas des mélanges contenant du VMA. Cela peut être expliqué par l'effet du cisaillement sur les solutions de polymères à longue chaîne qui favorise la réticulation moléculaire et augmente ainsi la cinétique de structuration dynamique [41]. De plus, les mélanges étudiés ont montré des taux comparables de structuration A_{thix} même si leur comportement thixotrope sous cisaillement est assez différent en considérant le paramètre B_{thix} . L'utilisation de l'indice ($\Phi_{thix,s}$) a donné lieu à différentes classifications des mélanges étudiés en fonction de leur thixotropie. Par exemple, le mélange MCV-V est plus thixotrope que le MCV, ce qui n'est pas le cas lorsque l'indice (Φ_{thix}) est considéré pour la classification. La classification basée sur (Φ_{thix}) prend en considération le comportement thixotrope global à la fois dans les états floculés et dispersés, alors que la classification basée sur $\Phi_{thix,s}$ ne prend compte que de la thixotropie au repos (i.e. états floculés).

Les différentes phases de rigidification basées sur l'évolution du module de stockage sont présentées dans la **Fig. 3.25**. D'autre part, les paramètres du modèle établi (cf. **Eqs. 3.5** et **3.6**) sont résumés dans le **Tableau 3.5**. Un bon ajustement au modèle proposé valide l'existence de deux cinétiques de rigidification distinctes. Comme mentionné précédemment dans la **section 2.2**, la structure évolue dans un premier temps en raison de la refloculation des particules, puis évolue linéairement en raison de la formation de chemins successifs de floes interconnectés jusqu'à atteindre une structure stable. L'incorporation de l'agent de viscosité a entraîné une augmentation du taux de rigidification (R_G) du mélange MCV, mais n'a étonnamment eu aucun effet significatif dans le cas du mélange MFC. Ce résultat est en bon accord avec les valeurs $\Phi_{struct-static}$,

reflétant le facteur statique de structuration. Ainsi, le taux de rigidification est un bon indicateur de la cinétique de structuration des mélanges au repos. Les mélanges MCV, MFC et MFC-V ont développé leur rigidité de manière similaire. Cela suggère que ces mélanges peuvent se structurer de la même manière au jeune âge au repos. Des résultats similaires ont également été rapportés dans la littérature, où différents mélanges ont donné lieu à des taux de rigidification comparables [36,43]. Cependant, les mélanges contenant du filler calcaire ont présenté une structure plus rigide pendant la phase de nucléation. Cela peut être dû aux effets physicochimiques du filler calcaire, permettant plus de sites de nucléation pour la formation de produits d'hydratation du ciment [44].

Il convient de noter que la cinétique de structuration dérivée des résultats des essais CSR diffère de la cinétique de rigidification. En effet, certains mélanges peuvent rapidement développer une structure rigide sans présenter une résistance significative [45] (cf. **Fig. 3.25**). Par ailleurs, G' évalué à une déformation de 0,001% reflète principalement la résistance des ponts C-S-H entre les particules de ciment. Par conséquent, l'imposition de grandes déformations pendant les mesures du seuil d'écoulement statique (la déformation correspondante à un taux de cisaillement de $0,01 \text{ s}^{-1}$ est de 1,2, ce qui est beaucoup plus grand que 10^{-5}), provoque une destruction significative des réseaux C-S-H. Ainsi, seule la structuration due aux interactions colloïdales est prise en considération lors des mesures CSR [26,46].

Tableau 3.4 : Paramètres de structuration

	MCV	MCV - V	MFC	MFC - V
$\tau_{s, \text{floc}}$ (Pa)	282	323	140	200
R_{thix} (Pa/min)	21	22	20	30
A_{thix} (Pa/min)	3,6	3,5	2,8	2,9
t_c' (min)	81,30	113,64	78,74	90,91
β_{eq} (Pa/min)	2,9	2,7	1,9	2,3
R^2	0,995	0,977	0,976	0,969
$\Phi_{\text{struct-static}}$ (Pa.min)	2313	5165	2573	2648
$\Phi_{\text{thix,s}}$ (Pa.min)	19 549	23 613	6568	1199
β_{thix} (Pa/min)	0,9	2,2	1,0	3,1
t_{η} (min)	56,82	48,31	62,50	55,56
Φ_{struct} (Pa.min)	4358	1529	3359	-278
Φ_{thix} (Pa.min)	16 404	9371	6531	2629

Tableau 3.5 : Paramètres de rigidification

	G'_0 (Pa)	R_G (Pa/min)	R^2	G'_{floc} (Pa)
MCV	1604	5 407	0,975	45 276
MCV-V	2489	9 481	0,997	53 768
MFC	1593	5 258	0,977	45 290
MFC-V	1435	5 166	0,976	44 056

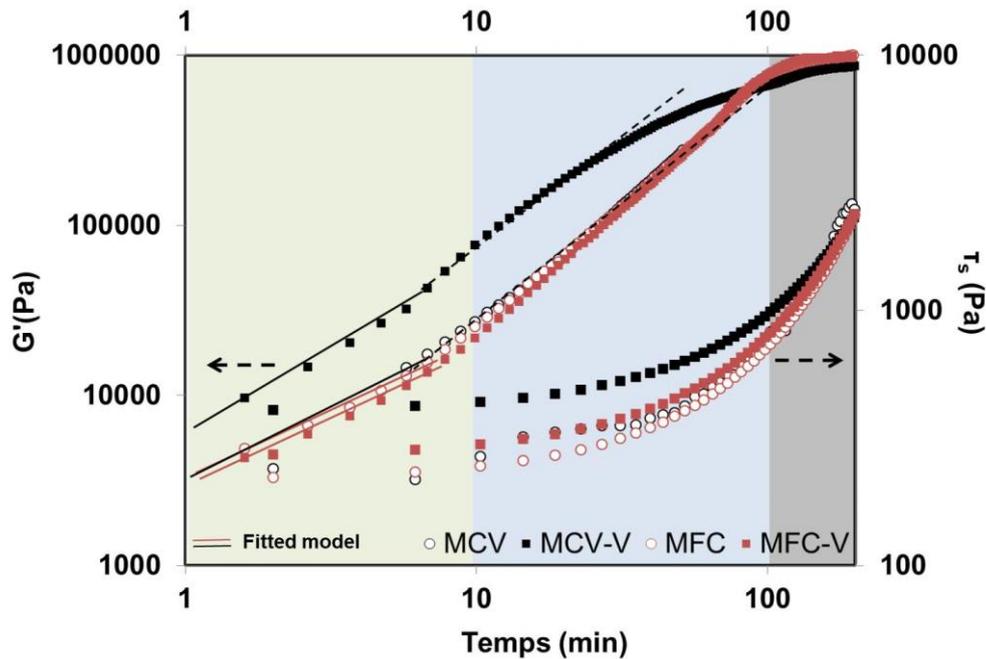


Fig. 3.25 : Evolution en fonction du temps du :
Module de stockage vs. seuil d'écoulement statique

3.3.3. Contrôle de la qualité d'impression

Les résultats des essais d'impression sont présentés dans la **Fig. 3.26**. On observe bien que la qualité de l'impression varie fortement au cours du temps. Les mortiers étudiés ont montré des performances d'extrudabilité initiales similaires, évaluées par la continuité des filaments et la conformité dimensionnelle des couches imprimées. Cela peut être dû à leurs valeurs comparables (R_{thix} , G'_{floc}). Cependant, à un temps relativement proche de t_{fl} , la qualité d'extrusion des mélanges est réduite. Cela s'est traduit par la discontinuité des filaments et la diminution de leur largeur. La pression requise pour extruder les mélanges a également augmenté, comme le montre le **Tableau 3.6**. Ceci implique une augmentation des paramètres d'écoulement (μ_p , τ_d), ce qui est cohérent avec les résultats présentés dans la **section 3.3.1**. Au-delà de t_{fl} , les mortiers ne sont plus extrudables, en raison de la perte d'ouvrabilité.

Le flambement des cylindres imprimés a été à l'origine de la rupture à partir d'un certain âge. Par conséquent, la condition de stabilité basée sur la résistance à l'écoulement (**Eq.**

1.1) n'a pas pu prédire la rupture. Cependant, de bons résultats ont été obtenus lors des premiers essais, comme le montre la **Fig. 3.27**. Il est important de mentionner que la rupture des mortiers contenant du VMA observée après 15 min a été retardée en raison de la qualité de l'interface entre les couches, qui empêche la transmission du poids cumulé vers la couche de base, provoquant une rupture combinée (ductile et par flambement). En outre, comme les valeurs de déformation tolérables diminuent avec le temps (**Fig. 3.28**), l'élément imprimé peut subir une rupture fragile. Une légère augmentation des déformations tolérables a été observée dans les mélanges contenant du filler calcaire. Ceci peut être expliqué par la structure instable discutée précédemment.

En outre, des instabilités d'écoulement pendant l'impression ont été observées pour certains mélanges. Cela semble se produire lorsque le seuil d'écoulement dynamique augmente lors de l'impression, comme le montre la **Fig. 3.27**. Comme la pression d'extrusion a été choisie pour un seuil d'écoulement plus faible, une couche sous-dimensionnée est extrudée, ce qui génère une instabilité dans la structure imprimée, en référence à MCV-V 30min et à MCV 45min (cf. **Fig. 3.26**). Un autre problème se pose lorsque le temps de transition t_{trans} entre la déstructuration et restructuration est dépassé. Les dimensions des couches extrudées sont réduites, ce qui peut être dû à la perte d'efficacité du cisaillement au niveau de la buse. Cela conduit à la rupture de la structure imprimée (voir MCV-V 30min, MCV et MFC 45min sur la **Fig. 3.26**).

Tableau 3.6 : Récapitulatif des résultats des essais d'impression

Âge d'impression		MCV	MCV - V	MFC	MFC - V
15 min	Nombre de Couches imprimées avant la rupture	14	18	11	13
	Pression d'extrusion (bar)	0,1	0,5	0,1	0,6
	Type de rupture	Combiné	Combiné	Ductile	Combiné
	Couche de rupture prévue	14	15	11	14
30 min	Nombre de Couches imprimées avant la rupture	16	16	18	19
	Pression d'extrusion (bar)	0,2	1	0,1	0,6
	Type de rupture	Par flambement	Par flambement	-	Par flambement
	Couche de rupture prévue	18	21	16	16
45 min	Nombre de Couches imprimées avant la rupture	12	-	9	12
	Pression d'extrusion (bar)	0,4	-	0,4	1
	Type de rupture	Par flambement	-	Par flambement	Par flambement
	Couche de rupture prévue	25	-	19	

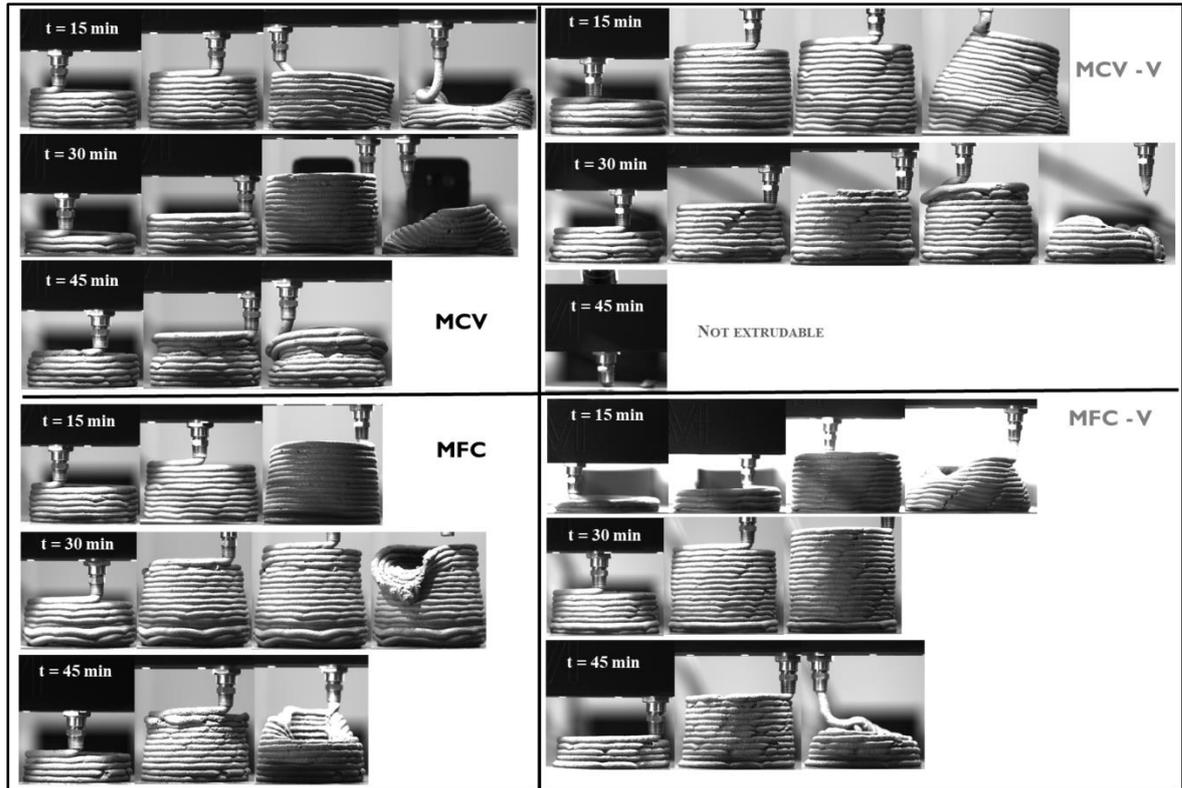


Fig. 3.26 : Aperçu de la qualité d'impression des cylindres à 15, 30 et 45 min

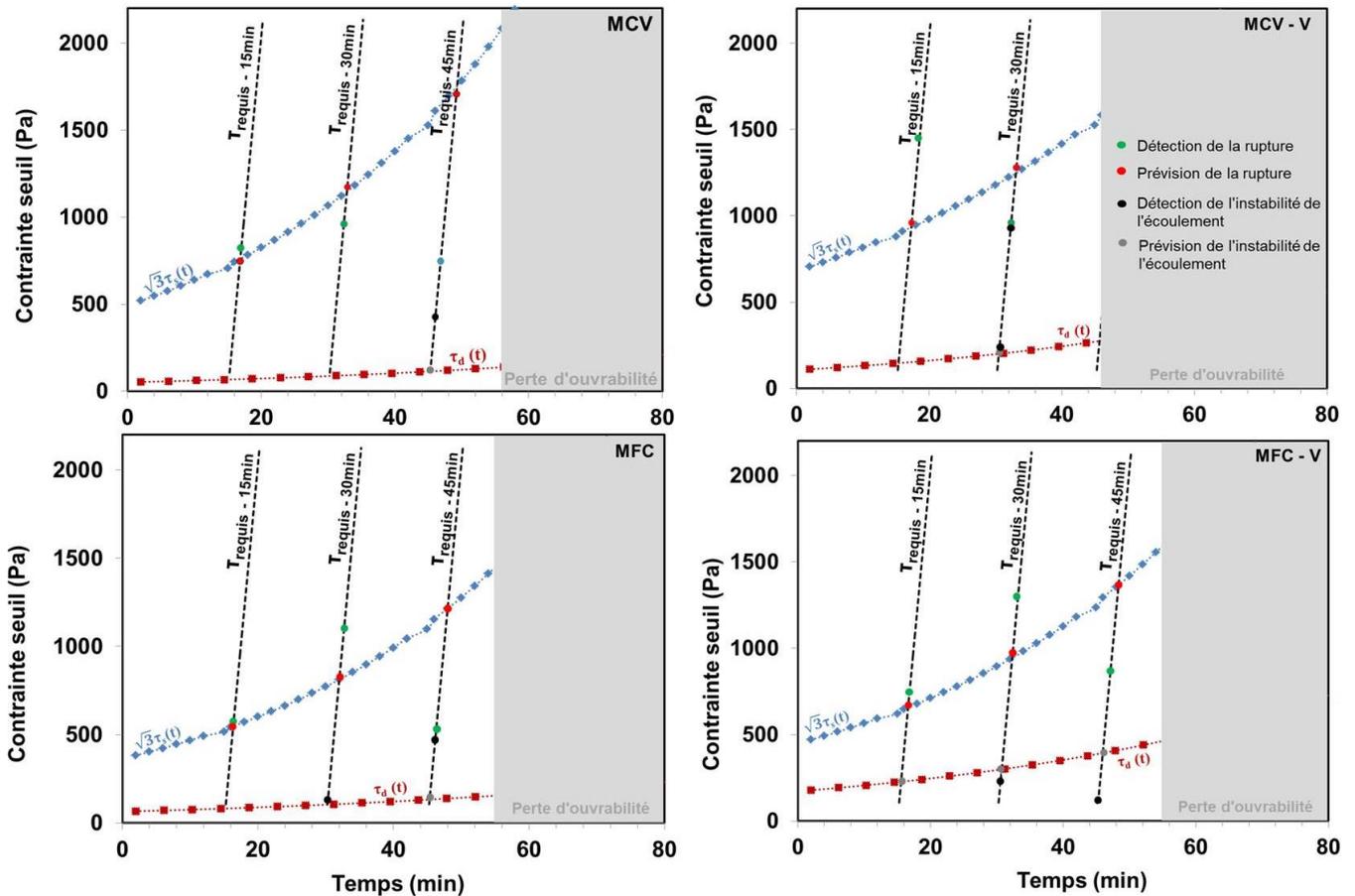


Fig. 3.27 : Contrôle de la qualité de l'impression des mélanges à l'âge de 15, 30 et 45 min

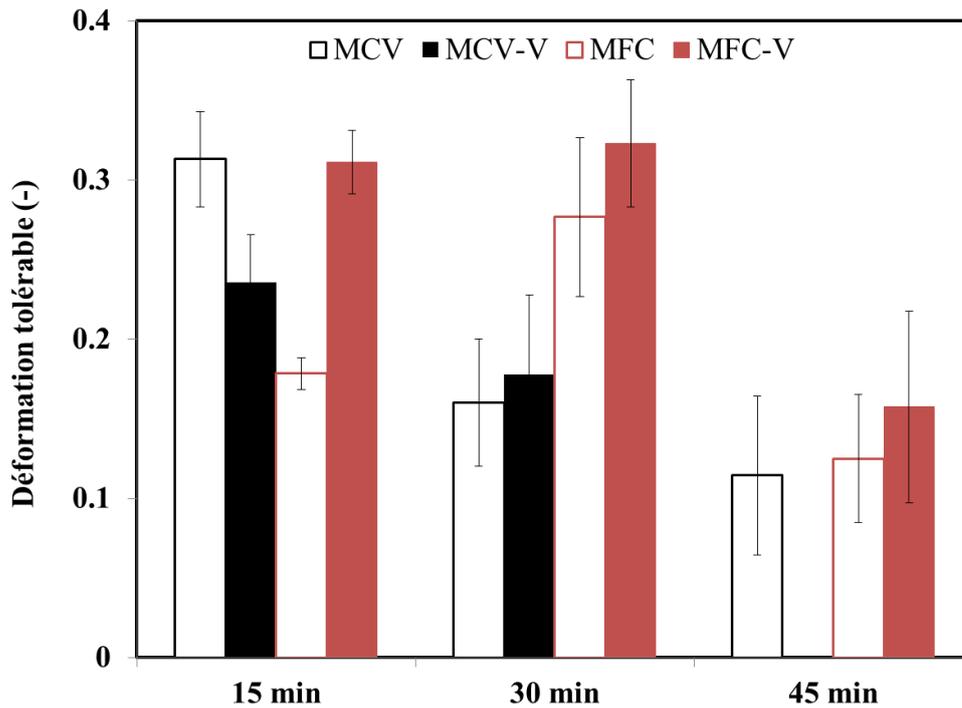


Fig. 3.28 : Variation de la déformation tolérable en fonction du temps

En résumé, différents types de rupture peuvent avoir lieu en fonction du temps d'impression (par rapport à l'âge du mélange) et du degré de structuration du mélange (**Fig. 3.29**). La rupture ductile se produit généralement à très jeune âge dans les mélanges ayant un faible degré de structuration $\Phi_{\text{struct-statique}}$. Cependant, une rupture combinée ou élastique par flambement peut se produire en raison d'instabilité dimensionnelle pour des mélanges plus thixotropes.

Par ailleurs, l'instabilité du flux d'extrusion lors de l'impression peut également conduire à d'autres modes de défaillance qui peuvent conduire à la rupture. Ceci est reflété par la variation de la largeur de la couche imprimée lorsque l'efficacité du cisaillement diminue au niveau de la buse en raison de la structuration dynamique (\mathbf{B}_{thix}). Deux paramètres doivent être considérés pour éviter ces défaillances (t_{trans} , $\dot{\gamma}_c$). Le taux de cisaillement critique $\dot{\gamma}_c$ doit être supérieur au taux de cisaillement appliqué au niveau de la buse. De plus, la pression de pompage/extrusion doit être réajustée si le temps d'impression dépasse t_{trans} . Un autre cas peut se produire lors d'une impression en production continue (*multi-batch*) entraînant une augmentation de la largeur de la couche fraîchement imprimée par rapport à la couche d'en dessous.

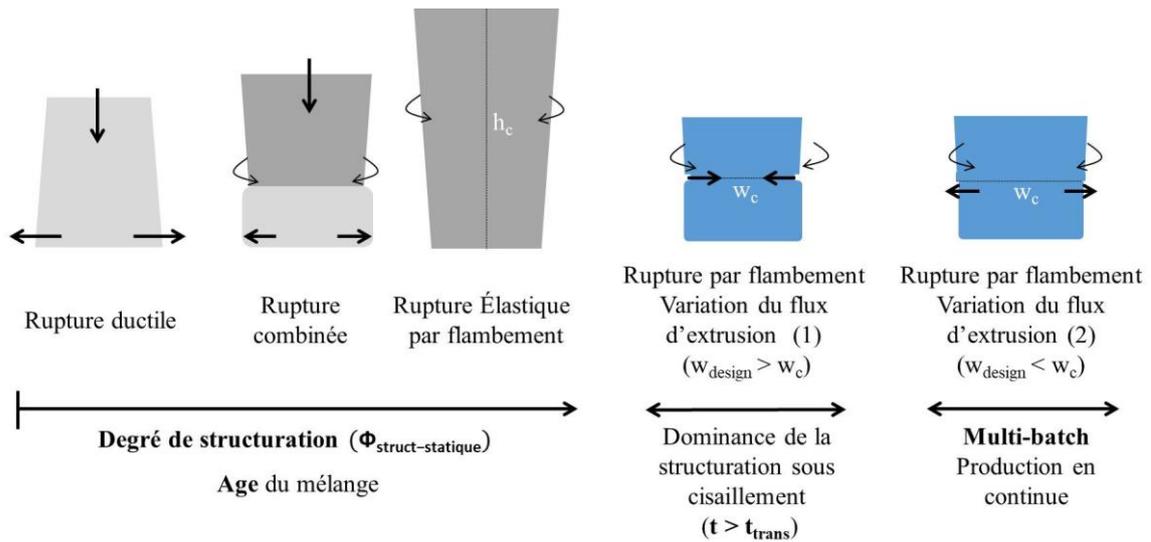


Fig. 3.29 : Types de rupture dans les applications d'impression 3D par extrusion

3.4. Conclusions

L'objet de cette section est de mettre en évidence les effets de l'évolution du comportement des matériaux cimentaires en fonction du temps sur la qualité d'impression. À cet égard, un suivi d'évolution des propriétés d'écoulement en fonction du temps a été réalisé par l'application de cycles d'écoulement pour quantifier les effets d'hystérésis. Des essais CSR et SAOS ont été menés pour évaluer la structuration des matériaux cimentaires imprimables au repos. Les résultats ont contribué à l'évaluation et à la prédiction de la qualité de l'impression et ont mis en évidence les différentes instabilités qui peuvent se produire au cours du processus d'impression dans lequel un cisaillement continu est appliqué pendant l'extrusion. Sur la base des résultats rapportés précédemment, on peut déduire les conclusions suivantes :

- Le taux de structuration \mathbf{A}_{thix} n'a pas fourni suffisamment d'informations sur le comportement thixotrope des matériaux imprimables. Celui-ci ne reflète que la structuration réversible du matériau au repos sans tenir compte de la thixotropie qui peut avoir lieu dans des conditions de cisaillement (i.e. états dispersés).
- Le nouvel indice de thixotropie Φ_{thix} peut être exploité pour l'optimisation des matériaux cimentaires imprimables et l'ajustement des paramètres d'impression en évaluant la plage d'imprimabilité dépendamment du mode d'impression adopté.
- Deux phases d'évolution des propriétés d'écoulement ont été identifiées. La première phase se distingue par une augmentation linéaire de la contrainte seuil dynamique avec une légère variation de la viscosité plastique, tandis que la seconde est caractérisée par

une évolution exponentielle de la viscosité plastique marquant le début de la perte d'ouvrabilité.

- La compétition entre la déstructuration (*structural breakdown*) et la restructuration (*structural buildup*) affecte la qualité de l'extrusion dans le temps, ce qui conduit à la réduction de la largeur de la couche pendant l'impression.

- Le suivi de la structuration au repos basé sur l'évolution du seuil d'écoulement et du module de stockage s'est avéré équivalent au jeune âge. Au-delà d'un certain âge, le module de stockage (déterminé par les essais SAOS) se stabilise alors que la résistance à l'écoulement (mesurée par les essais CSR) évolue de façon continue.

- L'incorporation d'un agent de viscosité (VMA) améliore la constructibilité des mélanges étudiés. L'effet du VMA a été plus prononcé sur les taux de refloculation R_{thix} et de structuration dynamique B_{thix} que sur les taux de structuration A_{thix} et de rigidification R_G .

- Le flambement est le mode de rupture le plus fréquent dans les essais d'impression par extrusion. Des défaillances peuvent se produire en raison de la variation du mode d'écoulement des matériaux cimentaires. Il est donc important de prendre en compte ces variations lors de l'évaluation de la stabilité des éléments imprimés.

4. Classification des matériaux cimentaires imprimables

À la lumière des résultats exposés dans les sections précédentes, le comportement des matériaux cimentaires varie selon les différentes étapes d'impression. Selon l'étape d'impression concernée, ce comportement évolue dans le temps, ainsi différentes cinétiques de structuration doivent être considérées. La **Fig. 3.30** regroupe les différentes propriétés dominantes des matériaux en fonction du comportement qu'ils présentent.

Sur la base de l'analyse bibliographique présentée dans le **CHAPITRE 1**, les matériaux cimentaires utilisés dans les procédés d'impression par extrusion peuvent être répartis dans trois classes différentes, représentées dans le **Tableau 3.7**. Les matériaux à faible thixotropie sont des matériaux fluides qui ont une période d'ouvrabilité étendue et sont généralement utilisés pour l'impression des éléments horizontaux à hauteur limitée. Au contraire, les matériaux à thixotropie modérée ou élevée sont des matériaux qui se structurent rapidement et sont difficiles à caractériser à l'état frais. Leur comportement est généralement dominé par leur aspect élasto-plastique.

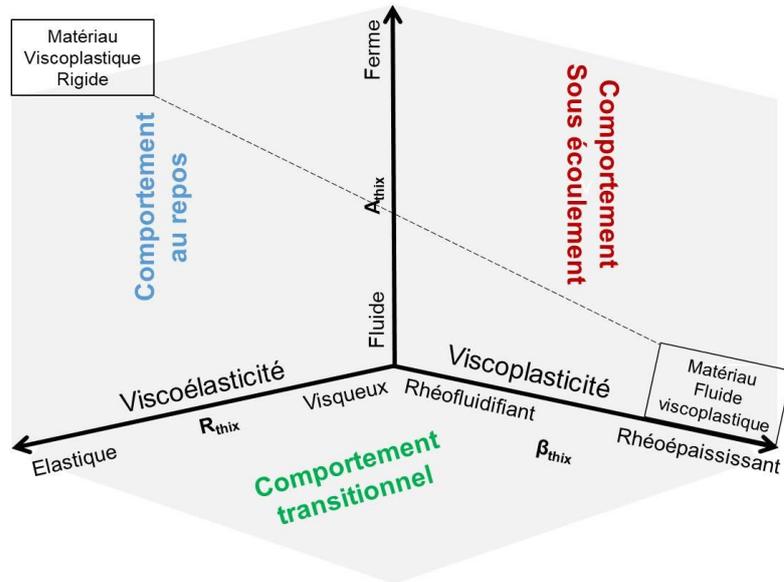


Fig. 3.30 : Variation du comportement des matériaux cimentaires imprimables

Tableau 3.7 : Classification des matériaux cimentaires imprimables

Matériaux à faible thixotropie (Fluides)	Matériaux à thixotropie modérée	Matériaux à thixotropie élevée (Fermes)
$\beta_{thix} < 5 \text{ Pa/min}$	$\beta_{thix} < 5 \text{ Pa/min}$	$5 \text{ Pa/min} < \beta_{thix} < 10 \text{ Pa/min}$
$10 \text{ Pa/min} < R_{thix} < 50 \text{ Pa/min}$		$R_{thix} < 10 \text{ Pa/min}$
$A_{thix} < 20 \text{ Pa/min}$	$20 \text{ Pa/min} < A_{thix} < 50 \text{ Pa/min}$	$A_{thix} > 50 \text{ Pa/min}$

5. Conclusions du chapitre

Ce chapitre résume les différentes phases de structuration physico-chimique des matériaux cimentaires imprimables lors des différentes étapes d'impression. Les techniques présentées dans ce chapitre ont contribué à la compréhension et à l'analyse de la structuration des matériaux cimentaires imprimables de l'état frais à l'état durci. La combinaison des mesures rhéologiques et des ondes ultrasonores ont permis de mieux comprendre les phénomènes régissant la transition des matériaux cimentaires de l'état frais à l'état durci. Les différents comportements de ces matériaux lors de l'écoulement et au repos ont été identifiés. Ainsi une classification basée sur les cinétiques de structuration a été proposée. Compte tenu du procédé d'impression utilisé, seuls les matériaux fluides ont été concernés par cette étude. Cela nous amène à réfléchir si ces résultats restent toujours valides dans le cas des matériaux fermes.

Références

- [1] A. M. Mostafa et A. Yahia, « Performance Evaluation of Different Rheometric Shearing Techniques to Disperse Concentrated Cement Suspension », *Applied Rheology*, vol. 25, n° 3, p. 23–31, 2015, doi: 10.3933/applrheol-25-34337.
- [2] J. Kruger, S. Zeranka, et G. van Zijl, « An ab initio approach for thixotropy characterisation of (nanoparticle-infused) 3D printable concrete », *Construction and Building Materials*, vol. 224, p. 372-386, nov. 2019, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2019.07.078.
- [3] A. M. Mostafa et A. Yahia, « New approach to assess build-up of cement-based suspensions », *Cement and Concrete Research*, vol. 85, p. 174-182, juill. 2016, doi: 10.1016/j.cemconres.2016.03.005.
- [4] Q. Yuan *et al.*, « A feasible method for measuring the buildability of fresh 3D printing mortar », *Construction and Building Materials*, vol. 227, p. 116600, déc. 2019, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2019.07.326.
- [5] L. Stefan, F. Benboudjema, J.-Michel. Torrenti, et B. Bissonnette, « Prediction of elastic properties of cement pastes at early ages », *Computational Materials Science*, vol. 47, n° 3, p. 775-784, janv. 2010, doi: 10.1016/j.commatsci.2009.11.003.
- [6] J. T. Kolawole, R. Combrinck, et W. P. Boshoff, « Rheo-viscoelastic behaviour of fresh cement-based materials: Cement paste, mortar and concrete », *Construction and Building Materials*, vol. 248, p. 118667, juill. 2020, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2020.118667.
- [7] L. Reiter, T. Wangler, A. Anton, et R. J. Flatt, « Setting on demand for digital concrete – Principles, measurements, chemistry, validation », *Cement and Concrete Research*, vol. 132, p. 106047, juin 2020, doi: 10.1016/j.cemconres.2020.106047.
- [8] T. Wangler, R. Pileggi, S. Gürel, et R. J. Flatt, « A chemical process engineering look at digital concrete processes: critical step design, inline mixing, and scaleup », *Cement and Concrete Research*, vol. 155, p. 106782, mai 2022, doi: 10.1016/j.cemconres.2022.106782.
- [9] D. Marchon, S. Kawashima, H. Bessaies-Bey, S. Mantellato, et S. Ng, « Hydration and rheology control of concrete for digital fabrication: Potential admixtures and cement chemistry », *Cement and Concrete Research*, vol. 112, p. 96-110, oct. 2018, doi: 10.1016/j.cemconres.2018.05.014.
- [10] L. Reiter, T. Wangler, N. Roussel, et R. J. Flatt, « The role of early age structural build-up in digital fabrication with concrete », *Cement and Concrete Research*, vol. 112, p. 86-95, oct. 2018, doi: 10.1016/j.cemconres.2018.05.011.
- [11] K. Hyun *et al.*, « A review of nonlinear oscillatory shear tests: Analysis and application of large amplitude oscillatory shear (LAOS) », *Progress in Polymer Science*, vol. 36, n° 12, p. 1697-1753, déc. 2011, doi: 10.1016/j.progpolymsci.2011.02.002.
- [12] J. Läger et H. Stettin, « Differences between stress and strain control in the non-linear behavior of complex fluids », *Rheol Acta*, vol. 49, n° 9, p. 909-930, sept. 2010, doi: 10.1007/s00397-010-0450-0.
- [13] T. Conte et M. Chaouche, « Rheological behavior of cement pastes under Large Amplitude Oscillatory Shear », *Cement and Concrete Research*, vol. 89, p. 332-344, nov. 2016, doi: 10.1016/j.cemconres.2016.07.014.
- [14] S. P. Jiang, J. C. Mutin, et A. Nonat, « Studies on mechanism and physico-chemical parameters at the origin of the cement setting. I. The fundamental

- processes involved during the cement setting », *Cement and Concrete Research*, vol. 25, n° 4, p. 779-789, mai 1995, doi: 10.1016/0008-8846(95)00068-N.
- [15] D. Wang *et al.*, « Study on dynamic and static structural build-up of fresh cement paste with limestone powder based on structural kinetics model », *Construction and Building Materials*, vol. 305, p. 124598, oct. 2021, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2021.124598.
- [16] V. Mechtcherine *et al.*, « Extrusion-based additive manufacturing with cement-based materials – Production steps, processes, and their underlying physics: A review », *Cement and Concrete Research*, vol. 132, p. 106037, juin 2020, doi: 10.1016/j.cemconres.2020.106037.
- [17] Q. Yuan, D. Zhou, K. H. Khayat, D. Feys, et C. Shi, « On the measurement of evolution of structural build-up of cement paste with time by static yield stress test vs. small amplitude oscillatory shear test », *Cement and Concrete Research*, vol. 99, p. 183-189, sept. 2017, doi: 10.1016/j.cemconres.2017.05.014.
- [18] J. Mewis et N. J. Wagner, « Thixotropy », *Advances in Colloid and Interface Science*, vol. 147-148, p. 214-227, mars 2009, doi: 10.1016/j.cis.2008.09.005.
- [19] K. Dullaert et J. Mewis, « A structural kinetics model for thixotropy », *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, vol. 139, n° 1, p. 21-30, nov. 2006, doi: 10.1016/j.jnnfm.2006.06.002.
- [20] H. Kanai et T. Amari, « Strain-thickening transition in ferric-oxide suspensions under oscillatory shear », *Rheol Acta*, vol. 32, n° 6, p. 539-549, 1993, doi: 10.1007/BF00369070.
- [21] H. Bessaies-Bey, K. H. Khayat, M. Palacios, W. Schmidt, et N. Roussel, « Viscosity modifying agents: Key components of advanced cement-based materials with adapted rheology », *Cement and Concrete Research*, vol. 152, p. 106646, févr. 2022, doi: 10.1016/j.cemconres.2021.106646.
- [22] D. Wang *et al.*, « Structural kinetics constitutive models for characterizing the time-dependent rheologic behaviors of fresh cement paste », *Construction and Building Materials*, vol. 276, p. 122175, mars 2021, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2020.122175.
- [23] Du J., Zhu W.W., Feng G.J., Liang W., Cshen X.G., et Xu C.F., « Rheological characteristics of power-law cement grouts based on time-dependent behavior of viscosity », *Chemical Engineering Transactions*, vol. 51, p. 1111-1116, juill. 2016, doi: 10.3303/CET1651186.
- [24] N. Roussel, « Rheological requirements for printable concretes », *Cement and Concrete Research*, vol. 112, p. 76-85, oct. 2018, doi: 10.1016/j.cemconres.2018.04.005.
- [25] A. Perrot, D. Rängeard, et A. Pierre, « Structural built-up of cement-based materials used for 3D-printing extrusion techniques », *Materials and Structures*, vol. 49, n° 4, p. 1213-1220, avr. 2016, doi: 10.1617/s11527-015-0571-0.
- [26] S. Ma, Y. Qian, et S. Kawashima, « Experimental and modeling study on the non-linear structural build-up of fresh cement pastes incorporating viscosity modifying admixtures », *Cement and Concrete Research*, vol. 108, p. 1-9, juin 2018, doi: 10.1016/j.cemconres.2018.02.022.
- [27] I. Harbouz, E. Roziere, A. Yahia, et A. Loukili, « Physico-Chemical Characterization at Early-Age of 3D Printed Mortar », in *Second RILEM International Conference on Concrete and Digital Fabrication*, Cham, 2020, p. 272-279. doi: 10.1007/978-3-030-49916-7_28.
- [28] D. Jiao, R. De Schryver, C. Shi, et G. De Schutter, « Thixotropic structural

- build-up of cement-based materials: A state-of-the-art review », *Cement and Concrete Composites*, vol. 122, p. 104152, sept. 2021, doi: 10.1016/j.cemconcomp.2021.104152.
- [29] Quemada Daniel, *Modélisation rhéologique structurelle: dispersions concentrées et fluides complexes / Daniel Quemada,...* Paris: Éd. Tec & Doc Lavoisier, 2006.
- [30] N. Roussel, « Thixotropie des bétons modernes : Modélisation et application », in *XXVIèmes Rencontres Universitaires de Génie Civil AUGC 2008*, France, juin 2008, p. 9p. Consulté le: 15 août 2022. [En ligne]. Disponible sur: <https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-00400539>
- [31] T. Wangler *et al.*, « Digital Concrete: Opportunities and Challenges », *RILEM Technical Letters*, vol. 1, p. 67, oct. 2016, doi: 10.21809/rilemtechlett.2016.16.
- [32] G. De Schutter et D. Feys, « Pumping of Fresh Concrete: Insights and Challenges », *RILEM Technical Letters*, vol. 1, p. 76, nov. 2016, doi: 10.21809/rilemtechlett.2016.15.
- [33] R. Wolfs, T. Salet, et N. Roussel, « Filament geometry control in extrusion-based additive manufacturing of concrete: The good, the bad and the ugly », *Cement and Concrete Research*, vol. 150, p. 106615, déc. 2021, doi: 10.1016/j.cemconres.2021.106615.
- [34] A. Yahia et K. H. Khayat, « Analytical models for estimating yield stress of high-performance pseudoplastic grout », *Cement and Concrete Research*, vol. 31, n° 5, p. 731-738, mai 2001, doi: 10.1016/S0008-8846(01)00476-8.
- [35] F. J. Rubio-Hernández, J. M. Morales-Alcalde, et A. I. Gómez-Merino, « Limestone filler/cement ratio effect on the flow behaviour of a SCC cement paste », *Advances in Cement Research*, vol. 25, n° 5, p. 262-272, oct. 2013, doi: 10.1680/adcr.12.00027.
- [36] P. Billberg, « Form pressure generated by self-compacting concrete: influence of thixotropy and structural behaviour at rest », Royal Institute of Technology, Dept. of Civil and Structural Engineering, Stockholm [Sweden, 2006.
- [37] A. Baldan, « Review Progress in Ostwald ripening theories and their applications to nickel-base superalloys Part I: Ostwald ripening theories », *Journal of Materials Science*, vol. 37, n° 11, p. 2171-2202, juin 2002, doi: 10.1023/A:1015388912729.
- [38] M. Palacios et R. J. Flatt, « 20 - Working mechanism of viscosity-modifying admixtures », in *Science and Technology of Concrete Admixtures*, P.-C. Aïtcin et R. J. Flatt, Éd. Woodhead Publishing, 2016, p. 415-432. doi: 10.1016/B978-0-08-100693-1.00020-5.
- [39] K. H. Khayat, « Viscosity-enhancing admixtures for cement-based materials — An overview », *Cement and Concrete Composites*, vol. 20, n° 2, p. 171-188, janv. 1998, doi: 10.1016/S0958-9465(98)80006-1.
- [40] Z. H. Ou, B. G. Ma, et S. W. Jian, « Influence of cellulose ethers molecular parameters on hydration kinetics of Portland cement at early ages », *Construction and Building Materials*, vol. 33, p. 78-83, août 2012, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2012.01.007.
- [41] R. Bouras, A. Kaci, et M. Chaouche, « Influence of viscosity modifying admixtures on the rheological behavior of cement and mortar pastes », *Korea-Aust. Rheol. J.*, vol. 24, n° 1, p. 35-44, mars 2012, doi: 10.1007/s13367-012-0004-3.
- [42] S. Chaves Figueiredo, O. Çopuroğlu, et E. Schlangen, « Effect of viscosity modifier admixture on Portland cement paste hydration and microstructure »,

- Construction and Building Materials*, vol. 212, p. 818-840, juill. 2019, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2019.04.020.
- [43] H. Green et R. N. Weltmann, « Equations of Thixotropic Breakdown for Rotational Viscometer », *Ind. Eng. Chem. Anal. Ed.*, vol. 18, n° 3, p. 167-172, mars 1946, doi: 10.1021/i560151a004.
- [44] D. K. Panesar et R. Zhang, « Performance comparison of cement replacing materials in concrete: Limestone fillers and supplementary cementing materials – A review », *Construction and Building Materials*, vol. 251, p. 118866, août 2020, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2020.118866.
- [45] E. Roziere, R. Cortas, et A. Loukili, « Tensile behaviour of early age concrete: New methods of investigation », *Cement and Concrete Composites*, vol. 55, p. 153-161, janv. 2015, doi: 10.1016/j.cemconcomp.2014.07.024.
- [46] N. Roussel, G. Ovarlez, S. Garrault, et C. Brumaud, « The origins of thixotropy of fresh cement pastes », *Cement and Concrete Research*, vol. 42, n° 1, p. 148-157, janv. 2012, doi: 10.1016/j.cemconres.2011.09.004.

IMPRIMABILITÉ DES MATÉRIAUX CIMENTAIRES FERMES DE LA RHÉOLOGIE À LA MÉCANIQUE

Sommaire

1. Introduction.....	128
2. Imprimabilité des matériaux cimentaires fermes.....	129
2.1. Limites de la rhéométrie.....	129
2.2. Essai de compression uni-axiale « <i>squeeze test</i> ».....	130
2.2.1. <i>Squeeze test</i> et extrudabilité	134
2.2.2. <i>Squeeze test</i> et constructibilité	135
2.3. Evaluation de l'imprimabilité à l'aide du « <i>squeeze test</i> »	136
2.3.1. Programme expérimental	136
2.3.2. Résultats et discussions	140
2.4. Conclusions	146
3. Matériaux cimentaires imprimables : de la rhéologie à la mécanique	146
3.1. Démarches de l'étude	147
3.1.1. Préparation des éprouvettes.....	148
3.1.2. Essais mécaniques	149
3.2. Comportement mécanique des matériaux cimentaires imprimés en 3D.....	149
3.2.1. Stabilité dimensionnelle	149
3.2.1. Performance mécanique des éprouvettes imprimées.....	150
3.2.2. Modes de rupture.....	152
3.3. Conclusions	153
4. Conclusions du chapitre	154
Références	155

CE CHAPITRE COUVRE

- *Squeeze test* : un outil d'évaluation d'imprimabilité des matériaux cimentaires fermes.
- Évaluation de l'effet de l'interface entre les couches sur le comportement des matériaux cimentaires fermes.
- Étude du comportement mécanique des matériaux cimentaires imprimés en 3D.

1. Introduction

Dans le **CHAPITRE 2**, les propriétés rhéologiques adaptées à une mise en place par impression 3D ont été déterminées. Ensuite, nous avons pu identifier dans le **CHAPITRE 3** les différents comportements qui peuvent se produire au cours des différentes étapes de l'impression, en tenant compte de l'aspect temporel. Cependant, les résultats expérimentaux se sont basés uniquement sur l'étude du comportement des matériaux cimentaires 'fluides', à cinétiques de structuration limitées. Or, des matériaux plus rigides sont souvent utilisés pour l'impression 3D à l'échelle réelle, dont la caractérisation à l'état frais par le biais de la rhéométrie pose de nombreux problèmes. La portée de cette étude est donc de proposer un outil simple pour prédire l'imprimabilité de ces matériaux sans recourir aux mesures rhéométriques. Une méthode alternative est ainsi proposée pour évaluer l'imprimabilité de ce type de matériaux au moyen du « *squeeze test* ». Dans un premier temps, l'attention est portée sur la caractérisation des aspects liés à l'imprimabilité de ces matériaux, principalement l'extrudabilité et la constructibilité. Le comportement en 'contrainte-déformation' de ces matériaux est évalué en fonction du temps, ainsi que l'interface inter-couche en comparant les résultats des essais menés sur des échantillons monocouches et bicouches. Dans un seconde temps, une étude est menée sur le comportement mécanique des matériaux cimentaires imprimés en 3D à cinétique de structuration variable.

2. Imprimabilité des matériaux cimentaires fermes

2.1. Limites de la rhéométrie

Jusqu'à présent, tous les paramètres rhéologiques clefs déterminant l'imprimabilité des matériaux cimentaires (cf. **CHAPITRE 2**) ont été déterminés par des mesures rhéométriques. Ces mesures impliquent généralement une mise en écoulement sous une sollicitation de cisaillement. Dans le cas des matériaux cimentaires à seuil, une contrainte seuil doit être atteinte pour induire un écoulement. Avant d'atteindre cette contrainte, le matériau se comporte comme un 'solide', tandis qu'au-delà de cette contrainte, le matériau tend à se comporter comme un 'fluide', comme a été expliqué dans le **CHAPITRE 3**. Dans le cas des matériaux cimentaires imprimables fermes et à cinétiques de structuration élevées, la formation d'un réseau rigide concentré complique l'analyse et l'interprétation des résultats rhéométriques. Le niveau de rigidité de ces matériaux peut remettre en question le concept de la contrainte seuil statique dans lequel un "écoulement" est censé se produire après « la rupture » [1]. En effet, le comportement de ces matériaux après la rupture ressemble à celui des solides élasto-plastiques, ou des semi-solides, et non à celui des fluides visqueux [2]. En d'autres termes, après la déformation, les semi-solides entrent dans une zone plastique dans laquelle toute force excédentaire provoque une déformation permanente (i.e. non réversible). L'augmentation de cette déformation s'arrête immédiatement après la suppression de la force [3].

Bien que peu de chercheurs se soient penchés sur ce sujet, la caractérisation de ces matériaux à l'aide de la rhéométrie conventionnelle présente de nombreux défis. D'abord, la limite du couple du rhéomètre limite la plage des mesures admissibles. De plus, l'échantillonnage de ce type de matériau dans les géométries conventionnelles (ex. Couette, Plan/Plan) présente un grand défi. Des artefacts de mesure peuvent également se produire, induisant souvent une interprétation erronée des résultats. La **Fig. 4.1** présente quelques problèmes d'échantillonnage et de localisation du cisaillement produisant divers artefacts : des **bandes de cisaillement (2)** peuvent apparaître à cause de l'hétérogénéité du cisaillement dans le mélange. Les déformations plastiques de cisaillement sont concentrées dans des zones étroites alors que le reste du matériau reste dans le domaine élastique [4]. Un **écoulement bouchon (4)** (c'est à dire une zone de matériau non cisailée et ne contribuant alors pas à la résistance au cisaillement) peut aussi avoir lieu du à des déformations permanentes (rupture) causées par la rotation du rotor [5]. Il est également

possible que le matériau présente un *glissement à la paroi* (3) du contenant, empêchant ce dernier d’être cisailé, menant à une sous-estimation de la résistance à l’écoulement. Il est donc impératif de prendre ces artefacts en considération pour bien prédire l’imprimabilité de ces matériaux. Or, la difficulté réside dans l’identification de ces artefacts. Il sera donc plus simple de chercher d’autres méthodes de caractérisation rhéologique des matériaux fermes permettant de fournir des résultats fiables afin de prédire leur imprimabilité. Dans cette optique, une méthode alternative aux mesures rhéométriques est proposée, dont le principe est présenté dans ce qui suit.

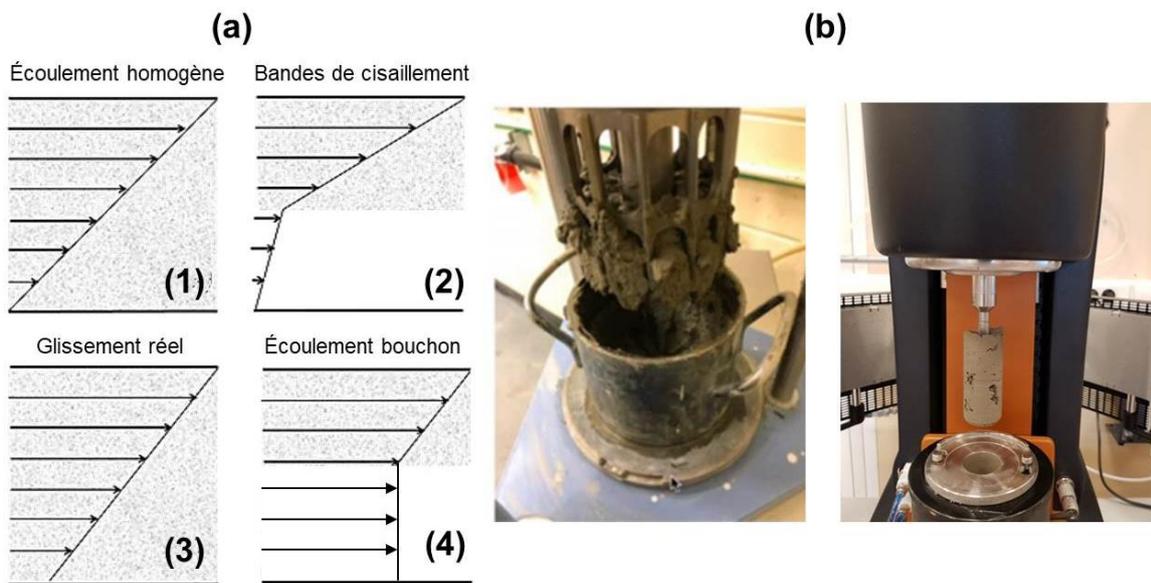


Fig. 4.1 : (a) Différents artefacts de mesures rhéométriques ; (b) Cisaillement provoquant des hétérogénéités dans le mélange.

2.2. Essai de compression uni-axiale « *squeeze test* »

Le « *squeeze test* » (aussi connu sous le nom d’essai d’écrasement ou **essai de compression uni-axial**) est une des méthodes alternatives utilisées pour la caractérisation du comportement rhéologique des suspensions concentrées (ex. polymères, composites, pâtes céramiques) [6–8]. Celui-ci permet de surmonter certains des problèmes de la rhéométrie conventionnelle présentés précédemment (cf. **Fig. 4.1**). L’essai consiste à appliquer une force de compression uni-axiale (constante ou variable) sur une éprouvette cylindrique entre deux plaques parallèles (la plaque inférieure demeure immobile), tout en contrôlant le taux de chargement ou le taux de déplacement. Deux modes de configurations géométriques peuvent être utilisés : une configuration à **surface constante** (a) ou à **volume constant** (b), comme illustré dans la **Fig. 4.2** [9]. La première présente l’avantage de maintenir une surface constante du matériau en contact avec la plaque

supérieure mobile, ce qui facilite la détermination des contraintes. En revanche, cette configuration est sensible aux effets de bord lorsque le matériau s'étale vers l'extérieur. Dans la configuration à volume constant, le matériau est toujours entre les plaques, sans effets de bord autres que la limite de l'échantillon étalé [10]. Cependant, dans le cas des matériaux cimentaires, la conservation du volume peut ne pas être vérifiée puisque l'air entraîné est compressible et peut s'échapper. En outre, le rapport hauteur/rayon (h/R) change de manière significative tout au long de l'essai, ce qui peut induire une transition du type d'écoulement - de l'élongation au cisaillement [11,12]. Dans le présent chapitre, seule la première configuration (à surface constante) est utilisée.

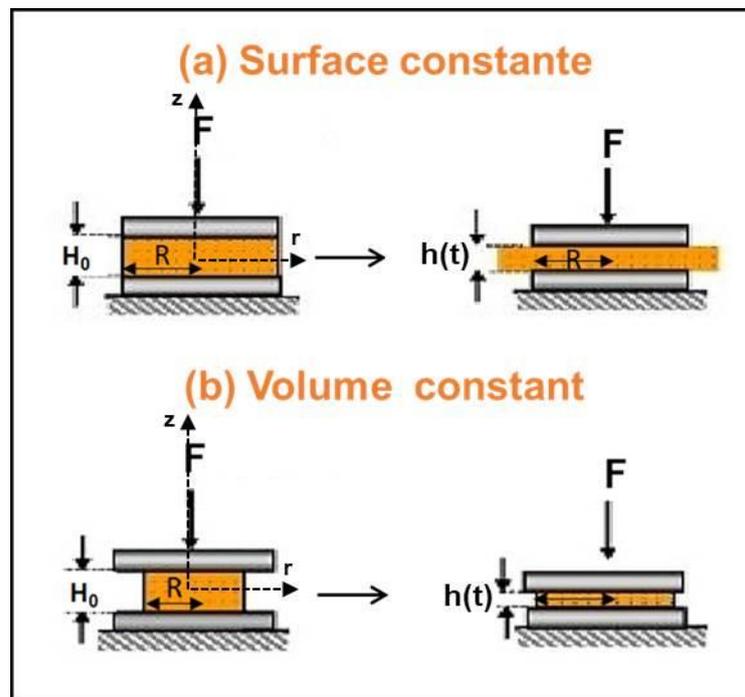


Fig. 4.2 : Configurations géométriques du « squeeze test »

Durant l'essai, les déformations sont mesurées par des capteurs LVDT, on obtient au final un profil 'contrainte-déformation' du matériau testé. En général, le profil des matériaux cimentaires se distingue par trois différentes phases, comme le montre la **Fig. 4.3** [3,13]. La première phase représente la réponse initiale du compactage, où le matériau présente une certaine élasticité, et des déformations élastiques se produisent. Puis, une phase plastique transitoire où 'l'écoulement' surgit (aspect viscoplastique), et enfin une phase de consolidation (*strain hardening*) où l'on observe une augmentation du taux de déformabilité due au phénomène de drainage (migration de la phase liquide) [14,15]. Les contraintes seuils limitant la phase plastique représentent la limite d'élasticité et le seuil plastique (cf. **Fig. 4.3**). Cependant, ce profil peut varier, selon la rugosité des plaques (lisses ou rugueuses), du taux de chargement (lent ou rapide), et des dimensions de la

géométrie initialement choisis (hauteur de l'échantillon, diamètre de la plaque) [3,6,10]. La **Fig. 4.4** résume les effets de ces paramètres sur le comportement 'contrainte-déformation' des matériaux cimentaires. L'usage d'une plaque à surface rugueuse entraîne un frottement plus élevé à l'interface et donc un écoulement en cisaillement plus important, ce qui se traduit par des contraintes plus élevées et des déplacements finaux plus faibles. En revanche, une surface lisse provoque plus de glissement, là où l'écoulement élongationnel est majoritaire (i.e. le matériau est soumis dans ce cas à des contraintes de traction dans une direction spécifique, entraînant un allongement significatif dans cette direction) [16,17]. Par ailleurs, le comportement 'contrainte-déformation' des matériaux cimentaires dépend amplement du taux de chargement imposé. En effet, pour des taux de chargement élevés, les matériaux cimentaires concentrés présentent un comportement plastique homogène non drainé (absence de la phase élastique I), tandis que pour de faibles taux de chargement, ces matériaux présentent un comportement élasto-plastique drainé et frictionnel, où une augmentation conséquente du seuil plastique est observé et la phase de consolidation est considérable [6]. D'autre part, l'utilisation d'échantillons de plus grande hauteur génère des valeurs de déformation finale plus élevées, obtenues par une force de compression plus faible [3]. Compte tenu de ces considérations, il est important de bien choisir les paramètres de l'essai pour obtenir des résultats représentatifs du comportement réel des matériaux cimentaires. En pratique, le choix de ces paramètres est généralement basé sur la finalité de l'essai, de telle sorte à reproduire les conditions réelles de l'application envisagée (extrusion, impression, etc.).

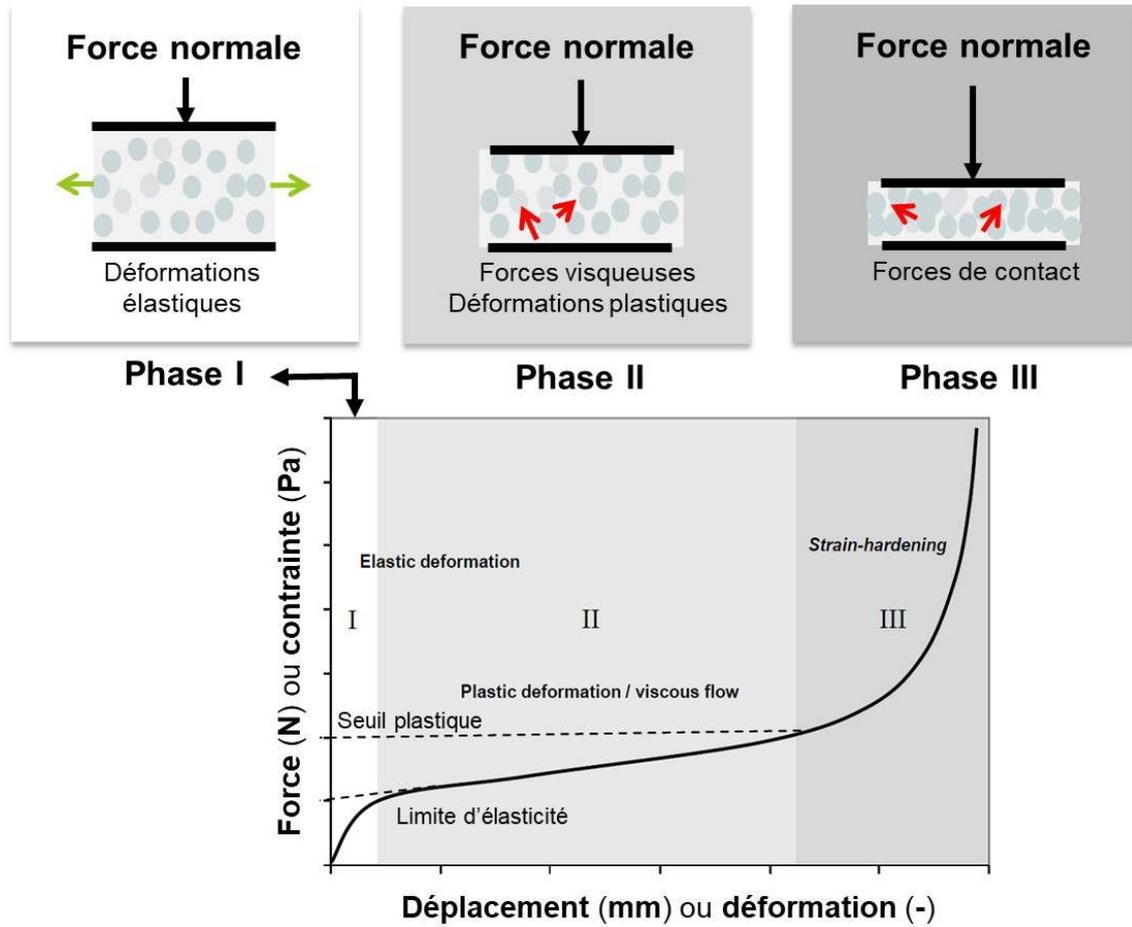


Fig. 4.3 : Profil classique charge-déformation des matériaux cimentaires obtenu par le « squeeze test » (Schéma reproduit de Cardoso et al. [12])

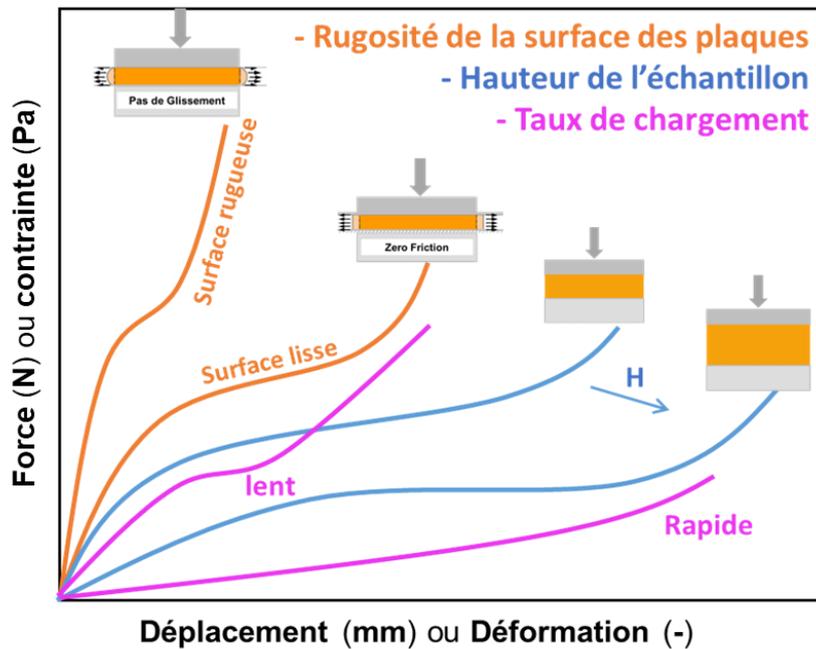


Fig. 4.4 : Récapitulatif des effets des paramètres du « squeeze test » sur le profil 'contrainte-déformation' des matériaux cimentaires (reproduit à partir de [3,6,7,9,10,12,16,17])

2.2.1. Squeeze test et extrudabilité

Le *squeeze test* a fait l'objet de plusieurs études pour évaluer l'extrudabilité des matériaux cimentaires concentrés. Outre sa facilité de mise en œuvre, le changement de la géométrie et du taux de chargement rend la méthode particulièrement intéressante, car cela permet de créer des conditions similaires à celles impliquées dans des applications réelles notamment les processus d'extrusion. Un critère d'extrudabilité a été formulé à travers des valeurs admissibles de certains paramètres inhérents au comportement plastique du matériau (cf. **Fig. 4.3**, phase II). Deux types de comportements plastiques sont distingués dans le cas des matériaux cimentaires :

- Un **comportement plastique parfait** ou **viscoplastique**, qui apparaît lorsque l'écoulement n'est pas drainé, et peut être décrit par le critère de Von Mises reliant l'état du tenseur des contraintes et le seuil plastique K_i . Dans le cas unidimensionnel, le critère de plasticité de Von Mises s'exprime comme suit [7]:

$$\left. \begin{array}{l} |\sigma_{rz}| = K_i, \text{ s'il existe un gradient de vitesse dans l'échantillon} \\ |\sigma_{rz}| < K_i, \text{ s'il n'existe pas de gradient de vitesse dans l'échantillon} \end{array} \right\} \quad (4.1)$$

L'écoulement est supposé se produire dans tout l'échantillon et le critère de plasticité de Von Mises est rempli en tout point de l'échantillon testé [6]. La hauteur de l'échantillon est supposée être suffisamment petite pour considérer que la contrainte radiale totale ne dépend pas de la composante axiale z (cf. **Fig. 4.2**). Dans le cas d'un écoulement collant (surface rugueuse), la contrainte de cisaillement à l'interface plaque/échantillon est égale à la valeur du seuil plastique K_i . La valeur de la force agissant sur les plaques est calculée à partir de la dissipation d'énergie suivant l'équation **Eq. 4.2**. Les détails de calcul sont rapportés dans [7].

$$|F| = \frac{2\pi K_i R^2}{\sqrt{3}} + \frac{2\pi K_i R^3}{3.h} \quad (4.2)$$

Dans le cas d'un écoulement glissant (surface lisse), le seuil plastique est remplacé par un seuil de frottement à la surface $K_f < K_i$.

- Un **comportement plastique frictionnel** peut également se manifester. Il peut être décrit par le critère de Drucker-Prager [18]. Le seuil de plasticité (noté K_{if} dans ce cas) dépend de la pression locale p via un paramètre de frottement interne f par la relation suivante :

$$K_{if} = K_i + f.p \quad (4.3)$$

Le phénomène de drainage met en évidence la composante frictionnelle du comportement du matériau qui peut être décrite par la loi de friction de Coulomb [19]. Celle-ci introduit deux paramètres globaux : la cohésion apparente C et le facteur de friction global $\tan(\varphi)$, similaires à ceux utilisés pour étudier le comportement mécanique du sol.

Lors du processus d'extrusion, le matériau doit être suffisamment fluide ou souple pour s'écouler à travers le dispositif d'extrusion, mais aussi suffisamment rigide pour conserver sa forme après extrusion. Une condition d'extrudabilité des matériaux cimentaires est proposée selon le comportement révélé [6,20]. Cette condition est liée à la capacité de rétention de forme qui dépend du seuil de plasticité ou de la cohésion du matériau, exprimée comme suit :

$$K_i > 20 \text{ kPa} \quad \text{ou} \quad C > 20 \text{ kPa} \quad (4.4)$$

2.2.2. *Squeeze test* et constructibilité

Récemment, le *squeeze test* a été utilisé pour quantifier la capacité portante des matériaux cimentaires imprimables (*green strength*) [2,21,22]. Les résultats ont été exploités pour évaluer la constructibilité de ces matériaux, en raison des similitudes entre les conditions de chargement de cette méthode et celles des processus d'impression 3D, ce qui permet de simuler la stabilité de l'élément imprimé en multicouches.

Perrot et al. [21] ont utilisé le *squeeze test* pour prédire la rupture des matériaux cimentaires imprimables à travers le profil 'force-déplacement'. Une force a été appliquée par incréments de 1.5 N jusqu'à l'apparition des premières fissures dans l'échantillon. Une comparaison a été établie entre la contrainte normale agissant sur la première couche déposée et la contrainte critique liée à la déformation critique élastique associée à la limite d'élasticité du matériau. Les pâtes cimentaires testées ont présenté un comportement purement élastique. Les prédictions de la rupture étaient de bon augure avec les résultats expérimentaux. Cependant, aucune précision n'a été fournie par rapport au mode de rupture observé lors de l'impression. Par ailleurs, quatre modes de rupture ont été distingués par Tripathi et al. [22] qui ont proposé un modèle bilinéaire pour décrire le comportement élasto-plastique à l'état frais des échantillons de mortiers extraits d'élément imprimé. Sur la base des caractéristiques des matériaux et des propriétés géométriques des éléments imprimés, la hauteur de rupture a été identifiée selon le mode de rupture prédit (i.e., flambement élastique, rupture ductile, rupture combinée, flambement élasto-plastique). La prédiction du mode de rupture a été basée sur la comparaison de l'évolution de la contrainte au cours de l'impression et la réponse élasto-plastique du matériau,

comme illustré dans la **Fig. 4.5**. Un taux de chargement relativement faible a été imposé pour identifier le comportement élastique des matériaux à très faibles déformations. Le modèle proposé a permis une bonne prédiction de la rupture des éléments imprimés notamment les murs et les cylindres.

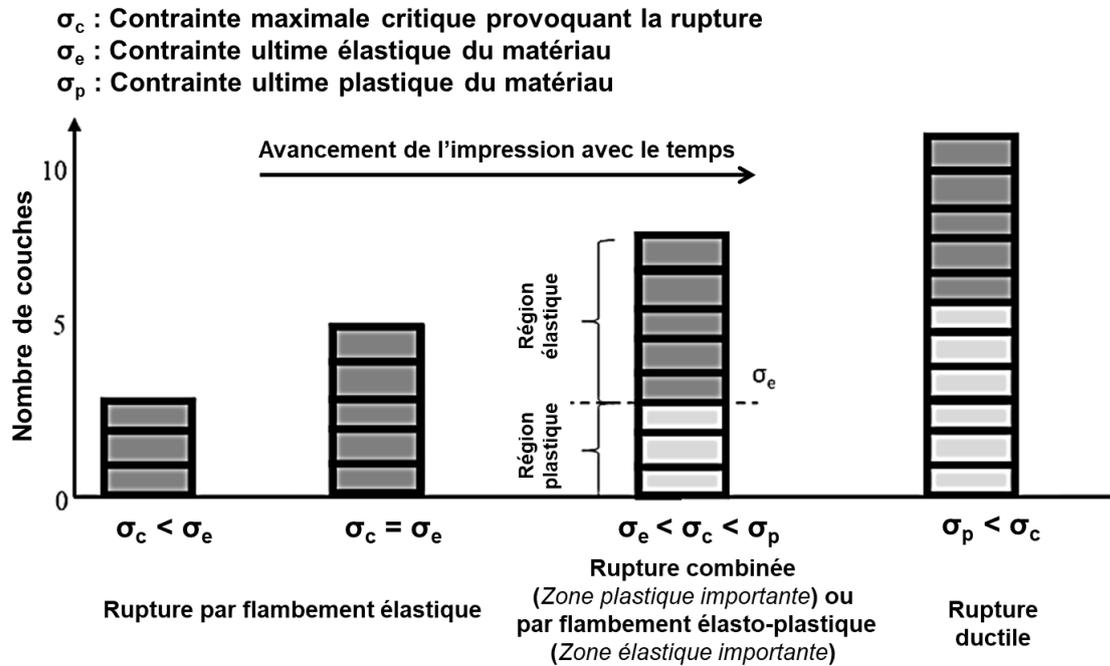


Fig. 4.5 : Modes de rupture selon l'évolution de la contrainte induite par gravité en comparaison avec les contraintes ultimes élastique et plastique du matériau (reproduit de [22])

2.3. Évaluation de l'imprimabilité à l'aide du « squeeze test »

Sur la base du cadre théorique et des études présentés précédemment, le *squeeze test* est exploité dans la présente section pour évaluer l'imprimabilité des matériaux cimentaires. Trois aspects seront évalués : l'extrudabilité, la constructibilité et l'interface inter-couche.

2.3.1. Programme expérimental

La **Fig. 4.6** présente un aperçu du programme expérimental établi dans le cadre de cette étude. Les matériaux et les procédures expérimentales suivies sont détaillés ci-dessous.

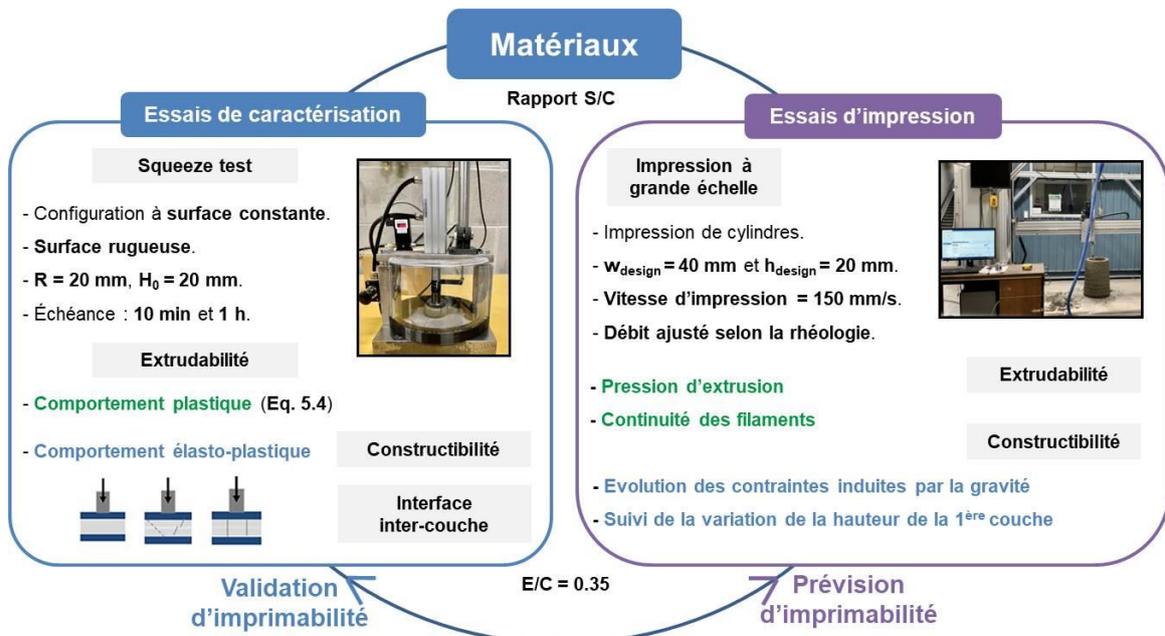


Fig. 4.6 : Aperçu général du programme expérimental

a) Matériaux et formulations

Dans le but de tester divers mélanges à différentes cinétiques de structuration, quatre mortiers sont confectionnés avec différents rapports sable/ciment (S/C) et dosages en adjuvants. Un ciment Portland d'usage général (GU) ayant une densité de 3,15 et un sable de quartz à granulométrie fine d'une taille maximale de 0,7 mm et d'une densité de 2,66 sont utilisés pour confectionner les mortiers étudiés. La fluidité des mélanges a été ajustée à l'aide d'un superplastifiant (SP) à base du polycarboxylate-éther ayant une densité spécifique de 1,09 et d'un agent de viscosité (VMA) à base d'amidon modifié. Les formulations sont optimisées pour obtenir un affaissement initial au mini cône (150 mm) de $40 \pm 20 \text{ mm}$, ce qui est en dessous de la plage d'affaissement des matériaux utilisés dans le **CHAPITRE 2**, mais assure l'ouvrabilité nécessaire pour l'impression à grande échelle. La cinétique de structuration des mortiers confectionnés est évaluée à travers la prédiction du seuil d'écoulement à partir de l'évolution de la perte d'affaissement illustrée dans la **Fig. 4.7**, en utilisant l'équation de Murata [23]. Les cinétiques de structuration et la composition des mortiers étudiés sont résumées dans le **Tableau 4.1**.

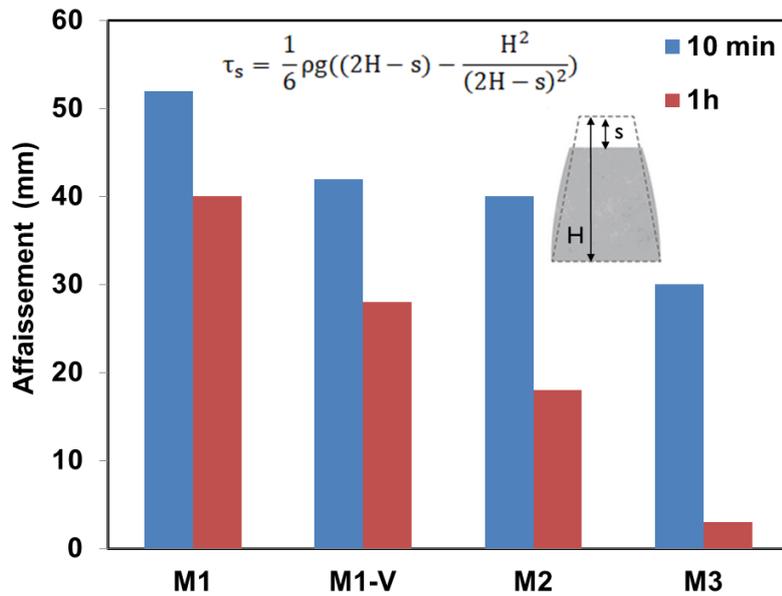


Fig. 4.7 : Valeurs d'affaissement des mortiers confectionnés après **10 min** et **1h** de malaxage

Tableau 4.1 : Composition et cinétiques de structuration des mortiers étudiés

	Sable Quartz (0,1 mm – 0,7 mm)	Ciment (GU)	E/C	S/C	SP (%pdc)	VMA (%pdc)	A_{thix} (kPa/min)
M1	465	931	0,35	1,00	0,02	-	0,86
M1 - V	465	931		1,00	0,04	0,05	1,00
M2	533	853		1,25	0,20	-	1,60
M3	568	812		1,40	0,25	-	2,00

b) Procédures expérimentales

Les mortiers sont préparés à l'aide d'un malaxeur planétaire Hobart. La procédure de malaxage est la même que celle décrite dans le **CHAPITRE 2**. Des échantillons cylindriques de 20 mm de hauteur (H_0) et de 20 mm de rayon (R) sont confectionnés (cf. **Fig. 4.8**). Les dimensions correspondent à ceux choisis du filament dans le modèle d'impression (i.e. *licer*). Le dispositif du *squeeze test*, développé à l'Université de Sherbrooke [3], est utilisé pour évaluer le comportement des mortiers lors de l'essai de compression uni-axiale. Le disque supérieur se déplace à une vitesse constante de 1 kPa/s, simulant le dépôt successive des couches lors de l'impression, tandis que le disque inférieur est maintenu stationnaire. La force normale résultante est enregistrée en fonction du temps et la variation de la distance entre les plaques est suivie à l'aide d'un capteur LVDT. La plaque d'essai de compression uni-axiale a un rayon égal à 20 mm qui coïncide avec le rayon de l'échantillon et configure ainsi une géométrie à surface constante. Les essais de compression uni-axiale sont réalisés à **10 minutes** et **1 heure** après le malaxage.



Fig. 4.8 : Dispositif du *squeeze test* développé à l'Université de Sherbrooke

Le comportement plastique des mélanges est évalué en considérant la variation de la force de compression réduite ($F^* = -Fh/\pi R^3$) avec le rapport géométrique (h/R) [6–8]. En supposant que le critère de Von Mises est vérifié, le seuil plastique K_i est utilisé pour évaluer l'extrudabilité des mortiers, comme proposé par [6]. Ce seuil est déterminé en utilisant une ligne de régression exprimée par l'équation **Eq. 4.2** dans la phase plastique de la réponse obtenue, comme représenté dans la **Fig. 4.9**.

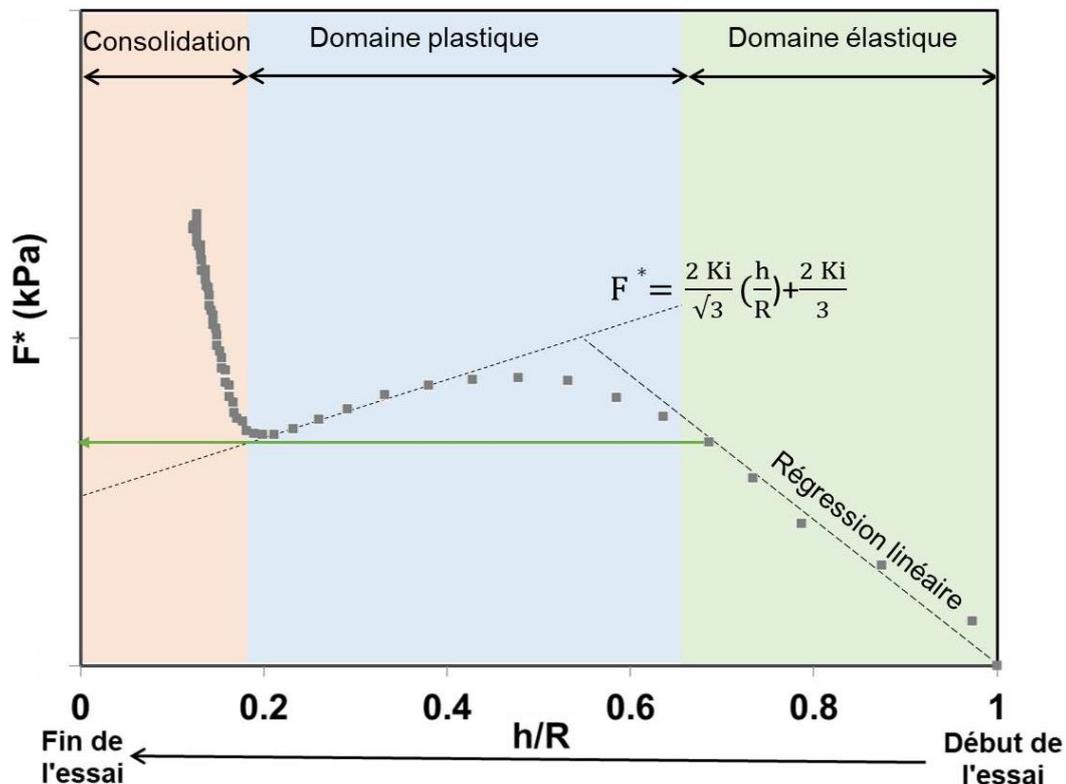


Fig. 4.9 : Courbe de régression pour la détermination du seuil plastique K_i

Les contraintes ultimes du domaine plastique transitoire (cf. **Fig. 4.3**, phase II) et leurs déformations correspondantes sont identifiées pour comparer le comportement élasto-

plastique des mélanges, et sont notées respectivement par $(\sigma_{el}, \epsilon_{el})$ et $(\sigma_{pl}, \epsilon_{pl})$. L'évolution de ces paramètres dans le temps a permis d'évaluer la constructibilité des mélanges étudiés, en les comparant avec l'évolution des contraintes induites par la gravité au cours de l'impression. Les résultats sont validés à travers des essais d'impression d'un cylindre de 400 mm de diamètre, réalisés au moyen du procédé d'impression présenté dans le **CHAPITRE 2** (cf. **Tableau 2.9**). La qualité d'extrusion est évaluée par la continuité des filaments et la pression d'extrusion et un suivi de la variation de la hauteur de la 1^{ère} couche au cours de l'impression est réalisé. Par ailleurs, afin d'évaluer l'effet de l'interface inter-couche, des échantillons sont moulés en deux couches d'une hauteur de 10 mm et une comparaison des réponses des échantillons monocouche et bicouches est établi. Les essais sont répétés trois fois pour s'assurer de la reproductibilité des résultats.

2.3.2. Résultats et discussions

a) Comportement élasto-plastique

Les résultats de l'essai de compression uni-axiale des mortiers étudiés sont présentés dans la **Fig. 4.10**. Les paramètres inhérents au comportement élasto-plastique du matériau, définis dans la **section 2.2**, sont résumés dans le **Tableau 4.2**. Les résultats obtenus indiquent que plus le mélange est fluide (i.e. un affaissement plus élevé) plus la phase plastique présente des déformations plus faibles et la phase de consolidation des déformations plus élevées, comme observé pour le mélange M1 (cf. **Fig. 4.7** et **Fig. 4.10**). Cela peut s'expliquer par la teneur en SP relativement élevée et à la fraction solide relativement faible, résultant en une structure moins rigide.

Tableau 4.2 : Paramètres inhérents au comportement élasto-plastique des mortiers étudiés

	K_i (kPa)	σ_{el} (kPa)	ϵ_{el} (-)	E_{el} (kPa)	Covariance (%)	σ_{pl} (kPa)	ϵ_{pl} (-)	Covariance (%)
t = 10 min								
M1	16,2	27,3	0,326	83,8	12,3	32,7	0,820	17,1
M1-V	119,2	54,9	0,269	204,4	7,5	81,9	0,452	12,0
M2	131,2	29,2	0,253	115,6	10,0	79,9	0,434	3,1
M3	213,9	35,7	0,246	145,0	10,2	112,0	0,424	7,5
t = 60 min								
M1	424,1	47,3	0,185	256,2	4,5	250,4	0,506	4,2
M1-V	-	100,4	0,151	665,2	8,9	-	-	-
M2	-	110,8	0,142	780,3	6,8	-	-	-
M3	-	131,3	0,120	1094,2	5,5	-	-	-

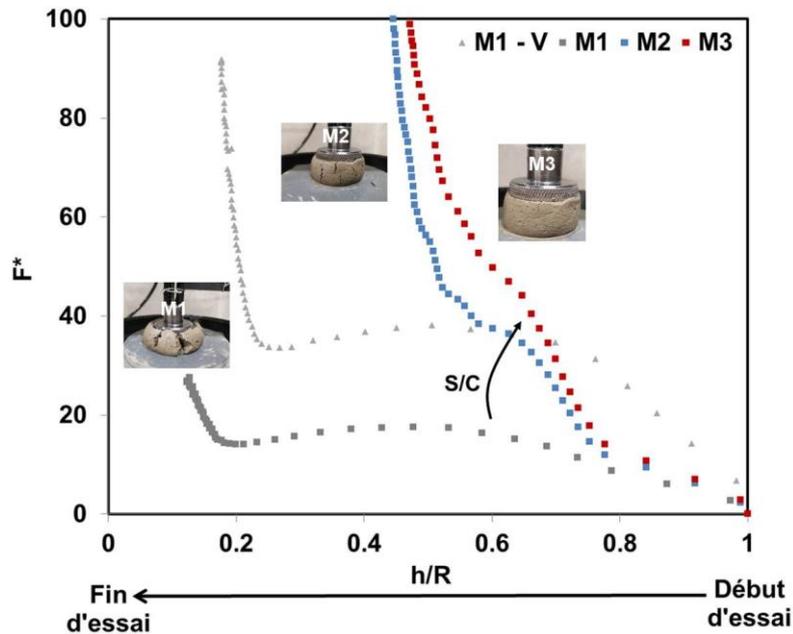


Fig. 4.10 : Résultats des essais de compression uni-axiale à $t = 10$ min
(Résultats présentés en moyenne des mesures)

En revanche, la réponse plastique observée avec les mélanges M1-V, M2, et M3 n'est obtenue que pour une plage de valeurs h/R réduite. En outre, l'augmentation du rapport sable/ciment (S/C) a entraîné une restriction de la réponse plastique du matériau. Ceci est principalement attribué aux forces de frottement entre les grains de sable qui résistent à l'écoulement plastique, résultant en un seuil plastique K_i plus élevé. Cela se traduit par une forte rétention de forme à des valeurs élevées de chargements, comme le montre la **Fig. 4.10**. En se référant au critère d'extrudabilité exprimé dans l'équation **Eq. 4.4**, les mortiers semblent se situer dans les plages d'extrudabilité, à l'exception du mélange M1 qui a une valeur de K_i inférieure à 20 kPa. Ce dernier peut présenter ainsi une faible stabilité de forme après extrusion. D'autre part, le mélange M3 peut nécessiter une pression d'extrusion plus importante en raison de son seuil plastique élevé. Dans certains cas, la pression d'extrusion requise peut dépasser les capacités du dispositif d'extrusion, compromettant ainsi l'homogénéité du matériau extrudé. Ainsi, les mélanges extrudables doivent être conçus de manière à atteindre une valeur K_i suffisamment élevée (**Eq. 4.4**) pour assurer une bonne stabilité de la forme, mais suffisamment faible par rapport à la pression maximale du dispositif d'extrusion. La recherche d'un optimum entre la formulation (ex. teneur en sable) et les conditions de mise en écoulement s'avère donc indispensable [24].

Par ailleurs, le mortier M1-V incorporant un agent de viscosité (VMA) présente des résistances élastique et plastique plus élevées (54.9 kPa, 81.9 kPa), et des valeurs de

déformation plus faibles par rapport au mélange M1 (27.3 kPa, 32.7 kPa). Cela se traduit par un module élastique E_{el} plus important, conduisant ainsi à une stabilité plus élevée lors de l'impression [22,24]. D'autre part, l'ajout du VMA a eu moins d'effet sur la vitesse de déformation durant la phase de consolidation tandis que l'augmentation du rapport sable/ciment a significativement augmenté la vitesse de consolidation des mélanges M2 et M3. Ceci peut induire une altération de l'homogénéité des mélanges au cours du pompage et d'extrusion, provoquant un blocage et une détérioration de la qualité d'extrusion.

La **Fig. 4.11** représente l'évolution temporelle du comportement des mortiers étudiés. Il semble que seul le mortier M1 présente une courbe caractéristique d'écoulement qui peut conduire à l'estimation du seuil plastique K_i à un âge de 1h.

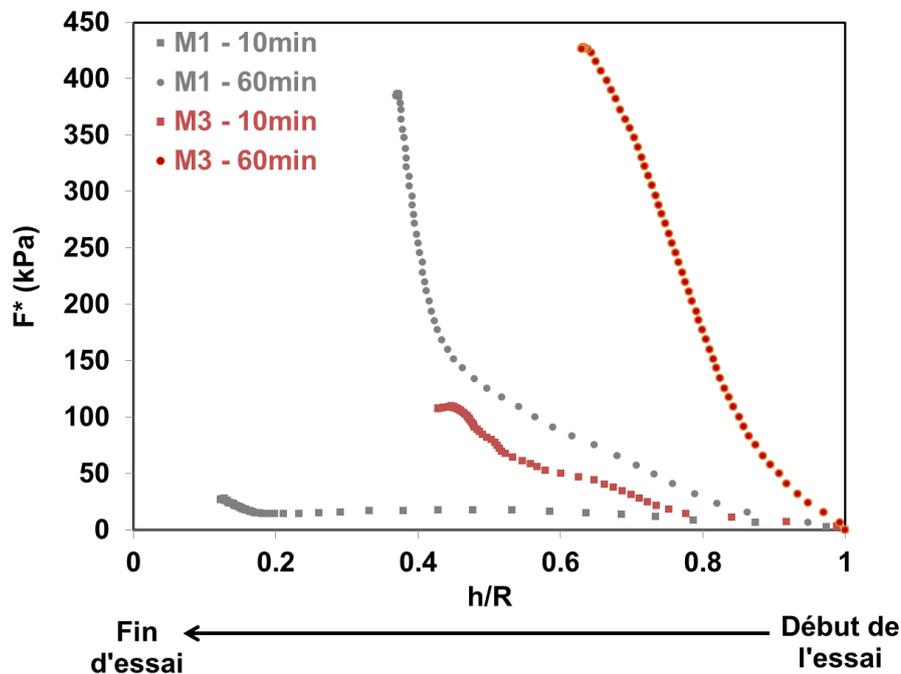


Fig. 4.11 : Evolution temporelle des réponses des mortiers M1 et M3 au *squeeze test* (Résultats présentés en moyenne des mesures)

Comme on peut l'observer dans la **Fig. 4.11**, la phase plastique transitoire est à peine identifiée pour le mélange M1. En revanche, un comportement monotone frictionnel (i.e. aucune phase de transition plastique) est observé pour d'autres mortiers [14]. Cela pourrait constituer un indicateur de la perte d'écoulement pour ces mélanges. Par conséquent, le suivi de la transition entre ces deux réponses serait utile pour déterminer la période d'imprimabilité de ces mélanges. Le critère de Von Mises est moins applicable dans ce cas et un paramètre de frottement interne doit être considéré, comme exprimé dans l'équation **Eq. 4.3**. Par ailleurs, l'augmentation du rapport S/C a considérablement

augmenté le taux d'évolution du module élastique (E_{el}), comme observé avec les mélanges M2 et M3, ce qui peut améliorer la constructibilité de ces mortiers, mais limite en contrepartie leur extrudabilité au cours du temps. En revanche, l'ajout du VMA a augmenté la résistance élastique (σ_{el}) avec le temps et a réduit la déformation correspondante (ϵ_{el}), tandis que le taux d'évolution du module élastique est resté comparable au mortier de référence M1, ce qui est avantageux pour le maintien de la qualité d'impression au cours du temps.

b) Validation de l'imprimabilité

Afin de valider les aspects discutés précédemment (i.e. extrudabilité et constructibilité), les résultats obtenus sont confrontés aux essais d'impression à grande échelle. La qualité d'extrusion des mortiers confectionnés s'est avérée acceptable, en raison de l'absence de discontinuité de filament au cours de l'impression. Le **Tableau 4.3** présente les paramètres d'impression inhérents à l'ouvrabilité et l'extrudabilité des mortiers confectionnés. Les mortiers M2 et M3 ont nécessité une pression plus élevée pour être extrudés par rapport au mortier M1, ce qui est conforme aux prévisions précédemment présentées. Cependant, le mortier M1 a présenté une stabilité moyenne de forme en dépit de son faible seuil plastique K_i .

Tableau 4.3 : Paramètres d'impression reliés à l'ouvrabilité et l'extrudabilité des mortiers étudiés

	M1	M1 - V	M2	M3
Temps d'imprimabilité (min)	45	30	20	15
Pression de pompage (bar)	5	10	13	15
Valeur du potentiomètre ^{†††}	4-5	7 - 8	9 - 10	12 (max)

Par ailleurs, les mortiers ont présenté différents modes de rupture que nous allons analyser ci-dessous. La **Fig. 4.12** présente la variation de la hauteur de la couche de base, et celle de la contrainte induite par gravité comparée à la contrainte ultime élastique des mortiers. Le mortier M1 a montré une rupture ductile, provoquée par un dépassement excessif de la contrainte plastique ultime ($\sigma_p < \sigma_c$). Cela a généré des déformations plastiques dans la couche de base provoquant l'affaissement de celle-ci, comme le montre la **Fig. 4.13**. Une rupture par flambement élasto-plastique a été observée dans le cas des mortiers M2 et M3, correspondant à un dépassement en contrainte de la limite d'élasticité

^{†††} Cette valeur renseigne sur la fréquence permettant de réguler la puissance de pompage requise pour atteindre un débit donné

du matériau ($\sigma_e < \sigma_c < \sigma_p$) (cf. **Fig. 4.13**), et une rupture par flambement élastique a été repérée dans le cas du mortier M1-V. Par ailleurs, l'ajout du VMA et l'augmentation de la teneur en sable ont limité la variation de la hauteur de la couche de base par rapport au mélange de référence M1.

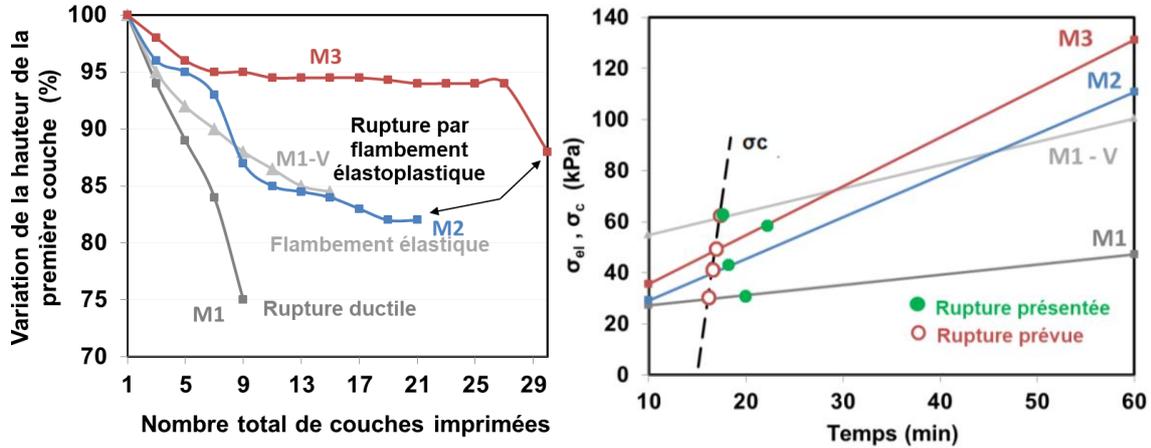


Fig. 4.12 : À gauche, courbe de variation de la hauteur de la première couche au cours de l'impression. À droite, comparaison de l'évolution de la contrainte induite par gravité avec les contraintes ultimes (σ_{el} , σ_{pl}) des mortiers étudiés



Fig. 4.13 : (a) Rupture plastique du mortier M1 ; (b) Rupture par flambement élastoplastique du mortier M3 (La ligne en pointillée limite les zones élastique et plastique)

Sur la base des résultats présentés précédemment, il est important de souligner que la contrainte élastique ultime n'est pas toujours suffisante pour prédire la rupture lors de l'impression. Il est donc nécessaire de prendre en considération les différents cas qui peuvent se présenter selon le comportement élasto-plastique des mortiers imprimables utilisés (cf. **Fig. 4.5**).

c) Qualité de l'interface inter-couche

La **Fig. 4.14** montre le profil de variation de la hauteur au cours des essais de compression uni-axiale pour des échantillons monolithiques (i.e. monocouches) et

stratifiés (i.e. bicouches). On observe une différence considérable entre la réponse des deux échantillons.

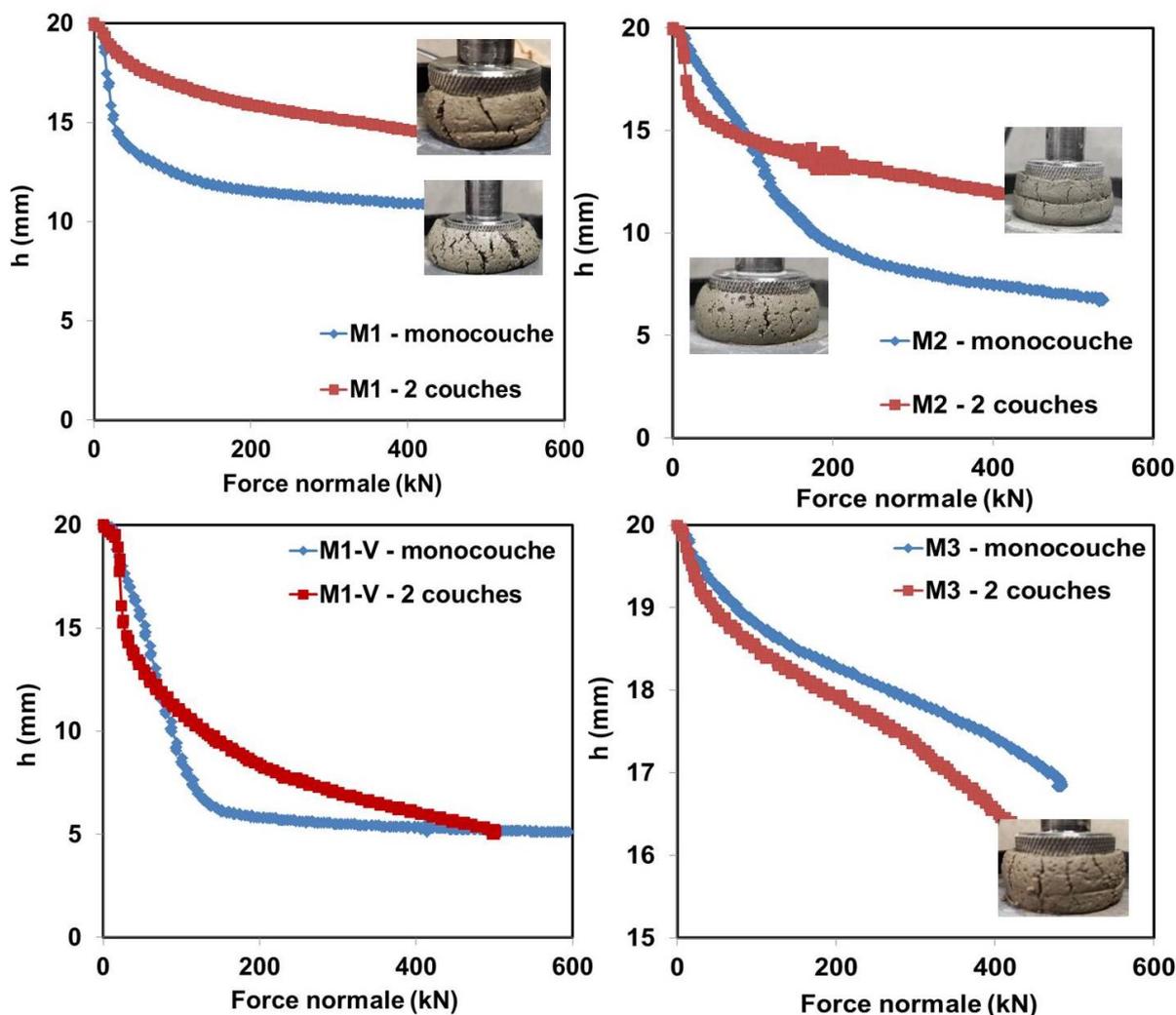


Fig. 4.14 : Profil de variation de la hauteur en fonction de la force normale au cours du *squeeze test* pour les échantillons monocouches et bicouches

Dans le cas des mortiers M1, M1-V et M2, la présence d'une interface inter-couche a limité les déformations des échantillons bicouches. Cependant, des déformations plus importantes sont observées dans le cas des échantillons bicouches du mortier M3. Ceci peut s'expliquer par la qualité de l'interface entre les deux couches. Une hypothèse suppose que plus la teneur en sable est élevée, plus la qualité de l'interface entre les couches est médiocre permettant la transmission de la charge, ce qui conduit à des fissures continues et alignées. En revanche, une bonne qualité d'interface limite la transmission de charge entre les couches, ce qui génère des fissures discontinues et inclinées, comme observé dans le cas du mortier M1 (cf. **Fig. 4.14**).

2.4. Conclusions

Dans cette section, nous avons présenté une méthode alternative aux mesures rhéométriques pour évaluer l'imprimabilité des matériaux cimentaires fermes par le biais du *squeeze test*. Celle-ci a fourni des informations pertinentes sur l'extrudabilité et la constructibilité des mortiers. En outre, le *squeeze test* a permis également d'évaluer la qualité de l'interface entre les couches, ce qui peut être utile pour l'optimisation du temps de dépôt des couches en effectuant l'essai à différents intervalles de temps de dépôt. À la lumière des résultats présentés précédemment, les conclusions suivantes peuvent être dressées :

- L'augmentation de la teneur en sable (i.e. rapport S/C) induit un comportement frictionnel en limitant son domaine plastique et augmentant le taux de consolidation du matériau.
- Le *squeeze test* est un très bon outil pour optimiser la composition des matériaux cimentaires imprimables, notamment la teneur en sable.
- L'utilisation des agents viscosants est bénéfique pour l'impression 3D en raison de leur effet positif sur l'amélioration du comportement élasto-plastique du matériau.
- L'évolution du comportement élasto-plastique dans le temps des matériaux cimentaires fermes a permis de prédire le mode de rupture lors de l'impression.

Mises à part ces résultats prometteurs, il est important de souligner que la variabilité du processus (c'est-à-dire le dispositif d'extrusion, mode d'impression, etc.) n'a pas été prise en compte dans le cadre de cette étude. Cela nécessite des études plus poussées pour établir des modèles empiriques qui relient le comportement du 'Matériau' aux spécificités du 'Procédé'. De même, les valeurs des déformations générées dans le *squeeze test* sont largement plus élevées que ceux observées au cours de l'impression. Ces valeurs sont plutôt représentatives du comportement mécanique à très jeune âge des éléments imprimés, ceci sera étudiée plus en détails à long terme dans la section suivante.

3. Matériaux cimentaires imprimables : de la rhéologie à la mécanique

Les matériaux cimentaires sont généralement conçus pour assurer une certaine résistance selon l'application envisagée. Cependant, dans le cas de l'impression 3D, le dépôt multicouche peut induire un comportement anisotrope et des zones de faiblesse (i.e. joints froids) à l'interface entre les couches, entraînant une perte de résistance. D'une part, les

propriétés intrinsèques du matériau qui dépendent de la composition du mélange affectent la qualité de l'interface inter-couche. D'autre part, les paramètres du processus tels que l'intervalle de temps de dépôt, la pression d'extrusion, la géométrie de la buse et les conditions ambiantes peuvent tous avoir une influence cruciale sur la performance mécanique de l'élément imprimé. Dans ce contexte, une étude est menée pour évaluer le pourcentage de perte de la résistance pour les mortiers imprimables confectionnés précédemment. Cette étude vise à évaluer l'effet de la variation de la cinétique de structuration au jeune âge sur la stabilité dimensionnelle et la performance mécanique à long terme.

3.1. Démarches de l'étude

La performance mécanique des mortiers étudiés dans la **section 2.3** est évaluée à travers des essais de compression et de flexion à 7 et 28 jours. Afin de mieux appréhender le comportement mécanique de ces matériaux, les essais de compression sont réalisés en deux phases. La première phase consiste à comparer le développement des résistances des éprouvettes imprimées et coulées, tandis que la seconde phase vise à identifier les zones de faiblesse et le mode de rupture présenté. Cette phase est réalisée sur des éprouvettes prismatiques prélevées de l'élément imprimé, tout en conservant la hauteur globale des couches imprimées. La **Fig. 4.15** présente une synthèse du programme expérimental mené dans le cadre de cette étude. Les détails des procédures expérimentales sont décrits ci-dessous.

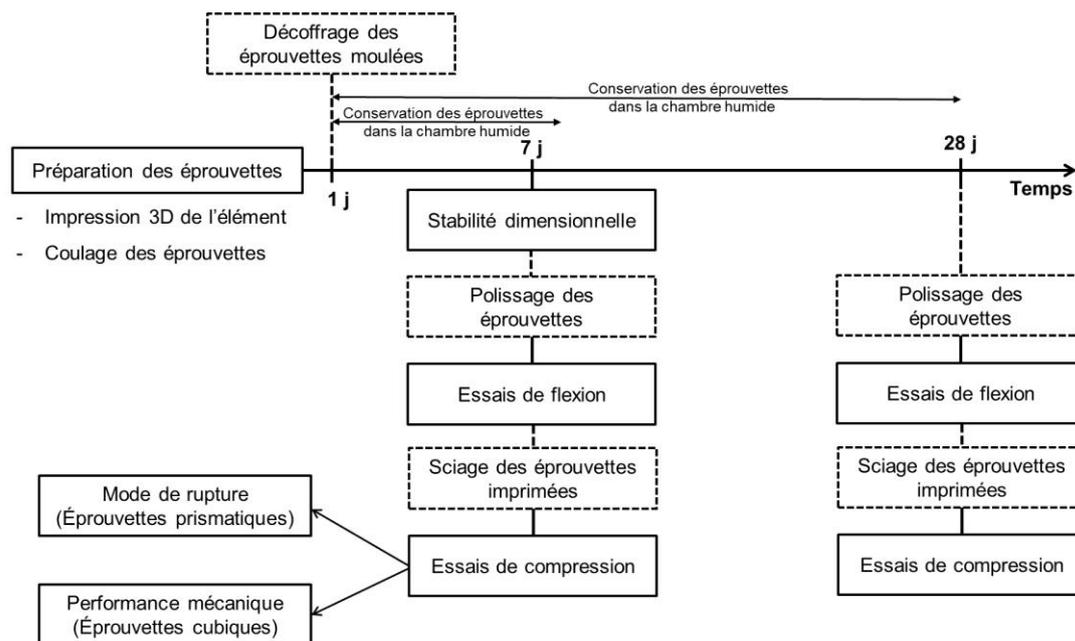


Fig. 4.15 : Aperçu du programme expérimental

3.1.1. Préparation des éprouvettes

Les mortiers confectionnés précédemment (cf. **Tableau 4.1**) sont exploités pour imprimer un élément en ZigZag d'une hauteur de 80 mm, dont la trajectoire est présentée dans la **Fig. 4.16**. Une gâchée de 80 litres a été préparée pour l'impression 3D de l'élément et la fabrication des éprouvettes coulées. Des essais préliminaires ont été réalisés afin d'ajuster la vitesse d'impression et le débit d'extrusion avec l'ouvrabilité des mélanges pour atteindre les dimensions ciblées de la couche imprimée ($w_{\text{design}} = 75 \text{ mm}$, $h_{\text{design}} = 15 \text{ mm}$). Les dimensions des éprouvettes testées sont indiquées dans la **Fig. 4.16**. Six échantillons d'une longueur de 600 mm ont été découpés à l'état frais de l'élément imprimé et conservés dans une salle humide un jour après le coulage. Les conditions de cure sont conformes à la norme ASTM C31. À l'âge de 7 et 28 jours, les éprouvettes cubiques et prismatiques imprimées sont sciées à partir de ces six échantillons. Par ailleurs, six éprouvettes cubiques sont confectionnées pour les essais de compression, conformément à la norme ASTM-C109, et quatre éprouvettes prismatiques confectionnées pour les essais de flexion selon la norme ASTM-C1609. Ces éprouvettes sont démoulées un jour après le coulage et conservées ensuite dans une salle humide pour maintenir les mêmes conditions de stockage que les éprouvettes imprimées.

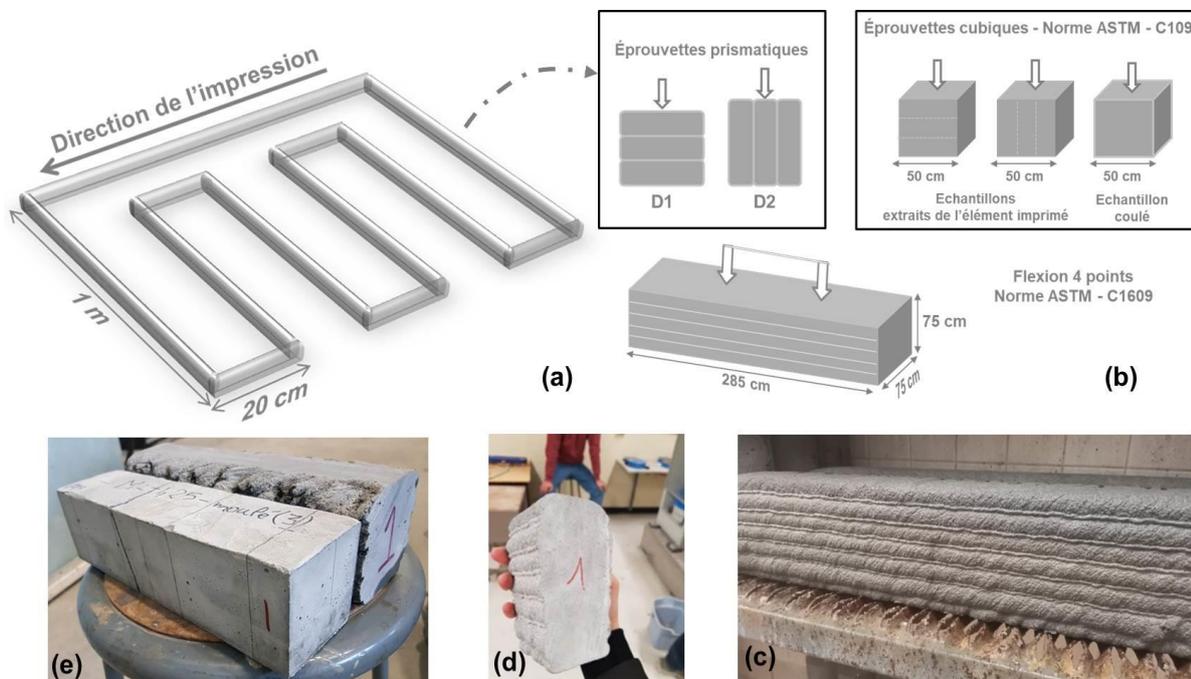


Fig. 4.16 : (a) Schéma de la trajectoire d'impression ; (b) Récapitulatif des essais mécaniques réalisés ; (c) Conservation des éprouvettes dans la salle humide ; (d) Échantillon prismatique utilisé pour les essais de compression de la phase 2; (e) Échantillons utilisés pour les essais de flexion.

3.1.2. Essais mécaniques

Les propriétés mécaniques des échantillons imprimés et coulés, notamment la résistance à la compression et la résistance à la flexion, sont évaluées. Pour les échantillons imprimés, deux directions de chargement sont appliquées comme le montre la **Fig. 4.16.b** : une direction de chargement **D1** perpendiculaire à la direction d'impression, et une direction de chargement **D2** parallèle à la direction d'impression. La variation des dimensions des échantillons imprimés est mesurée par un pied à coulisse numérique avant l'essai pour évaluer la stabilité dimensionnelle. Un processus de polissage supplémentaire est effectué pour les éprouvettes prismatiques afin d'obtenir une surface d'appui plane. La taille finale correspondait ainsi à la surface extérieure de chaque échantillon, y compris la surface latérale à couches irrégulières, utilisée pour le calcul de la résistance (cf. **Fig. 4.16.d**).

3.2. Comportement mécanique des matériaux cimentaires imprimés en 3D

3.2.1. Stabilité dimensionnelle

Les matériaux cimentaires imprimables nécessitent une cinétique de structuration assez élevée pour assurer une stabilité dimensionnelle lors du dépôt multicouche en raison de l'absence du coffrage [26]. La **Fig. 4.17** présente la variation des dimensions des éprouvettes prismatiques imprimées des mortiers confectionnés. On observe que plus la cinétique du matériau est importante, meilleure est la stabilité dimensionnelle (M2 et M3). Cependant, la qualité de l'interface peut se dégrader et créer des zones de faiblesses comme mentionné précédemment (cf. **section 2.3.2**). Par ailleurs, l'ajout du VMA a amélioré la stabilité dimensionnelle du mortier M1-V par rapport au mortier de référence M1. Ceci peut s'expliquer par l'effet positif du VMA sur l'amélioration des contraintes ultimes élastique et plastique du matériau, comme indiqué précédemment.



Fig. 4.17 : Variation des dimensions des éprouvettes imprimées des mortiers confectionnés

3.2.2. Performance mécanique des éprouvettes imprimées

Les résistances à la flexion à 7 et 28 jours des mortiers étudiés sont présentées dans la **Fig. 4.18**. Les éprouvettes coulées présentent une résistance à la flexion plus élevée que les éprouvettes imprimées. Le pourcentage de perte de la résistance à la flexion à 7 jours est de 16 %, 37 %, 35 % et 34 % et de 15 %, 13 %, 25 % et 40 % à 28 jours pour les mortiers M1, M1-V, M2 et M3 respectivement. Ce résultat révèle clairement que le processus d'impression par extrusion affaiblit la résistance à la flexion. Des résultats similaires ont été rapportés dans la littérature [27–29]. Cette perte de résistance est plus accentuée pour les mortiers à cinétiques de structuration élevées (cas des mortiers M2 et M3). Ceci s'explique principalement par le degré de consolidation des échantillons imprimés, qui diffère des échantillons coulés dans des moules où 32 coups de pique ont été appliqués pour chaque couche coulée, améliorant ainsi la compacité de ces échantillons. En outre, l'interface entre les couches peut présenter aussi une zone de faiblesse dans les échantillons imprimés [30–32], comme évoqué précédemment. Un examen attentif du faciès de rupture du mortier M3 lors de l'essai de flexion révèle la présence de macro-pores à l'interface inter-couche (cf. **Fig. 4.19**), ce qui peut justifier la valeur relativement faible de sa résistance à la flexion. Par ailleurs, l'ajout du VMA a permis de réduire la perte de la résistance à la flexion du mortier M1-V à 28 jours, comparé au mortier M1. Toutefois, son effet s'est avéré limité au jeune âge. L'aspect compétitif fonctionnel entre l'effet de l'agent de viscosité et celui du superplastifiant peut être à l'origine de ce comportement (cf. **CHAPITRE 2**).

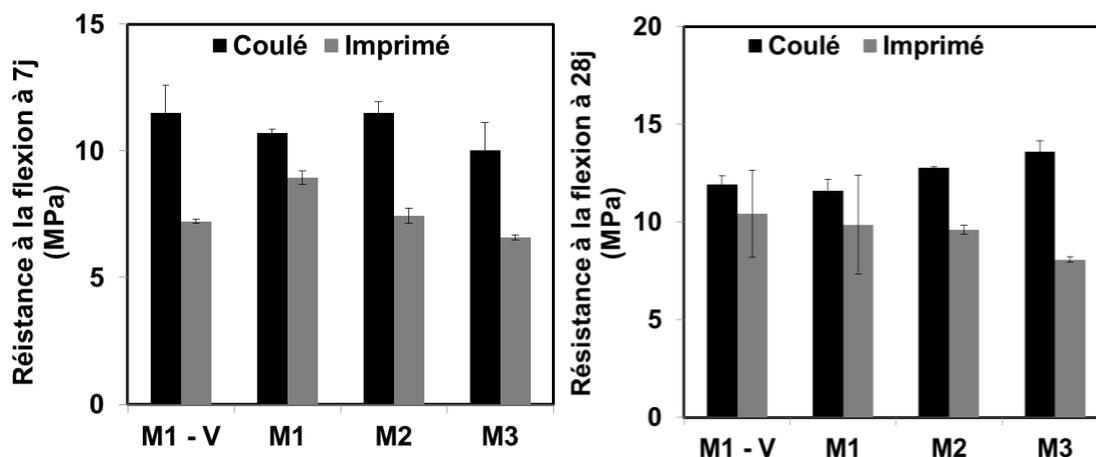


Fig. 4.18 : Résistances à la flexion des mortiers étudiés à 7 et 28 jours



Fig. 4.19 : Faciès de rupture lors de l'essai de flexion des éprouvettes imprimées des mortiers M1-V et M3

Les résistances à la compression à 7 et 28 jours des éprouvettes cubiques imprimées et coulées sont présentées dans la **Fig. 4.20**. La résistance à la compression des éprouvettes coulées est supérieure à celle des éprouvettes imprimées. La raison est également attribuée au manque de consolidation des éprouvettes imprimées. En outre, la résistance à la compression le long de la direction D1 est plus importante que celle le long de la direction D2 pour tous les mélanges, à l'exception du mortier M3. Cela peut s'expliquer par l'effet de la consolidation provoqué par la force normale appliquée lors de l'essai, améliorant ainsi la résistance à la compression des éprouvettes. En revanche, le chargement le long de la direction D2 génère une contrainte de traction perpendiculaire à l'interface inter-couche, dont la résistance est généralement plus faible. Cette anisotropie, en termes de résistance à la compression, est une conséquence inhérente au processus d'impression 3D, et semble être plus prononcée pour les mortiers à structuration très élevée (cas du mortier M3). Le **Tableau 4.4** représente les pourcentages de perte de la résistance à la compression des éprouvettes imprimées à 7 et 28 jours. Contrairement aux résultats obtenus dans les essais de flexion, la perte de la résistance en compression a diminué dans le cas du mortier M3. En revanche, son comportement anisotrope a évolué dans le temps, évalué à partir de la différence du pourcentage de perte de la résistance à la compression entre les deux directions. Par ailleurs, cette anisotropie a baissé à 28 jours dans le cas du mortier M1-V, ainsi que la perte de la résistance à la compression, ce qui valorise l'utilisation des agents de viscosité dans la formulation des matériaux cimentaires imprimables.

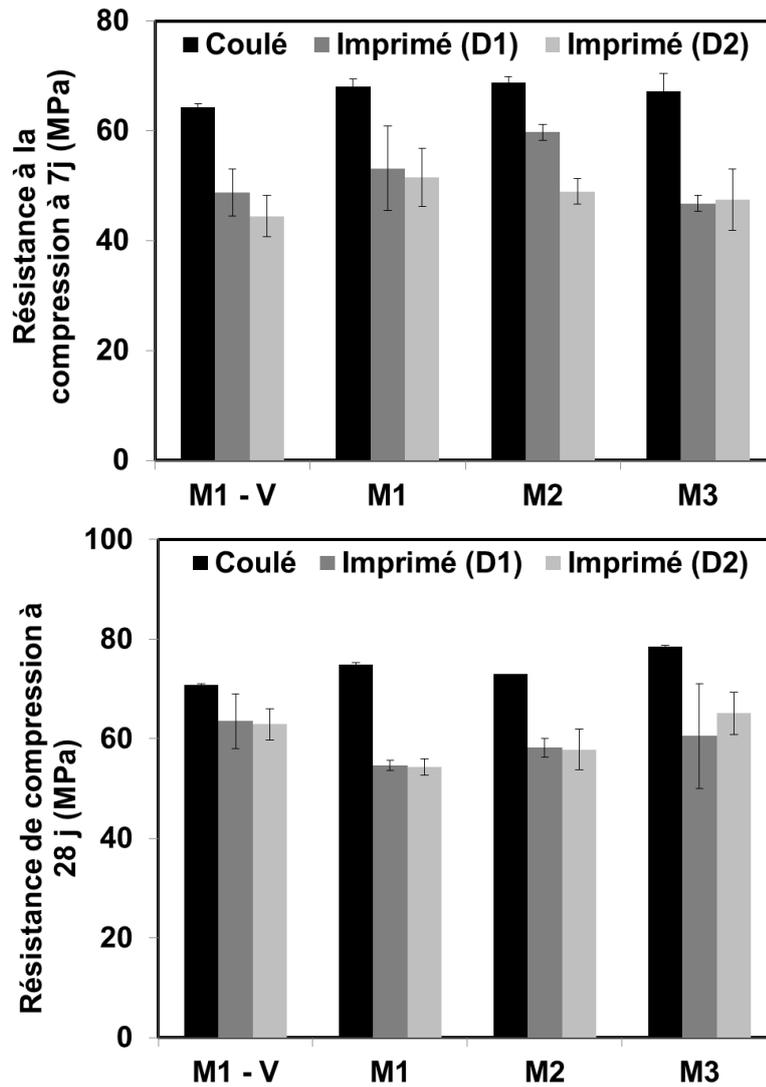


Fig. 4.20 : Résistances à la compression des mortiers étudiés à 7 et 28 jours

Tableau 4.4 : Taux de perte de la résistance à la compression des éprouvettes imprimées à 7 et 28 jours

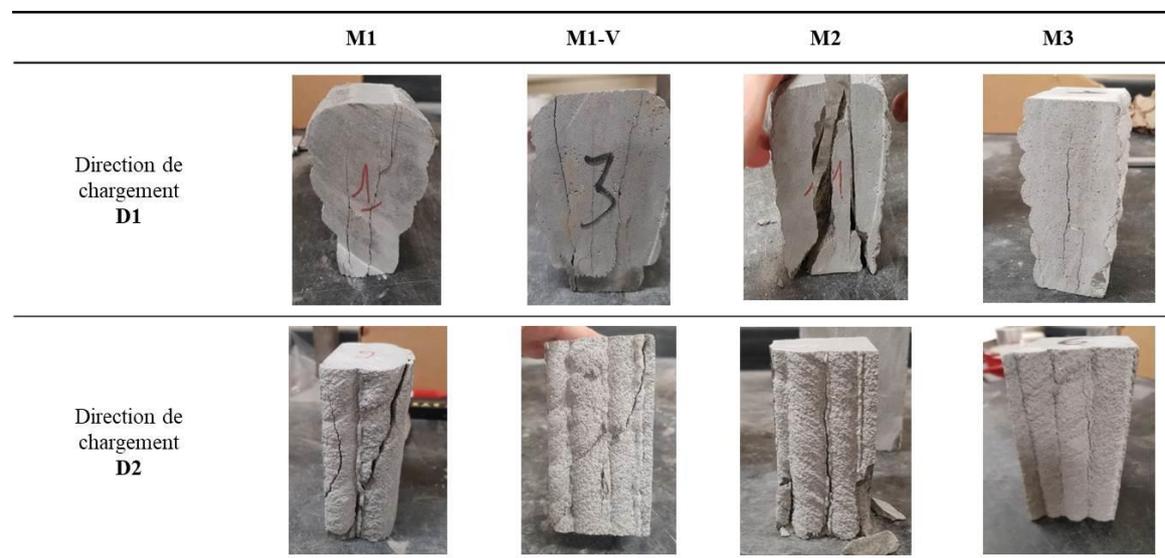
Perte de la résistance à la compression selon la direction de chargement (%)				
Mortiers	7 jours		28 jours	
	D1	D2	D1	D2
M1 - V	24	31	11	11
M1	22	25	27	27
M2	13	29	20	21
M3	30	29	23	17

3.2.3. Modes de rupture

Les éprouvettes prismatiques imprimées ont présenté différents modes de rupture selon la direction du chargement appliqué. Le **Tableau 4.5** regroupe les modes de rupture

observés dans les mortiers étudiés. Une rupture ‘conique’ est observée dans la direction de chargement D1 dans le cas des mortiers M1, M1-V et M2, et elle est accompagnée de la propagation de fissures inclinées sur la hauteur des échantillons, comme le montre le **Tableau 4.5**. Ce mode de rupture implique que ces échantillons présentent un comportement monolithique similaire aux éprouvettes coulées. Dans la direction D2, des fissures alignées sont observées le long de l’interface inter-couche dans les mortiers M2 et M3 à cinétiques de structuration élevées, et des fissures inclinées dans les mortiers M1 et M1-V. Cela donne un aperçu sur la qualité de l’interface et confirme les résultats présentés dans la **section 2.3.2**.

Tableau 4.5 : Modes de rupture des éprouvettes prismatiques imprimées suivant la direction de chargement



3.3. Conclusions

Le comportement mécanique des matériaux cimentaires mis en place par impression 3D diffère de celui des matériaux cimentaires coulés. En raison du manque de consolidation et de la qualité de l’interface entre les couches, la résistance des éléments imprimés est généralement inférieure à celle des éléments coffrés. Sur la base des résultats présentés précédemment, les conclusions suivantes peuvent être dressées :

- Il existe une cinétique de structuration optimale au-dessus de laquelle la qualité de l’interface entre les couches est compromise, générant des pertes de propriétés mécaniques, et en dessous de laquelle la stabilité dimensionnelle est limitée.
- Le mode de rupture des échantillons imprimés varie selon la qualité de l’interface entre les couches et la direction de chargement. La résistance des échantillons

imprimés est généralement plus élevée suivant une direction de chargement perpendiculaire à la direction de l'impression, en raison de l'effet de consolidation de l'effort appliqué.

- La présence de macropores et le manque d'adhérence entre les couches sont les principales raisons de la dégradation de la qualité de l'interface inter-couche des matériaux cimentaires à cinétique de structuration très élevée (cas du mortier M3), ce qui peut générer un comportement anisotrope.

4. Conclusions du chapitre

Ce chapitre porte sur le comportement rhéo-mécanique des matériaux cimentaires imprimables fermes. En alternative aux mesures rhéométriques, une méthode est présentée pour caractériser ces matériaux à l'état frais à l'aide du *squeeze test*. Ce dernier s'est avéré être un outil simple et efficace pour évaluer l'imprimabilité de ces matériaux et prédire le mode de rupture, ainsi que la qualité de l'interface inter-couche. Cet outil permet aussi d'optimiser la formulation de matériaux cimentaires imprimables à travers les paramètres inhérents aux aspects d'imprimabilité. Contrairement aux matériaux cimentaires imprimables fluides, les matériaux fermes présentent un comportement élasto-plastique, qui peut tendre vers un comportement frictionnel monotone après un certain âge, ce qui rend la maîtrise de leur comportement rhéo-mécanique plus complexe. Par ailleurs, l'étude du comportement mécanique de matériaux cimentaires imprimés en 3D a révélé le caractère anisotrope et le manque de consolidation de ces matériaux, qui limitent leurs propriétés mécaniques. Cependant, il a été constaté dans le cadre de cette étude qu'il existe une cinétique de structuration optimale permettant d'assurer une stabilité dimensionnelle tout en gardant une bonne qualité d'interface, permettant ainsi d'améliorer la performance mécanique de ces matériaux.

Références

- [1] H. A. Barnes, « The ‘Yield Stress Myth?’ Paper – 21 Years On », *Applied Rheology*, vol. 17, n° 4, p. 43110-5, août 2007, doi: 10.1515/arh-2007-0012.
- [2] M. A. Moeini, M. Hosseinpoor, et A. Yahia, « Use of the Chemical and Mineral Admixtures to Tailor the Rheology and the Green Strength of 3D Printing Cementitious Mixtures », in *Second RILEM International Conference on Concrete and Digital Fabrication*, Cham, 2020, p. 73-82. doi: 10.1007/978-3-030-49916-7_8.
- [3] M. A. Moeini, « Rheology of cement-based materials used for large-scale 3D printing ». https://savoirs.usherbrooke.ca/bitstream/handle/11143/18774/moeini_mohammad_amin_PhD_2021.pdf?sequence=10&isAllowed=y (consulté le 31 janvier 2022).
- [4] Q. H. Qin, « 1 - Introduction to the composite and its toughening mechanisms », in *Toughening Mechanisms in Composite Materials*, Q. Qin et J. Ye, Éd. Woodhead Publishing, 2015, p. 1-32. doi: 10.1016/B978-1-78242-279-2.00001-9.
- [5] Y. Jacquet, « Impression 3D sous-marine des matériaux cimentaires : formulation, optimisation du procédé et durabilité des matériaux imprimés », These en préparation, Lorient, 2019. Consulté le: 27 septembre 2022. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.theses.fr/s225156>
- [6] Z. Toutou, N. Roussel, et C. Lanos, « The squeezing test: a tool to identify firm cement-based material’s rheological behaviour and evaluate their extrusion ability », *Cement and Concrete Research*, vol. 35, n° 10, p. 1891-1899, oct. 2005, doi: 10.1016/j.cemconres.2004.09.007.
- [7] N. Roussel et C. Lanos, « Plastic Fluid Flow Parameters Identification Using a Simple Squeezing Test », *Applied Rheology*, vol. 13, n° 3, p. 132-141, juin 2003, doi: 10.1515/arh-2003-0009.
- [8] P. Estellé, C. Lanos, Y. Mélinge, et C. Servais, « Squeezing flow for rheological characterisation of food materials », in *3rd International Symposium on Food Rheology and Structure (ISFRS 2003)*, Zurich, Switzerland, févr. 2003, p. 115-119. Consulté le: 30 janvier 2022. [En ligne]. Disponible sur: <https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-00664501>
- [9] J. Engmann, C. Servais, et A. S. Burbidge, « Squeeze flow theory and applications to rheometry: A review », *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, vol. 132, n° 1, p. 1-27, déc. 2005, doi: 10.1016/j.jnnfm.2005.08.007.
- [10] F. A. Cardoso *et al.*, « Experimental Developments of the Squeeze Flow Test for Mortars », in *Rheology and Processing of Construction Materials*, Cham, 2020, p. 182-190. doi: 10.1007/978-3-030-22566-7_22.
- [11] F. A. Cardoso, V. M. John, R. G. Pileggi, et P. F. G. Banfill, « Characterisation of rendering mortars by squeeze-flow and rotational rheometry », *Cement and Concrete Research*, vol. 57, p. 79-87, mars 2014, doi: 10.1016/j.cemconres.2013.12.009.
- [12] F. A. Cardoso, F. A. Grandes, V. K. Sakano, A. C. Rego, et R. G. Pileggi, « Squeeze flow of cement-based mortars: assessment of pressure distribution by dynamic mapping », p. 28.
- [13] I. Harbouz, A. Yahia, E. Rozière, et A. Loukili, « Printability Assessment of Cement-Based Materials Using Uniaxial Compression Test », in *Third RILEM*

- International Conference on Concrete and Digital Fabrication*, Cham, 2022, p. 318-323. doi: 10.1007/978-3-031-06116-5_47.
- [14] S. Mascia, M. J. Patel, S. L. Rough, P. J. Martin, et D. I. Wilson, « Liquid phase migration in the extrusion and squeezing of microcrystalline cellulose pastes », *European Journal of Pharmaceutical Sciences*, vol. 29, n° 1, p. 22-34, sept. 2006, doi: 10.1016/j.ejps.2006.04.011.
- [15] A. Perrot *et al.*, « Extrusion Criterion for Firm Cement-Based Materials », in *AIP Conference Proceedings*, Monterey (California), 2008, vol. 1027, p. 96-98. doi: 10.1063/1.2964911.
- [16] F. A. Cardoso, F. C. Lofrano, V. M. John, et R. G. Pileggi, « Influence of Experimental Parameters of the Squeeze-flow Test on the Rheological Behaviour and Phase Segregation of Cement Mortars », p. 7.
- [17] G. H. Meeten, « Effects of plate roughness in squeeze-flow rheometry », *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, vol. 124, n° 1, p. 51-60, déc. 2004, doi: 10.1016/j.jnnfm.2004.07.003.
- [18] D. C. DRUCKER et W. PRAGER, « SOIL MECHANICS AND PLASTIC ANALYSIS OR LIMIT DESIGN », *Quarterly of Applied Mathematics*, vol. 10, n° 2, p. 157-165, 1952.
- [19] « An Introduction To Critical State Soil Mechanics - Atkinson-Bransby PDF | PDF ». <https://fr.scribd.com/document/382681011/An-Introduction-To-Critical-State-Soil-Mechanics-Atkinson-Bransby-pdf> (consulté le 1 octobre 2022).
- [20] A. AIT-MOKHTAR, « Approche de l'évaluation de l'aptitude à l'extrusion d'un fluide épais, applications aux pates argileuses ». <http://www.enstp.edu.dz/revue/files/article/16/article%205.pdf> (consulté le 1 octobre 2022).
- [21] A. Perrot, D. Rangeard, et A. Pierre, « Structural built-up of cement-based materials used for 3D-printing extrusion techniques », *Materials and Structures*, vol. 49, n° 4, p. 1213-1220, avr. 2016, doi: 10.1617/s11527-015-0571-0.
- [22] A. Tripathi, S. A. O. Nair, et N. Neithalath, « A comprehensive analysis of buildability of 3D-printed concrete and the use of bi-linear stress-strain criterion-based failure curves towards their prediction », *Cement and Concrete Composites*, vol. 128, p. 104424, avr. 2022, doi: 10.1016/j.cemconcomp.2022.104424.
- [23] J. Murata, « Flow and deformation of fresh concrete », *Matériaux et Constructions*, vol. 17, n° 2, p. 117-129, mars 1984, doi: 10.1007/BF02473663.
- [24] Z. Toutou, « Rhéologie et formulation des géosuspensions concentrées : évaluation des conditions d'extrudabilité ». <https://www.theses.fr/2002ISAR0010> (consulté le 4 octobre 2022).
- [25] N. Roussel, « Rheological requirements for printable concretes », *Cement and Concrete Research*, vol. 112, p. 76-85, oct. 2018, doi: 10.1016/j.cemconres.2018.04.005.
- [26] F. P. Bos, P. J. Kruger, S. S. Lucas, et G. P. A. G. van Zijl, « Juxtaposing fresh material characterisation methods for buildability assessment of 3D printable cementitious mortars », *Cement and Concrete Composites*, vol. 120, p. 104024, juill. 2021, doi: 10.1016/j.cemconcomp.2021.104024.
- [27] T. T. Le *et al.*, « Hardened properties of high-performance printing concrete », *Cement and Concrete Research*, vol. 42, n° 3, p. 558-566, mars 2012, doi: 10.1016/j.cemconres.2011.12.003.

- [28] S. Yu, M. Xia, J. Sanjayan, L. Yang, J. Xiao, et H. Du, « Microstructural characterization of 3D printed concrete », *Journal of Building Engineering*, vol. 44, p. 102948, déc. 2021, doi: 10.1016/j.jobe.2021.102948.
- [29] B. Panda, N. A. Noor Mohamed, S. C. Paul, G. Bhagath Singh, M. J. Tan, et B. Šavija, « The Effect of Material Fresh Properties and Process Parameters on Buildability and Interlayer Adhesion of 3D Printed Concrete », *Materials (Basel)*, vol. 12, n° 13, p. E2149, juill. 2019, doi: 10.3390/ma12132149.
- [30] B. Panda, S. Chandra Paul, et M. Jen Tan, « Anisotropic mechanical performance of 3D printed fiber reinforced sustainable construction material », *Materials Letters*, vol. 209, p. 146-149, déc. 2017, doi: 10.1016/j.matlet.2017.07.123.
- [31] Y. W. D. Tay, G. H. A. Ting, Y. Qian, B. Panda, L. He, et M. J. Tan, « Time gap effect on bond strength of 3D-printed concrete », *Virtual and Physical Prototyping*, vol. 14, n° 1, p. 104-113, janv. 2019, doi: 10.1080/17452759.2018.1500420.
- [32] I. Dressler, N. Freund, et D. Lowke, « The Effect of Accelerator Dosage on Fresh Concrete Properties and on Interlayer Strength in Shotcrete 3D Printing », *Materials*, vol. 13, n° 2, p. 374, janv. 2020, doi: 10.3390/ma13020374.

CONSLUSIONS
ET
PERSPECTIVES

1. Conclusions

Dans le but d'établir une compréhension approfondie des liens entre les exigences des procédés d'impression 3D par extrusion et le comportement rhéo-mécanique des matériaux cimentaires utilisés, une recherche expérimentale originale a été menée dans le cadre de ce travail.

Les principaux volets de cette recherche s'articulent autour de l'interaction entre les exigences du processus d'impression et les paramètres de formulation (teneur en pâte, systèmes d'adjuvants, ajouts cimentaires et rapport sable/ciment), ainsi que la rhéologie structurelle, la transition entre les états 'fluide' et 'solide' et le comportement mécanique. Cette thèse a permis de dresser un bilan exhaustif permettant d'une part d'optimiser des formulations adaptées pour une mise en place par impression 3D et d'identifier d'autre part les paramètres clés influençant leur comportement rhéo-mécanique et leur qualité d'impression. Une synthèse sur le processus d'évaluation de l'impression est présentée dans le **Tableau 5.1**. Les résultats de ce travail sont détaillés dans les **CHAPITRES 2, 3** et **4**. Chaque chapitre a porté sur un aspect de recherche bien défini, dont une synthèse globale est présentée dans ce qui suit.

Nous avons proposé dans le **CHAPITRE 2**, un ensemble d'outils permettant d'analyser l'interaction entre les exigences d'imprimabilité et la formulation de matériaux cimentaires, ainsi que leur réponse rhéologique. Ces outils sont exploités en présence de matériaux, types '**fluides**'.

Dans un premier temps, les propriétés intrinsèques inhérentes aux aspects d'imprimabilité du matériau sont déterminées. Les paramètres de formulation influents sur ces propriétés sont évalués, principalement la teneur en pâte, le dosage en adjuvants (SP, VMA) et les ajouts cimentaires (SCM). Les résultats obtenus ont mis en évidence l'importance de prendre en considération les effets du processus lors de l'optimisation de formulations dédiées à l'impression 3D. Des indices d'évaluation des aspects liés à l'impression (**W**, **E**, **B**) sont définis. Ces indices tiennent compte des effets du procédé sur la rhéologie initiale des matériaux cimentaires, notamment la phase d'extrusion. Une approche de formulation est proposée ainsi, en se basant sur l'optimisation de ces indices. Dans un second temps, les effets de la variation des paramètres d'impression sur la qualité d'impression d'un mélange donné sont évalués. Des recommandations sont établies ainsi par rapport au choix judicieux de ces paramètres.

Tableau 5.1 : Synthèse globale de l'évaluation de l'imprimabilité des matériaux cimentaires

	Matériaux cimentaires fluides	Matériaux cimentaires fermes	
Plage d'affaissement au mini cône (150 mm)	Modéré (60 mm – 120 mm)	Très faible (20 mm – 60 mm)	
Paramètres d'optimisation	Ouvrabilité	τ_{s0}, η_{app}	τ_{s0}
	Extrudabilité	R_{thix}, R, G'_r	K_i, K_f, C
	Constructibilité	A_{thix}, t_0 α, E, G (impression à longue durée)	
	Contrôle de la qualité	Φ_{thix} ($\tau_{d,0}, \beta_{thix}, \tau_{s,0}, A_{thix}, t_0$)	$\sigma_{el}, \varepsilon_{el}, \sigma_{pl}, \varepsilon_{pl}$
Paramètres d'impression à ajuster	Vitesse d'impression		
	Pression de pompage et d'extrusion		
Comportement rhéo-mécanique	Viscoplastique	Élasto-plastique Élastique frictionnel	
Mode de rupture au cours de l'impression (cf. Fig. 4.5)	Rupture ductile Rupture combinée	Flambement élasto-plastique Flambement élastique	
Zone de faiblesse à considérer	Stabilité dimensionnelle	Qualité de l'interface inter-couche	
Mode de rupture mécanique (Essai de compression)			
----- : plan de rupture (fissuration)			

Dans le but de maîtriser la variation de la qualité d'impression dans le temps et au cours des différentes étapes de l'impression, nous nous sommes intéressés au suivi des différentes phases de structuration physico-chimique en condition d'écoulement et au repos, ainsi qu'à leurs impacts sur les propriétés des matériaux cimentaires influençant la qualité de l'impression (**CHAPITRE 3**). Le premier volet de ce chapitre a porté sur l'identification des différentes phases de structuration de l'état frais à l'état durci, en évaluant les variations qui peuvent se produire sous l'effet du cisaillement. Les résultats ont été exploités pour déterminer les mécanismes responsables de la détérioration de la qualité de l'impression dans le temps. La prise en compte de la présence de mécanismes structuration/déstructuration au cours de l'écoulement a permis d'expliquer les différentes instabilités qui peuvent se produire lors de l'impression et d'identifier les paramètres qui gouvernent le maintien de la qualité d'impression au cours du temps. Un indice de thixotropie a été proposé afin de quantifier la plage d'imprimabilité des matériaux cimentaires selon le procédé utilisé.

L'utilisation de deux procédés d'impression différents dans le cadre de cette étude a nécessité le développement de matériaux cimentaires imprimables, de types '**fermes**' et à cinétiques de structuration élevées. Cela a conduit à l'utilisation d'autres méthodes de caractérisation, compte tenu des limites des méthodes rhéométriques exploitées dans le **CHAPITRE 2**. Le **CHAPITRE 4** porte ainsi sur la caractérisation du comportement rhéomécanique de ces matériaux par le biais du *squeeze test*. Ce dernier s'est avéré un outil simple et complet pour évaluer l'imprimabilité des matériaux cimentaires fermes ainsi que la qualité d'interface entre les couches. Les paramètres permettant d'évaluer les aspects d'imprimabilité ont été identifiés. Cette étude a permis de discerner entre les comportements rhéomécaniques des matériaux cimentaires 'fluides' et 'fermes', et leurs conséquences sur la stabilité et la performance mécanique globale des éléments imprimés.

2. Perspectives

Suite aux travaux effectués dans cette thèse, nous dressons ci-dessous des voies de recherche pouvant apporter d'autres éléments de compréhension sur le comportement rhéologique et les performances à l'état durci des matériaux cimentaires dédiés à une impression 3D. Ces pistes pourront également enrichir les résultats établis dans le cadre de cette thèse et développer l'état de l'art de l'impression 3D des matériaux cimentaires.

- Les résultats de cette étude ont démontré les avantages de l'utilisation des agents de viscosité (VMA) dans les matériaux cimentaires dédiés à l'impression 3D. Néanmoins, l'aspect compétitif fonctionnel entre les effets des agents de viscosité et celui des superplastifiants affecte la qualité de l'extrusion des filaments. Il serait donc intéressant de mener des études approfondies évaluant cet aspect, afin de comprendre les mécanismes responsables de la synergie entre les adjuvants et les matrices cimentaires (incluant des ajouts cimentaires), et de proposer des méthodologies d'optimisation pour assurer une meilleure qualité d'impression.
- Prédire les effets de la structuration dynamique sur la dégradation de la qualité de l'impression a été mis en évidence. Il serait intéressant d'évaluer ces effets sur le comportement des matériaux cimentaires lors du pompage et sur la formation de la couche de lubrification.
- Lors des essais d'impression, nous avons observé une détérioration de la qualité de l'impression, causée par la présence des bulles d'air lors de l'extrusion. Ainsi, afin de remédier à ce problème, il serait donc intéressant d'étudier les changements qui peuvent se produire lors de la phase du pompage et d'extrusion sur le réseau des bulles d'air.
- Afin de réduire la consommation excessive du ciment dans les formulations utilisées dans l'impression 3D et par conséquent l'impact environnemental de cette technologie, des travaux devraient être réalisés sur la viabilité des matériaux alternatifs notamment les bétons à bas carbone et les géopolymères.
- Dans cette étude, l'évaluation de l'imprimabilité des matériaux cimentaires fermes par le biais du *squeeze test* est originale. Néanmoins, une étude détaillée devrait être

menée afin d'inclure l'effet des différentes caractéristiques techniques des dispositifs d'extrusion utilisés, notamment l'effet du cisaillement sur le comportement des matériaux fermes. Des capteurs de déformation radiales pourraient être mis en place dans le dispositif du *squeeze test* pour suivre les déformations horizontales lors de l'essai. Cela pourra apporter des informations complémentaires sur la déformabilité dimensionnelle des couches lors de l'impression. De même, les résultats du *squeeze test* ont mis en évidence une réponse transitoire vers un comportement élastique frictionnel au cours du temps. Des études détaillées pourraient être menées afin de comprendre les changements microstructuraux pendant cette transition.

- Les essais mécaniques sur les éprouvettes prélevées des éléments imprimés renseignent seulement sur le comportement local des matériaux cimentaires imprimés. Toutefois, le passage à une étude structurelle est nécessaire pour évaluer la stabilité globale de l'élément imprimé.
- Les résultats de cette étude peuvent être exploités pour proposer des modèles d'optimisation numérique de formulation imprimables.
- Dans le but de valider la viabilité de la technologie de l'impression 3D dans l'industrie de construction, des études complémentaires doivent être réalisés sur le comportement thermique et différé des matériaux lors de l'impression, ainsi que les aspects liés à la durabilité des éléments imprimés.

ANNEXES

ANNEXE A :

Fonctionnement du FreshCon

(Conte et Chaouche, 2015)

L'évaluation des vitesses des ondes ultrasonores de compression (P) et les ondes de cisaillement (S) permet le suivi de l'évolution des propriétés élastiques au jeune âge. L'appareil utilisé dans le cadre de cette étude est le FreshCon, développé à l'Université de Stuttgart pour analyser la prise et le durcissement de tout type de matériau (béton et mortier frais). Le moule est constitué de deux parois en polyméthacrylate (PMMA) espacées de 5 cm et reliées par quatre vis, et d'une paroi en forme de U en mousse à amortissement élevé pour absorber les ondes autour de l'échantillon, d'un volume de 450 cm³ (Fig. A.1).

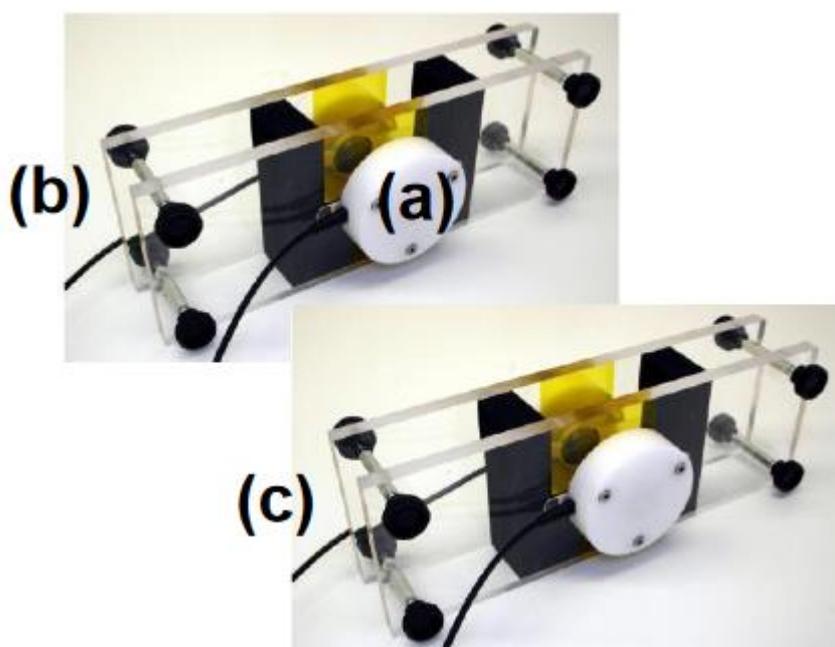


Fig. A1 : Moules utilisés pour mesurer les vitesses d'ondes ultrasonores : (a) capteur piézoélectrique, (b) moule pour les ondes P (compression), (c) moule pour les ondes S (cisaillement)

La face supérieure de l'échantillon de béton est protégée par deux blocs de mousse afin d'éviter le séchage. L'essai est effectué dans une salle climatisée à 20 °C et 50 % HR. Chaque cellule est équipée d'un émetteur à ultrasons et un transducteur (émetteur et récepteur). Une impulsion est générée et amplifiée (800 V avec une largeur d'impulsion 2,5 μ s) à des intervalles prédéfinis. Les ondes ultrasoniques sont transmises à travers l'échantillon, et le signal reçu est renvoyé à la carte d'acquisition de données. Le logiciel déduit ensuite la vitesse de transmission de l'onde. L'évolution des propriétés dynamiques (coefficient de Poisson ν_{dyn} et module d'élasticité E en GPa) est obtenue en fonction de la vitesse des ondes P et S à travers les équations explicités dans le manuscrit (cf. **Eqs.2.5** et **2.6**).

ANNEXE B :

Traitement des données de balayage de déformation en régime non linéaire

(Conte et Chaouche, 2015)

Principe de la rhéologie aux grandes amplitudes

En rhéologie oscillatoire, le matériau est soumis à un cisaillement oscillatoire en déformation dont l'amplitude et la fréquence sont fixées :

$$\gamma(t) = \gamma_0 \sin(\omega t) \quad (\text{B.1})$$

$$\gamma(t) = \gamma_0 \cos(\omega t) \quad (\text{B.2})$$

Ensuite, la réponse du matériau est évaluée en terme de contrainte. Dans le régime linéaire (amplitude de déformation suffisamment faible) la réponse en est également sinusoïdale, de même fréquence mais avec un certain déphasage. Il s'agit dans ce cas du protocole SAOS. Dans le régime non linéaire la réponse n'est plus sinusoïdale. La contrainte peut se décomposer en série de Taylor [1] :

$$\tau(t) = \sum_{i=0} \sum_{j=0} C_{ij} \gamma^i(t) \dot{\gamma}^j(t) \quad (\text{B.3})$$

La réponse en contrainte d'un matériau viscoélastique est indépendante de la direction de l'écoulement, on a donc un critère de symétrie. Grâce à cette condition de symétrie la contrainte peut se décomposer en ne considérant que les ordres impairs. Par ailleurs en combinant la décomposition de Taylor de la contrainte et les expressions de la déformation et du taux de déformation, l'expression de la contrainte devient (sous forme de série de Fourier) :

$$\tau(t) = \sum_{p,odd} \sum_{q,odd}^p \gamma_0^q [a_{pq} \sin(q\omega t) + b_{pq} \cos(q\omega t)] \quad (\text{B.4})$$

Néanmoins, il est difficile d'interpréter physiquement les différents coefficients de la décomposition en série de Fourier. Cho a montré, en étendant la méthode de décomposition orthogonale de la contrainte, que cette dernière était la somme de deux termes indépendants. Un premier dépendant exclusivement de la déformation (la partie élastique) et un second qui ne dépend que du taux de cisaillement (la partie visqueuse) [1] :

$$\tau(x) = \frac{\tau(\gamma, \dot{\gamma}) - \tau(-\gamma, \dot{\gamma})}{2} = \gamma_0 \sum_{n,odd} G'_n(\omega, \gamma_0) \sin(n\omega t) \quad (\text{B.5})$$

$$\tau(y) = \frac{\tau(\gamma, \dot{\gamma}) - \tau(\gamma, -\dot{\gamma})}{2} = \gamma_0 \sum_{n,odd} G''_n(\omega, \gamma_0) \cos(n\omega t) \quad (\text{B.6})$$

$$x = \frac{\gamma}{\gamma_0} = \sin(n\omega t) \quad ; \quad y = \frac{\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}_0} \cos(n\omega t) \quad (\text{B.7})$$

De manière équivalente, la réponse en contrainte peut s'écrire sous forme d'une décomposition en

polynôme de Chebyshev dont les coefficients ont un sens physique plus clair [2] :

$$\tau(x) = \gamma_0 \sum_{n,\text{odd}} e_n(\omega, \gamma_0) T_n(x) \quad (\text{B.8})$$

$$\tau(y) = \gamma_0 \sum_{n,\text{odd}} v_n(\omega, \gamma_0) T_n(y) \quad (\text{B.9})$$

Par identification, on peut faire le lien entre les coefficients de la série de Fourier et les coefficients de Chebyshev.

Afin de pouvoir évaluer qualitativement le comportement viscoélastique non-linéaire du matériau les deux composantes de la contrainte peuvent être représentées sous forme de courbes de Lissajous-Bowditch. Ce sont des représentations d'un cycle de mesure en boucle fermée contrainte vs déformation ou contrainte vs taux de cisaillement que l'on obtient en éliminant la variable temps. Physiquement la surface d'une courbe de Lissajous représente l'énergie dissipée au cours d'un cycle.

Références

- [1] HYUN K., WILHELM M., KLEIN C. O., CHO K. S., NAM J. G., AHN K. H., LEE S. J., R. H., MCKINLEY G. H., « Progress in Polymer Science », Progress in Polymer Science, vol. 36, no 12, p. 1697–1753, décembre 2011.
- [2] EWOLDT R. H., HOSOI A. E., MCKINLEY G. H., « New measures for characterizing nonlinear viscoelasticity in large amplitude oscillatory shear », Journal of Rheology, vol. 52, no 6, page1427, 2008

ANNEXE C :

Courbes d'évolution des contraintes seuils

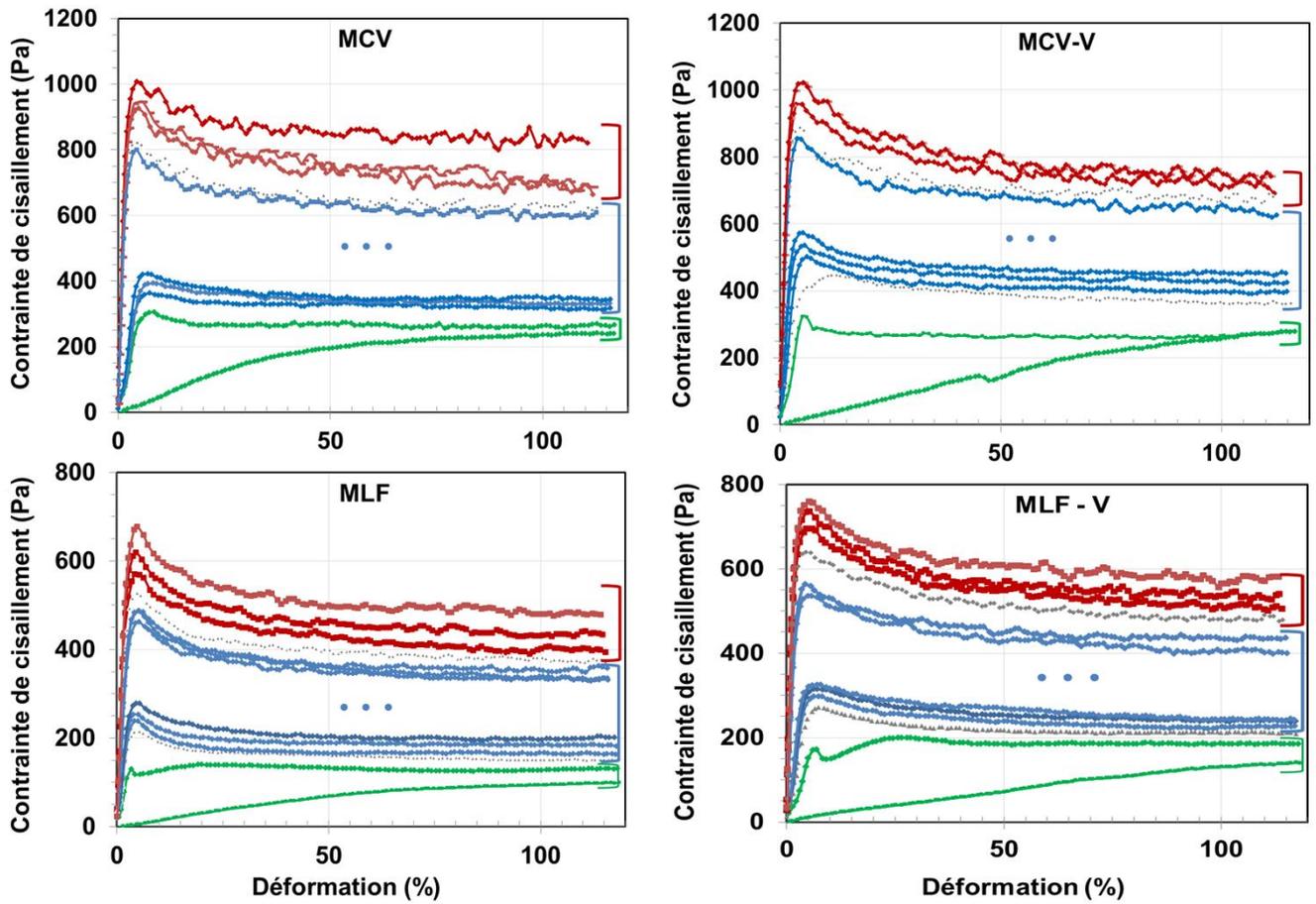


Fig. C2 : Évolution temporelle des contraintes seuils d'écoulement des mélanges étudiés dans le **CHAPITRE 3** - **Vert** : Phase de réfloculation, **Bleu** : Structuration linéaire, **Rouge** : Structuration non-linéaire, et **gris** : Phases de transition

Titre : Comportement rhéo-mécanique des matériaux cimentaires adaptés pour une mise en place par impression 3D.

Mots clés : Impression 3D, matériaux cimentaires, structuration, rhéologie, comportement mécanique

Résumé : Avec l'émergence des technologies de fabrication additive dans le secteur de la construction, l'impression 3D du béton a suscité une attention particulière en raison de son potentiel à modifier les pratiques de construction traditionnelles. Cette nouvelle méthode de construction offre des opportunités sans précédent pour augmenter la productivité et réduire l'impact environnemental du secteur de la construction. Malgré ces avantages, il existe encore plusieurs défis qui entravent son implémentation sur chantier, notamment le contrôle de la qualité, la conformité dimensionnelle, les joints froids, la qualité de l'interface entre les couches, etc. Ces différentes problématiques sont généralement reliées à la non-conformité du matériau vis-à-vis des exigences du processus de l'impression, associées principalement aux propriétés rhéo-mécaniques du matériau.

Le présent projet de doctorat vise à combler les lacunes dans les connaissances et la compréhension actuelles vis-à-vis de l'imprimabilité des matériaux cimentaires d'un point de vue 'matériau', ainsi que les paramètres d'impression sélectionnés dépendamment du comportement rhéologique du mélange d'un point de vue 'procédés'. Le projet exploite différentes approches de formulation afin d'identifier et comparer les différentes rhéologies adaptées à ce type de mise en place pour discerner les différents comportements rhéo-mécaniques des matériaux cimentaires imprimables des plus fluides au plus fermes. Les formulations imprimables développées ont été testées dans des expériences à petite et grande échelles sur deux procédés d'impression différents.

Title : Rheo-mechanical behavior of cement-based materials used for 3D printing applications.

Keywords : 3D printing, cement-based materials, structuration, rheology, mechanical behavior

Abstract : With the emergence of additive manufacturing technologies in the construction industry, 3D printing concrete has gained particular attention due to its potential to transform traditional construction practices. This cutting-edge construction method offers unprecedented opportunities to increase productivity and reduce the environmental impact of the construction industry. Despite these advantages, there are still several challenges that hinder its implementation on-site, including quality control, dimensional compliance, cold joints, interlayer bonding quality, etc. Most of these challenges pertain to the non-conformity of the rheo-mechanical material properties with printing requirements.

The key objective of this research project is to fill in the gaps in the current knowledge and understanding of cement-based materials printing behavior from a material perspective while considering the effects of the printing parameters from a process standpoint. Using different mix design approaches, the project explores various rheologies adapted to extrusion-based 3D printing processes in order to assess the different rheo-mechanical behaviors of printable cement-based materials. The developed printable mix designs were tested in small and large-scale printing experiments with two different processes.