



HAL
open science

Valorisation de sédiments de dragage et de terre excavée dans la formulation de matériaux de construction imprimables

Jana Daher

► **To cite this version:**

Jana Daher. Valorisation de sédiments de dragage et de terre excavée dans la formulation de matériaux de construction imprimables. Génie civil. Ecole nationale supérieure Mines-Télécom Lille Douai, 2023. Français. NNT : 2023MTLD0002 . tel-04514081

HAL Id: tel-04514081

<https://theses.hal.science/tel-04514081>

Submitted on 21 Mar 2024

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.

THÈSE

présentée en vue d'obtenir le grade de

DOCTEUR

en

Génie Civil

par

Jana DAHER

DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE LILLE
DÉLIVRÉ PAR L'IMT Nord Europe

**Valorisation de sédiments de dragage et de terre excavée dans
la formulation de matériaux de construction imprimables**

Soutenue le 20 Mars 2023 devant le jury d'examen

Président du jury	<i>Nor-Edine ABRIAK, Professeur, IMT Nord Europe</i>
Rapporteure	<i>Salima AGGOUN, Professeure, Université de Cergy-Pontoise</i>
Rapporteur	<i>Ouali AMIRI, Professeur, Nantes Université</i>
Examineur	<i>Fabrice BERNARD, Maître de conférences-HDR, INSA de Rennes</i>
Examineur	<i>Nor-Edine ABRIAK, Professeur, IMT Nord Europe</i>
Directeur de thèse	<i>Mahfoud BENZERZOUR, Professeur, IMT Nord Europe</i>
Co-Directeur de thèse	<i>Georges AOUAD, Maître de conférences-HDR, IMT Nord Europe</i>
Encadrante, Examinatrice	<i>Joelle KLEIB, Docteure, IMT Nord Europe</i>
Invité	<i>Eric WIRQUIN, Professeur, Université d'Artois</i>

Remerciements

Ce travail de recherche a été réalisé au sein du CERI Matériaux et Procédés du laboratoire IMT Nord-Europe. Je souhaite remercier de nombreuses personnes pour leurs contributions directes et indirectes qui ont fait de cette thèse une expérience exceptionnelle et mémorable.

Tout d'abord, je tiens à remercier tous les membres de mon jury, à commencer par M. Nor-Edine ABRIAK, président de ce jury de thèse. Je remercie également Mme Salima AGGOUN et M. Ouali AMIRI, rapporteurs de ce travail, pour leur lecture attentive de ce manuscrit et pour leurs commentaires constructifs. Merci également à M. Fabrice BERNARD pour avoir examiné les travaux de cette thèse et à M. Eric WIRQUIN pour avoir accepté de faire partie de mon jury.

Ensuite, je tiens à remercier mon directeur de thèse Mahfoud BENZERZOUR. Merci pour ton soutien continu, tes conseils et tous les efforts que tu as déployés pour que cette thèse se déroule au mieux. Malgré ton emploi du temps surchargé, tu as toujours trouvé un moment pour discuter et proposer de nouvelles idées et de nouvelles pistes de travail. Je te remercie vivement pour ta positivité au cours de ces dernières années, ainsi que pour ton aide précieuse.

Je tiens à remercier chaleureusement mon co-directeur de thèse Georges AOUAD, avec qui j'ai également eu la chance de travailler dans le cadre de mon master au Liban en 2019. Grâce à ta bonne humeur et ton enthousiasme communicatif, tu as toujours réussi à garder ma motivation inchangée. Tes conseils et remarques ont toujours été pertinents et constructifs. J'ai beaucoup appris grâce à toi, et je te remercie d'avoir toujours cru en moi, de m'avoir poussée et encouragée à faire de mon mieux. Ce fut un grand plaisir de travailler à tes côtés au cours de ces cinq dernières années. Merci pour tout !

Je remercie également Joelle KLEIB, mon encadrante de thèse, que je considère aussi comme une amie. Merci pour ton suivi, ton soutien continu et ton encouragement durant ces trois dernières années. Ta motivation constante et ton efficacité au travail m'ont toujours poussée à donner le meilleur de moi-même. Pour cela, je te remercie, ainsi que pour les agréables moments que nous avons passés ensemble en dehors du travail.

Maintenant, je remercie les différents membres du personnel du CERI MP à l'IMT Nord-Europe pour leur accueil et leur bienveillance. Merci à tous ceux qui ont contribué à maintenir une très bonne ambiance de travail durant ces trois années. Merci également aux membres de l'administration et aux secrétaires du CERI. Je remercie surtout les techniciens du laboratoire pour leur aide lors de mes essais et pour leur gentillesse et leur bonne humeur. Merci à Johanna, Luc, Damien, Dominique, Yvan et Michael. Un GRAND merci à Guillaume qui, malgré son emploi du temps surchargé, a toujours trouvé le temps de me débloquer dans mes expériences de laboratoire, surtout lorsque l'imprimante 3D n'était pas en forme. Merci pour ton aide régulière et pour toutes les connaissances que tu m'as transmises. Merci aussi pour les bons moments passés ensemble, les diverses conversations intéressantes (motos, musique, etc.), ta bonne humeur et ton humour exceptionnel qui m'ont toujours remonté le moral 😊

Je remercie tous les doctorants, passés et présents ainsi que les post-doctorants avec qui j'ai partagé des moments inoubliables à l'intérieur et à l'extérieur du laboratoire. Je commence par Selma, avec qui j'ai passé le plus de temps à l'IMT... Selma est une personne dynamique, pleine de vie et toujours prête à donner un coup de main aux autres. Je te remercie d'avoir toujours été là pour moi et de m'avoir soutenue dans les moments difficiles. Je n'oublierai jamais nos aventures et nos longues soirées de travail à l'école. Je garderai de très forts souvenirs de tous les moments que nous avons

passés ensemble au labo et en dehors. Je te souhaite le meilleur dans ta vie personnelle et professionnelle. Il y a aussi Migueli, une collègue sur laquelle j'ai toujours pu compter lorsque j'avais besoin d'une amie. Merci pour ta gentillesse, pour nos conversations et nos rires. Je te souhaite le meilleur pour la suite de ta thèse. Je remercie également Mathilde, une personne qui donne à fond dans tout ce qu'elle fait. Mathilde est une artiste très douée, et je garderai toujours précieusement les dessins que tu as faits pour moi. Tu étais toujours prête à m'aider à surmonter les difficultés et à me donner un coup de main avec mon français écrit :p Tu es une personne de grand cœur et tu mérites tout ce qu'il y a de mieux. Et puis il y a Mohammad, mon collègue de bureau. Merci pour ta gentillesse et tes encouragements constants. Tu m'as sauvé à la dernière minute avec la numérotation de ce manuscrit et je t'en remercie infiniment :p Je te souhaite bonne chance pour ta thèse. Je remercie également Chinh (mon fournisseur de bière :p), Patrick (mon fournisseur de plantes :D), Zeinab, Elie, Fatima, Hongwei, Estelle, Maxime, Marwa, Maria, Morgan, Mel, Agnès, Faridha, Reine, Christ, Bader, Yassine, Ali, Amine, et Ahmed pour leur gentillesse et pour les bons moments que nous avons passés ensemble. Je n'oublie pas de remercier les stagiaires avec lesquels j'ai eu l'occasion de travailler : Ali et Salah. Votre aide n'est pas passée inaperçue. Merci Ali de m'avoir soutenu dans mes moments de stress (surtout pendant les impressions 3D, la calcination flash et ma toute première fois à conduire en France :p). Et Salah, merci pour ton aide avec les manip pendant ma dernière année de thèse. Ce fut un plaisir de travailler avec vous deux, et je vous souhaite le meilleur pour l'avenir. Je profite également pour remercier Noura et Bilal, anciens doctorants à l'IMT, qui m'ont transmis leurs connaissances et astuces sur les différentes manip liées à l'impression 3D. Vous avez toujours été prêts à m'aider et à me conseiller lorsque j'en avais besoin et je vous en suis très reconnaissante.

Et maintenant, au niveau du plan plus personnel, je remercie tous mes amis au Liban pour leur soutien au cours de ces trois années. Malgré tous les kilomètres qui nous séparent, vous avez toujours été à mes côtés, m'encourageant, me rappelant à quel point j'étais forte et que tout était possible avec ma détermination. Je remercie en particulier Diana, une amie que j'ai eu le plaisir de rencontrer au cours de ma première année d'études à l'université de Balamand. Je suis très heureuse d'avoir partagé de nombreux moments agréables avec toi depuis 2015. Je te remercie pour ton soutien continu, tes encouragements, ainsi que pour avoir toujours été à l'écoute. Je te souhaite bon courage pour la suite de ta thèse.

Je remercie chaleureusement tous les membres de ma famille au Liban et à l'étranger. J'aimerais en particulier exprimer ma gratitude à mon frère Georges et à ma sœur Nour, qui m'ont soutenu depuis le début, et plus particulièrement au cours des trois dernières années. Merci de m'avoir encouragée à poursuivre mes études en France et à me lancer dans le monde de la recherche. Vous êtes pour moi une source d'inspiration et de motivation. Occupés par votre propre thèse et travail, vous avez toujours trouvé le temps de m'écouter et de me guider lorsque j'en avais besoin. J'apprends chaque jour de plus en plus de vous et de vos expériences. Merci pour vos conseils pertinents et votre soutien sans faille. Merci de m'avoir motivée à toujours faire de mon mieux dans tout ce que je fais. Vous êtes pour moi un exemplaire et je suis fière d'être votre sœur. Nour, merci d'être toujours à l'écoute. Je sais que dans les moments difficiles je peux toujours compter sur toi. Tu es ma meilleure amie, et pas seulement ma sœur. Nos petits voyages de dernière minute non planifiés étaient pour moi une évasion de la thèse et un moment de joie et de bonheur.

Enfin, je remercie infiniment mes chers parents, pour leur soutien sans faille tout au long de ma vie et de ma carrière universitaire, et surtout pour leur amour inconditionnel...

Résumé

L'impression 3D du béton est l'une des technologies de construction les plus récentes. Elle offre des avantages et des opportunités par rapport à la méthode de construction traditionnelle, notamment la rapidité de la construction et la flexibilité de la conception architecturale. Cependant, la plupart des encres imprimables utilisées à ce jour nécessitent une forte teneur en ciment, dont la production génère de fortes émissions de CO₂. La réduction de l'impact environnemental du béton imprimable est actuellement au centre des préoccupations des chercheurs qui visent à utiliser des matériaux alternatifs pour remplacer le ciment et réduire sa forte consommation dans les mélanges imprimables en 3D. Ces travaux de recherche portent sur la valorisation de matériaux alternatifs et innovants, actuellement considérés comme des déchets, dans l'impression 3D, afin de développer des mélanges imprimables à faible impact environnemental. Les matériaux alternatifs utilisés sont les sédiments de dragage, les poudres de fibres de verre polyester et la terre excavée. Ces matériaux sont choisis pour leur potentiel de valorisation, leurs propriétés intrinsèques et pour la nécessité urgente de les gérer en raison de leur grande quantité. Par ailleurs, peu de travaux sont consacrés à la valorisation de ces types de matériaux dans l'impression 3D du béton, d'où l'objectif de cette thèse. Une méthodologie expérimentale est ainsi mise en œuvre pour développer des mélanges optimaux. Tout d'abord, l'extrudabilité et la buildabilité sont évaluées et vérifiées afin de valider l'imprimabilité des mélanges développés. Ensuite, les propriétés à l'état frais et durci des mortiers imprimables sont étudiées. De plus, dans ces travaux, différentes échelles d'impression sont testées, depuis l'échelle du laboratoire jusqu'à celle d'une imprimante 3D. Dans la première partie de l'étude, le sédiment flash calciné est utilisé dans une formulation témoin imprimable, produisant un liant binaire (ciment/sédiment flash calciné) et un liant ternaire (ciment/sédiment flash calciné/filler calcaire), et les poudres de fibres de verre polyester sont utilisées, en tant que renfort, dans la formulation témoin, substituant une partie du sable. Dans la deuxième partie de l'étude, la terre est utilisée en tant que substitut total du sable. Les résultats de la première partie de l'étude montrent que plusieurs mélanges contenant du sédiment flash calciné sont imprimables. Ces mélanges contiennent 5 et 10% de sédiment lorsque le sédiment est valorisé seul, et 10 et 20% de sédiment lorsqu'il est valorisé avec 20 et 30% de filler calcaire, respectivement. Une substitution du ciment de 50% est donc atteinte avec le mélange imprimable contenant 20% de sédiment et 30% de filler calcaire. En outre, les mélanges contenant jusqu'à 10% de poudres de fibres de verre polyester sont également imprimables. D'autre part, les résultats de la deuxième partie de l'étude montrent que les formulations développées avec un taux élevé de terre excavée et une faible teneur en ciment sont imprimables et résistantes. Les formulations imprimables contiennent différentes quantités de terre, environ 2, 4 et 6 fois la quantité du ciment, la formulation la plus écologique ayant une teneur en terre de 1602 kg/m³ et une teneur en ciment de 282 kg/m³. Ces travaux de recherche mettent en évidence la possibilité de développer de nouveaux mélanges écologiques et résistants à base de matériaux de substitution, qui peuvent être utilisés dans des applications de construction par impression 3D.

Mots clés : Matériaux alternatifs, Valorisation, Sédiments de dragage, Terre excavée, Poudres de fibres de verre polyester, Impression 3D.

Abstract

Concrete 3D Printing is one of the newest technologies in the field of construction. It offers advantages and opportunities over the traditional construction method, notably speed of construction and flexibility of architectural design. However, most printable materials used nowadays require a high cement content, the production of which generates significant CO₂ emissions. Reducing the environmental impact of printable concrete is currently the focus of researchers who aim to use alternative materials to replace cement and reduce its high consumption in 3D printable mixes. This research work focuses on the valorization of alternative and innovative materials, currently considered as waste, in 3D printing, to develop printable mixtures with low environmental impact. The alternative materials used are dredged sediments, polyester glass-fiber powders and excavated soil. These materials are chosen for their recycling potential, their intrinsic properties, and the urgency of their management due to their large quantity. Moreover, little work is devoted to the recycling of these specific types of waste in concrete 3D printing, hence the objective of this thesis. An experimental methodology is therefore implemented to develop optimal mixtures. First, the extrudability and buildability are evaluated and verified in order to validate the printability of the developed mixes. Then, the fresh and hardened properties of the printable mortars are studied. Furthermore, in this research, different printing scales are tested, from the laboratory scale to the 3D printer scale. In the first part of the study, flash-calcined sediment is used in a printable control mixture, producing a binary binder (cement/flash-calcined sediment) and a ternary binder (cement/flash-calcined sediment/limestone filler), and polyester glass-fiber powders are used, as reinforcement, in the control mixture, substituting a portion of the sand. In the second part of the study, excavated soil is used as a total substitute for sand. The results of the first part of the study show that several mixtures containing flash-calcined sediment are printable. These mixtures contain 5 and 10% of sediment when used alone, and 10 and 20% of sediment when used with 20 and 30% of limestone filler, respectively. A cement substitution of 50% is therefore achieved with the printable mixture containing 20% of sediment and 30% of limestone filler. In addition, mixtures containing up to 10% of polyester glass-fiber powders are also printable. Furthermore, the results of the second part of the study show that formulations with a high content of excavated soil and a low cement content are printable and resistant. The printable formulations contain different amounts of soil, about 2, 4 and 6 times the amount of cement, with the most environmentally friendly formulation having a soil content of 1602 kg/m³ and a cement content of 282 kg/m³. This research work highlights the possibility of developing new ecological and resistant mixtures based on alternative materials that can be used in 3D printing construction applications.

Key words: Alternative materials, Recycling, Dredged sediments, Excavated soil, Polyester glass-fiber powders, 3D printing.

Sommaire

Remerciements	i
Résumé	iii
Abstract	iv
Liste des Figures	x
Liste des Tableaux	xv
Introduction Générale	1
CHAPITRE 1 : ÉTAT DE L'ART.....	4
1. L'impression 3D	4
1.1. Techniques d'impression 3D dans la construction	5
1.2. Avantages et opportunités apportés par l'impression 3D	7
1.3. Situation actuelle des applications d'impression 3D.....	8
1.4. Propriétés générales des matériaux imprimables et paramètres d'impression	8
1.5. Propriétés à l'état frais des mortiers imprimables en 3D.....	10
1.5.1. Mesure de l'extrudabilité des mortiers.....	10
1.5.2. Mesure de la buildabilité et de la résistance des mortiers au très jeune âge	12
1.5.3. Comportement rhéologique et transition d'état des mortiers imprimables.....	13
1.5.4. Effet de la composition du mélange sur le comportement rhéologique des mortiers imprimables.....	15
1.6. Propriétés à l'état durci des mortiers imprimés en 3D	16
1.7. Problématique environnementale de l'impression 3D	18
1.8. Matériaux alternatifs dans l'impression 3D	18
2. Les matériaux alternatifs.....	19
2.1. Problématique environnementale du domaine de la construction.....	19
2.2. Sédiments de dragage	20
2.2.1. Définition et problématique des sédiments.....	20
2.2.2. Origine et composition générale des sédiments.....	20
2.2.3. Le traitement des sédiments.....	20
2.2.4. Valorisation des sédiments dans le domaine de la construction	23
2.2.5. Valorisation des sédiments dans l'impression 3D.....	24
2.3. Poudres (micro fibres) de verre polyester.....	24
2.3.1. Utilisation des fibres dans l'impression 3D	26
2.4. Terre excavée	27
2.4.1. Contexte historique de la terre excavée	27

2.4.2.	Problématique actuelle de la terre excavée.....	28
2.4.3.	Valorisation de la terre excavée dans le domaine de la construction	29
2.4.4.	Valorisation de la terre excavée dans l'impression 3D	29
3.	Conclusion	31
CHAPITRE 2 : MATÉRIAUX ET MÉTHODES DE CARACTÉRISATION DE MORTIERS IMPRIMABLES ...		34
1.	Introduction.....	34
2.	Matériaux	34
2.1.	Ciment	34
2.2.	Sédiment de dragage.....	34
2.2.1.	Présentation du four et du procédé de calcination flash	35
2.3.	Filler Calcaire	36
2.4.	Poudres de fibres de verre polyester	37
2.5.	Sable	37
2.6.	Terre excavée	38
2.7.	Adjuvants.....	39
2.7.1.	Superplastifiants (SP).....	39
2.7.1.1.	Saturation en superplastifiant.....	40
a.	Mode opératoire – Cône de Marsh.....	40
b.	Mode opératoire – Mini-cône	41
2.7.2.	Agent modifiant de viscosité (AMV).....	42
3.	Méthodes de caractérisation de mortiers imprimables.....	43
3.1.	Extrudabilité par pistolet manuel.....	43
3.2.	Buildabilité par l'essai d'affaissement modifié.....	44
3.3.	Cahier des charges expérimental	45
3.4.	Propriétés à l'état frais	46
3.4.1.	Étalement par table à secousses	46
3.4.2.	Temps de prise	46
3.4.3.	Essai de pénétration de cône	47
3.4.4.	Impression à l'échelle d'une imprimante 3D de laboratoire.....	47
3.5.	Propriétés à l'état durci.....	49
3.5.1.	Résistances mécaniques.....	49
3.5.1.1.	Moulage normalisé/compacté	49
3.5.1.2.	Moulage non compacté	50
3.5.1.3.	Impression par pistolet.....	50
3.5.1.4.	Impression par imprimante.....	51
3.5.1.5.	Conditions de cure des mortiers	53

3.5.2.	Porosité accessible au mercure	53
4.	Etude de l'hydratation des mélanges.....	54
4.1.	Calorimétrie semi-adiabatique (Langavant).....	54
4.2.	Calorimétrie isotherme	54
4.3.	Analyse thermogravimétrique (ATG)	54
5.	Acceptabilité environnementale par test de lixiviation	55
6.	Conclusion	56
CHAPITRE 3 : VALORISATION DE SÉDIMENTS DE DRAGAGE ET DE POUDRES DE FIBRES DE VERRE POLYESTER DANS UNE MATRICE CIMENTAIRE IMPRIMABLE EN 3D.....		
1.	Introduction.....	57
2.	Formulation témoin imprimable	57
3.	Valorisation du sédiment flash calciné dans une matrice cimentaire imprimable	63
3.1.	Méthodologie de formulation de mortiers à base de liant binaire ciment/sédiment flash calciné 63	
3.2.	Caractérisation des mortiers à base de liant binaire ciment/sédiment flash calciné	63
3.2.1.	Caractérisation à l'état frais	64
3.2.1.1.	Extrudabilité et buildabilité	64
3.2.1.2.	Diamètre d'étalement et temps de prise	65
3.2.1.3.	Essai de pénétration de cône	67
3.2.2.	Caractérisation à l'état durci	68
3.2.2.1.	Résistances mécaniques.....	68
3.2.2.2.	Porosité accessible au mercure.....	75
3.3.	Influence du sédiment flash calciné sur l'hydratation des mélanges	76
3.3.1.	Calorimétrie semi-adiabatique.....	76
3.3.2.	Calorimétrie isotherme	77
3.3.3.	Analyse thermogravimétrique (ATG)	79
3.4.	Résumé des résultats de la valorisation du sédiment flash calciné dans une matrice cimentaire imprimable	80
4.	Valorisation du sédiment dans une matrice imprimable à base de liant ternaire ciment/sédiment flash calciné/filler calcaire	82
4.1.	Méthodologie de formulation de mortiers à base de liant ternaire ciment/sédiment flash calciné/filler calcaire.....	82
4.2.	Caractérisation des mortiers à base de liant ternaire ciment/sédiment flash calciné/filler calcaire.....	83
4.2.1.	Caractérisation à l'état frais	83
4.2.1.1.	Extrudabilité et buildabilité.....	83
4.2.1.2.	Diamètre d'étalement et temps de prise	85

4.2.1.3.	Essai de pénétration de cône	86
4.2.1.4.	Résumé des résultats à l'essai frais	87
4.2.2.	Caractérisation à l'état durci	88
4.2.2.1.	Résistances mécaniques.....	88
4.2.2.2.	Porosité accessible au mercure.....	93
4.3.	Influence du sédiment flash calciné et du filler calcaire sur l'hydratation des mélanges.	94
4.3.1.	Calorimétrie semi-adiabatique.....	94
4.3.2.	Calorimétrie isotherme	95
4.3.3.	Analyse thermogravimétrique.....	96
4.4.	Résumé des résultats de la valorisation du sédiment dans une matrice imprimable à base de liant ternaire ciment/sédiment flash calciné/filler calcaire	97
5.	Valorisation de poudres de fibres de verre polyester dans une matrice cimentaire imprimable	100
5.1.	Méthodologie de formulation de mortiers à base de poudres de fibres de verre polyester	100
5.2.	Caractérisation des mortiers à base de poudres de fibres de verre polyester	100
5.2.1.	Caractérisation à l'état frais	100
5.2.1.1.	Extrudabilité et buildabilité.....	100
5.2.1.2.	Diamètre d'étalement et temps de prise.....	102
5.2.1.3.	Essai de pénétration de cône	103
5.2.1.4.	Résumé des résultats à l'état frais	104
5.2.2.	Caractérisation à l'état durci	104
5.2.2.1.	Résistances mécaniques.....	104
5.3.	Influence des poudres de fibres de verre polyester sur l'hydratation des mélanges	107
5.3.1.	Calorimétrie semi-adiabatique.....	107
5.4.	Résumé des résultats de la valorisation des poudres de fibres de verre polyester dans une matrice cimentaire imprimable.....	108
6.	Acceptabilité environnementale des mélanges imprimables à base de sédiments flash calcinés	109
7.	Conclusion	111
CHAPITRE 4 : VALORISATION DE LA TERRE EXCAVÉE DANS UN MORTIER IMPRIMABLE EN 3D...		114
1.	Introduction.....	114
2.	Méthodologie de formulation.....	114
2.1.	Saturation du ciment en superplastifiant au cône de Marsh.....	115
2.2.	Saturation du ciment et de la terre en superplastifiant au mini-cône.....	118
2.3.	Saturation des mélanges de ciment/terre en superplastifiant au mini-cône	121
3.	Développement et caractérisation de formulations imprimables à l'état frais.....	123

3.1.	Extrudabilité, buildabilité et diamètre d'étalement.....	123
3.1.1.	Détermination du pourcentage de SP pour la Formulation 1.....	123
3.1.2.	Détermination du pourcentage de SP pour la Formulation 2.....	125
3.1.3.	Détermination du pourcentage de SP pour la Formulation 3.....	126
3.1.4.	Composition finale des trois formulations et impression à l'échelle d'une imprimante de laboratoire.....	128
3.2.	Temps de prise.....	130
3.3.	Essai de pénétration de cône.....	131
4.	Caractérisation de formulations imprimables à l'état durci.....	132
4.1.	Résistance à la compression.....	133
4.2.	Porosité accessible au mercure.....	136
5.	Influence de la terre sur l'hydratation des mélanges.....	138
5.1.	Calorimétrie semi-adiabatique.....	138
5.2.	Calorimétrie isotherme.....	139
5.3.	Analyse thermogravimétrique.....	140
6.	Acceptabilité environnementale des formulations imprimables à base de terre excavée.....	141
7.	Application de formulations imprimables à base de terre excavée à l'échelle réelle de construction.....	143
8.	Conclusion.....	145
	Conclusion générale.....	148
	Perspectives.....	151
	Références.....	153
	Annexe 1 – Fiche technique de CHRYSO®Fluid Optima 100.....	166
	Annexe 2 – Fiche technique de MasterSuna SBS 4131.....	168
	Annexe 3 – Fiche technique de MasterGlenium ACE 456.....	171
	Annexe 4 – Fiche technique de BELITEX® ADDICHAP.....	173

Liste des Figures

Figure 1.1: Processus d'impression 3D	5
Figure 1.2: Techniques d'impression 3D par (a) extrusion « FDM » [13] et (b) sur lit de poudre « D-shape » [14]	5
Figure 1.3: (a) Imprimante et (b) cinq maisons imprimées par XtreeE [19].....	6
Figure 1.4: (a) Première bâtiment imprimé en Europe et (b) première maison à deux étages imprimée aux États-Unis par COBOD [20]	6
Figure 1.5: Projets (a) TECLA House et (b) GAIA House réalisés par Crane WASP [21].....	7
Figure 1.6: Exigences d'impression 3D: extrudabilité, buildabilité et résistance.....	9
Figure 1.7: Corrélations entre les paramètres d'impression 3D.....	9
Figure 1.8: (a) Vitesse de déplacement de buse (b) accélérée et (c) réduite [44]	11
Figure 1.9: Forme de buse (a) circulaire, (b) elliptique, (c) rectangulaire, (d) rectangulaire avec ailes latérales et (e) rectangulaire avec rainures [44]	11
Figure 1.10: (a) Hauteur optimale de dépôt vertical des couches, (b) faible hauteur de dépôt vertical des couches et (c) hauteur optimale de dépôt horizontal des couches [44]	12
Figure 1.11: Essais de buildabilité de mortier frais par (a, b) l'essai d'affaissement modifié [52,53], par (c) application de charge constante [54] et par (d) application continue de charge [55].....	13
Figure 1.12: Essai de résistance à la compression de mortier frais [57]	13
Figure 1.13: Evolution du seuil de cisaillement en fonction du temps [60]	14
Figure 1.14: Evolution du seuil de cisaillement en fonction du temps selon Perrot et selon Roussel [64]	15
Figure 1.15: Influence de (a) la teneur en eau, du (b) filler calcaire, du (c) superplastifiant et du (d) modificateur de viscosité sur l'évolution du seuil de cisaillement et du taux de structuration pour un mortier imprimable [51].....	16
Figure 1.16: Charge appliquée par rapport à l'orientation des couches imprimées.....	17
Figure 1.17: Schéma de montage de l'unité de calcination flash [126]	22
Figure 1.18: Chambre de combustion de l'unité de calcination flash [126]	22
Figure 1.19: Production mondiale de fibres en 2021 [167]	25
Figure 1.20: Mortier imprimable contenant des granulats recyclés avec des fibres de polyéthylène [178]	26
Figure 1.21: Produit final imprimé avec 0,5% de fibres de basalte [181]	27
Figure 1.22: Répartition mondiale des zones contenant avec des structures en terre [189].....	28
Figure 1.23: (a) Extrudeuse de briques commerciale et (b) briques extrudées dans un laboratoire [204]	30
Figure 1.24: Mur isolant imprimé à base de terre, de sable et de ciment [209]	30
Figure 1.25: Matériau imprimé à base de terre et d'alginate [210].....	31
Figure 1.26: Système d'extrusion développé pour l'impression de torchis [211]	31
Figure 2.1: Schéma du four de calcination flash utilisé pour le traitement du sédiment.....	35
Figure 2.2: Courbes granulométriques du ciment, du sédiment flash calciné et du filler calcaire	36
Figure 2.3: Courbe granulométrique des poudres de fibres de verre polyester.....	37
Figure 2.4: Courbe granulométrique du sable	37
Figure 2.5: Courbe granulométrique de la terre excavée	38
Figure 2.6: Aspect de la terre (a) avant et (b) après le tamisage à 2 mm	38
Figure 2.7: Cône de Marsh utilisé pour mesurer la saturation du liant en superplastifiant	40
Figure 2.8: Mini-cône utilisé pour mesurer la saturation du liant en superplastifiant	42
Figure 2.9: Etalement de pâte adjuvantée avec l'essai du mini-cône.....	42

Figure 2.10: Pistolet utilisé pour l'impression 3D à petite échelle.....	43
Figure 2.11: Extrusion d'un (a) matériau trop fluide, et d'un (b) matériau trop sec et dur à extruder	44
Figure 2.12: Couches d'un (a) matériau buildable, et d'un (b) matériau non buildable.....	44
Figure 2.13: Montage et étapes de l'essai d'affaissement modifié pour mesurer la buildabilité.....	45
Figure 2.14: Valeur de hauteur finale (h_f) minimale acceptée pour l'essai de buildabilité (4,5 cm)	45
Figure 2.15: Hauteur finale (h_f) d'un (a) matériau buildable, et d'un (b) matériau non buildable mesurée avec l'essai de buildabilité.....	45
Figure 2.16: Essai d'étalement par table à secousses.....	46
Figure 2.17: Essai de temps de prise de mortier.....	46
Figure 2.18: Essai de pénétration de cône.....	47
Figure 2.19: Imprimante 3D de laboratoire et pompe [226].....	48
Figure 2.20: Difficultés rencontrées lors des premiers essais d'impression : (a) instabilité et effondrement de la structure, (b) modification du débit de la pompe durant l'impression, (c) déséquilibre et instabilité des couches imprimées, et (d) extrusion discontinue d'un matériau sec et effondrement de la structure.....	49
Figure 2.21: Buse rectangulaire (3 x 1 cm) utilisée pour impression à l'intérieur des moules.....	50
Figure 2.22: Aspect des éprouvettes (a) imprimées dans le moule, et (b) après le démoulage.....	50
Figure 2.23: Direction d'application de la charge d'écrasement parallèlement aux couches imprimées pour les essais de (a) flexion et (b) compression.....	51
Figure 2.24: Etapes de réalisation d'éprouvettes 4 x 4 x 16 cm avec l'imprimante : (a) rectangle imprimé et découpé en plusieurs blocs (b) bloc à découper en éprouvettes prismatiques avec une tronçonneuse, et (c) éprouvettes finales de 4 x 4 x 16 cm obtenues à partir des blocs.....	52
Figure 2.25: (a) Désignation des axes X, Y, et Z par rapport à la direction de l'impression 3D des couches, et direction d'application de la charge d'écrasement parallèle (selon l'axe Y) et perpendiculaire (selon l'axe Z) aux couches imprimées des éprouvettes découpées pour les essais de (b) flexion et (c) compression.....	52
Figure 2.26: Conservation des moules dans des sacs en plastique pendant 24 heures.....	53
Figure 2.27: (a) Couverture du rectangle imprimé et découpé en blocs pendant 24 heures, et (b) stockage des blocs dans des sacs en plastiques jusqu'aux essais d'écrasement.....	53
Figure 2.28: Test de lixiviation.....	56
Figure 3.1: Extrudabilité des mélanges avec (a) 0%, (b) 0,12%, (c) 0,24% et (d) 0,36% SP.....	59
Figure 3.2: Buildabilité des mélanges avec (a) 0%, (b) 0,12%, (c) 0,24% et (d) 0,36% SP.....	59
Figure 3.3: Etalement des mélanges avec (a) 0%, (b) 0,12%, (c) 0,24% et (d) 0,36% SP.....	59
Figure 3.4: Extrudabilité des mélanges avec 0,24% SP et (a) 0%, (b) 0,4% et (c) 0,8% AMV.....	60
Figure 3.5: Buildabilité des mélanges avec 0,24% SP et (a) 0%, (b) 0,4% et (c) 0,8% AMV.....	61
Figure 3.6: Etalement des mélanges avec 0,24% SP et (a) 0%, (b) 0,4% et (c) 0,8% AMV.....	61
Figure 3.7: Extrudabilité, buildabilité et étalement de la formulation témoin.....	62
Figure 3.8: Impression de la formulation témoin à l'échelle de l'imprimante de laboratoire.....	62
Figure 3.9: Extrudabilité de (a) la formulation témoin et des mélanges (b) FS5, (c) FS10, (d) FS15 et (e) FS20.....	64
Figure 3.10: Buildabilité des mélanges valorisant du sédiment flash calciné en (cm).....	65
Figure 3.11: Impression de FS10 à l'échelle de l'imprimante de laboratoire.....	65
Figure 3.12: Diamètre d'étalement des mélanges valorisant du sédiment flash calciné.....	66
Figure 3.13: Temps initial et final de prise pour les mélanges valorisant du sédiment flash calciné ...	66
Figure 3.14: Seuil de cisaillement des mélanges valorisant du sédiment flash calciné en fonction du temps.....	67
Figure 3.15: Résistance à la compression des éprouvettes normalisées des mélanges valorisant du sédiment flash calciné 1 à 1, 7, 28 et 90 jours.....	69

Figure 3.16: Résistance à la compression de REF, REF-NC et REF-IP à 1, 7, 28 et 90 jours.....	70
Figure 3.17: Résistance à la compression de FS5, FS5-NC et FS5-IP à 1, 7, 28 et 90 jours.....	70
Figure 3.18: Résistance à la compression de FS10, FS10-NC et FS10-IP à 1, 7, 28 et 90 jours.....	71
Figure 3.19: Direction d'application de la charge d'écrasement (a) parallèle et (b) perpendiculaire aux couches imprimées.....	71
Figure 3.20: Résistance à la compression de REF, REF-Z et REF-Y à 1, 7, 28 et 90 jours.....	72
Figure 3.21: Résistance à la compression de FS10, FS10-Z et FS10-Y à 1, 7, 28 et 90 jours.....	72
Figure 3.22: Résistance à la compression de REF, REF-IP et REF-Y à 1, 7, 28 et 90 jours.....	73
Figure 3.23: Résistance à la compression de FS10, FS10-IP et FS10-Y à 1, 7, 28 et 90 jours.....	73
Figure 3.24: Eprouvettes imprimées (a) avec le pistolet et (b) avec l'imprimante.....	75
Figure 3.25: Température des mortiers valorisant du sédiment flash calciné par calorimétrie semi-adiabatique.....	77
Figure 3.26: Chaleur d'hydratation et chaleur cumulée dégagée par les pâtes de ciment contenant du sédiment flash calciné par calorimétrie isotherme.....	78
Figure 3.27: Chaleur cumulée dégagée par les pâtes de ciment contenant du sédiment flash calciné par calorimétrie isotherme durant la première heure.....	78
Figure 3.28: Courbes ATG des pâtes de ciment contenant du sédiment flash calciné après 90 jours d'hydratation.....	79
Figure 3.29: Extrudabilité des mélanges (a) FS10L10, (b) FS10L20, (c) FS20L20 et (d) FS20L30.....	83
Figure 3.30: Buildabilité des mélanges (a) FS10L10, (b) FS10L20, (c) FS20L20 et (d) FS20L30.....	83
Figure 3.31: Buildabilité des mélanges contenant du sédiment flash calciné et du filler calcaire en (cm).....	84
Figure 3.32: Impression de FS10L20 à l'échelle de l'imprimante de laboratoire.....	84
Figure 3.33: Impression de FS20L30 à l'échelle de l'imprimante de laboratoire.....	85
Figure 3.34: Diamètre d'étalement des mélanges contenant du sédiment flash calciné et du filler calcaire.....	85
Figure 3.35: Temps initial et final de prise pour les mélanges contenant du sédiment flash calciné et du filler calcaire.....	86
Figure 3.36: Seuil de cisaillement des mélanges contenant du sédiment flash calciné et du filler calcaire en fonction du temps.....	87
Figure 3.37: Résistance à la compression des éprouvettes normalisées des mélanges contenant du sédiment flash calciné et du filler calcaire à 1, 7, 28 et 90 jours.....	89
Figure 3.38: Résistance à la compression de FS10L20, FS10L20-NC et FS10L20-IP à 1, 7, 28 et 90 jours.....	90
Figure 3.39: Résistance à la compression de FS20L30, FS20L30-NC et FS20L30-IP à 1, 7, 28 et 90 jours.....	90
Figure 3.40: Résistance à la compression de FS10L20, FS10L20-Z et FS10L20-Y à 1, 7, 28 et 90 jours.....	91
Figure 3.41: Résistance à la compression de FS20L30, FS20L30-Z et FS20L30-Y à 1, 7, 28 et 90 jours.....	91
Figure 3.42: Résistance à la compression de FS10L20, FS10L20-NC et FS10L20-Y à 1, 7, 28 et 90 jours.....	92
Figure 3.43: Résistance à la compression de FS20L30, FS20L30-NC et FS20L30-Y à 1, 7, 28 et 90 jours.....	92
Figure 3.44: Température des mortiers contenant du sédiment flash calciné et du filler calcaire par calorimétrie semi-adiabatique.....	94
Figure 3.45: Chaleur d'hydratation et chaleur cumulée dégagée par les pâtes de ciment contenant du sédiment flash calciné et du filler calcaire par calorimétrie isotherme.....	95
Figure 3.46: Chaleur cumulée dégagée par les pâtes de ciment contenant du sédiment flash calciné et du filler calcaire par calorimétrie isotherme durant la première heure.....	96

Figure 3.47: Courbes ATG des pâtes de ciment contenant du sédiment flash calciné et du filler calcaire après 90 jours d'hydratation.....	97
Figure 3.48: Extrudabilité des mélanges (a) PV2, (b) PV4, (c) PV6, (d) PV8 et (e) PV10	101
Figure 3.49: Buildabilité des mélanges (a) PV2, (b) PV4, (c) PV6, (d) PV8 et (e) PV10.....	101
Figure 3.50: Buildabilité des mélanges valorisant des poudres de fibres de verre polyester en (cm) 101	
Figure 3.51: Impression de PV4 à l'échelle de l'imprimante de laboratoire	102
Figure 3.52: Impression de PV10 à l'échelle de l'imprimante de laboratoire	102
Figure 3.53: Diamètre d'étalement des mélanges valorisant des poudres de fibres de verre polyester	102
Figure 3.54: Temps initial et final de prise pour les mélanges valorisant des poudres de fibres de verre polyester.....	103
Figure 3.55: Seuil de cisaillement des mélanges valorisant des poudres de fibres de verre polyester en fonction du temps	104
Figure 3.56: Résistance à la flexion des éprouvettes normalisées des mélanges valorisant des poudres de fibres de verre polyester à 1, 7, 28 et 90 jours.....	105
Figure 3.57: Résistance à la flexion des éprouvettes imprimées par pistolet des mélanges valorisant des poudres de fibres de verre polyester à 1, 7, 28 et 90 jours.....	105
Figure 3.58: Résistance à la compression des éprouvettes normalisées des mélanges valorisant des poudres de fibres de verre polyester à 1, 7, 28 et 90 jours	106
Figure 3.59: Résistance à la compression des éprouvettes imprimées par pistolet des mélanges valorisant des poudres de fibres de verre polyester à 1, 7, 28 et 90 jours	107
Figure 3.60: Température des mortiers valorisant des poudres de fibres de verre polyester par calorimétrie semi-adiabatique	108
Figure 4.1: Temps d'écoulement en secondes du ciment avec MasterSuna SBS 4131 à 5, 15, 30 et 60 minutes.....	116
Figure 4.2: Temps d'écoulement en secondes du ciment avec CHRYSO®Fluid Optima 100 à 5, 15, 30 et 60 minutes.....	117
Figure 4.3: Temps d'écoulement en secondes du ciment avec MasterGlenium ACE 456 à 5, 15, 30 et 60 minutes.....	117
Figure 4.4: Temps d'écoulement en secondes du ciment avec MasterSuna SBS 4131, MasterGlenium ACE 456 et CHRYSO®Fluid Optima 100 à (a) 5 minutes, (b) 15 minutes, (c) 30 minutes et (d) 60 minutes.....	118
Figure 4.5: Etalement du ciment avec MasterSuna SBS 4131 à 5, 15 et 30 minutes.....	119
Figure 4.6: Etalement du ciment avec CHRYSO®Fluid Optima 100 à 5, 15 et 30 minutes	119
Figure 4.7: Etalement du ciment avec MasterGlenium ACE 456 à 5, 15 et 30 minutes	119
Figure 4.8: Etalement de la partie fine de la terre avec MasterSuna SBS 4131 à 5, 15 et 30 minutes.....	120
Figure 4.9: Etalement de la partie fine de la terre avec CHRYSO®Fluid Optima 100 à 5, 15 et 30 minutes.....	120
Figure 4.10: Etalement de la partie fine de la terre avec MasterGlenium ACE 456 à 5, 15 et 30 minutes	121
Figure 4.11: Etalement des mélanges de ciment et de la partie fine de la terre (F1, F2 et F3) avec MasterGlenium ACE 456 à 5, 15 et 30 minutes	122
Figure 4.12: Etalement du ciment, de la terre et des mélanges de ciment et de la partie fine de la terre (F1, F2 et F3) avec MasterGlenium ACE 456 à 15 minutes	122
Figure 4.13: Extrudabilité des mélanges de la Formulation 1 avec (a) 0,45%, (b) 0,48% et (c) 0,51% SP	124
Figure 4.14: Buildabilité des mélanges de la Formulation 1 avec (a) 0,45%, (b) 0,48% et (c) 0,51% SP	124

Figure 4.15: Etalement des mélanges de la Formulation 1 avec (a) 0,45%, (b) 0,48% et (c) 0,51% SP	124
Figure 4.16: Extrudabilité des mélanges de la Formulation 2 avec (a) 0,72% et (b) 0,75% SP	125
Figure 4.17: Buildabilité des mélanges de la Formulation 2 avec (a) 0,72% et (b) 0,75% SP	126
Figure 4.18: Etalement des mélanges de la Formulation 2 avec (a) 0,72% et (b) 0,75% SP	126
Figure 4.19: Extrudabilité des mélanges de la Formulation 3 avec (a) 0,87% et (b) 0,9% et (c) 1% SP	127
Figure 4.20: Buildabilité des mélanges de la Formulation 3 avec (a) 0,87% et (b) 0,9% et (c) 1% SP ..	127
Figure 4.21: Etalement des mélanges de la Formulation 3 avec (a) 0,87% et (b) 0,9% et (c) 1% SP ..	127
Figure 4.22: Impression de F1 à l'échelle de l'imprimante de laboratoire	129
Figure 4.23: Impression de F2 à l'échelle de l'imprimante de laboratoire.....	129
Figure 4.24: Impression de F3 à l'échelle de l'imprimante de laboratoire.....	129
Figure 4.25: Temps initial et final de prise pour F1, F2 et F3	130
Figure 4.26: Aspect visuel et texture à l'état frais des formulations (a) F1, (b) F2 et (c) F3	131
Figure 4.27: Seuil de cisaillement des trois formulations en fonction du temps.....	132
Figure 4.28: Résistance à la compression des trois formulations à 1, 7 et 28 jours selon la norme NF EN 196-1	133
Figure 4.29: Résistance à la compression des différents types d'éprouvettes de F1 à 1, 7 et 28 jours	134
Figure 4.30: Résistance à la compression des différents types d'éprouvettes de F2 à 1, 7 et 28 jours	134
Figure 4.31: Résistance à la compression des différents types d'éprouvettes de F3 à 1, 7 et 28 jours	135
Figure 4.32: Rupture de cube imprimé avec l'imprimante chargé dans (a) la direction Z et (b) la direction Y.....	136
Figure 4.33: Rupture de béton cubique classique (NF EN 12390-3)	136
Figure 4.34: Eprouvettes imprimées (a) avec le pistolet et (b) avec l'imprimante	137
Figure 4.35: Aspect d'éprouvettes (a) compactées et (b) non compactées de la formulation F1.....	138
Figure 4.36: Température des mortiers par calorimétrie semi-adiabatique	139
Figure 4.37: Chaleur d'hydratation et chaleur cumulée dégagée par les pâtes de fines par calorimétrie isotherme	140
Figure 4.38: Courbes ATG des pâtes de fines après 28 jours d'hydratation	141
Figure 4.39: Mur de résistance équivalente réalisé avec (a) des parpaings et (b) des couches imprimées en 3D	145

Liste des Tableaux

Tableau 1.1: Techniques de traitement des sédiments et des matériaux de dragage [129].....	21
Tableau 2.1: Composition chimique du ciment.....	34
Tableau 2.2: Composition minéralogique du ciment.....	34
Tableau 2.3: Composition chimique du sédiment flash calciné.....	36
Tableau 2.4: Composition chimique des poudres de fibres de verre polyester	37
Tableau 2.5: Composition chimique de la terre excavée	39
Tableau 2.6: Caractéristiques des superplastifiants.....	39
Tableau 2.7: Valeurs seuils selon l'admission des stations de stockage et le guide méthodologique Sétra en (mg/kg).....	55
Tableau 3.1: Composition, hauteur finale et diamètre d'étalement des mélanges testés avec différents dosages de SP	58
Tableau 3.2: Résumé des résultats d'extrudabilité et de buildabilité pour les mélanges contenant différents dosages de SP	60
Tableau 3.3: Composition, hauteur finale et diamètre d'étalement des mélanges testés avec différents dosages d'AMV et 0,24% de SP	60
Tableau 3.4: Résumé des résultats d'extrudabilité et de buildabilité pour les mélanges contenant 0,24% de SP et différents % d'AMV.....	61
Tableau 3.5: Composition de la formulation témoin imprimable.....	62
Tableau 3.6: Composition du liant en (%) et des mélanges valorisant du sédiment flash calciné	63
Tableau 3.7: Résumé des résultats d'extrudabilité et de buildabilité pour les mélanges valorisant du sédiment flash calciné	65
Tableau 3.8: Abréviations et références des quatre méthodes de fabrication d'éprouvettes	68
Tableau 3.9: Porosité totale des différentes éprouvettes des mélanges valorisant du sédiment flash calciné après 28 et 90 jours d'hydratation en (%).....	75
Tableau 3.10: Age et température du pic d'hydratation des mortiers valorisant du sédiment flash calciné par calorimétrie semi-adiabatique.....	77
Tableau 3.11: Perte de masse et teneur en portlandite des pâtes de ciment contenant du sédiment flash calciné mesurées après 90 jours d'hydratation en (%) par ATG.....	79
Tableau 3.12: Composition du liant en (%), de la formulation témoin et des mélanges imprimables valorisant du sédiment flash calciné (kg/m ³)	81
Tableau 3.13: Composition du liant en (%) et des mélanges contenant du sédiment flash calciné et du filler calcaire	82
Tableau 3.14: Résumé des résultats d'extrudabilité et de buildabilité pour les mélanges contenant du sédiment flash calciné et du filler calcaire	84
Tableau 3.15: Porosité totale des différentes éprouvettes des mélanges contenant du sédiment flash calciné et du filler calcaire après 28 et 90 jours d'hydratation en (%).....	93
Tableau 3.16: Age et température du pic d'hydratation des mortiers contenant du sédiment flash calciné et du filler calcaire par calorimétrie semi-adiabatique	94
Tableau 3.17: Perte de masse et teneur en portlandite des pâtes de ciment contenant du sédiment flash calciné et du filler calcaire mesurées après 90 jours d'hydratation en (%) par ATG.....	97
Tableau 3.18: Composition du liant en (%), de la formulation témoin et des mélanges imprimables contenant du sédiment flash calciné et du filler calcaire en (kg/m ³).....	99
Tableau 3.19: Composition des mélanges valorisant des poudres de fibres de verre polyester	100
Tableau 3.20: Résumé des résultats d'extrudabilité et de buildabilité pour les mélanges valorisant des poudres de fibres de verre polyester	101

Tableau 3.21: Age et température du pic d'hydratation des mortiers valorisant des poudres de fibres de verre polyester par calorimétrie semi-adiabatique	108
Tableau 3.22: Composition de la formulation témoin et des mélanges imprimables valorisant des poudres de fibres de verre polyester en (kg/m ³)	109
Tableau 3.23: Valeurs des contaminants dans le sédiment flash calciné et valeurs seuils selon l'admission des stations de stockage et le guide méthodologique Sétra en (mg/kg)	110
Tableau 3.24: Valeurs des contaminants dans la formulation témoin et les mélanges imprimables valorisant du sédiment flash calciné et valeurs seuils selon l'admission des stations de stockage et le guide méthodologique Sétra en (mg/kg)	111
Tableau 3.25: Composition du liant en (%), de la formulation témoin et des mélanges imprimables valorisant du sédiment flash calciné en (kg/m ³)	112
Tableau 4.1: Formulations préliminaires.....	115
Tableau 4.2: Composition des mélanges de la Formulation 1	124
Tableau 4.3: Composition des mélanges de la Formulation 2	125
Tableau 4.4: Composition des mélanges de la Formulation 3	127
Tableau 4.5: Composition des trois formulations imprimables F1, F2 et F3 à base de terre excavée	128
Tableau 4.6: Abréviation et références des quatre méthodes de fabrication d'éprouvettes pour la formulation 1.....	132
Tableau 4.7: Porosité totale des différentes éprouvettes après 28 jours d'hydratation en (%).....	136
Tableau 4.8: Age et température du pic d'hydratation des mortiers par calorimétrie semi-adiabatique	139
Tableau 4.9: Perte de masse et teneur en portlandite des pâtes de fines mesurées après 28 jours d'hydratation en (%) par ATG.....	141
Tableau 4.10: Valeurs des contaminants dans la terre excavée et valeurs seuils selon l'admission des stations de stockage et le guide méthodologique Sétra en (mg/kg)	142
Tableau 4.11: Valeurs des contaminants dans les formulations imprimables (F1, F2 et F3) et valeurs seuils selon l'admission des stations de stockage et le guide méthodologique Sétra en (mg/kg)	143
Tableau 4.12: Résistance à la compression des formulations imprimables à 28 jours en (MPa)	144
Tableau 4.13: Classes de résistance pour le parpaing (blocs en béton de granulats courants)	144
Tableau 4.14: Composition des trois formulations imprimables en (kg/m ³)	146

Introduction Générale

Dans un contexte de croissance démographique et d'évolution des pratiques de construction, différentes techniques ont été développées et adoptées pour répondre correctement aux besoins croissants en termes de logement. Récemment, des progrès remarquables ont été réalisés en faveur de l'automatisation dans le secteur industriel et dans la construction, pour tous les avantages qu'elle pourrait apporter au domaine. Aujourd'hui, la fabrication additive ou l'impression 3D est l'une des techniques les plus récentes de construction « automatisée ». L'impression 3D présente plusieurs avantages par rapport à la méthode traditionnelle de construction, tels qu'une rapidité de construction, un coût global plus réduit et, surtout, une plus grande efficacité en termes de conservation des ressources en réduisant le nombre d'ouvriers et la quantité de déchets produits. Néanmoins, en raison de la nouveauté de l'impression 3D dans le domaine de la construction, un effort de recherche constant est toujours en cours pour mieux comprendre cette nouvelle technologie et atteindre son potentiel maximal et sa vulgarisation. Cependant, le béton utilisé aujourd'hui pour l'impression 3D est trop exigeant et nécessite une forte teneur en ciment pour répondre à certaines propriétés rhéologiques et mécaniques. Il est donc nécessaire de réduire l'impact environnemental et économique du béton imprimé en diminuant sa forte consommation en ciment en explorant la possibilité d'introduire des matériaux alternatifs.

D'autre part, le secteur de la construction a un impact important sur l'environnement, étant l'un des plus grands utilisateurs de ressources énergétiques et naturelles. En parallèle à ce constat, de très grandes quantités de matériaux alternatifs, tels que les sédiments de dragage, les fibres de verre polyester et les terres excavées sont générées chaque année et leur gestion devient de plus en plus complexe d'un point de vue économique et environnemental. Ainsi, la problématique environnementale, le manque de ressources naturelles et la forte génération de matériaux alternatifs constituent un ensemble de défis dans le secteur de la construction. Par conséquent, ce dernier cherche aujourd'hui à atténuer son impact carbone en utilisant les matériaux alternatifs « déchets » dans la construction afin de surmonter ces défis économiques et écologiques.

Récemment, la valorisation des sédiments de dragage, des fibres/poudres de verre polyester et des terres excavées dans le domaine de la construction a fait l'objet de plusieurs études et projets de recherche. Néanmoins, peu d'études ont été consacrées à la valorisation de ces matériaux alternatifs dans l'impression 3D du béton.

L'objectif de cette thèse est de développer des formulations imprimables, résistantes, écologiques et durables en valorisant des matériaux alternatifs. La valorisation de ces matériaux pourrait ainsi apporter des avantages économiques et écologiques importants en réduisant les coûts et l'impact environnemental de l'utilisation de grandes quantités de ciment dans les mélanges d'impression 3D.

Nos travaux de recherche abordent deux axes principaux de valorisation des matériaux alternatifs dans l'impression 3D :

Le premier axe vise à développer des formulations imprimables à base d'une matrice cimentaire intégrant des sédiments de dragage et des poudres de fibres de verre polyester. Cet axe est divisé en trois parties principales, chacune visant une approche différente de la valorisation :

- 1) La valorisation du sédiment flash calciné dans une formulation témoin imprimable, en tant que liant, en produisant un liant binaire (ciment/sédiment flash calciné) ;

- 2) La substitution davantage de ciment à travers la production d'un liant ternaire (ciment/sédiment flash calciné/filler calcaire) ;
- 3) La valorisation de poudres de fibres de verre polyester, en tant que renfort, dans la formulation témoin, en substituant une partie du sable.

Le deuxième axe vise à développer des formulations imprimables résistantes à partir de terres excavées.

Une méthodologie expérimentale est mise en place pour développer les différents mélanges contenant les matériaux alternatifs. Les mélanges sont évalués pour leur imprimabilité ainsi que pour leurs propriétés et caractéristiques. Une série de tests au laboratoire est mise en place pour étudier l'influence des différents matériaux sur les propriétés rhéologiques et mécaniques des mélanges imprimables/imprimés. En outre, l'hydratation et la réactivité des mélanges sont étudiées. Enfin, l'innocuité environnementale des mélanges élaborés est validée par des tests de lixiviation.

Les travaux de recherche de cette thèse sont présentés dans ce manuscrit sous forme de 4 chapitres :

Chapitre 1 : Etat de l'art. Ce premier chapitre présente une étude bibliographique relative à l'impression 3D et aux matériaux alternatifs utilisés. La première partie de ce chapitre présente l'impression 3D avec les différentes techniques utilisées dans la construction, les avantages et opportunités, ainsi que la situation actuelle des applications de l'impression 3D. Ensuite, l'influence de différents paramètres d'impression sur un mortier imprimable ainsi que les exigences demandées à l'état frais et durci sont présentées. La deuxième partie du chapitre met en évidence la problématique associée à l'impact environnemental du secteur industriel et souligne le bénéfice potentiel associé à la valorisation des ressources secondaires et des matériaux alternatifs comme nouvelles sources dans le secteur de la construction. Par conséquent, une revue des sédiments de dragage, des poudres (micro fibres) de verre polyester et des terres excavées est réalisée. Cet état des connaissances résume les enjeux liés à ces matériaux, ainsi que l'état actuel de leur utilisation en construction et en impression 3D. Enfin, ce chapitre se termine par la présentation de notre cahier des charges (démarche expérimentale et limites de la thèse).

Chapitre 2 : Matériaux et méthodes de caractérisation de mortiers imprimables. Dans ce chapitre, nous présentons les différents matériaux utilisés dans nos recherches ainsi que les méthodes de caractérisation des mortiers imprimables. Tout d'abord, les matériaux utilisés sont décrits et leur caractérisation est présentée. Ensuite, un cahier des charges expérimental avec des exigences liées à l'impression 3D est défini afin de valider l'imprimabilité des formulations élaborées. En outre, une liste de tests permettant d'évaluer les mortiers imprimables à l'état frais et durci est décrite. Plusieurs propriétés des mortiers peuvent ainsi être évaluées, notamment le temps de prise, l'évolution du seuil de cisaillement en fonction du temps, les résistances mécaniques et la porosité des échantillons imprimés et non imprimés. De plus, afin d'étudier l'hydratation et l'influence de l'ajout des différents matériaux sur la réactivité des mélanges, des tests calorimétriques ainsi que des analyses thermogravimétriques sont adoptés. Enfin, des tests de lixiviation sont réalisés afin de valider l'innocuité environnementale des mélanges imprimables élaborés.

Chapitre 3 : Valorisation de sédiments de dragage et de poudres de fibres de verre polyester dans une matrice cimentaire imprimable en 3D. Ce chapitre vise à valoriser des sédiments flash calciné et des poudres de fibres de verre polyester issues d'un broyage fin de matériaux composites thermodurcissables dans une matrice cimentaire imprimable en 3D. Ce chapitre est divisé en trois parties. La première partie vise à valoriser du sédiment flash calciné dans une formulation témoin imprimable, en tant que liant, en produisant un liant binaire (ciment/sédiment flash calciné). La

seconde partie vise à substituer davantage le ciment à travers la production d'un liant ternaire (ciment/sédiment flash calciné/filler calcaire). Et enfin, la troisième partie vise à valoriser les poudres de fibres de verre polyester, en tant que renfort, dans la formulation témoin. De ce fait, une méthodologie est suivie pour développer les différents mélanges afin d'évaluer l'effet de l'incorporation des matériaux alternatifs sur les propriétés rhéologiques et mécaniques d'une matrice cimentaire imprimable. Ainsi, chaque mélange est évalué pour son imprimabilité, puis caractérisé selon les différents essais présentés au chapitre 2 à différentes échelles, ainsi qu'à l'état frais et durci. L'hydratation est également évaluée pour étudier l'influence de l'ajout des matériaux alternatifs sur la réactivité des mélanges. Enfin, l'innocuité environnementale des mélanges imprimables élaborés est validée par des tests de lixiviation.

Chapitre 4 : Valorisation de la terre excavée dans un mortier imprimable en 3D. Ce chapitre est consacré à la mise en œuvre de formulations imprimables, résistantes, écologiques et durables à base de terre excavée. Une méthodologie de formulation est suivie pour développer trois formulations imprimables. Ainsi, une série d'essais expérimentaux est appliquée pour trouver le superplastifiant le plus approprié pour les formulations et le dosage adéquat pour rendre les formulations imprimables. Dans ce chapitre, nous présentons ensuite les résultats de la caractérisation des formulations à l'état frais et durci. L'hydratation est également évaluée afin d'étudier l'influence de l'ajout de la terre sur la réactivité des mélanges. De plus, l'innocuité environnementale des formulations élaborées à partir de la terre excavée est vérifiée par des tests de lixiviation. Enfin, les résistances obtenues sont comparées à celles de blocs de béton traditionnels porteurs et non porteurs afin d'évaluer le grade structurel des formulations imprimables élaborées dans ce chapitre à partir de terre excavée à l'échelle réelle pour la construction.

CHAPITRE 1 : ÉTAT DE L’ART

Ce chapitre présente une étude bibliographique sur l’impression 3D et les matériaux alternatifs utilisés dans la construction. La première partie de ce chapitre se focalise sur l’impression 3D et ses différentes techniques, ses avantages et opportunités, ainsi que la situation actuelle de son application dans le domaine de la construction. Ensuite, l’influence de différents paramètres d’impression sur un mortier imprimable ainsi que les exigences demandées à l’état frais et durci sont présentées. La deuxième partie du chapitre met en évidence la problématique de l’impact environnemental du secteur industriel et souligne le bénéfice potentiel associé à la valorisation de matériaux alternatifs dans le secteur de la construction. Une revue de trois matériaux, tels que les sédiments de dragage, les poudres (micro fibres) de verre polyester et les terres excavées, est présentée. Les enjeux liés à ces matériaux ainsi que l’état actuel de leur utilisation dans la construction et l’impression 3D sont résumés. Enfin, ce chapitre présente le cahier des charges de cette thèse qui décrit brièvement la démarche expérimentale suivie ainsi que les limites du travail de recherche abordé.

1. L’impression 3D

Le secteur industriel bénéficie actuellement de la numérisation et de l’automatisation de diverses techniques de construction. Les principaux avantages que présente l’automatisation dans ce domaine sont la réduction du temps de construction, de la main-d’œuvre, de l’impact environnemental et de la consommation d’énergie. Dans ce contexte, un nouveau concept basé sur le principe de la fabrication additive (« additive manufacturing », AM) a été introduit. Ce principe, appelé aussi « impression 3D » est défini comme le processus d’assemblage de matériaux pour fabriquer des objets à partir de données de modèles 3D, généralement en déposant des couches successives les unes sur les autres [1].

Le processus d’impression comporte plusieurs étapes. Tout d’abord, l’objet souhaité est illustré/dessiné à l’aide d’un logiciel de modélisation de conception assistée par ordinateur (CAO), puis le modèle 3D-CAO de l’objet est converti en un format STL (« Standard Triangulation Language »). Ensuite, grâce à un processus appelé « slicing », le fichier STL est converti en un fichier G-code permettant de piloter des machines/outils à commande numérique. Ce fichier contient toutes les informations nécessaires pour représenter le modèle dans une liste de points de coordonnées cartésiennes 3D (X, Y, Z) constituant les couches à imprimer, ainsi qu’une liste d’instructions et d’ordres de mouvements dans le langage de l’imprimante et compréhensibles par celle-ci. Toutes ces données sont ensuite transmises à l’imprimante par un système informatique approprié pour lancer le processus d’impression et produire/imprimer l’objet physique final (Figure 1.1). L’impression 3D est donc un processus automatisé qui consiste à produire des objets imprimés en 3D par couches consécutives en utilisant la conception assistée par ordinateur.

L’idée de l’impression 3D a été introduite pour la première fois dans les années 1980 en utilisant la lumière UV [2]. La technique d’impression a ensuite reçu de plus en plus d’attention et s’est rapidement répandue ces dernières années. Dans ce contexte, de nombreuses nouvelles méthodes d’impression 3D ont été développées pour plusieurs types de matériaux, tels que les métaux [3], les céramiques [4] et les polymères [5]. En outre, plusieurs secteurs et industries ont adopté cette technologie, comme l’aérospatiale [6], la médecine [7] et l’alimentation [8].

Cependant, ce n'est qu'en 1997 que les matériaux cimentaires ont été introduits pour la première fois dans le domaine de l'impression 3D [9].

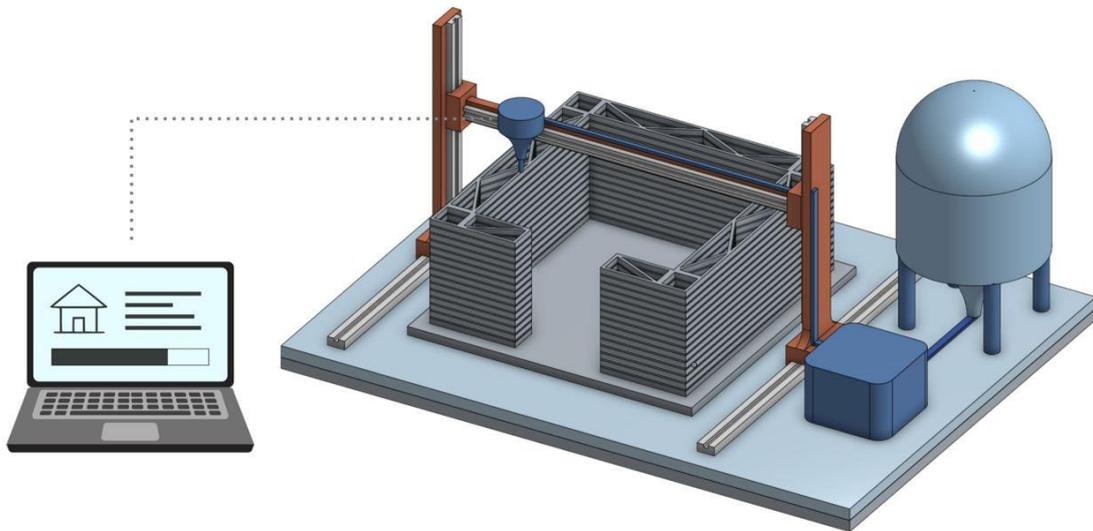


Figure 1.1: Processus d'impression 3D

1.1. Techniques d'impression 3D dans la construction

Aujourd’hui, il existe deux principaux procédés de fabrication additive appliqués dans les secteurs de la construction et de l'architecture qui sont dédiés aux matériaux cimentaires et au béton. Ces procédés sont l’extrusion basée sur la technique du « Fused Deposition Modelling » (FDM) (Figure 1.2 (a)) et l'impression sur lit de poudre (« D-Shape ») (Figure 1.2 (b)). Ces deux procédés sont caractérisés par la méthode de production d’objets 3D, qui est la conception additive [10,11]. Cependant, chaque méthode a été développée pour des applications distinctes et différentes. D’une part, la technique d’extrusion consiste à extruder du béton de manière continue à travers une buse montée sur un portique et à déposer des filaments de matériau les uns sur les autres. D’autre part, l'impression sur lit de poudre consiste à pulvériser sélectivement un liant liquide sur une couche de poudre déjà imprimée afin de la solidifier pour créer les objets finaux souhaités [2,12].



(a)

(b)

Figure 1.2: Techniques d'impression 3D par (a) extrusion « FDM » [13] et (b) sur lit de poudre « D-shape » [14]

Au fil des années, l’impression 3D est devenue une technique de construction connue et répandue dans le monde entier. L’année 2014 marque l’année où la première maison a été entièrement imprimée en 3D [15]. Cependant, la technique d’impression peut varier en fonction de la taille, des conditions et de la fonction des éléments et structures en béton à imprimer [16]. En effet, les techniques les plus utilisées pour l’impression d’éléments indépendants ou de petites maisons sont le bras robotique multiaxe, le portique ou le pont suspendu [17]. Par ailleurs, il existe aujourd’hui plusieurs grandes entreprises d’impression 3D, ainsi que de nombreuses nouvelles entreprises qui se développent chaque jour et très rapidement. Voici quelques exemples d’entreprises d’impression 3D connues et réputées [18] :

L’entreprise française « XtreeE » [19], créée en 2015, qui utilise un bras robotisé à 6 axes pour réaliser des structures complexes en béton (Figure 1.3 (a)). L’un de ses projets les plus connus de XtreeE est la réalisation des cinq premières maisons imprimées en 3D entièrement certifiées en France à Reims (Figure 1.3 (b)).



Figure 1.3: (a) Imprimante et (b) cinq maisons imprimées par XtreeE [19]

L’entreprise danoise « COBOD » [20] qui développe et fournit des imprimantes 3D dans le monde entier, comme la BOD (« Building On Demand ») et la BOD2 équipée de têtes d’impression à taille réglable. L’entreprise a commencé ses activités en 2017 avec la construction du premier bâtiment imprimé en 3D en Europe à Copenhague (Figure 1.4 (a)). COBOD et Holcim ont récemment collaboré à divers projets de construction innovants, notamment la première école imprimée au Malawi et les premiers logements abordables imprimés d’Afrique au Kenya. Parmi les projets récents de l’entreprise figure la construction de la première maison à deux étages aux États-Unis en collaboration avec « PERI 3D Construction » (Figure 1.4 (b)).



Figure 1.4: (a) Première bâtiment imprimé en Europe et (b) première maison à deux étages imprimée aux États-Unis par COBOD [20]

La « Crane WASP » [21] qui est l'une des plus grandes imprimantes 3D mesurant 12 m de haut et 7 m de large. Depuis 2012, l'entreprise italienne WASP fait partie des principaux fabricants de maisons imprimées en 3D. Ils travaillent sur la base de l'économie circulaire et des principes de durabilité. La Crane WASP est la première imprimante 3D modulaire à plusieurs étages. Elle peut être construite dans n'importe quelle forme en quelques jours seulement et dispose d'une surface d'impression de 50 m² par unité d'impression. Cela a permis la réalisation des projets « TECLA House » (Figure 1.5 (a)) et « GAIA House » (Figure 1.5 (b)).



(a)

(b)

Figure 1.5: Projets (a) TECLA House et (b) GAIA House réalisés par Crane WASP [21]

1.2. Avantages et opportunités apportés par l'impression 3D

L'impression 3D présente des caractéristiques technologiques qui ouvrent de nouvelles possibilités par rapport à la méthode de construction traditionnelle. Des recherches antérieures ont souligné que l'intégration de l'impression 3D dans la construction présente des avantages et des potentiels durables élevés, comme Kohtala [22] et Ford et al. [23]. En effet, la fabrication additive a lancé une nouvelle révolution dans le domaine de la construction, et elle est même appelée "construction à forme libre" [24]. Contrairement aux techniques de construction traditionnelles, où le béton est coulé à l'intérieur d'un moule personnalisé pour lui donner la forme souhaitée, le processus de l'impression 3D ne nécessite aucun coffrage pour soutenir les couches de béton imprimées. Ce fait a révélé des possibilités infinies pour les architectes, qui sont complètement libérés des contraintes de conception géométrique typiques. L'impression 3D a ouvert un nouveau domaine de conception en offrant la possibilité d'utiliser des formes curvilignes, plutôt que d'être limité à des formes rectilignes [25,26].

De même, Kreigner et al. [27] ont affirmé que l'impression 3D a potentiellement moins d'impact sur l'environnement et une plus faible demande énergétique par rapport aux techniques de construction conventionnelles. En outre, Faludi et al. [28] ont déclaré que l'impression 3D réduit la quantité de déchets et constitue un processus d'économie d'énergie, où la moindre quantité de matériau peut être utilisée, dans une approche plus intelligente, uniquement là où elle est nécessaire. De plus, l'impression 3D réduit significativement le coût du projet total, du fait que cette technique n'utilise pas de coffrage ou de main-d'œuvre excessive. Enfin, le plus grand avantage apporté par cette technologie est la réduction du temps de construction vu que l'impression 3D est un processus extrêmement rapide qui ne prend que quelques jours, voire quelques heures.

L'impression 3D permet donc une production flexible à faible coût et offre une meilleure optimisation des structures, ce qui peut aider à concevoir des structures efficaces et donc à économiser des matériaux. Elle permet également de réduire la production de déchets, notamment en termes d'utilisation de matériaux et de coffrage.

1.3. Situation actuelle des applications d'impression 3D

En raison de la nouveauté de l'impression 3D dans le domaine de la construction, un effort de recherche constant est toujours en cours pour mieux comprendre cette nouvelle technologie et atteindre son potentiel maximal [29]. Malgré le fait que différentes techniques ont été développées ces dernières années, l'impression 3D du béton ne peut être considérée comme une solution indépendante des stratégies de construction conventionnelles [30]. Actuellement, dans le contexte de l'impression 3D, il existe un manque de connaissances et de compréhension approfondies de toutes les propriétés de performance liées au comportement rhéologique du matériau imprimable ainsi qu'à la performance mécanique et structurelle d'un élément imprimé [31,32]. Jusqu'à présent, il manque encore de réglementations normatives et de protocoles d'essais de performance pour la fabrication de mélanges imprimables et de structures imprimées [33]. Par exemple, contrairement au concept du béton traditionnel qui est coulé dans des moules de forme spécifique, le processus d'impression 3D, consistant en la superposition de couches, pourrait affecter de manière significative les performances d'un élément en béton imprimé dû au risque élevé de production d'un grand nombre de vides entre les couches imprimées. En outre, l'état de durcissement n'est pas le même pour toutes les couches imprimées. Ainsi, tous ces paramètres, liés au processus d'empilement des couches, créent un défi pour le béton imprimé, ce qui n'est pas le cas pour le béton traditionnel [29].

1.4. Propriétés générales des matériaux imprimables et paramètres d'impression

L'impression 3D, considérée comme une méthode de construction très exigeante, nécessite la maîtrise de plusieurs paramètres d'impression. Plus précisément, l'impression 3D est divisée en deux étapes principales. La première étape consiste à pomper et à extruder le matériau à travers la buse de l'imprimante, tandis que la deuxième étape concerne la déposition du matériau. Ainsi, afin d'assurer un bon écoulement du matériau lors de la première étape, ainsi qu'une haute stabilité lors de la deuxième étape, le matériau doit avoir un contrôle complet de ses propriétés rhéologiques, et il doit rester homogène tout au long du processus. D'une part, le matériau imprimable doit avoir une fluidité suffisante durant la première étape pour être pompé correctement et pouvoir sortir de la buse de l'imprimante sans se bloquer. Cette étape est liée à la maniabilité initiale du matériau, est appelée « extrudabilité ». Pendant le processus d'extrusion, un débit de pompage régulier doit être maintenu pour permettre l'extrusion constante d'une couche [34]. D'autre part, le matériau imprimé doit être suffisamment rigide et ferme pour permettre la stabilité de sa forme une fois déposé pour pouvoir supporter son propre poids ainsi que celui de tout ce qui vient s'y déposer pour assurer la stabilité et éviter l'effondrement de la structure imprimée. Cette étape est liée au temps d'ouvrabilité, à la rhéologie et au cisaillement du matériau, est appelée « buildabilité » ou « constructabilité ». Ces contradictions dans le comportement du matériau nécessitent des propriétés rhéologiques particulières afin de mener un processus d'impression adéquat.

Physiquement parlant, une transition doit avoir lieu entre la première et la deuxième étape du processus d'impression. Le matériau doit subir une transition d'état, passant d'un comportement liquide (pendant le pompage) à un comportement solide (après le dépôt). Par conséquent, pour qu'un matériau soit considéré comme adapté à l'impression 3D, il doit répondre à des exigences très fondamentales et doit maintenir un équilibre entre ces différentes propriétés fraîches [35].

Cependant, il ne suffit pas que le matériau soit extrudable et buildable, il doit également être performant et résistant. De ce fait, pour qu'un matériau soit considéré comme convenablement

imprimable, il doit répondre aux exigences d’impression suivantes : extrudabilité, buildabilité et résistance (Figure 1.6).

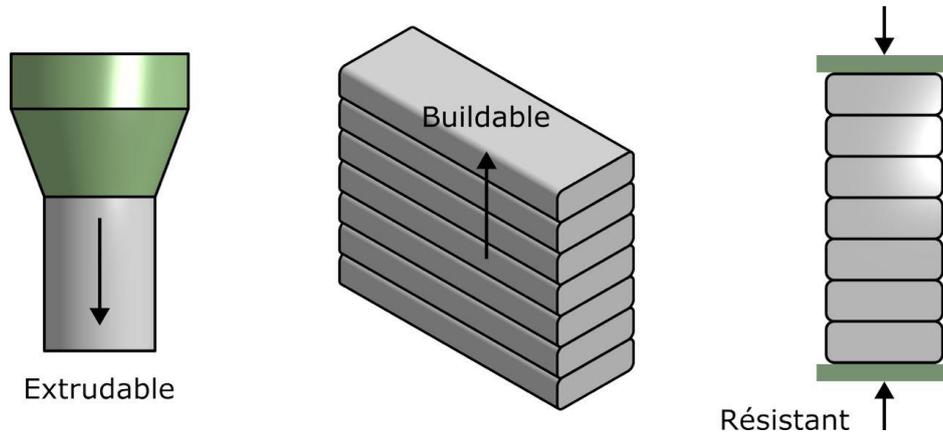


Figure 1.6: Exigences d’impression 3D: extrudabilité, buildabilité et résistance

Par ailleurs, l’impression 3D nécessite une forte corrélation entre différents facteurs, tels que la forme à imprimer, le matériau, et les forces appliquées sur cette forme imprimée (Figure 1.7). Tout changement de matériau peut donc nécessiter une modification et une adaptation des paramètres de réglage et des conditions d’impression.

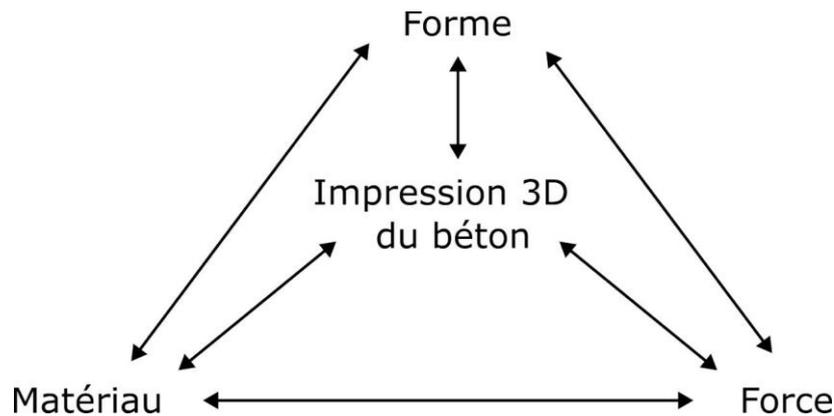


Figure 1.7: Corrélation entre les paramètres d’impression 3D

En outre, il existe également une liaison et une dépendance très importante dans l’impression 3D entre la forme, la géométrie et les dimensions de la buse de l’imprimante et le diamètre maximal des particules des matériaux à imprimer. Cette relation est essentielle et doit être prise en compte pour éviter tout problème de blocage au niveau de la buse de l’imprimante lors de l’extrusion. Ainsi, des études ont tenté de trouver une relation entre le choix de la buse et le diamètre maximal (D_{max}) des particules utilisées pour assurer une bonne extrusion du matériau [29,36]. El Cheikh et al. [37] ont démontré qu’un rapport de diamètre D_{buse}/D_{max} supérieur à 5 ne provoque pas de blocage lors de l’extrusion.

D’autres facteurs peuvent également influencer le processus d’impression ainsi que les performances mécaniques du produit imprimé final, notamment la qualité de la liaison et de l’interface entre les couches successives imprimées. Ces facteurs comprennent la méthode de dépôt des couches, l’intervalle de temps entre les dépôts de couches, la vitesse d’impression, ainsi que la pression et le débit de pompage.

Par exemple, Bos et al. [29] ont identifié différentes méthodes de dépôt des couches en fonction du procédé d'impression et du mouvement de la buse de l'imprimante. La déposition des couches peut se faire sous une forme continue (spirale), où la tête d'impression se déplace progressivement vers le haut, dans le sens vertical et horizontal, et passe d'une couche à une autre sans s'arrêter. La déposition des couches peut également se faire sous une forme discontinue (couche par couche), où la tête d'impression s'arrête puis se déplace verticalement puis horizontalement d'une couche à l'autre. Cela peut se produire en arrêtant ou non l'écoulement du matériau de la tête d'impression lorsqu'elle se déplace entre les couches.

Concernant les autres facteurs, un grand intervalle de temps d'impression diminue l'adhésion entre les couches successives [38–40] et une augmentation de la vitesse d'impression introduit de larges pores [41]. De plus, une faible pression d'impression induit une plus grande rugosité de surface qui conduit à une augmentation des vides entre les couches successives [12,42], alors qu'une pression d'impression plus élevée peut forcer les bulles d'air existantes à l'intérieur d'une couche à s'échapper et à rester piégées entre les couches [43].

Par conséquent, un équilibre doit toujours être maintenu entre les paramètres d'impression en fonction des propriétés rhéologiques du matériau utilisé. Ainsi, le processus d'impression 3D est toujours confronté à de nombreux changements et modifications, et nécessite plusieurs essais et corrections itératifs afin d'obtenir les bonnes conditions et paramètres d'impression pour l'ensemble du système d'impression ainsi que pour le matériau utilisé et ses propriétés.

1.5. Propriétés à l'état frais des mortiers imprimables en 3D

Comme expliqué précédemment, le matériau imprimable doit d'abord avoir une fluidité suffisante pour être pompé correctement mais doit changer de comportement très rapidement et devenir suffisamment rigide pour garantir la stabilité de sa forme une fois déposé. Une transition doit donc avoir lieu entre ces deux étapes du processus d'impression 3D. Ainsi, pour une compréhension adéquate et complète du matériau, il est nécessaire de fournir une description claire de l'aspect et du comportement à l'état frais du matériau directement après le mélange jusqu'à un certain temps après l'impression. Par ailleurs, selon Le et al. [34], la maniabilité, l'extrudabilité, la buildabilité et le temps de prise du matériau représentent les paramètres essentiels pour qualifier l'adaptabilité du matériau cimentaire pour l'impression 3D.

1.5.1. Mesure de l'extrudabilité des mortiers

Un matériau imprimable doit tout d'abord avoir un niveau de maniabilité et de fluidité approprié afin de pouvoir s'écouler facilement de la buse de l'imprimante. Le matériau ne doit pas être si rigide qu'il provoque un blocage au niveau de la tête d'extrusion, mais il ne doit pas non plus être si fluide qu'il s'écoule tout seul sous l'effet de la gravité. Il est donc essentiel de trouver un bon équilibre de fluidité du matériau en question, ainsi que de prendre en considération tout autre facteur externe qui pourrait influencer le processus d'extrusion.

Dans la littérature, plusieurs études ont été réalisées pour évaluer la qualité des couches imprimées ainsi que pour étudier l'effet de différents paramètres sur le processus d'extrusion des matériaux. L'évaluation adoptée dans la majorité des études a pris la forme d'essais expérimentaux itératifs et d'observations visuelles, où les auteurs ont noté par exemple la forme, l'apparence, la qualité, le diamètre des couches imprimées.

Une revue systématique de 70 articles scientifiques par Yang et al. [44] montre qu'il y a quatre paramètres de conception de buse qui possèdent les impacts potentiels les plus élevés sur

l'imprimabilité. Ces paramètres sont la vitesse de déplacement de la buse, sa taille, sa forme et la hauteur de dépôt du matériau entre la buse et les couches. Cependant, cette étude a examiné l'impact de la buse non seulement sur l'extrudabilité, mais aussi sur la buildabilité et la liaison entre les couches imprimées.

En ce qui concerne la vitesse de déplacement de buse (Figure 1.8 (a)), l’analyse de Yang et al. [44] a montré qu’une vitesse de déplacement excessive entraîne une contrainte de traction à l’intérieur du filament, qui est susceptible de se fissurer (Figure 1.8 (b)). D’autre part, la réduction de la vitesse de déplacement de la buse peut entraîner un dépôt excessif de matériau ainsi qu’une déformation localisée et une épaisseur de couche qui auront un impact négatif sur la liaison entre les couches (Figure 1.8 (c)).

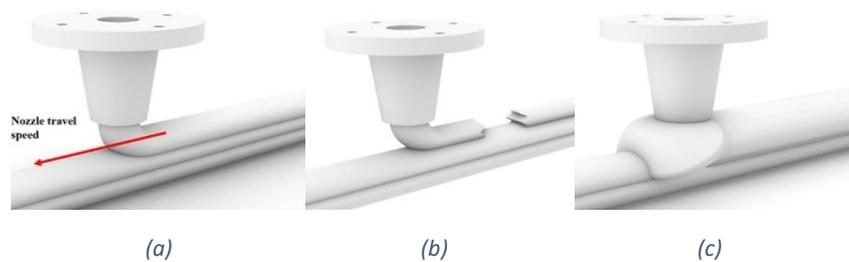


Figure 1.8: (a) Vitesse de déplacement de buse (b) accélérée et (c) réduite [44]

L'analyse de Yang et al. [44] a également mis en évidence l'influence des différentes tailles et formes de buses utilisées en impression 3D dans des études antérieures. La Figures 1.9 (a, b, c, d, et e) illustrent respectivement une forme de buse circulaire, elliptique, rectangulaire, rectangulaire avec ailes latérales et rectangulaire avec rainures. Ils ont montré que chacune des buses présente des avantages ainsi que des limitations et ont également montré que le choix de la forme et de la taille de la buse dépend de plusieurs paramètres, tels que la simplicité/complexité du chemin à parcourir, les angles et la forme finale souhaitée des couches imprimées.

Ils ont également établi un lien entre la taille maximale des agrégats et la forme de la buse d'extrusion et ont constaté que, pour éviter les blocages, il est suggéré que le rapport entre le diamètre de la buse et la taille maximale des agrégats ne soit pas inférieur à 4.

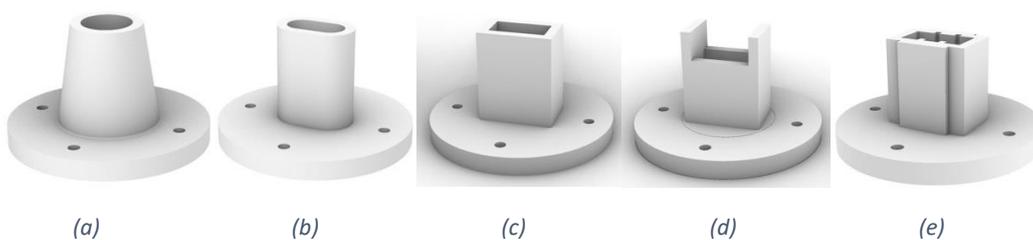


Figure 1.9: Forme de buse (a) circulaire, (b) elliptique, (c) rectangulaire, (d) rectangulaire avec ailes latérales et (e) rectangulaire avec rainures [44]

Enfin, l'analyse a porté sur l'effet de la hauteur de dépôt du matériau, qui représente la distance entre la buse de l'imprimante et les couches. Les Figures 1.10 (a, b et c) représentent respectivement une hauteur optimale de dépôt vertical des couches, une faible hauteur de dépôt vertical des couches et une hauteur optimale de dépôt horizontal des couches. Ils ont déduit qu’une réduction de la hauteur de dépôt conduit à une augmentation de la surface de contact entre les couches, affectant ainsi négativement la force de liaison. Cependant, une augmentation de la hauteur de dépôt peut également avoir des effets négatifs sur la liaison et les résistances des couches. Par exemple, Panda et al. [45] ont rapporté une réduction d'environ 22% de la résistance de liaison lorsque la distance entre

la buse et les couches est passée de 0 à 20 mm. De même, Ding et al. [46] ont constaté une réduction de 39% de la résistance à la flexion lorsque la distance entre la buse et les couches est passée de 5 mm à 10 mm.

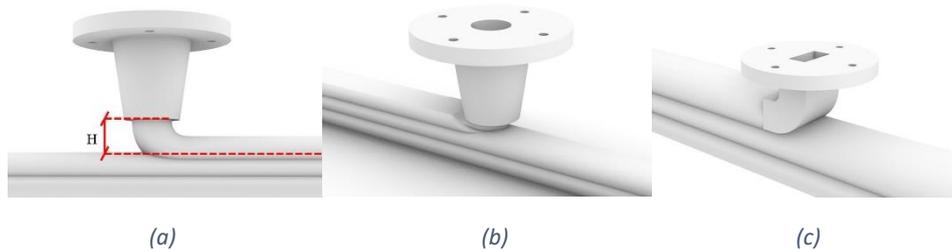


Figure 1.10: (a) Hauteur optimale de dépôt vertical des couches, (b) faible hauteur de dépôt vertical des couches et (c) hauteur optimale de dépôt horizontal des couches [44]

Il est donc essentiel d'adapter les paramètres susmentionnés de la buse d'impression aux propriétés rhéologiques du mélange et à sa composition afin d'optimiser le processus d'extrusion et de dépôt du matériau en question.

1.5.2. Mesure de la buildabilité et de la résistance des mortiers au très jeune âge

Dans la littérature, plusieurs méthodes ont été développées et utilisées afin d'évaluer la conformité des mortiers imprimables en termes de buildabilité, de qualité/forme et de résistance à jeune âge.

Certaines études ont adopté des méthodes très simples comme par exemple, Zhang et al. [47] qui ont évalué la buildabilité du matériau par des observations visuelles. Ils ont simplement noté les déformations des couches imprimées ou l'effondrement de l'élément entier. Une autre étude de Kazemian et al. [48] a considéré qu'une bonne qualité d'impression correspond à une bonne qualité de surface, à des bords carrés des couches et à une cohérence dimensionnelle. D'autres études ont fait plusieurs tentatives pour suivre l'évolution de la rigidité et de la buildabilité du matériau cimentaire dans le temps. Par exemple, Mechtcherine et al. ont essayé d'adapter les tests de pénétration et les tests d'écoulement par gravité afin qu'ils soient compatibles avec les mortiers imprimables [49]. L'avantage de ces méthodes est qu'elles utilisent des outils simples et peuvent être réalisées instantanément et rapidement. Rubio et al. [50] ont utilisé le piston conique pour l'essai de pénétration afin d'étudier l'effet de différentes compositions de mélange sur les propriétés rhéologiques du mortier imprimable. Baz et al. [51] ont utilisé la méthode de pénétration au cône pour évaluer différents constituants tels que le superplastifiant, le modificateur de viscosité, la charge calcaire et la teneur en eau sur l'évolution du seuil de cisaillement des mortiers avec le temps.

D'autre part, certaines études ont évalué la buildabilité et la capacité de maintien de la forme du mortier frais par l'essai d'affaissement modifié [52,53] (Figure 1.11 (a) et (b)). Ce test consiste à appliquer une charge ou un poids constant sur le mortier frais et à observer et mesurer sa déformation, son diamètre d'étalement ou son affaissement. Le poids appliqué peut différer en fonction de l'objectif et des conditions de chaque étude. Par exemple, Ilcan et al. [52] et Nematollahi et al. [53] ont appliqué une charge de 600 g, tandis que Ye et al. [54] ont appliqué une charge de 1 kg (Figure 1.11 (c)). Cependant, contrairement aux études précédentes qui ont appliqué une seule charge constante à un moment spécifique sur le mortier frais, une étude a mesuré l'évolution de la déformation et l'affaissement du mortier suite à l'application consécutive et continue de la charge en plaçant des plaques de façon à simuler le processus d'empilement des couches [55] (Figure 1.11 (d)).

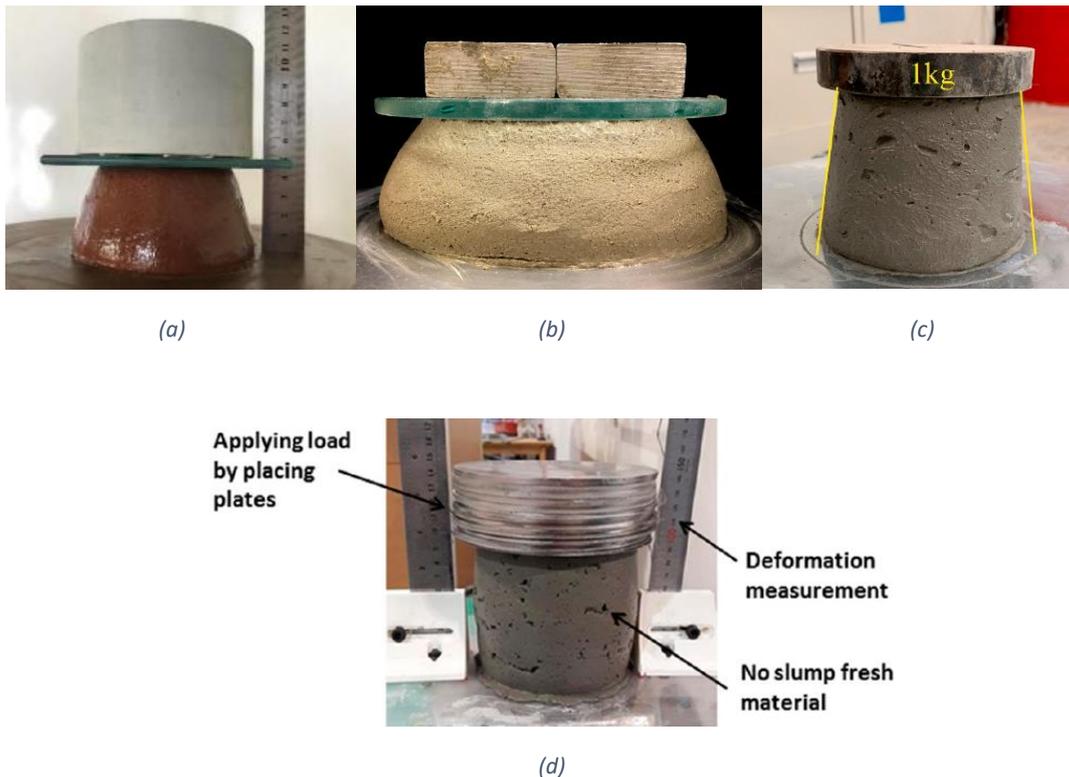


Figure 1.11: Essais de buildabilité de mortier frais par (a, b) l’essai d’affaissement modifié [52,53], par (c) application de charge constante [54] et par (d) application continue de charge [55]

La résistance du mortier à l’état frais a été mesurée en stimulant le processus d’impression et le poids des couches supérieures par un test d’écrasement ou de compression [56–58]. Skibicki et al. [57] ont utilisé un dispositif de compression à faible force entre 5 et 200 N afin d’évaluer les propriétés du mélange (Figure 1.12). Ainsi, ils ont enregistré la déformation de l’échantillon en appliquant une charge sur celui-ci après un certain intervalle de temps (10, 15 et 20 secondes) pour trois temps de test (après 15, 30 et 45 minutes d’ajout de l’eau).



Figure 1.12: Essai de résistance à la compression de mortier frais [57]

1.5.3. Comportement rhéologique et transition d’état des mortiers imprimables

Le passage de l’état fluide à l’état solide des mortiers cimentaires repose entièrement sur la cinétique de la constitution mécanique de la structure du matériau. Les mortiers frais subissent une modification progressive de leurs caractéristiques physiques, rhéologiques et chimiques. Par ailleurs, la rhéologie d’une pâte cimentaire est initialement liée à la floculation des particules de ciment. Cette floculation permet au matériau déposé de développer un seuil de cisaillement initial, qui lui permet de résister aux contraintes externes. Le matériau continue ensuite à développer sa structure interne pendant plusieurs secondes pour atteindre sa configuration finale [59]. Simultanément, alors que le matériau est encore dans sa phase dormante, la nucléation d’hydrates plus solides se forme. Ainsi, la phase de

structuration du matériau a lieu, résultant de l'augmentation de la taille et du nombre de ponts d'hydrates entre les particules de ciment [38].

Dans le cas de l'impression 3D, une fois que la couche est déposée, elle doit atteindre un seuil de cisaillement adéquat afin de résister à l'effet de la gravité, ainsi qu'au poids supplémentaire des couches suivantes. Par conséquent, le seuil de cisaillement du matériau doit augmenter progressivement avec le dépôt continu de couches afin d'éviter l'effondrement de l'objet imprimé. Ainsi, le seuil de cisaillement de la couche inférieure la plus chargée doit être corrélé avec la densité du mélange utilisé (ρ), la constante de gravité (g), la hauteur actuelle (h) et la hauteur finale de l'élément imprimé (H). Le phénomène global, depuis le dépôt de la première couche jusqu'à l'achèvement de l'ensemble de la structure, est illustré dans la Figure 1.13.

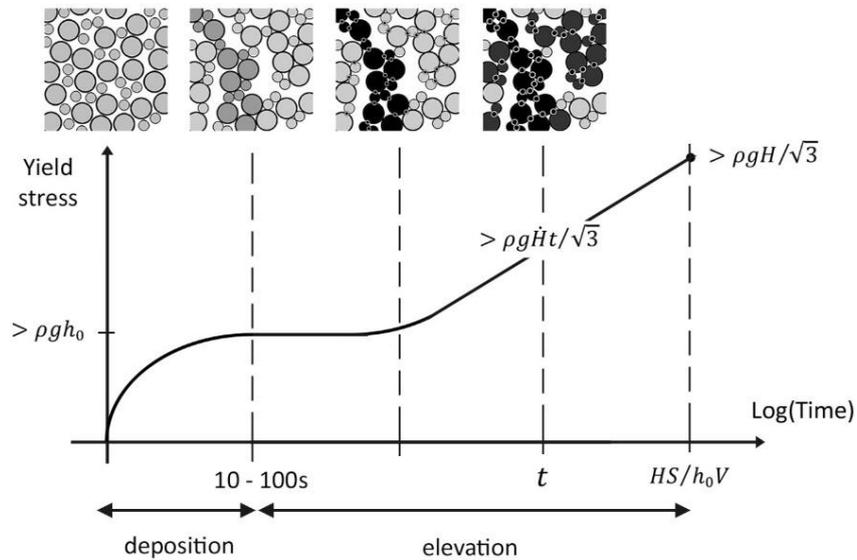


Figure 1.13: Evolution du seuil de cisaillement en fonction du temps [60]

Généralement, les matériaux imprimables présentent une viscosité apparente qui diminue avec l'augmentation du taux de cisaillement [61], et sont caractérisés par leur comportement rhéologique thixotrope. Lorsque le matériau est déposé, il présente un seuil de cisaillement initial et une déformation critique. Cependant, au repos, le seuil de cisaillement augmente tandis que la déformation diminue. Ce fait rend le matériau plus résistant et plus rigide avec le temps, et est attribué au comportement thixotropique du matériau [62,63]. En fait, le comportement mécanique d'un élément imprimé est dicté par le taux de structuration, correspondant à l'augmentation du seuil de cisaillement du matériau avec le temps [60]. Cependant, il existe deux modèles principaux utilisés pour décrire et prédire le taux de structuration d'un matériau imprimable (Figure 1.14). D'une part, Roussel [64] explique que pendant la première heure, l'augmentation du seuil de cisaillement peut être considérée comme linéaire. Roussel considère également qu'au temps zéro, le seuil de cisaillement initial peut être considéré comme négligeable par rapport au seuil développé lorsque le mélange est au repos [59,64,65]. D'autre part, Perrot et al. [66] proposent un autre modèle montrant qu'au-delà de la première heure, le seuil de cisaillement augmente rapidement et le taux de structuration passe de linéaire à exponentiel. Ce changement est attribué au début du processus de prise du matériau [58,66].

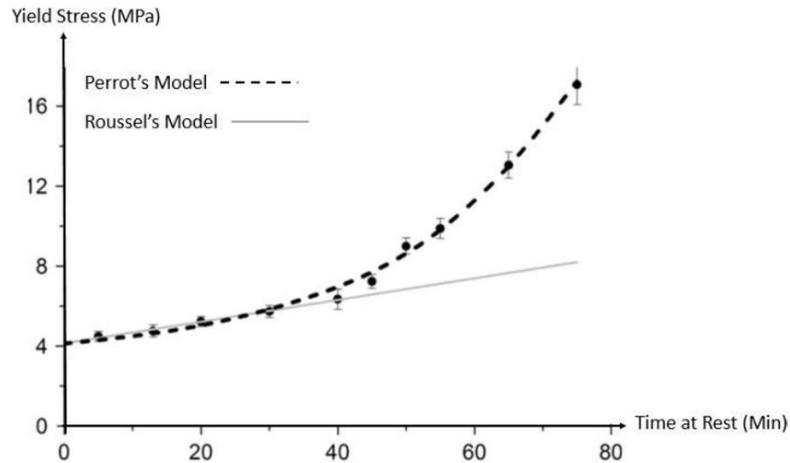


Figure 1.14: Evolution du seuil de cisaillement en fonction du temps selon Perrot et selon Roussel [64]

Dans ce contexte, certaines études ont déterminé des intervalles de seuil de cisaillement pour lesquels l'imprimabilité des matériaux est favorisée. Par exemple, selon Rahul et al. [67], l'extrudabilité et la buildabilité n'étaient réalisables que lorsque le seuil de cisaillement du matériau imprimé était compris entre 1,5 et 2,5 kPa. D'autre part, selon Le et al. [34] la valeur optimale du seuil de cisaillement pour l'impression 3D était de 0,55 kPa. Ils ont également observé qu'un seuil de cisaillement compris entre 0,3 et 0,9 kPa était nécessaire pour obtenir une bonne extrudabilité. En outre, Panda et Tan [68] ont enregistré des seuils de cisaillement entre 0,6 et 1 kPa pour un mortier de géopolymère imprimable.

1.5.4. Effet de la composition du mélange sur le comportement rhéologique des mortiers imprimables

En général, la composition du mélange, l'utilisation d'adjuvants et les additions minérales peuvent fortement affecter les propriétés à l'état frais d'un matériau cimentaire [69,70]. En effet, le comportement rhéologique dépend de la qualité de chaque composant, de leurs proportions dans le mélange et de leurs interactions [71].

Par exemple, concernant le rapport eau/ciment, une augmentation de la teneur en eau diminue significativement le seuil de cisaillement et la viscosité du matériau [72].

Quant à l'ajout d'additions minérales, il a été démontré que l'ajout du filler calcaire augmente l'adhésion et la friction entre les particules de ciment, principalement en raison de la forme irrégulière et de la rugosité des particules qui réduisent l'espacement entre les autres particules et augmentent leurs surfaces de contact [73]. Certains chercheurs ont constaté que le filler calcaire augmente le seuil de cisaillement du matériau, ainsi que sa viscosité [72]. D'autres ont constaté une augmentation du taux de floculation [74] et une augmentation du taux de structuration [75,76].

D'autre part, concernant l'utilisation d'adjuvants chimiques, il est communément admis que les superplastifiants sont employés pour réduire le seuil de cisaillement et la viscosité des matériaux cimentaires, et ont donc un potentiel extrême de dispersion des particules de ciment [77]. En effet, Khalil et al. [78] et Qian et al. [77] ont montré que les superplastifiants diminuent le seuil de cisaillement des mortiers ainsi que leur taux de structuration et leur thixotropie.

En ce qui concerne les agents modifiants de viscosité, leur ajout joue un rôle clé dans l'amélioration de la rhéologie et l'augmentation de l'uniformité et de la cohésion du matériau cimentaire [79]. En général, l'agent de viscosité est souvent utilisé en combinaison avec le superplastifiant approprié [80].

DauKsys et al. [81] ont montré comment l'augmentation de l'agent de viscosité peut affecter le taux de structuration des matériaux cimentaires. D'autre part, d'autres chercheurs ont constaté que l'ajout d'un tel agent influence davantage la viscosité des matériaux que leur seuil de cisaillement [82]. À titre d'exemple, une étude menée par Baz et al. [51] a examiné l'effet et l'influence des différents éléments mentionnés ci-dessus sur les propriétés rhéologiques des mortiers imprimables en 3D, notamment le seuil de cisaillement et la thixotropie. L'étude a montré que le taux de structuration et la thixotropie du mortier diminuent avec l'augmentation de la teneur en eau (Figure 1.15 (a)), du filler calcaire (Figure 1.15 (b)) et du superplastifiant (Figure 1.15 (c)). Cependant, une augmentation du taux de structuration et de la thixotropie du mélange a été observée avec l'augmentation du modificateur de viscosité (Figure 1.15 (d)).

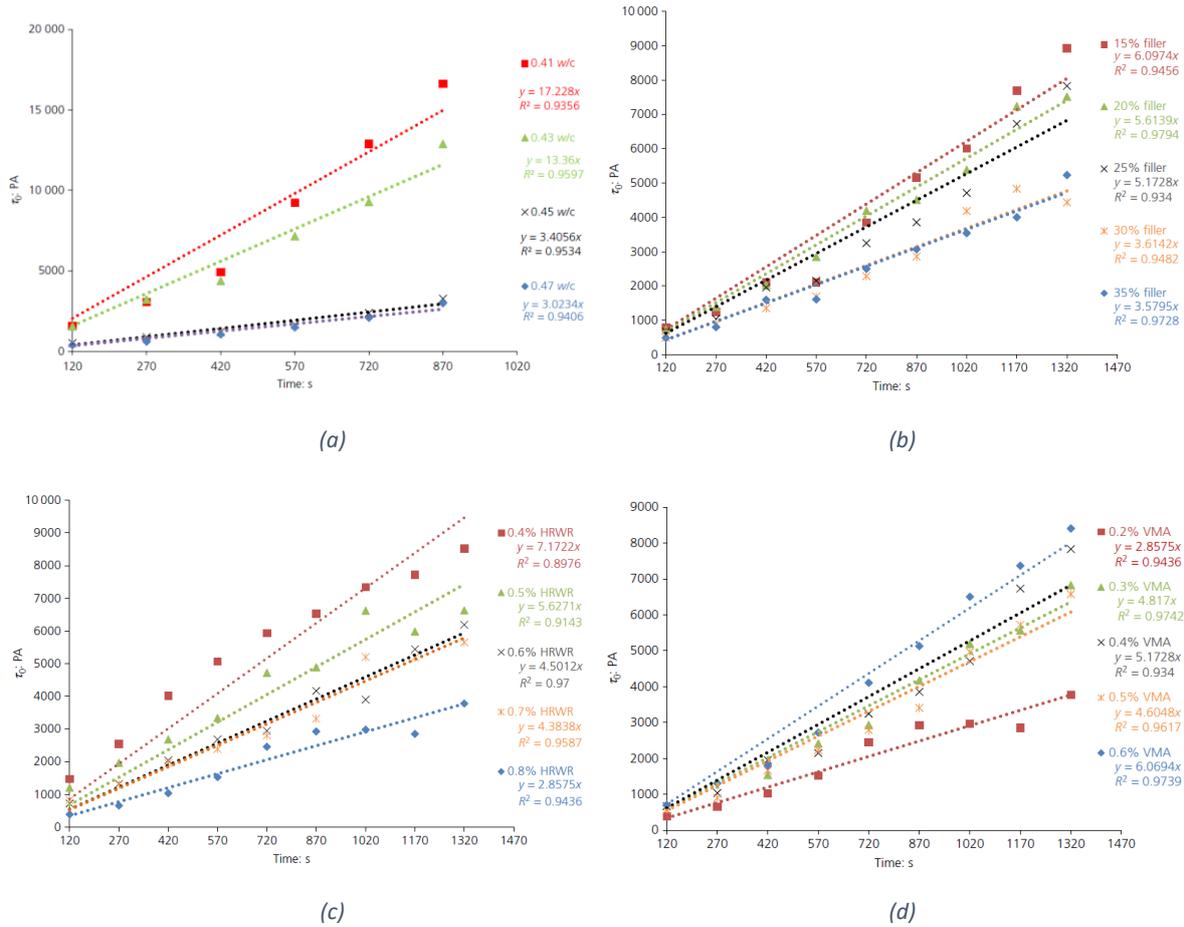


Figure 1.15: Influence de (a) la teneur en eau, du (b) filler calcaire, du (c) superplastifiant et du (d) modificateur de viscosité sur l'évolution du seuil de cisaillement et du taux de structuration pour un mortier imprimable [51]

1.6. Propriétés à l'état durci des mortiers imprimés en 3D

Les propriétés à l'état frais d'un matériau imprimable ainsi que le processus de superposition ont une influence considérable sur l'aspect et les performances du matériau imprimé à l'état durci. Le type d'adhésion entre les couches imprimées joue donc un rôle essentiel dans la qualité du produit imprimé final ainsi que dans son état structural et ses performances mécaniques. Par conséquent, l'adhésion entre les couches successives impose un nouveau paramètre qui doit être pris en considération lors de l'évaluation des propriétés mécaniques d'un élément imprimé.

Contrairement à la méthode traditionnelle de construction, la technique d'impression 3D n'utilise pas de coffrage, ce qui entraîne une différence dans les conditions de durcissement du matériau imprimé.

En effet, un matériau imprimé est plus susceptible de présenter des signes de fissuration liés au retrait de durcissement qu'un matériau coulé en raison de son exposition continue à l'environnement [83–85]. De plus, un élément imprimé en 3D est caractérisé par son anisotropie [86,87], car la microstructure du matériau au sein d'une couche diffère de sa microstructure entre les couches, ce qui peut conduire à la formation de vides indésirables entre les couches [88]. De même, les propriétés mécaniques d'un matériau imprimé peuvent également être influencées par la direction de chargement de l'échantillon par rapport à ses couches imprimées, qu'elle soit parallèle ou perpendiculaire, comme le montre la Figure 1.16.

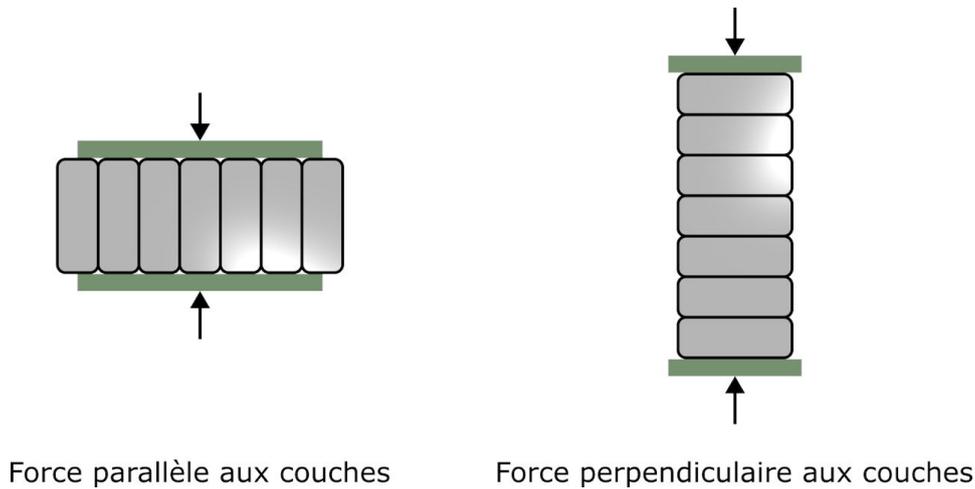


Figure 1.16: Charge appliquée par rapport à l'orientation des couches imprimées

La qualité de la liaison entre les couches est déterminée par la rhéologie du matériau ainsi que par les paramètres d'impression tels que la vitesse d'impression, l'intervalle de temps entre les couches successives et le débit de pompage [89]. Un équilibre doit donc toujours être maintenu entre les différents paramètres d'impression en fonction des propriétés rhéologiques du matériau utilisé.

De nombreuses études antérieures ont évalué la qualité de la liaison entre les couches imprimées. D'une part, Paul et al. [90], Feng et al. [91], et Nerella et al. [35] ont remarqué que les résistances mécaniques des spécimens imprimés sont affectées par la direction des couches par rapport à la charge appliquée. D'autre part, Koker et al. [92] ont constaté que dans certains cas, la résistance mécanique des spécimens imprimés est supérieure à celle des spécimens coulés en raison de la pression supplémentaire exercée sur le matériau pendant son extrusion, créant une matrice plus dense.

En outre, Wolfs et al. [93] ont étudié l'effet de l'intervalle de temps entre le dépôt des couches sur la résistance à la compression et à la traction des éléments imprimés. Ils ont constaté une faible influence de l'orientation des couches par rapport aux charges appliquées, mais une diminution de la force de liaison entre les couches avec l'augmentation de l'intervalle de temps entre le dépôt des couches.

De plus, Zareiyan et al. [94] ont étudié l'effet de la vitesse d'extrusion, de la taille des agrégats et de l'épaisseur de la couche sur la résistance des éléments imprimés. Ils ont trouvé que lorsque la taille des agrégats augmente, les couches deviennent moins homogènes. Ils ont également observé que lorsque l'épaisseur de la couche diminue, la résistance à la compression augmente. D'autre part, Lee et al. [95] ont étudié la relation entre les pores et la résistance à la traction des mortiers imprimés et ont constaté que la résistance diminuait en raison des vides qui étaient principalement positionnés à l'interface des couches.

D'autre part, concernant les valeurs de résistance à la compression des matériaux imprimés, une large gamme de valeurs de résistance peut être obtenue, en fonction de la composition du mélange ainsi que de l'application envisagée. Par exemple, une étude a enregistré des valeurs de résistance à la compression égales à 20-25 MPa [68], tandis qu'une autre étude a enregistré des valeurs de résistance beaucoup plus élevées et comprises entre 125 et 160 MPa [96].

1.7. Problématique environnementale de l'impression 3D

Le secteur de la construction est un contributeur essentiel à l'économie mondiale. Toutefois, il a un impact significatif sur l'environnement, étant l'un des plus grands utilisateurs d'énergie et de ressources naturelles [97]. En effet, le secteur du bâtiment est considéré comme l'un des principaux responsables de la pollution de l'environnement, notamment en raison des fortes émissions de CO₂ [98] vu que la production de ciment Portland étant responsable de plus que 5% de ces émissions [99]. En outre, le secteur de la construction est également considéré comme un grand consommateur de matières premières représentant 40% de l'utilisation mondiale [100,101].

Des recherches antérieures ont montré que l'intégration de la fabrication additive dans le secteur de la construction à moins d'impact sur l'environnement et une moindre demande d'énergie par rapport aux techniques de construction conventionnelles, comme Kreigner et al. [27] et Faludi et al. [28]. Cependant, ces études se sont concentrées sur des processus à petite échelle, ce qui ne reflète pas nécessairement le cas réel rencontré lors de la construction. Cependant, afin de comparer et d'illustrer clairement la différence entre la méthode de construction conventionnelle et l'impression 3D, Agusti-Juan et al. [102] ont mené une analyse détaillée du cycle de vie de différents murs, y compris des murs coulés de manière conventionnelle et des murs imprimés à l'aide de l'approche Mesh-Mold. Toutefois, ils ont constaté que le béton utilisé pour l'impression 3D est beaucoup plus exigeant pour répondre à certaines propriétés requises, et qu'il contribue à environ 40% d'émissions de CO₂ de plus que le béton conventionnel en raison de la quantité plus élevée de ciment Portland. Ils ont donc conclu que les performances environnementales de la fabrication additive dépendent principalement des matériaux utilisés.

Selon Alhumayani et al. [103], des teneurs en ciment comprises entre 400 et 700 kg/m³ sont généralement adoptées dans l'impression 3D. Cependant, des teneurs en ciment encore plus élevées ont également été utilisées dans l'impression 3D, comme chez d'Agusti-Juan et al. [104] qui ont imprimé avec une teneur en ciment égale à 923 kg/m³. Cette teneur en ciment est considérée comme élevée par rapport au béton conventionnel (~ 350 kg/m³) et est liée aux exigences rhéologiques et mécaniques minimales nécessaires pour garantir l'extrudabilité et la buildabilité du matériau imprimé en 3D [105].

De ce fait, au fil des ans et des études publiées, l'impact environnemental du béton imprimable a fait l'objet d'une attention particulière en raison de la forte consommation de ciment Portland utilisé dans la plupart des mélanges imprimables existants.

1.8. Matériaux alternatifs dans l'impression 3D

Comme mentionné précédemment, en raison des exigences rhéologiques et mécaniques, de grandes quantités de ciment Portland et de granulats fins sont souvent utilisées dans le béton imprimable [34,48,58,106]. Cependant, le ciment est associé à un processus de fabrication polluant en raison de la consommation intensive d'énergie et des quantités élevées d'émissions de CO₂. Dans ce sens, le remplacement partiel du ciment par des matériaux pouzzolaniques alternatifs, tels que les cendres volantes [107,108], la fumée de silice [109], et l'argile calcinée [110,111] semble être une alternative

prometteuse pour obtenir des bétons plus durables avec des propriétés rhéologiques adéquates [112]. Certains auteurs ont même proposé l'utilisation des géopolymères [113,114].

En effet, Long et al. [110] ont démontré que les ciments, produits avec de l'argile calcinée, du filler calcaire et de la fumée de silice, peuvent contribuer à réduire la teneur en ciment et conduire au développement de matériaux imprimables plus durables. Reales et al. [115] ont montré que les nanoparticules, telles que les nano-argiles et la nanosilice, peuvent également être utilisées pour augmenter les paramètres associés à la structuration des mortiers imprimés en 3D. Des résultats similaires ont été trouvés par Sikora et al. [116], qui ont évalué les effets de la nanosilice sur les propriétés fraîches et durcies des mortiers imprimables en 3D. Certains auteurs ont également montré que les déchets de construction et de démolition peuvent être utilisés comme agrégats pour produire des bétons plus durables pour l'impression 3D [117,118].

Par conséquent, aujourd'hui, l'utilisation de différents matériaux alternatifs dans l'impression 3D du béton est devenue un sujet de recherche de plus en plus intéressant en raison du grand potentiel technique, économique et environnemental qui peut être apporté par l'introduction de ce type de matériaux dans cette nouvelle technique de construction.

2. Les matériaux alternatifs

2.1. Problématique environnementale du domaine de la construction

En raison de l'augmentation de la production mondiale de ciment, les émissions de CO₂ de l'industrie du ciment augmentent de manière significative et continue. En effet, la production de ciment Portland génère entre 825-890 kg de CO₂/t de clinker [119].

Par ailleurs, chaque année, environ 400 millions de tonnes de matériaux granulaires naturels sont consommés en France dans le secteur de la construction, contre 40 milliards de tonnes dans le monde. En effet, la consommation de matières premières par le secteur de la construction représente 40% de l'utilisation mondiale [100,101].

D'autre part, aujourd'hui, les trois quarts des 294 millions de tonnes de déchets produits en France par les activités économiques proviennent du secteur du bâtiment et des travaux publics (BTP) [120]. Selon le Plan Régional de Gestion des Déchets, entre 2016 et 2025, le secteur du BTP produit environ 40 millions de tonnes de déchets chaque année en Île-de-France, dont plus de 90 % sont des déchets non dangereux et donc potentiellement valorisables. En effet, le secteur du bâtiment produit environ 19% de déchets du BTP, dont 49% proviennent de la démolition, 38% de la réhabilitation et 13% de la construction neuve [121].

Par conséquent, la problématique environnementale et le manque de ressources naturelles constituent un ensemble de défis dans le secteur de la construction. Les questions environnementales, la recherche de matériaux innovants sont désormais au cœur de toutes les politiques de développement et sont de plus en plus intégrées dans les projets de construction. De ce fait, le secteur de la construction cherche à présent à atténuer son impact carbone en utilisant des matériaux alternatifs dans le béton, ce qui pourrait représenter des avantages économiques et écologiques considérables.

2.2. Sédiments de dragage

2.2.1. Définition et problématique des sédiments

Les sédiments sont formés par des dépôts, de particules transportées par des agents érosifs tels que l'eau, le vent ou la glace, ainsi que des précipités formés par des processus biochimiques dans les environnements aquatiques [122]. L'accumulation de dépôts de sédiments peut se produire dans de nombreuses zones telles que les ports, les rivières, les lacs et les réservoirs de barrage. Cependant, l'accumulation de sédiments dans ces zones n'est pas favorable et peut causer des problèmes tels que le remplissage des lacs et des étangs, la modification de la morphologie des rivières, l'augmentation des risques d'inondation ainsi que des problèmes liés aux infrastructures de transport. Cela rend les opérations de dragage indispensables et nécessaires à la bonne circulation des personnes et des marchandises. Néanmoins, les activités de dragage à l'intérieur des ports et des havres, ainsi que leur entretien et leur expansion, génèrent d'énormes volumes de sédiments. De plus, ces sédiments sont généralement associés à une forte teneur en eau, à une compressibilité élevée due à la matière organique, et à la présence de sel et de contaminants qui peuvent influencer négativement leur site d'accumulation [123]. Les sédiments de dragage peuvent être considérés comme des matériaux inertes, non dangereux ou dangereux en fonction de leur degré de pollution et de leur toxicité.

En France, chaque année, plus de 56 millions de m³ de sédiments sont dragués, contre 200 millions de m³ en Europe, 100 millions de m³ en Chine et 300 millions de m³ aux Etats-Unis [124]. En raison de la grande quantité de sédiments dragués, la problématique des sédiments de dragage est un enjeu global qui nécessite la mise en place de procédés techniques, une sensibilisation écologique, notamment par le respect des réglementations existantes, mais aussi l'aspect socio-économique.

2.2.2. Origine et composition générale des sédiments

Les sédiments peuvent avoir des caractéristiques différentes selon leur origine et leur nature. Ainsi, un sédiment est essentiellement caractérisé par sa granulométrie, sa composition minérale, ainsi que sa teneur en eau, en matière organique et en éléments divers, tels que des métaux lourds, des polluants et des micropolluants organiques [125]. Concernant la granulométrie des sédiments, leur partie fine inférieure à 63 µm, présente plusieurs propriétés et caractéristiques et contient principalement la matrice minérale, l'argile, la matière organique, tels que les débris végétaux et les micro-organismes [126]. En outre, la partie fine des sédiments est également caractérisée par une teneur en eau relativement élevée et la présence de polluants organiques et minéraux [127].

2.2.3. Le traitement des sédiments

En raison de leurs propriétés spécifiques et de leur hétérogénéité, les sédiments peuvent nécessiter un traitement approprié susceptible d'améliorer certaines de leurs propriétés physico-chimiques et mécaniques et de neutraliser les polluants qui y sont présents [128]. Les techniques de traitement des sédiments diffèrent par leurs moyens de mise en œuvre, leur efficacité, leurs objectifs, leurs contraintes et leurs coûts.

Cependant, toute valorisation des sédiments nécessite un prétraitement qui est une étape initiale, nécessaire et incontournable afin de limiter et d'optimiser le volume de sédiments à traiter ainsi que de réduire la teneur en eau pour faciliter les opérations de transport et de stockage. Les techniques de prétraitement utilisées sont la séparation (e.g. technique d'attrition, réservoir de séparation, coagulation et floculation) et la déshydratation (e.g. lagunage en réservoir et évaporation) [126].

D’autre part, concernant le traitement des sédiments et des matériaux de dragage, Marot [129] propose les techniques suivantes, présentées dans le Tableau 1.1 ci-dessous. Le tableau indique le type, le concept ainsi que des exemples de traitement de chaque technique.

Tableau 1.1: Techniques de traitement des sédiments et des matériaux de dragage [129]

Techniques de traitement des sédiments et des matériaux de dragage		
Type	Exemples	Concept
Physique	Flottation Extraction sous vide	Utilise les propriétés physiques (e.g. la gravité et l’attraction) pour modifier les propriétés des matériaux
Mécanique	Filtre presse Filtre sous vide	Utilise des procédés mécaniques pour modifier les propriétés des matériaux
Chimique	Oxydant chimique	Vise une réaction d’élimination en utilisant de produits et oxydants chimiques
Physico-chimique	Phosphatation Acidification Déchloration Lessivage	Vise à attirer et à séparer les particules polluées en ajoutant des agents chimiques ou en envoyant un courant électrique
Biologique	Bioremédiation Phytoremédiation Bioréacteur Compostage Epanchage sous serre	Utilise des organismes vivants (e.g. des bactéries, des algues et des enzymes) pour éliminer et biodégrader les polluants organiques
Thermique	Incinération Oxydation Désorption thermique Vitrification Pyrolyse	Vise la désintégration totale ou partielle de la matière organique à haute température (600 °C – 1200 °C)
Stabilisation/Solidification	Liant hydraulique Liant organique	Consiste à ajouter un liant hydraulique (e.g. du ciment ou de la chaux) ou un liant organique à basse température (110 °C – 150 °C)

Traitement par calcination flash

La calcination flash est une technique de traitement thermique qui consiste à exposer rapidement des matériaux finement broyés en présence d’air à des températures élevées, selon une technique qui a été initiée et développée par Salvador en 1992 [130]. Cette technique est appliquée originalement pour activer chimiquement quelques argiles afin de leur donner des propriétés pouzzolaniques.

Cependant, même si la calcination directe permet d’obtenir les mêmes résultats que la calcination flash, les coûts énergétiques et l’empreinte CO₂ associés à la calcination directe sont souvent très élevés. De plus, en raison de sa rapidité et de son instantanéité, la calcination flash provoque l’apparition de phases vitreuses, la déstructuration du matériau, un état amorphe, et une réactivité potentielle du produit [131].

Les deux paramètres les plus marquants de la calcination flash sont le temps d’exposition du matériau, qui est de l’ordre de quelques dixièmes de seconde, ainsi que la température, qui est de l’ordre de 1200 °C à l’intérieur du calcinateur [132]. Le schéma de montage de l’unité de calcination flash est présenté sur la Figure 1.17, et la chambre de combustion (cyclone) sur la Figure 1.18, où un brûleur produit des gaz chauds et peut atteindre des températures élevées comprises entre 800 et 1200 °C.

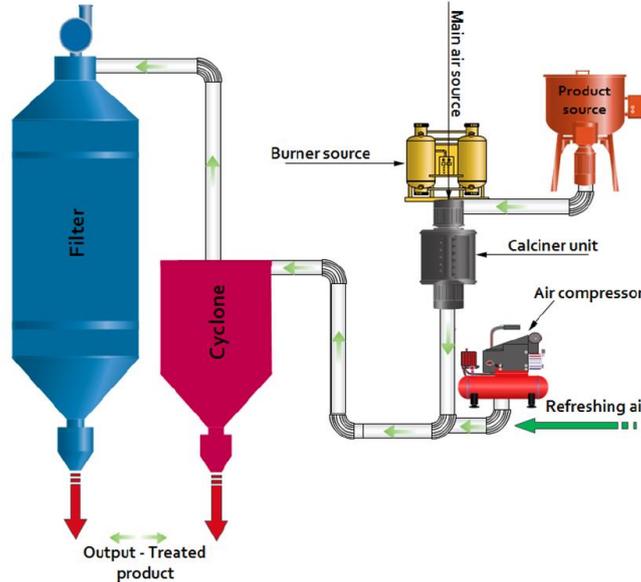


Figure 1.17: Schéma de montage de l’unité de calcination flash [126]

Le procédé de calcination flash comprend plusieurs étapes, telles que l’échantillonnage, le préchauffage, l’introduction du produit, ainsi que la récupération et le refroidissement. Tout d’abord, le matériau est séché puis finement broyé et calibré. Ensuite, un préchauffage de 100 °C à 500 °C a lieu pour augmenter la température du matériau. Par la suite, le matériau est introduit dans la chambre de combustion représentée sur la Figure 1.18 à l’aide d’un flux d’air chaud, où il reste pendant quelques dixièmes de seconde et subit les transformations physico-chimiques nécessaires. Enfin, le matériau traité est récupéré par simple gravité à travers un sous-cyclone, et le refroidissement et la séparation des gaz du matériau sont effectués à travers un sous-filtre par trempe avec de l’air frais.

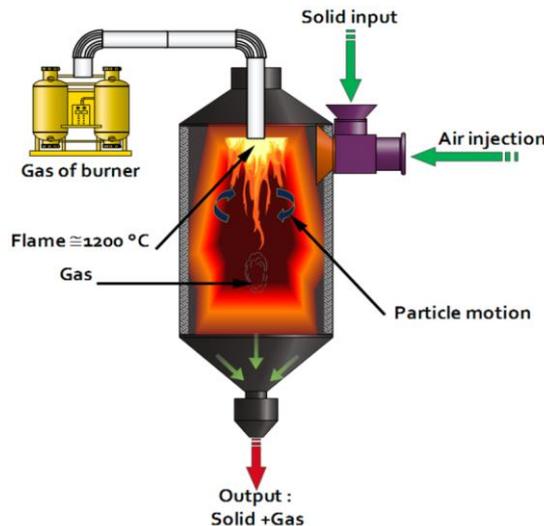


Figure 1.18: Chambre de combustion de l’unité de calcination flash [126]

La calcination flash a été appliquée dans plusieurs études précédentes pour le traitement des sédiments de dragage. Van Bunderen et al. [133] ont utilisé un calcinateur à suspension gazeuse à 865 °C pour traiter des sédiments provenant du port d'Anvers, en Belgique, pour remplacer le ciment Portland. Snellings et al. [134] ont également traité les mêmes sédiments à trois températures de calcination différentes : 820, 865 et 905 °C pour étudier l'influence de celles-ci sur les propriétés et la réactivité pouzzolanique des sédiments. Amar et al. [135] ont comparé l'activité pouzzolanique des matériaux cimentaires contenant des sédiments du port de Dunkerque en France traités par calcination directe ainsi que par calcination flash. Ils ont conclu que le traitement par calcination flash a permis d'obtenir un sédiment ayant une pouzzolanité et réactivité plus élevées que celui traité par calcination directe.

2.2.4. Valorisation des sédiments dans le domaine de la construction

Actuellement, il existe plusieurs domaines d'application en génie civil où les sédiments sont recyclés et valorisés en tant que matière première secondaire. Il s'agit notamment d'applications dans le secteur routier [136,137] ainsi que dans la production de briques de construction [138–141]. En France, plusieurs travaux de valorisation des sédiments dans différents domaines de la construction sont portés par la démarche sédimatériaux (2009 à ce jour) [142]. Récemment, des études ont porté sur l'utilisation de sédiments comme matériaux alternatifs et ajouts minéraux dans une matrice cimentaire afin de réduire l'impact environnemental résultant de la fabrication du ciment et de limiter la consommation de ressources naturelles pour la production de béton [143–149]. Ces études ont montré que l'incorporation de sédiments dans le ciment, le mortier et le béton est très prometteuse et joue un rôle important d'un point de vue économique.

La littérature montre que les sédiments peuvent être valorisés comme matériau de construction avec ou sans traitement. A titre d'exemple, Achour et al. [150] ont fabriqué des blocs de béton à partir de sédiments marins non traités provenant du port de Dunkerque en France. L'étude a montré que la substitution avec 12,5% de sédiments marins était satisfaite pour maintenir de bonnes performances mécaniques sous une exposition sulfatique externe. Les auteurs ont également étudié la possibilité d'utiliser le même type de sédiments non traités dans des projets de construction routière [151]. Zhao et al. [143] ont utilisé également des sédiments marins non contaminés et non traités provenant du port de Dunkerque pour fabriquer du mortier et du béton. Les sédiments ont seulement été séchés et broyés et ont partiellement remplacé le ciment. L'étude a montré que la substitution par 20% de sédiments a amélioré les propriétés mécaniques par rapport à un CEMII/A 32,5 contenant 20% de substitution par du filler calcaire. Myrmin et al. [152] ont utilisé des sédiments dragués dans des ports maritimes brésiliens pour élaborer des briques et des blocs contenant jusqu'à 60% en poids de sédiments.

De l'autre côté, Benzerzour et al. [153] ont utilisé des sédiments traités pour substituer le ciment par 8 et 15% dans la formulation de mortiers. Ils ont adopté un traitement physique consistant en un broyage et une séparation granulaire à 1, 250 et 120 µm à l'état sec et à 250 et 120 µm à l'état humide, suivi d'un traitement thermique à 650, 750 et 850 °C pendant 1 et 3 h. Cette étude a mis en évidence certains paramètres considérés comme dominants dans les processus de traitement, de formulation et d'hydratation. Il s'agit de la finesse, du taux de substitution, de la température et du temps de calcination. Les résultats de cette étude ont montré que le traitement thermique à 850 °C pendant 1 h était optimal pour le sédiment brut, broyé et tamisé à 120 µm. De plus, les mortiers à base de ce sédiment ont montré des performances mécaniques intéressantes et supérieures au mortier de référence ne contenant pas de sédiment. Silmanou et al. [154] ont synthétisé des géopolymères à partir de sédiments de dragage d'un port algérien calcinés à 750 °C et non calcinés avec différents

pourcentages (0, 5, 10, 15 et 20%). Ils ont constaté que la résistance à la compression et la durabilité les plus élevées ont été obtenues lorsque 15% de sédiments calcinés ont été ajoutés, ce qui est dû à une matrice géopolymère plus stable. Ils ont donc conclu que la calcination active les sédiments de dragage en changeant leur cristallinité en une structure amorphe plus réactive en solution alcaline. Zentar et al. [155] ont mené une étude comparative de la stabilisation/solidification des sédiments de dragage de Dunkerque avec du ciment Portland ordinaire et avec du ciment de sulfoaluminat de calcium dans le cadre de la valorisation des sédiments en construction routière. Ils ont conclu que l'utilisation de liant avec les sédiments bruts est efficace pour améliorer le comportement mécanique des sédiments solidifiés à long terme. Ils ont également constaté que le traitement au sulfoaluminat de calcium était plus efficace que le traitement au ciment Portland.

2.2.5. Valorisation des sédiments dans l'impression 3D

Bien que de nombreuses études aient été menées sur l'utilisation des sédiments de dragage dans la construction, très peu d'études ont porté sur l'utilisation des sédiments de dragage dans les applications d'impression 3D. En fait, il existe quelques études qui ont employé des sédiments comme agrégats dans l'impression 3D du béton. Par exemple, Li et al. [156] ont développé des mélanges de mortiers renforcés de fibres de verre/basalte imprimables contenant de l'eau de mer comme eau de gâchage et des sédiments marins comme agrégats fins. Les sédiments utilisés ici sont considérés comme du sable de dragage plutôt que de la vase. Ils ont constaté une bonne imprimabilité à l'état frais des mortiers développés. Une autre étude expérimentale de Bai et al. [118] a été menée sur l'incorporation de sable provenant de sédiments fluviaux, de sable du désert et de béton recyclé comme granulats dans l'impression 3D du béton. Ils ont constaté que l'effet de squelette formé par les particules réduisait la fluidité des mélanges, mais que la constructibilité était améliorée.

Néanmoins, à ce jour, il n'existe aucune étude sur l'utilisation des sédiments de dragage dans le domaine de l'impression 3D du béton en tant que liant et ajout minéral. Ainsi, un des objectifs de cette thèse est de valoriser des sédiments de dragage traités par la méthode de calcination flash dans un mortier imprimable résistant à faible impact environnemental en tant que liant, en substituant une partie du ciment. En effet, la valorisation des sédiments de dragage dans l'impression 3D présente plusieurs avantages, notamment au niveau économique, écologique et environnemental.

2.3. Poudres (micro fibres) de verre polyester

Le béton traditionnel présente plusieurs faiblesses, principalement en termes de résistance à la traction, de ductilité, de résistance aux fissures et de fissures de retrait [157–159]. C'est pourquoi, au cours des dernières années, différents types de fibres ont commencé à être incorporés dans le béton en tant que renforcement [157,160]. L'incorporation de fibres dans le béton peut améliorer ses propriétés et performances mécaniques, telles que la résistance à la flexion et à la traction, la durabilité, la ténacité et la résistance à l'abrasion et à la fissuration [152,158,161–163]. Cependant, l'ajout de fibres au béton peut présenter certains inconvénients, comme la possibilité d'une réduction de la maniabilité et des coûts plus élevés associés aux fibres si elles ne sont pas issues de la valorisation des déchets [164].

En outre, aujourd'hui, l'utilisation de fibres recyclées dans le béton est devenue un sujet de recherche de plus en plus intéressant en raison du grand potentiel technique, économique et environnemental que peut apporter l'introduction de fibres recyclées dans le domaine de la construction [165].

Les fibres peuvent être de différentes origines, notamment naturelles ou synthétiques [166], et les fibres les plus couramment utilisées sont l'acier, le verre, la cellulose naturelle, le carbone, le nylon et le polypropylène [158]. Les fibres plastiques sont dérivées d'une large gamme de polymères

synthétiques, notamment le polyéthylène, le polypropylène, le nylon et le polyester. D’ailleurs, aujourd’hui, le polyester est la fibre la plus utilisée dans le monde avec une production annuelle d’environ 61 millions de tonnes, occupant 54% de la production mondiale de fibres en 2021, dont environ 9 millions ont été recyclées [167] (Figure 1.19). Le polyester recyclé est principalement fabriqué à partir de bouteilles en plastique.

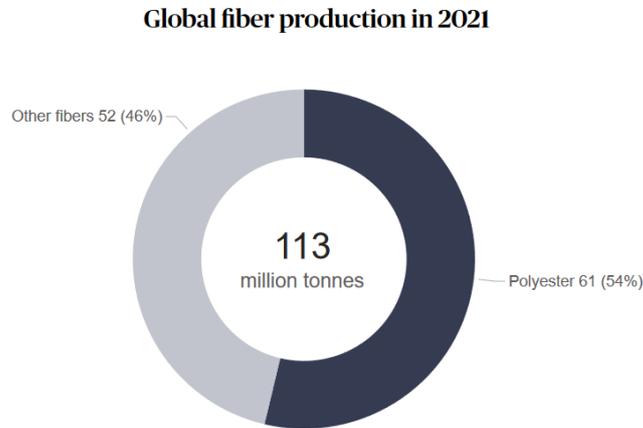


Figure 1.19: Production mondiale de fibres en 2021 [167]

Le polyester recyclé peut également être fabriqué à partir d’autres plastiques post-consommation, tels que les composites thermosensibles à matrice polyester renforcés de fibres de verre provenant de l’industrie automobile. En effet, chaque année en Europe, environ 1 million de tonnes de matériaux composites sont fabriqués [168], dont la plupart sont à base de fibres de verre de polyester insaturé. Néanmoins, de nombreuses pièces en composites arrivent en fin de vie et nécessitent un traitement. Il existe plusieurs techniques de traitement et de valorisation de ces matériaux, notamment le broyage qui est un traitement mécanique. Ce traitement peut donner lieu à deux types de matériaux broyés. Le premier se présente sous la forme d’une fraction fibreuse et le deuxième sous la forme de poudres fines. Ces deux matériaux issus de fibres de verre polyester peuvent être utilisés comme matériau secondaire dans l’industrie de la construction et peuvent être réutilisés comme charges actives ou agents de renforcement [169]. En effet, une étude a montré que l’inclusion de microfibres dans le béton tend à diminuer son retrait et à améliorer légèrement ses propriétés mécaniques [170], tandis qu’une autre étude a conclu que les macrofibres apportent un avantage supplémentaire en évitant le retrait au séchage et la fissuration [171].

Aujourd’hui, l’utilisation des fibres de verre dans la construction a augmenté [165]. En fait, les fibres de verre recyclées sont plus souvent utilisées comme substitut du ciment, en raison de leur potentiel pouzzolanique, ou comme agrégat, mais elles peuvent parfois entraîner une détérioration de la résistance [172].

Cependant, malgré le fait que l’utilisation des fibres dans le béton vise principalement à améliorer ses propriétés mécaniques, des applications mineures incluent leur utilisation sous forme de poudres. Parmi ces applications, les poudres de fibres recyclées peuvent être utilisées pour remplacer partiellement le ciment afin de limiter les coûts, la chaleur d’hydratation dégagée et les phénomènes de retrait liés au ciment [173]. D’autre part, il existe également des études qui ont employé des poudres issues de fibres recyclées comme renfort. Par exemple, Sebaibi et al. [174] ont incorporé des fibres et des poudres issues du recyclage par broyage de composites thermosensibles à base de polyester insaturé comme renforcement dans une matrice cimentaire. Ils ont constaté que la résistance à la flexion et à la traction augmentait avec l’ajout de fibres et de poudres. Ils ont également constaté que la rhéologie

et la teneur en fibres/poudres du béton avaient une influence significative sur la distribution et l'orientation des fibres ainsi que sur le comportement mécanique du matériau renforcé.

2.3.1. Utilisation des fibres dans l'impression 3D

Le béton imprimé en 3D, tout comme le béton conventionnel, présente une faiblesse en termes de résistance à la traction, nécessitant ainsi un renforcement [33]. Par conséquent, de nombreuses institutions académiques et industrielles développent actuellement plusieurs approches pour trouver la méthode de renforcement la plus appropriée pour les éléments imprimés en béton. En outre, depuis la fin des années 1990, des efforts ont été faits pour extruder des pâtes de ciment avec des fibres comme moyen de renforcement [106].

Plusieurs études ont examiné l'influence de l'ajout de fibres comme renforcement dans un matériau imprimable et ont rapporté plusieurs avantages apportés par l'ajout de ces dernières, notamment sur les performances mécaniques, telles que la résistance à la flexion et à la traction. Panda et al. [86] ont étudié les performances mécaniques de matériaux de construction imprimés en 3D renforcés par des fibres de verre de différentes longueurs (3, 6 et 8 mm) à différentes teneurs (0,25 – 0,5 – 0,75 et 1%). Ils ont constaté que les résistances des éléments renforcés peuvent être améliorées avec l'augmentation de la teneur en fibres jusqu'à 1%. De même, Shakor et al. [175,176] ont constaté une amélioration du retrait, de la ductilité et des propriétés mécaniques des matériaux imprimés et renforcés par des fibres de verre et de polypropylène. En outre, Bos et al. [177] ont étudié l'effet de l'inclusion de fibres d'acier de 6 mm dans un élément imprimé et ont constaté une amélioration de la résistance à la flexion.

D'autre part, Xiao et al. [178] ont renforcé un mortier imprimable en 3D contenant des granulats recyclés avec des fibres de polyéthylène (Figure 1.20). Ils ont constaté que l'ajout de 1% de fibres transformait les éprouvettes imprimées de fragiles à ductiles en compression et en tension. L'ajout de fibres a eu une influence significative sur la résistance à la flexion des éprouvettes, qui différait selon les conditions et directions de chargement. Cette étude a également montré que le mortier contenant 100% de granulats recyclés avait des propriétés mécaniques supérieures et une meilleure capacité de déformation que le mortier sans fibres avec 100% de granulats naturels.



Figure 1.20: Mortier imprimable contenant des granulats recyclés avec des fibres de polyéthylène [178]

Parallèlement aux fibres synthétiques, l'incorporation de fibres naturelles dans l'impression 3D du béton commence aujourd'hui à susciter un grand intérêt de la part des chercheurs en raison des avantages qu'elles apportent en termes de propriétés mécaniques, de faible densité, ainsi que de bénéfices environnementaux, renouvelables et économiques [179]. Par exemple, Korniejenko et al. [180] ont étudié des géopolymères renforcés avec des fibres de lin et des fibres de carbone. En outre, Ma et al. [181] ont mené une étude expérimentale pour identifier la teneur optimale en fibres de

basalte dans un mélange de béton extrudable en fonction de l'imprimabilité et des performances mécaniques. Ils ont constaté que le mélange contenant 0,5% de fibres de basalte était le mélange optimal en termes d'extrudabilité et de constructibilité (Figure 1.21).



Figure 1.21: Produit final imprimé avec 0,5% de fibres de basalte [181]

Pourtant, certaines études ont conclu que la présence de fibres peut générer une faiblesse ainsi qu'une réduction de la force de liaison entre les couches superposées, car elles peuvent ne pas bien se répartir, laissant des vides supplémentaires à l'interface des couches [182,183]. Farina et al. [184] ont constaté que le comportement mécanique des éléments imprimés en 3D renforcés par des fibres dépend fortement de la conception et du type de fibres utilisées. De plus, en fonction de la longueur des fibres, certaines études ont même souligné le risque de blocage de la buse d'impression pour des teneurs élevées en fibres [183,185,186].

Il serait donc intéressant, suite à cette revue de la littérature, d'envisager l'utilisation de poudres recyclées telles qu'expérimentées par Sebaibi et al. [169,174] à la place des fibres dans l'impression 3D afin d'éviter les problématiques liées à l'utilisation de fibres en impression et d'améliorer les résistances mécaniques, notamment en flexion. Ainsi, un des objectifs de cette thèse est de valoriser des poudres recyclées issue du broyage fin de matériaux composites therm durcissables en fin de vie (polyester insaturé/fibres de verre) issus du secteur automobile dans un mortier imprimable en 3D en tant que renfort et d'étudier l'effet de leur ajout sur les propriétés à l'état frais et durci de ce dernier. Par conséquent, si l'incorporation d'un tel matériau dans l'impression 3D du béton s'avère possible, elle pourrait apporter de nombreux avantages au domaine de la construction, notamment sur le plan technique, économique et environnemental.

2.4. Terre excavée

2.4.1. Contexte historique de la terre excavée

Utilisée depuis onze millénaires, la terre crue est encore aujourd'hui le matériau de construction le plus utilisé dans le monde, et sans doute l'un des plus anciens matériaux de construction de l'histoire de l'humanité. La construction en terre était une méthode de construction très courante dans l'Antiquité chez de nombreuses civilisations, comme les Perses, les Égyptiens et les Babyloniens. Exploiter les matériaux locaux pour construire sa maison est un comportement universel, et c'est ce qui a conduit les civilisations à utiliser la terre pour construire leurs maisons. En effet, des études estiment qu'au moins un tiers de la population mondiale vit dans des constructions en terre et que 17% des constructions figurant sur la liste du patrimoine mondial de l'UNESCO sont des œuvres architecturales en terre [187].

Les architectures en terre, simples ou monumentales, sont présentes dans 150 pays comme le montre la Figure 1.22 [188,189]. Les constructions en terre sont principalement présentes dans presque toute

l'Afrique, le Moyen-Orient et l'Amérique latine, ainsi qu'en Chine, en Inde et dans des pays européens comme le Danemark, l'Allemagne, l'Espagne, la France et la Belgique [187]. Néanmoins, en Europe, ce mode de construire a pratiquement disparu, mais des bâtiments en terre crue subsistent dans le paysage sous forme de bâtiments anciens. Ces derniers sont encore habités mais nécessitent un entretien annuel relativement coûteux [190].



Figure 1.22: Répartition mondiale des zones contenant avec des structures en terre [189]

2.4.2. Problématique actuelle de la terre excavée

L’utilisation de la terre excavée comme matériau de construction a diminué au fil des années en raison de la révolution industrielle. En fait, aujourd’hui, la terre extraite des chantiers de construction est de loin la plus grande source de déchets produits chaque année en Europe [191].

Par ailleurs, chaque année en France, près de 130 millions de tonnes de terre sont excavées pour des projets d’infrastructure et d’aménagement selon le Bureau de Recherches Géologiques et Minières [192]. Or, la majorité de ces terres excavées ne sont pas contaminées et présentent donc un potentiel de valorisation particulièrement intéressant, à condition de maîtriser les enjeux environnementaux et sanitaires liés à leur utilisation. Ainsi, ces terres excavées nécessitent certains traitements et caractérisations afin d’être éliminées ou valorisées. Par conséquent, il est nécessaire de définir des règles et des méthodes visant à encadrer la réutilisation durable des terres dans des conditions garantissant la protection de la santé humaine et de l’environnement.

A titre d’exemple, le chantier du Grand Paris Express (GPE) est responsable de 10 à 20% des déchets de chantier générés chaque année en Île-de-France [193]. Les travaux du GPE devraient générer près de 47 millions de tonnes de déblais d’ici 2030. Pourtant, dès le début des travaux, la Société du Grand Paris (SGP) a pris des mesures pour réduire les effets et les nuisances de ses chantiers sur l’environnement, en anticipant et en planifiant la gestion des déblais issus des travaux. Le concept de sa gestion est basé sur la caractérisation, la traçabilité, l’évacuation et la valorisation. En ce qui concerne la valorisation, l’objectif de la SGP est de valoriser 70% des matériaux d’excavation. Cet objectif n’est pas encore atteint, avec un taux de valorisation actuel de 49,4%, mais les équipes de la SGP se mobilisent pour y parvenir [194].

Néanmoins, la gestion et la valorisation des terres excavées dépendent de plusieurs paramètres tels que leur origine et le site d’excavation, le volume concerné, les procédures à suivre pour leur utilisation dans le secteur du génie civil ou de l’aménagement, et les critères de qualité des terres excavées [195].

2.4.3. Valorisation de la terre excavée dans le domaine de la construction

Les cadres de bonnes pratiques conçus pour promouvoir la valorisation des terres excavées soulignent le potentiel économique, environnemental et social de la réutilisation des terres excavées par rapport aux options traditionnelles d'élimination [196].

En effet, la réutilisation des terres excavées offre plusieurs avantages, tels que la réduction de la distance de transport, la réduction des coûts associés à l'élimination, la préservation de la capacité des décharges, la conservation des ressources naturelles exploitées et la réduction des impacts environnementaux et écologiques [197]. Une étude réalisée par Magnusson et al. [198] a conclu que la réutilisation des terres et roches excavées permet d'économiser jusqu'à 85% en termes d'impact climatique. En outre, il a été démontré qu'environ 14 kg d'équivalents CO₂ par tonne peuvent être économisés en utilisant des terres et des roches excavées au lieu de matériaux vierges [199].

Par conséquent, la valorisation des terres excavées pourrait constituer une étape vers des pratiques d'ingénierie plus durables et apporter des avantages économiques, environnementaux et sociaux.

Remplacée par le béton après la Seconde Guerre mondiale [200], la construction en terre a récemment commencé à susciter l'intérêt des constructeurs et des architectes en raison de son faible impact environnemental par rapport au béton. Les utilisations actuelles des terres excavées comprennent l'aménagement paysager, le remblayage, et les couches de base. La littérature montre également la possibilité de produire des éléments de construction non cuits à partir des terres excavées, tels que des briques, des tuiles, des panneaux d'argile et des plâtres. La terre a également été utilisée dans la production d'autres types de matériaux de construction. Par exemple, Capasso et al. [201] mettent en évidence l'utilisation de différents types de terres excavées dans la production de géopolymères. Ils ont constaté que la géopolymérisation facilite la fabrication de nouveaux matériaux durables pour la construction tout en améliorant la gestion des terres. D'autre part, Priyadharshini et al. [202] ont étudié l'utilisation de terres excavées traitées par une série de traitements thermiques comme agrégat fin dans la fabrication de mortier de ciment. Ils ont trouvé que le traitement thermique permet d'utiliser un sol argileux comme agrégat fin, en fonction de sa minéralogie argileuse. Luo et al. [203] ont étudié les propriétés des blocs de béton fabriqués avec de la terre excavée et des granulats de béton recyclés. Ils ont constaté que la résistance à la compression des blocs à forte teneur en terre excavée augmente de manière significative après l'exposition à des cycles de mouillage-séchage, ce qui est principalement attribué à l'augmentation de l'hydratation du ciment et de la réaction pouzzolanique de la smectite dans les terres excavées. En outre, l'analyse du cycle de vie a montré que l'incorporation de la terre excavée réduit la consommation d'énergie et le potentiel de réchauffement climatique dans la production de blocs de béton.

2.4.4. Valorisation de la terre excavée dans l'impression 3D

Ces dernières années, quelques briqueteries ont commencé à extruder des briques en argile non porteuses pour la maçonnerie. Par exemple, une étude de Maskell et al. [204] présente une méthode représentative de fabrication de briques en terre extrudées à petite échelle, qui sont comparées à des briques en terre non cuites équivalentes à grande échelle. Les Figures 1.23 (a) et (b) montrent respectivement l'extrudeuse de briques commerciale ainsi que les briques extrudées à petite échelle dans l'étude. Ils ont constaté que les briques extrudées à petite échelle ont atteint une résistance à la compression très proche de celle des briques à grande échelle, soit 3,39 MPa.



Figure 1.23: (a) Extrudeuse de briques commerciale et (b) briques extrudées dans un laboratoire [204]

D’autre part, plusieurs études ont déjà commencé à introduire des mortiers argileux stabilisés au ciment dans la technique d’impression 3D [205–208]. Khelifi et al. [205] ont réalisé des mélanges ternaires de sable, de ciment et de kaolin pour concevoir des blocs extrudés non porteurs pour la construction. Ils ont constaté que les mélanges contenant 8 à 10% de ciment en masse et durcis dans une pièce à climat contrôlé avaient des résistances à la compression allant de 2 à 18 MPa. Ils ont également observé un retrait acceptable ($< 0,8\%$) pour tous les mélanges testés. Une autre étude réalisée par d’Haese et al. [209] a examiné la possibilité de développer des éléments isolants respectueux de l’environnement par impression 3D (Figure 1.24). Ils ont incorporé des fibres de lin et des fines de carrière argileuses dans la conception du mélange, ainsi qu’un ciment de laitier de haut fourneau de qualité supérieure pour obtenir la partie structurelle du mur. Ils ont constaté qu’avec 30% de ciment dans les matériaux secs, il est possible d’obtenir une résistance à la compression supérieure à celle requise pour une maison à deux étages.



Figure 1.24: Mur isolant imprimé à base de terre, de sable et de ciment [209]

D’autre part, il existe également quelques études qui ont tenté d’imprimer de la terre excavée et de l’argile mais en utilisant des liants autres que le ciment. Par exemple, Perrot et al. [210] ont évalué la possibilité d’imprimer une structure avec un matériau de terre crue contenant 60% de particules plus fines que $10\ \mu\text{m}$ grâce à l’utilisation d’alginate, un liant à prise rapide (Figure 1.25). Ils ont également constaté que l’ajout de l’alginate améliorait la résistance du matériau imprimé, qui était comparable à celle trouvée dans les matériaux conventionnels à base de terre tels que le torchis, allant de 1,2 à 1,7 MPa.



Figure 1.25: Matériau imprimé à base de terre et d'alginate [210]

Néanmoins, l'impression 3D par extrusion de matériaux terreux présente encore plusieurs défis pour les systèmes d'impression 3D disponibles dans le commerce et dépend encore de plusieurs facteurs, tels que le type de terre utilisée et sa nature argileuse. Goma et al. [211] ont cherché à développer un système d'impression 3D pour le torchis (Figure 1.26). Ils ont découvert que leur système d'extrusion améliore considérablement le processus d'impression 3D du torchis en termes de vitesse d'extrusion, de continuité, de cohérence et de mobilité.



Figure 1.26: Système d'extrusion développé pour l'impression de torchis [211]

En effet, malgré la complexité de la maîtrise des matériaux imprimables à base de terre excavée, l'impression 3D de matériaux terreux semble prometteuse car elle apporte de nombreux avantages environnementaux et économiques ainsi que des opportunités et innovations dans le domaine de la construction.

Néanmoins, peu d'études sont consacrées à l'utilisation de terres excavées en impression 3D dans le but de produire des matériaux porteurs imprimables. Par conséquent, un des objectifs de cette thèse est d'employer l'impression 3D comme un processus de fabrication fiable et robuste de matériaux de terre porteurs imprimables en 3D avec un faible impact environnemental.

3. Conclusion

L'étude bibliographique sur l'impression 3D nous montre que cette dernière peut avoir un impact économique et environnemental négatif, en raison de la forte teneur en ciment nécessaire pour respecter certaines propriétés rhéologiques et mécaniques. En parallèle à cela, de très grandes quantités de matériaux alternatifs, tels que les sédiments de dragage, les fibres de verre polyester et les terres excavées sont générées chaque année et leur gestion devient de plus en plus complexe d'un point de vue économique et environnemental. Il est donc intéressant d'essayer de combiner ces deux problématiques et d'apporter une solution écologique, environnementale, économique et technique qui consiste à valoriser ces matériaux alternatifs dans l'impression 3D.

L'objectif principal de cette thèse est de comprendre l'effet de l'incorporation des différents matériaux alternatifs sur les propriétés rhéologiques et mécaniques des mélanges imprimables/imprimés. Une

méthodologie expérimentale est donc associée à cette thèse, où une série de tests sont réalisés pour caractériser les propriétés des mélanges imprimables à différentes échelles ainsi qu’à l’état frais et durci. Afin de répondre à notre objectif et sur la base des résultats de la recherche bibliographique, le cahier des charges ci-dessous reprend la démarche expérimentale de la thèse et ses limites :

Démarche expérimentale de la thèse

La démarche expérimentale de ce travail de thèse, présentée en détail dans le chapitre 2, est divisée en plusieurs étapes. Tout d’abord, les matériaux alternatifs utilisés sont caractérisés et leurs propriétés sont mesurées :

- La masse volumique ;
- La distribution granulométrique des particules ;
- La surface spécifique ;
- La composition chimique.

Ensuite, pour le chapitre 3, une formulation cimentaire témoin imprimable, ne contenant aucun matériau alternatif, est développée à petite échelle puis imprimée à l’échelle d’une imprimante 3D de laboratoire afin de valider son imprimabilité avant de procéder à la valorisation des différents matériaux alternatifs. Ensuite, une méthodologie de formulation est suivie pour la mise en œuvre et pour la caractérisation des mélanges imprimables valorisant des matériaux alternatifs. Ce chapitre est divisé en trois parties. La première partie vise à valoriser du sédiment flash calciné dans la formulation témoin, en tant que liant, en produisant un liant binaire (ciment/sédiment flash calciné). La seconde partie vise à substituer davantage le ciment à travers la production d’un liant ternaire (ciment/sédiment flash calciné/filler calcaire). Et la troisième partie vise à valoriser des poudres de fibres de verre polyester, en tant que renfort, dans la formulation témoin.

Dans le chapitre 4, trois formulations imprimables à base de terre excavée sont développées suite à une méthodologie de formulation qui consiste à trouver le superplastifiant le plus approprié ainsi que le dosage convenable de superplastifiant pour chaque formulation tout en respectant les exigences d’imprimabilité. Les formulations sont ensuite caractérisées à l’état frais et durci.

Les mêmes essais de caractérisation sont appliqués pour tous les mélanges élaborés dans ces travaux de recherche. De plus, des impressions à l’échelle d’une imprimante 3D de laboratoire sont réalisées.

Les essais réalisés pour caractériser les mélanges à l’état frais sont les suivants :

- Impression manuelle par pistolet pour évaluer l’extrudabilité ;
- Essai d’affaissement modifié pour évaluer la buildabilité ;
- Essai d’étalement pour mesurer le diamètre d’étalement et la fluidité ;
- Prismètre Vicat pour mesurer le temps du début et de la fin de la prise ;
- Pénétration de cône pour mesurer l’évolution du seuil de cisaillement avec le temps.

D’autre part, les essais réalisés pour caractériser les mélanges à l’état durci sont les suivants :

- La mesure de la résistance mécanique ;
- La mesure de la porosité accessible au mercure.

En outre, différentes types d’éprouvettes sont réalisées afin d’étudier l’effet de l’impression 3D sur les propriétés mécaniques des mélanges :

- Éprouvettes normalisées/compactées ;
- Éprouvettes non compactées ;

- Éprouvettes réalisées par impression de couches au pistolet ;
- Éprouvettes extraites de cordons imprimés par l’imprimante 3D.

Enfin, la caractérisation physico-chimique des formulations sélectionnées est effectuée par :

- La mesure de la chaleur d’hydratation par calorimètre semi-adiabatique et isotherme;
- L’analyse thermogravimétrique (ATG).

L’innocuité environnementale des matériaux ainsi que celle des formulations imprimables retenues à base de ces matériaux est également validée par des tests de lixiviation.

Limites de la thèse

Cette thèse n’aborde pas les travaux de recherche ci-dessous :

- L’évaluation de la durabilité des formulations développées. Seules la porosité et l’analyse thermogravimétrique sont utilisées comme indicateurs de durabilité.
- L’effet structurel (inertie géométrique) de l’impression en laboratoire ou via la modélisation numérique.

CHAPITRE 2 : MATÉRIAUX ET MÉTHODES DE CARACTÉRISATION DE MORTIERS IMPRIMABLES

1. Introduction

Dans ce chapitre, les différents matériaux utilisés sont présentés et décrits. Ensuite, un cahier des charges expérimental avec des exigences liées à l'impression 3D est défini afin de valider l'imprimabilité (i.e., extrudabilité et buildabilité) des formulations. En outre, une liste de tests permettant d'évaluer les mortiers imprimables à l'état frais et durci est décrite. Plusieurs propriétés, complémentaires à l'extrudabilité et à la buildabilité, peuvent donc être mesurées ; telles que le temps de prise, l'évolution du seuil de cisaillement en fonction du temps, les résistances mécaniques et la porosité des échantillons imprimés et non imprimés. De plus, afin d'étudier l'hydratation et l'influence de l'ajout des différents matériaux sur la réactivité des mélanges, des tests calorimétriques ainsi que des analyses thermogravimétriques sont adoptés. Enfin, le test de lixiviation est appliqué pour valider l'innocuité environnementale des mélanges imprimables élaborés.

2. Matériaux

2.1. Ciment

Un Ciment Portland (OPC) CEM I 52,5 N CE CP2 NF fournit par EQIOM (France) a été utilisé. Le ciment a une masse volumique réelle égale à $3,15 \text{ g/cm}^3$, un pourcentage des grains passant à 50% (D50) = $8,82 \mu\text{m}$, et une surface spécifique égale à $0,98 \text{ m}^2/\text{g}$. La composition chimique du ciment a été analysée par fluorescence X (FX) et présentée dans le Tableau 2.1. De plus, la composition minéralogique du ciment est présentée dans le Tableau 2.2.

Tableau 2.1: Composition chimique du ciment

Composition	Al ₂ O ₃	CaO	Cl	FeO	Fe ₂ O ₃	K ₂ O	MgO	Na ₂ O	P ₂ O ₅	SO ₃	SiO ₂	TiO ₂	ZnO
Pourcentage massique (%)	4,53	60,17	0,10	2,57	2,86	1,08	0,83	0,27	0,23	4,25	16,90	0,33	0,12

Tableau 2.2: Composition minéralogique du ciment

Composition	C ₃ S	C ₂ S	C ₃ A	C ₄ AF	Gypse
Pourcentage massique (%)	62	12	8	8	3

2.2. Sédiment de dragage

Un sédiment fluvial provenant du site de stockage de Noyelles-sous-Lens (NSL, France) a été utilisé. Ce sédiment est considéré comme non inerte non dangereux [212]. Le sédiment a d'abord été séché à 105 °C jusqu'à obtention d'un poids constant, puis broyé jusqu'à 2 mm avec un broyeur à mâchoires, homogénéisé et finement broyé avec un broyeur automatique RETSCH de type RS200 jusqu'à une granulométrie de $D_{90} < 40 \mu\text{m}$, et enfin calciné/traité par la méthode de calcination flash.

2.2.1. Présentation du four et du procédé de calcination flash

La méthode de calcination flash est une technique innovante et économique de traitement thermique rapide de matériaux finement broyés à hautes températures. Cette méthode de calcination est adaptée aux matériaux minéraux dont les argiles [132,213]. Le concept de cette méthode consiste à exposer le matériau mis en question, dans l'ordre de quelques dixièmes (1/10) de seconde, à l'air sous de très hautes températures, suivant une technique initialement développée par Salvador et al. en 1992 [130]. Une telle méthode de calcination vise à créer des propriétés pouzzolaniques dans le matériau calciné en activant certaines phases. Elle a déjà été employée pour traiter efficacement les sédiments en éliminant de manière significative la matière organique et en activant les phases sédimentaires, en particulier les phases argileuses [134,135,214].

Bien que ces performances puissent être obtenues en utilisant les techniques traditionnelles de calcination thermique directe, l'approche de la calcination flash offre une variété d'avantages, notamment un coût et une consommation d'énergie réduits, ainsi qu'un temps de calcination plus rapide [130,149].

Dans cette thèse, la calcination flash du sédiment NSL a été réalisée dans un four flash qui se trouve au centre de recherche de l'IMT Nord-Europe (France). Le taux de production peut atteindre 50 kg de matière par jour. Un brûleur au gaz propane d'une puissance comprise entre 10 et 50 kW est utilisé pour calciner les matériaux jusqu'à une température maximale de 800 °C. La Figure 2.1 illustre le schéma du four de calcination flash utilisé pour le traitement du sédiment.

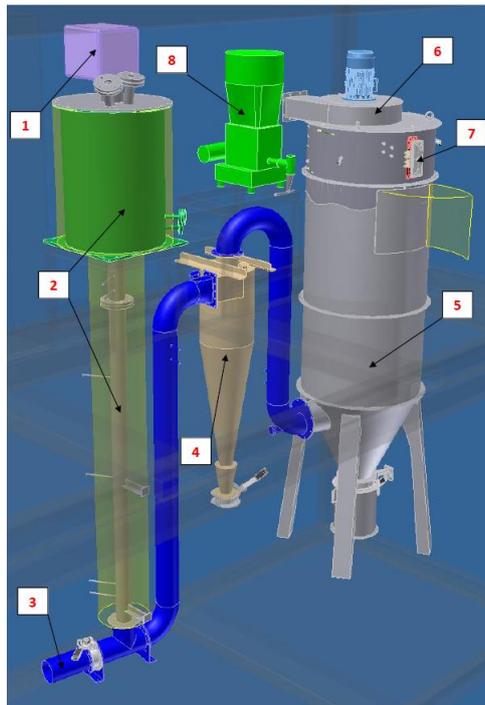


Figure 2.1: Schéma du four de calcination flash utilisé pour le traitement du sédiment

Le principe et le fonctionnement du four à flash sont décrits par Teklay et al. [213]. Plusieurs paramètres peuvent être ajustés pendant le processus de calcination, tels que la puissance du brûleur, le débit d'air, le débit de matériau et la température. Cependant, ces paramètres doivent être adaptés aux propriétés du matériau et doivent être maintenus constants tout au long du processus de calcination.

Une étude réalisée par Chu et al. [214] s’est concentrée sur l’optimisation du processus de calcination flash des sédiments à une échelle semi-industrielle, où les sédiments ont été calcinés à trois températures différentes de 650 °C, 750 °C, et 800 °C. La réactivité pouzzolanique des sédiments calcinés a été examinée par plusieurs méthodes pour évaluer la performance de la méthode de calcination et l’effet des sédiments calcinés sur l’hydratation d’un matériau cimentaire. Les résultats ont montré que le sédiment NSL calciné à 750 °C donnait de meilleures propriétés que celles obtenues à 650 °C et 800 °C, faisant de cette température la température optimale de calcination flash pour ce sédiment.

Par conséquent, cette température (750 °C) a été choisie pour la calcination flash du sédiment dans notre étude.

Le sédiment flash calciné obtenu a une masse volumique réelle égale à 2,64 g/cm³, un pourcentage des grains passant à 50% (D50) = 7,22 µm, et une surface spécifique égale à 28,95 m²/g. Le Tableau 2.3 ci-dessous présente la composition chimique du sédiment flash calciné analysée par FX. Les quatre éléments principaux présents dans le sédiment flash calciné sont Si, Ca, Al et Fe.

Tableau 2.3: Composition chimique du sédiment flash calciné

Composition	Al ₂ O ₃	CaO	CuO	FeO	Fe ₂ O ₃	K ₂ O	MgO	Na ₂ O	P ₂ O ₅	SO ₃	SiO ₂	TiO ₂	ZnO
Pourcentage massique (%)	12,66	18,89	0,13	0,13	6,00	2,29	1,16	0,54	2,29	2,75	44,50	0,67	0,37

2.3. Filler Calcaire

Le filler calcaire CB CALC 80 avec une masse volumique réelle égale à 2,73 g/cm³, un pourcentage des grains passant à 50% (D50) = 6,02 µm, et une surface spécifique égale à 1,21 m²/g a été utilisé.

La Figure 2.2 montre les courbes granulométriques du ciment, sédiment flash calciné et du filler calcaire réalisées à l’aide d’un Granulomètre Laser LS 13-320. Les courbes granulométriques du sédiment flash calciné et du filler calcaire sont proches de celle du ciment, ce qui rend possible et prometteur la substitution du ciment par ces deux matériaux.

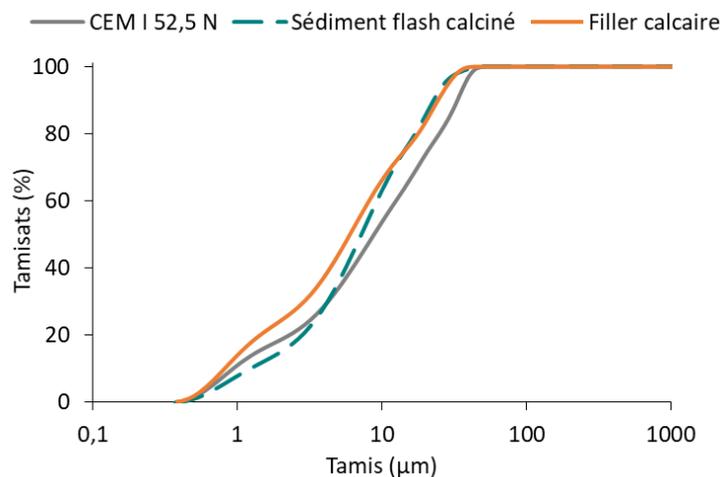


Figure 2.2: Courbes granulométriques du ciment, du sédiment flash calciné et du filler calcaire

2.4. Poudres de fibres de verre polyester

Des poudres recyclées d'un broyage fin de matériaux composites à partir de pièces composites thermodurcissables (polyester insaturé/fibres de verre) issues du secteur automobile en fin de vie ont été utilisées (iNoPLAST, France). L'analyse granulométrique (Figure 2.3) montre que les poudres de fibres de verre polyester (PV) présentent un pourcentage des grains passant à 50% (D50) = 24,02 μm et une grandeur maximale de particules ne dépassant pas les 100 μm . La masse volumique et la surface spécifique des poudres sont respectivement 2,00 g/cm^3 et 1,77 m^2/g . La composition chimique des poudres analysée par FX, présentée dans le Tableau 2.4 ci-dessous, montre que les quatre principaux éléments sont Ca, Si, Al, et Br.

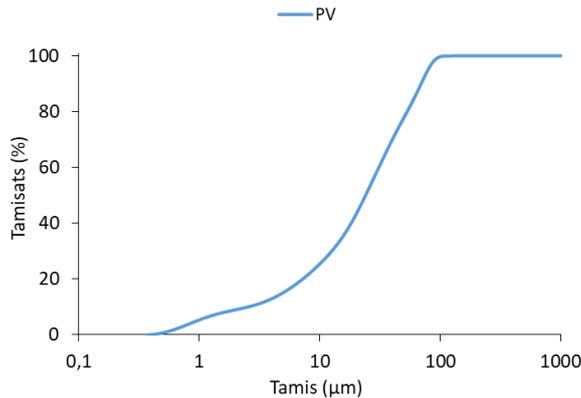


Figure 2.3: Courbe granulométrique des poudres de fibres de verre polyester

Tableau 2.4: Composition chimique des poudres de fibres de verre polyester

Composition	Al ₂ O ₃	CaO	SiO ₂	MgO	Na ₂ O	CrO	Fe ₂ O ₃	K ₂ O
Pourcentage massique (%)	1,70	11,61	69,74	1,16	13,21	0,15	0,57	0,72

2.5. Sable

Un sable calcaire concassé 0/2 mm fourni par les Carrières du Boulonnais (France) avec 9% de particules fines inférieures à 63 μm a été utilisé. La masse volumique réelle du sable est de 2,74 g/cm^3 . La Figure 2.4 présente la courbe granulométrique du sable.

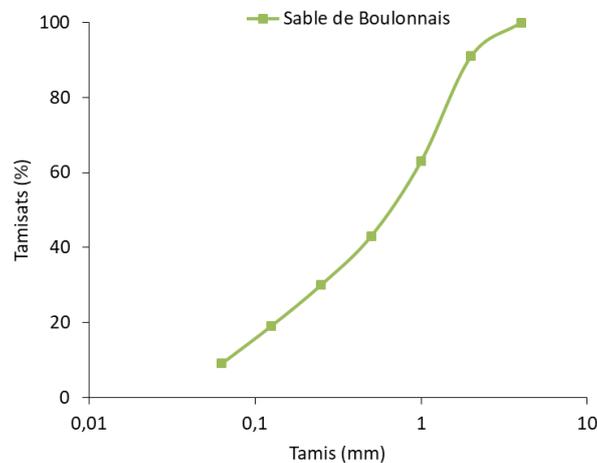


Figure 2.4: Courbe granulométrique du sable

2.6. Terre excavée

Une terre excavée générée par les ouvrages du Grand Paris Express (GPE) a été utilisée dans cette étude dans son état brut. Aucun traitement (broyage, concassage, calcination...) n'a été appliqué sur la terre pour ne pas influencer ses propriétés physico-chimiques. La terre a été plutôt séchée à l'air libre puis tamisée à 2 mm pour éliminer tout agrégat grossier afin d'éviter les problèmes de blocage au niveau de la buse de l'imprimante pendant le processus d'impression. Néanmoins, même avant le processus de tamisage, la terre ne contenait qu'une très faible quantité de granulats supérieurs à 0,5 mm (0,56% de la masse totale de la terre) comme le montre la courbe granulométrique de la Figure 2.5. Alors que pour la partie fine de la terre, un pourcentage de 32% et 31% correspondait respectivement à des particules inférieures à 80 μm et 63 μm .

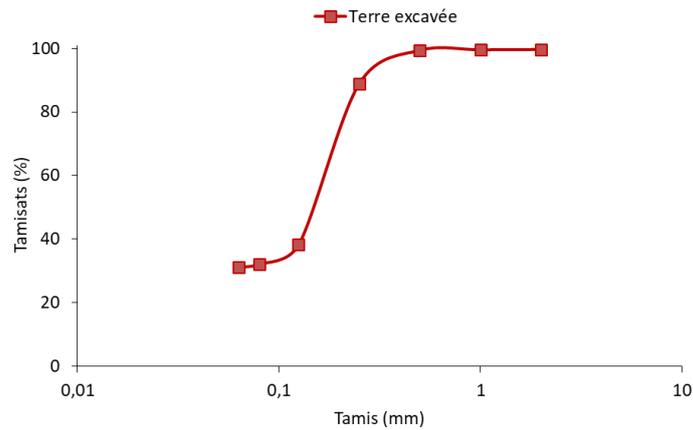


Figure 2.5: Courbe granulométrique de la terre excavée

La Figure 2.6 (a) montre l'aspect de la terre dans sa forme originale et brute avant le processus de tamisage. On pourrait penser que la terre contient de grosses roches, mais en réalité, ce ne sont que des particules agglomérées et collées les unes aux autres. Tandis que la Figure 2.6 (b) illustre l'aspect homogène de la terre tamisée à 2 mm. Les gros blocs de particules ont été soumis à un processus de désagrégation manuel léger afin de permettre à la quantité maximale de terre de passer à travers le tamis de 2 mm.



(a)

(b)

Figure 2.6: Aspect de la terre (a) avant et (b) après le tamisage à 2 mm

Les limites d’Atterberg (limite de liquidité et de plasticité) de la terre ont été déterminées conformément à la norme NF EN ISO 17892-12. La valeur d’absorption au bleu de méthylène (VBS) conformément à la norme NF P 94-068 pour évaluer l’argilosité de la terre.

La terre a enregistré une limite de liquidité égale à $W_L = 18,68\%$, une limite de plasticité égale à $W_P = 11,84\%$, un indice de plasticité égale à $I_P = 6,84\%$, et une valeur d’absorption au bleu égale à $VBS = 0,83/100g$ qui classe la terre dans la catégorie des sols sablo-limoneux ($0,2 \leq VBS \leq 1,5$).

De plus, la masse volumique réelle et la surface spécifique de la terre sont respectivement $2,73 \text{ g/cm}^3$ et $4,79 \text{ m}^2/g$. La composition chimique de la terre analysée par FX est également présentée dans le Tableau 2.5 ci-dessous.

Tableau 2.5: Composition chimique de la terre excavée

Composition	Al ₂ O ₃	CaO	FeO	Fe ₂ O ₃	K ₂ O	MgO	Na ₂ O	SO ₃	SiO ₂	TiO ₂
Pourcentage massique (%)	3,63	13,04	1,00	1,12	1,37	7,98	0,16	1,30	57,16	0,2

2.7. Adjuvants

Dans l’impression 3D, à part les composants d’un mélange, l’utilisation d’adjuvants chimiques est nécessaire pour procurer aux encres les propriétés à l’état frais pour être imprimables. Pour cette raison, des superplastifiants et un agent modifiant de viscosité ont été utilisés dans cette étude.

2.7.1. Superplastifiants (SP)

L’utilisation d’un superplastifiant dans une matrice cimentaire permet au mélange d’être plus fluide sans ajout d’eau, ce qui lui procure une maniabilité et une stabilité permettant le pompage et l’extrusion lors du processus d’impression. Dans cette étude, trois types différents de superplastifiants (adjuvants à haute réduction d’eau) ont été étudiés, dont les caractéristiques sont résumées dans le Tableau 2.6. En effet, il a été décidé de choisir ces trois superplastifiants en particulier en raison de leur nature et composition différentes, ainsi que de leur adaptabilité prometteuse à une matrice cimentaire imprimable. Par exemple, CHRYSO®Fluid Optima 100 a été choisi en raison de son utilisation dans une étude précédente dans des mortiers imprimables contenant principalement les mêmes matériaux que ceux utilisés dans cette étude [215]. MasterSuna SBS 4131 a été choisi car il est censé apporter de la fluidité dans des bétons intégrant des sables/sols difficiles et argileux, ce qui pourrait être intéressant à évaluer et à tester notamment dans la formulation des mélanges à base de terre excavée. Enfin, MasterGlenium ACE 456 a été choisi car plusieurs études ont montré que les superplastifiants à base de polycarboxylates sont adaptés à l’impression 3D des matériaux cimentaires et argileux [216–219].

Tableau 2.6: Caractéristiques des superplastifiants

Superplastifiant	CHRYSO®Fluid Optima 100	MasterSuna SBS 4131	MasterGlenium ACE 456
Nature	Phosphonate modifié	Polymère	Polycarboxylate
Extrait sec (%)	31,00	28,50	30,00

Les fiches techniques présentées dans les Annexes 1, 2, et 3 détaillent les propriétés des superplastifiants : CHRYSO®Fluid Optima 100, MasterSuna SBS 4131, et MasterGlenium ACE 456, respectivement.

2.7.1.1. Saturation en superplastifiant

Le but des tests de saturation est de déterminer le superplastifiant le plus adapté et celui qui a un fort pouvoir défloculant et fluidifiant sur les matériaux utilisés dans cette thèse. Cependant, si l'impression 3D nécessite un matériau suffisamment maniable pour faciliter le pompage pendant le processus d'impression, le matériau ne doit pas non plus être trop fluide pour être encore buildable une fois extrudé. Il s'agit donc de ne pas dépasser ou d'atteindre obligatoirement le dosage de saturation obtenu par les tests de saturation puisque l'objectif est de disposer d'un matériau ayant la fluidité juste nécessaire pour respecter les autres paramètres d'impression à part la pompabilité et l'ouvrabilité, notamment la buildabilité. Par exemple, le dosage en superplastifiant d'un matériau autoplaçant est susceptible d'être plus élevé que celui d'un matériau imprimable, faisant du choix du dosage de superplastifiant un paramètre dépendant du type d'application visé.

Pourtant, il reste intéressant d'évaluer la compatibilité du liant avec les différents superplastifiants proposés, afin de voir lequel serait le plus approprié dans le cadre de cette étude. Ainsi, deux méthodes ont été utilisées pour déterminer le dosage de saturation du liant avec chacun des superplastifiants et pour suivre l'évolution du comportement rhéologique du liant adjuvanté avec le temps. Les deux procédures adoptées visent à déterminer le temps d'écoulement et le diamètre d'étalement du liant avec plusieurs dosages de superplastifiants en utilisant respectivement le cône de Marsh et le mini-cône.

a. *Mode opératoire – Cône de Marsh*

L'essai au cône de Marsh (Figure 2.7) consiste à mesurer le temps et la vitesse d'écoulement du coulis à travers une buse de 12,5 mm de diamètre sous l'effet de son propre poids. Plus l'écoulement est lent, plus le coulis est visqueux et plus l'écoulement est rapide, plus le coulis est fluide. L'objectif de cet essai est de trouver le dosage de saturation du liant (i.e., ciment) en superplastifiant à partir de la vitesse d'écoulement du coulis.



Figure 2.7: Cône de Marsh utilisé pour mesurer la saturation du liant en superplastifiant

L'essai s'est réalisé dans une chambre climatisée dont la température était fixée à 20 °C et l'humidité relative était supérieure à 90%. Les matériaux utilisés pour cet essai (le ciment, l'eau et le superplastifiant) ont également été pré-tempérés à 20 °C et stockés dans la même salle d'essai.

Une masse de ciment de 2000 g et un rapport E/C égal à 0,4 ont été choisis pour cet essai. Le dosage du superplastifiant a été ajouté en fonction de la masse du ciment. Ensuite, un volume de 1500 ml de coulis a été préparé en suivant les étapes ci-dessous :

- 1- Introduire l'eau et le superplastifiant dans le bol du malaxeur de 5 litres en arrêt ;
- 2- Introduire le ciment dans le malaxeur et démarrer le chronomètre (t_0) ;
- 3- Mélanger à petite vitesse pendant 1 minute ;
- 4- Arrêter le malaxage et racler le bol du malaxeur à l'aide d'une spatule pendant 30 secondes ;
- 5- Reprendre le malaxage à petite vitesse pendant 30 secondes, puis à grande vitesse pendant 1 minute.

A la fin du malaxage, le coulis de ciment est introduit dans le cône de Marsh. Le bouchon de la buse est ensuite retiré pour permettre au coulis de passer par la buse et de remplir un récipient d'un volume de 1000 ml. Ensuite, afin de vérifier la compatibilité entre le superplastifiant et le ciment, quatre mesures ont été effectuées à quatre temps différents ($t_0 + 5$ min, $t_0 + 15$ min, $t_0 + 30$ min et $t_0 + 60$ min) pour vérifier le maintien d'ouvrabilité du coulis ainsi que pour suivre l'évolution de sa fluidité en fonction du temps. Ceci a été établi selon la norme NF P 18-358. Ainsi, après chaque mesure d'écoulement, le coulis est remis dans le bol du malaxeur au repos et recouvert par un film plastique pour éviter toute évaporation d'eau. Le coulis est ensuite mélangé de nouveau pendant 30 secondes à vitesse lente avant chaque nouvelle mesure.

Le dosage de saturation est défini lorsque la fluidité du coulis, qui devrait normalement augmenter avec le dosage du superplastifiant, atteint une valeur maximale. Il est également probable que lorsque le dosage en superplastifiant dépasse cette valeur, le coulis, initialement fluide avec un temps d'écoulement rapide, devient visqueux avec un temps d'écoulement plus lent. Cette valeur est alors considérée comme le dosage de saturation, où l'ajout de superplastifiant ne fluidifie plus le coulis.

b. Mode opératoire – Mini-cône

La saturation du liant par les différents superplastifiants a été réalisée également à l'aide du mini-cône illustré dans la Figure 2.8 ayant un volume de 37,71 cm³. Cet essai consiste à mesurer l'étalement d'une pâte adjuvantée à l'aide du mini-cône. Plus l'étalement est petit, plus la pâte est visqueuse. Plus l'étalement est grand, plus la pâte est fluide. Le mini-cône utilisé dans cette étude possède des dimensions proportionnelles à celles du cône d'Abrams, avec un diamètre supérieur de 19 mm, un diamètre inférieur de 38 mm et une hauteur de 57 mm, et a été défini par Wedding et al. [220]. Les matériaux testés avec cette méthode de saturation sont le ciment, les fines de terre (i.e., la partie inférieure à 80 µm) et des mélanges de ciment et de fines de terre. En fait, il était intéressant d'introduire cette méthode afin de comparer les résultats de saturation avec ceux obtenus avec le cône de Marsh. L'utilisation du mini-cône permet également de réduire la quantité de matériau utilisée pour les essais de saturation par rapport à la méthode du cône de Marsh. De plus, la simplicité de la méthode facilite l'évaluation précise et efficace des superplastifiants.

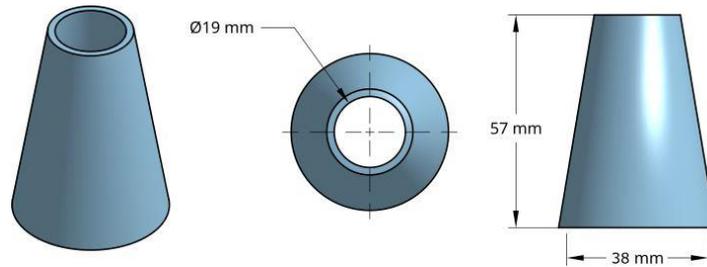


Figure 2.8: Mini-cône utilisé pour mesurer la saturation du liant en superplastifiant

De ce fait, une masse de liant de 100 g et un rapport E/C égal à 0,4 ont été choisis pour cet essai. Le dosage du superplastifiant a été ajouté en fonction de la masse du liant. Ensuite, la pâte a été préparée en suivant les étapes ci-dessous :

- 1- Introduire le liant dans le malaxeur en arrêt;
- 2- Introduire l'eau et le superplastifiant dans le bol du malaxeur de 370 ml et démarrer le chronomètre (t_0);
- 3- Mélanger à petite vitesse pendant 1 minute, puis à grande vitesse pendant 1 minute ;
- 4- Arrêter le malaxage et racler le bol du malaxeur à l'aide d'une spatule pendant 30 secondes ;
- 5- Reprendre le malaxage à grande vitesse pendant 1 minute.

A la fin du malaxage, la pâte est introduite dans le mini-cône. Trois mesures d'étalement ont été effectuées à trois temps différents ($t_0 + 5$ min, $t_0 + 15$ min et $t_0 + 30$ min) pour suivre l'évolution de la fluidité de la pâte adjuvantée en fonction du temps. Le diamètre d'étalement est mesuré dans deux directions perpendiculaires à l'aide d'un pied à coulisse (Figure 2.9), et la valeur d'étalement moyenne est ainsi calculée. Ensuite, après chaque mesure d'étalement, la pâte est mise dans le malaxeur au repos et recouvert par un film plastique pour éviter toute évaporation d'eau. La pâte est ensuite mélangée de nouveau pendant 30 secondes à vitesse lente avant chaque nouvelle mesure.



Figure 2.9: Etalement de pâte adjuvantée avec l'essai du mini-cône

Le dosage de saturation, comme dans l'essai au cône de Marsh, est défini lorsque la fluidité de la pâte adjuvantée atteint une valeur maximale. Il est également probable que lorsque le dosage en superplastifiant dépasse cette valeur, la pâte, initialement fluide avec un grand diamètre d'étalement, devient visqueuse avec un diamètre d'étalement plus petit. Cette valeur est alors considérée comme le dosage de saturation, où l'ajout de superplastifiant n'a plus d'effet fluidifiant sur la pâte.

2.7.2. Agent modifiant de viscosité (AMV)

En complément de l'utilisation de superplastifiant, un additif commercial (BELITEX® ADDICHAP) a été utilisé comme agent modifiant de viscosité (AMV) sous forme de poudre blanche. L'Annexe 4 détaille les propriétés de l'additif. L'ajout d'un tel additif permettra au mélange de gagner en cohésion, en

stabilité et en buildabilité, qui sont des paramètres essentiels pour l'impression 3D [48,221–223]. Il a été décidé d'utiliser BELITEX® ADDICHAP en raison de son utilisation dans une étude précédente dans des mortiers imprimables contenant principalement les mêmes matériaux que ceux utilisés dans cette étude [215]. Cependant, cet agent n'a été utilisé que dans la formulation des mélanges valorisant des sédiments de dragage et des poudres de fibres de verre polyester, et non dans les mélanges valorisant de la terre excavée. De plus, le dosage optimal d'AMV dans la formulation cimentaire témoin a été choisi suite à une série de tests itératifs d'extrudabilité par le pistolet et de buildabilité par l'essai d'affaissement modifié réalisés en laboratoire pour répondre aux exigences d'imprimabilité du cahier des charges expérimental. Ensuite, une fois que le dosage en AMV de la formulation témoin a été trouvé, il a été fixé pour le reste de l'étude pour les différents mélanges valorisant des sédiments de dragage et de poudres de fibres de verre polyester.

3. Méthodes de caractérisation de mortiers imprimables

Comme il n'existe actuellement aucune norme pour la formulation ou la caractérisation des matériaux cimentaires imprimables, dans cette étude, des méthodes simples ont été mises en œuvre à l'échelle du laboratoire pour pouvoir simuler le processus d'impression 3D et établir un cahier des charges expérimental répondant aux besoins et aux exigences de l'impression. L'importance de la simplicité des méthodes suivies assure la répétabilité des essais de caractérisation des mortiers. Ainsi, les mortiers ont d'abord été testés pour l'imprimabilité et ont été considérés comme imprimables s'ils répondaient aux conditions définies dans le cahier des charges expérimental, puis caractérisés à l'état frais et durci.

3.1. Extrudabilité par pistolet manuel

Un pistolet à cartouche a été utilisé afin de simuler l'impression 3D à petite échelle (Figure 2.10). Cet outil a précédemment été utilisé par Khalil et al. [78] et Baz et al. [224]. Il est composé d'un tube cylindrique d'un volume de 600 ml dans lequel un piston peut coulisser et appliquer une pression contrôlée manuellement sur le matériau contenu dans le tube. Cette pression provoque ensuite l'extrusion du matériau à travers une buse circulaire de 2 cm de diamètre réalisée par impression plastique 3D. Cet outil simple permet de tester et de valider l'imprimabilité, notamment l'extrudabilité, des formulations élaborées à petite échelle avant de passer à des impressions à l'échelle d'une imprimante 3D de laboratoire.



Figure 2.10: Pistolet utilisé pour l'impression 3D à petite échelle

Afin de pouvoir considérer un matériau comme extrudable et adapté à l'impression 3D, il ne doit être ni trop fluide ni trop rigide. Par exemple, le matériau ne doit pas s'écouler sous son propre poids à travers la buse du pistolet (Figure 2.11 (a)), ni être trop difficile à extruder et ne pas pouvoir sortir en bloquant la buse (Figure 2.11 (b)). Cependant, le matériau doit être suffisamment fluide, ne nécessitant qu'une légère pression pour pouvoir sortir de la buse assez facilement sans causer de problèmes de filtration ou de ségrégation.



Figure 2.11: Extrusion d'un (a) matériau trop fluide, et d'un (b) matériau trop sec et dur à extruder

3.2. Buildabilité par l'essai d'affaissement modifié

Pour pouvoir classer un matériau comme un matériau adapté à l'impression 3D, il ne suffit pas qu'il soit extrudable mais aussi buildable. Les couches extrudées doivent conserver leur forme lors de l'impression et ne pas s'affaisser sous leur propre poids ainsi que sous le poids des couches supérieures. La Figure 2.12 montre un exemple clair d'un matériau buildable et un autre non buildable. Sur la Figure 2.12 (a), les couches sont bien visibles et séparées les unes des autres. De plus, on ne constate aucun affaissement au niveau des couches ce qui conduit à la stabilité de l'ensemble de la pièce imprimée. Contrairement, la Figure 2.12 (b) présente un matériau non buildable en raison de l'affaissement et de l'étalement des couches extrudées, ce qui entraîne la défaillance et l'effondrement de l'ensemble de la pièce imprimée.



Figure 2.12: Couches d'un (a) matériau buildable, et d'un (b) matériau non buildable

La buildabilité pourrait être évaluée visuellement, comme le montre la Figure 2.12, cependant, le jugement visuel n'est pas toujours une méthode fiable et suffisante. Par conséquent, afin d'évaluer quantitativement la buildabilité des mortiers, l'essai d'affaissement modifié a été utilisé, conformément aux études menées par Nematollahi et al. [182] et Ilcan et al. [52]. Le mini-cône utilisé dans cet essai est le même que celui utilisé dans la norme NF EN 1015-3 pour la détermination de la consistance du mortier frais, ayant une hauteur de 5 cm, un diamètre du haut de 7 cm et un diamètre du bas de 10 cm. L'essai consiste à remplir le mortier frais dans le cône, à soulever lentement le cône et à placer une charge statique de 600 g sur la surface supérieure du mortier conique (y compris le poids d'une plaque de verre ronde), puis à mesurer la hauteur moyenne finale (h_f) du mortier frais déformé après 1 minute de charge. Plus la hauteur finale mesurée après le chargement est élevée, plus le matériau est buildable. Le montage et les étapes de l'essai sont illustrés à la Figure 2.13. Un mélange est considéré comme buildable si sa hauteur finale, mesurée après l'application de la charge, n'est pas inférieure à 4,5 cm. Cette valeur est obtenue en utilisant l'essai d'affaissement modifié

appliqué à un matériau imprimable commercial et a été choisie comme valeur seuil de hauteur minimale (h_f seuil) pour cet essai de buildabilité (Figure 2.14).

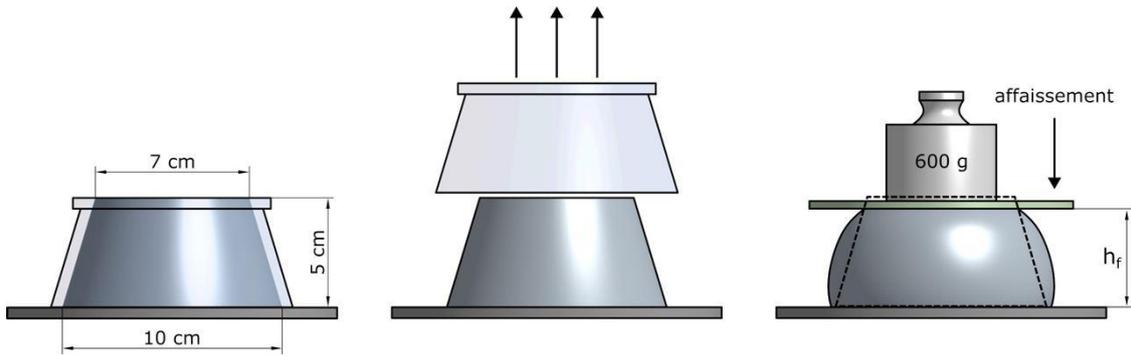


Figure 2.13: Montage et étapes de l'essai d'affaissement modifié pour mesurer la buildabilité

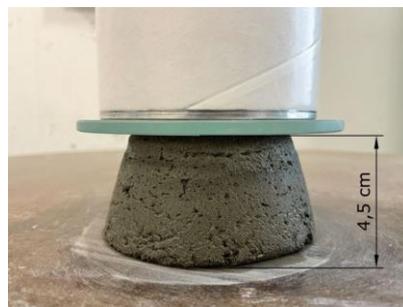


Figure 2.14: Valeur de hauteur finale (h_f) minimale acceptée pour l'essai de buildabilité (4,5 cm)

La Figure 2.15 montre un exemple d'un matériau buildable et un matériau non buildable évalué par l'essai d'affaissement modifié. On peut voir qu'après l'application de la charge de 600 g, le matériau de la Figure 2.15 (a) a pu conserver sa forme conique initiale ($h_f \geq h_f$ seuil = 4,5 cm) alors que le matériau de la Figure 2.15 (b) s'est complètement effondré ($h_f < h_f$ seuil = 4,5 cm).



Figure 2.15: Hauteur finale (h_f) d'un (a) matériau buildable, et d'un (b) matériau non buildable mesurée avec l'essai de buildabilité

3.3. Cahier des charges expérimental

Comme déjà évoqué, dans cette étude, pour qu'un mortier soit considéré imprimable, il doit répondre aux exigences les plus importantes de l'impression 3D qui définissent le cahier des charges expérimental : Il doit être extrudable ainsi que buildable. Le mortier est ainsi évalué à l'aide des deux méthodes décrites ci-dessus – le pistolet pour son extrudabilité et l'essai d'affaissement modifié pour sa buildabilité – et considéré imprimable s'il satisfait les conditions imposées par ces deux tests. Ensuite, une fois prouvés imprimables, les mortiers ont été caractérisés par le reste des tests pour leurs propriétés à l'état frais et durci.

3.4. Propriétés à l'état frais

L'évaluation des propriétés des mortiers imprimables ainsi que l'évolution de leur comportement à l'état frais au cours du temps est très importante étant donné la courte durée du processus d'impression 3D. Par conséquent, plusieurs caractéristiques à l'état frais telles que la fluidité, la maniabilité et l'évolution structurelle sont essentielles à exploiter dans le contexte d'un mortier imprimable.

3.4.1. Étalement par table à secousses

Le test d'étalement par la table à secousses a été utilisé pour déterminer la fluidité et le diamètre d'étalement des mortiers conformément à la norme NF EN 1015-3 (Figure 2.16). A la fin du malaxage, le mortier est introduit en deux couches dans le moule placé au centre de la table à secousses. Chaque couche est tapotée au moins 10 fois par petits coups pour assurer le bon remplissage du moule. Le surplus de mortier est ensuite éliminé de la surface du cône à l'aide d'une spatule. Le moule est enfin soulevé verticalement et lentement en 15 secondes et la table est ensuite frappée en 15 secousses pour étaler le mortier. Le diamètre d'étalement est mesuré dans deux directions perpendiculaires à l'aide d'un pied à coulisse, et la valeur moyenne d'étalement du mortier est ainsi calculée.



Figure 2.16: Essai d'étalement par table à secousses

3.4.2. Temps de prise

Le temps de prise des mortiers (début de prise et fin de prise) a été déterminé par le test de Vicat selon la norme NF EN 480-2. Les mortiers sont placés dans le moule de l'appareil Vicat comme le montre la Figure 2.17. Une aiguille de diamètre égal à $\varnothing = 1,13$ mm est libérée automatiquement à travers le moule contenant le mortier frais toutes les 5 minutes. Le temps mesuré entre la fin du malaxage et le moment où la distance entre l'aiguille et la plaque de base du moule est de 6 mm constitue le temps de début de prise du mortier. Tandis que, le temps mesuré entre la fin du malaxage et le moment où l'aiguille ne pénètre pas plus de 2,5 mm dans l'éprouvette constitue le temps de fin de prise du mortier. L'essai s'est réalisé dans une chambre climatisée dont la température était fixée à 20 °C et l'humidité relative était supérieure à 90%.

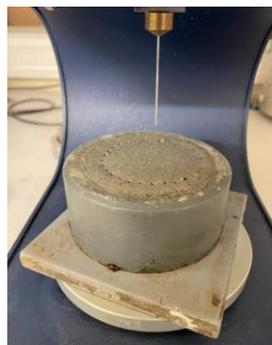


Figure 2.17: Essai de temps de prise de mortier

3.4.3. Essai de pénétration de cône

L'essai de pénétration de cône a été utilisé pour évaluer l'évolution du seuil de cisaillement des mortiers frais avec le temps. Il a été réalisé conformément à la norme NF EN ISO 17892-6 et à une étude menée par Baz et al. [51]. La Figure 2.18 illustre le dispositif du test. Cet essai permet de calculer, à l'aide d'une équation spécifique, le seuil de cisaillement correspondant à une série de pénétrations provoquées par une charge imposée par un cône dans du mortier frais [225]. Le cône utilisé avait un angle de 30° (θ) et une masse totale de 230 g. La même procédure que celle utilisée dans l'étude de Baz et al. [51] a été suivie. L'enfoncement du cône dans le mortier frais placé dans un récipient circulaire a été mesuré toutes les 150 secondes (2,5 minutes) pour une durée totale de 1320 secondes (22 minutes). Les seuils de cisaillement τ en kPa ont été calculés suivant l'Equation (1), où F est la force générée par la masse du cône, h est la profondeur de pénétration enregistrée, et θ est l'angle du cône.

$$\tau = F \cos \theta^2 / \pi h^2 \tan \theta \quad (1)$$

Chaque mélange est testé trois fois, chacune sur un lot différent, et le résultat final de chaque mélange correspond à la moyenne des trois essais.



Figure 2.18: Essai de pénétration de cône

3.4.4. Impression à l'échelle d'une imprimante 3D de laboratoire

L'imprimabilité (i.e., extrudabilité et buildabilité) des mélanges élaborés a été validée et confirmée à l'échelle d'une imprimante 3D de laboratoire. La Figure 2.19 montre l'imprimante et la pompe utilisées dans cette étude. La buse de l'imprimante était circulaire avec un diamètre de 2 cm, similaire au diamètre de la buse du pistolet utilisé pour évaluer l'extrudabilité des mélanges à petite échelle. Les dimensions de la zone d'impression étaient X : 615 mm, Y : 520 mm, et Z : 600 mm. Différentes formes ont été réalisées avec l'imprimante (cylindre, rectangle...) dont la hauteur variait entre 25 et 30 cm.



Figure 2.19: Imprimante 3D de laboratoire et pompe [226]

L'aspect rhéologique du matériau ainsi que sa préparation et son malaxage ont une grande influence sur le processus d'impression. Un lot de grand volume ne développe pas forcément le même comportement rhéologique qu'un lot de petit volume. Pour cette raison, les mélanges ont été soigneusement conçus et préparés pour garantir une bonne répétabilité et reproductibilité entre les différentes échelles d'application testées. En outre, la même procédure de préparation a été suivie pour tous les mélanges en suivant les mêmes étapes de malaxage et le même mélangeur de 80 L pour préparer des lots de 20-30 L par mélange.

En complément des exigences liées au matériau mis en question et à sa préparation, le processus d'impression à l'aide d'une machine/robot nécessite en soi une certaine maîtrise de plusieurs paramètres d'impression tels que la pression/le débit de la pompe, la vitesse de déplacement de la buse, la distance entre la buse et le plateau d'impression, la hauteur des couches, etc...

Le choix des paramètres d'impression dépend fortement de l'aspect rhéologique du matériau. Par exemple, un mélange visqueux nécessite une pression et un débit de pompage plus élevés qu'un matériau fluide pour passer dans le tuyau et sortir par la buse de l'imprimante. Le choix des paramètres d'impression peut également influencer la géométrie et la qualité du matériau extrudé. Une vitesse d'impression élevée peut conduire à la formation de cordons plus fins, tandis qu'une vitesse plus lente et faible peut aboutir à des cordons plus épais et plus étalés. Il est donc important de trouver et de régler les paramètres d'impression appropriés pour chaque mélange. Ainsi, dans cette étude, la vitesse d'impression était comprise entre 100 et 120 mm/s et la hauteur de couche était fixée à 10 mm.

Pour mettre en évidence l'importance des paramètres d'impression, la Figure 2.20 illustre une série de photos de quelques difficultés rencontrées lors des premières tentatives d'impression avec l'imprimante afin d'adapter et de maîtriser le réglage des paramètres d'impression. La Figure 2.20 (a) montre l'effondrement de la pièce imprimée dû à l'instabilité de la structure. La Figure 2.20 (b) montre comment la modification du débit de la pompe a entraîné une modification de l'épaisseur et de la largeur des couches successives pendant l'impression. La Figure 2.20 (c) montre le déséquilibre des couches imprimées peut conduire à l'instabilité et à la défaillance de la structure. Enfin, la Figure 2.20 (d) montre une extrusion discontinue d'un matériau sec, qui a ensuite conduit à un éloignement de la distance de déposition des couches successives, entraînant l'effondrement de la structure.

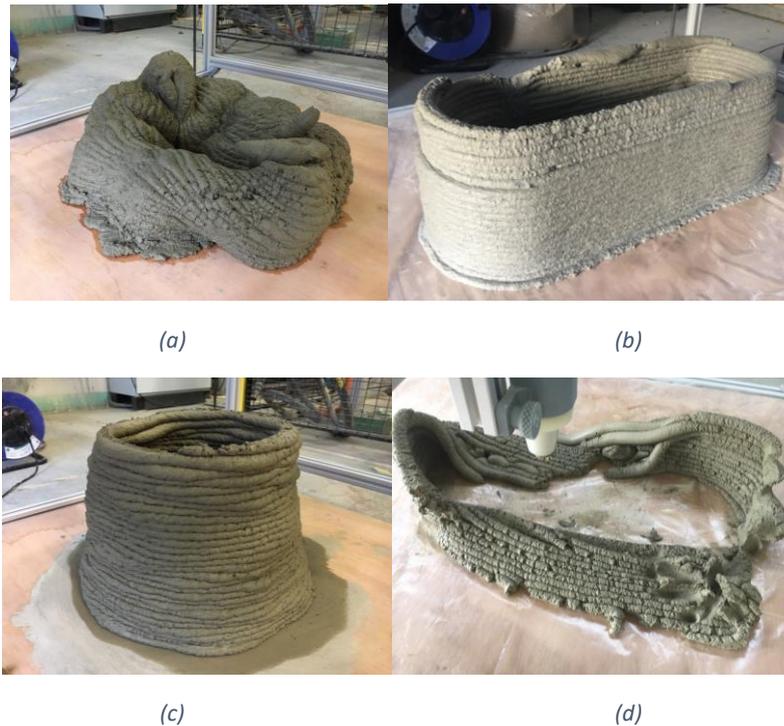


Figure 2.20: Difficultés rencontrées lors des premiers essais d'impression : (a) instabilité et effondrement de la structure, (b) modification du débit de la pompe durant l'impression, (c) déséquilibre et instabilité des couches imprimées, et (d) extrusion discontinue d'un matériau sec et effondrement de la structure

3.5. Propriétés à l'état durci

Tout comme il est important d'évaluer les mortiers imprimables à l'état frais, il est également essentiel d'étudier les propriétés des mortiers imprimés à l'état durci, telles que leurs performances mécaniques ainsi que leur porosité.

3.5.1. Résistances mécaniques

Afin de tester les propriétés mécaniques des matériaux imprimés à plusieurs échéances, quatre méthodes de confection d'éprouvettes ont été suivies. L'objectif c'est d'étudier l'influence de la façon de réalisation d'éprouvettes sur leurs propriétés mécaniques en comparant les résultats des différentes méthodes. Les quatre méthodes adoptées pour la préparation des éprouvettes sont les suivantes :

1. Moulage normalisé/compacté ;
2. Moulage non compacté ;
3. Impression par pistolet ;
4. Impression par imprimante.

3.5.1.1. Moulage normalisé/compacté

Cette méthode de mise en œuvre d'éprouvettes a été suivie conformément à la norme EN NF 196-1, où le moule de dimensions 4 x 4 x 16 cm est rempli en deux couches de mortier, et chaque couche a été compactée et frappée 60 fois avec une table à choc. Cette méthode permet de tester les propriétés mécaniques des mortiers dans des conditions normalisées, indépendamment de la mise en œuvre et de l'effet de l'impression 3D.

3.5.1.2. Moulage non compacté

Cette méthode consiste à verser tout simplement le mortier frais directement dans le moule 4 x 4 x 16 cm sans appliquer aucune compaction ou vibration au mortier remplissant le moule. L'objectif de ce type de remplissage est de mettre en évidence l'effet de la non-compaction et de la non-vibration sur les résistances mécaniques des éprouvettes afin de satisfaire et de se rapprocher le plus possible de l'état d'un matériau imprimé qui ne subit aucun type de vibration ou de compaction contrairement à un mortier normalisé.

3.5.1.3. Impression par pistolet

Cette méthode consiste à imprimer directement à l'intérieur du moule 4 x 4 x 16 cm en utilisant le même pistolet manuel que celui utilisé pour le test d'extrudabilité avec une buse rectangulaire de 3 x 1 cm (Figure 2.21) de manière à obtenir 4 couches successives de 4 cm de largeur et de 1 cm d'épaisseur chacune. Cette méthode a déjà été adoptée dans une étude menée par Khalil et al. [78]. La Figure 2.22 (a et b) montre le moule rempli d'éprouvettes imprimées avec le pistolet et l'aspect des éprouvettes après le démoulage. La direction d'application de la charge pour les essais d'écrasement était parallèle aux couches imprimées, donc sur les surfaces latérales lisses des éprouvettes, comme le montre la Figure 2.23 (a et b). L'objectif de cette méthode de mise en œuvre est de mettre en évidence l'effet de l'impression 3D et l'influence de l'empilement des couches sur les résistances mécaniques des échantillons.



Figure 2.21: Buse rectangulaire (3 x 1 cm) utilisée pour impression à l'intérieur des moules



(a)

(b)

Figure 2.22: Aspect des éprouvettes (a) imprimées dans le moule, et (b) après le démoulage

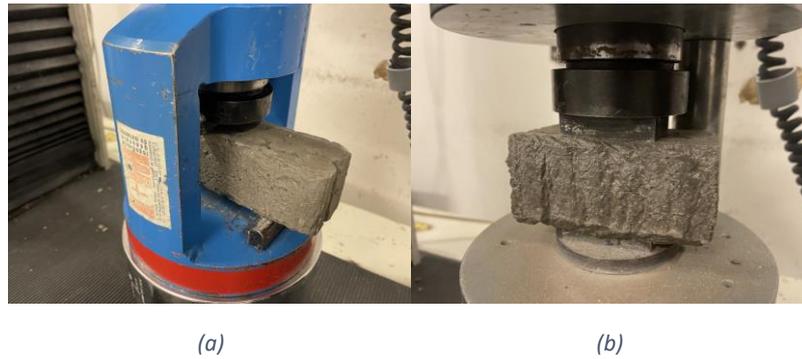


Figure 2.23: Direction d'application de la charge d'écrasement parallèlement aux couches imprimées pour les essais de (a) flexion et (b) compression

3.5.1.4. Impression par imprimante

Cette méthode de fabrication d'éprouvettes consiste à extraire des éprouvettes prismatiques de dimensions 4 x 4 x 16 cm à partir de cordons imprimés à l'aide d'une imprimante 3D de laboratoire. À cette fin, un matériau est d'abord imprimé avec l'imprimante sous la forme d'un rectangle jusqu'à ce que la pièce imprimée atteigne une hauteur totale d'environ 10 à 12 cm, constituée de 10 à 12 couches de 1 cm de hauteur chacune. Cependant, afin d'obtenir des éprouvettes de dimensions 4 x 4 x 16 cm, il est important que les cordons imprimés soient plus larges que 4 cm. Pour cette raison, la pression et le débit de la pompe ont été ajustés pour obtenir la largeur requise des cordons imprimés. Une fois le processus d'impression terminé, le matériau est laissé au repos pour sécher et durcir pendant environ 2 heures avant d'être découpé verticalement à la main en blocs à l'aide d'une spatule. Le délai de 2 heures est choisi de manière à ce que le matériau atteigne un état de durcissement moyen où le matériau n'est pas trop fluide, ce qui provoquerait l'effondrement de la pièce imprimée lors de la découpe, ni trop dur, ce qui empêcherait la découpe manuelle. Le découpage du grand rectangle imprimé en plusieurs blocs a pour but de faciliter la découpe ultérieure des éprouvettes. Les blocs coupés mesuraient plus que 16 cm de long, environ 10 à 12 cm de haut et plus que 4 cm de large. De ce fait, une tronçonneuse a été utilisée pour couper chaque bloc en 2 éprouvettes de dimensions 4 x 4 x 16 cm. En revanche, les couches inférieures et supérieures des blocs ont été éliminées et n'ont pas été incluses dans les éprouvettes finales, afin d'éviter tout défaut potentiel qui pourrait se trouver dans ces deux couches. Par exemple, la première couche déposée peut être différente des autres couches, puisque les paramètres d'impression sont normalement définis au début du processus d'impression, et la dernière couche peut être plus étroite et non identique aux autres, en raison du fait qu'aucune couche n'est déposée par la suite sur celle-ci et de la possibilité d'un manque de matière dans la pompe vers la fin du processus d'impression. Il est important de noter que les bords des couches imprimées ont également été éliminés pour que les 4 surfaces des prismes soient plates et sans aucune irrégularité. Chaque prisme était finalement composé de 4 couches de 1 cm de hauteur chacune, ayant donc une hauteur totale de 4 cm, une largeur de 4 cm et une longueur de 16 cm.

La Figure 2.24 (a, b et c) illustre une série de photos montrant les différentes étapes du processus de fabrication d'éprouvettes prismatiques à partir d'un rectangle imprimé avec l'imprimante.

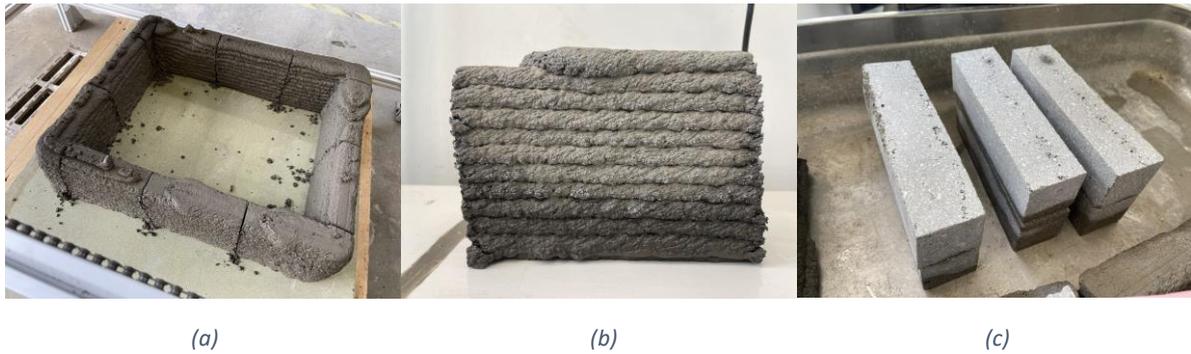


Figure 2.24: Etapes de réalisation d'éprouvettes $4 \times 4 \times 16$ cm avec l'imprimante : (a) rectangle imprimé et découpé en plusieurs blocs (b) bloc à découper en éprouvettes prismatiques avec une tronçonneuse, et (c) éprouvettes finales de $4 \times 4 \times 16$ cm obtenues à partir des blocs

De plus, concernant les essais de résistance mécanique, les éprouvettes imprimées ont été testées dans deux directions. La charge appliquée était soit parallèle (selon l'axe Y), soit perpendiculaire (selon l'axe Z) aux couches imprimées comme le montre la Figure 2.25 (a, b, et c).

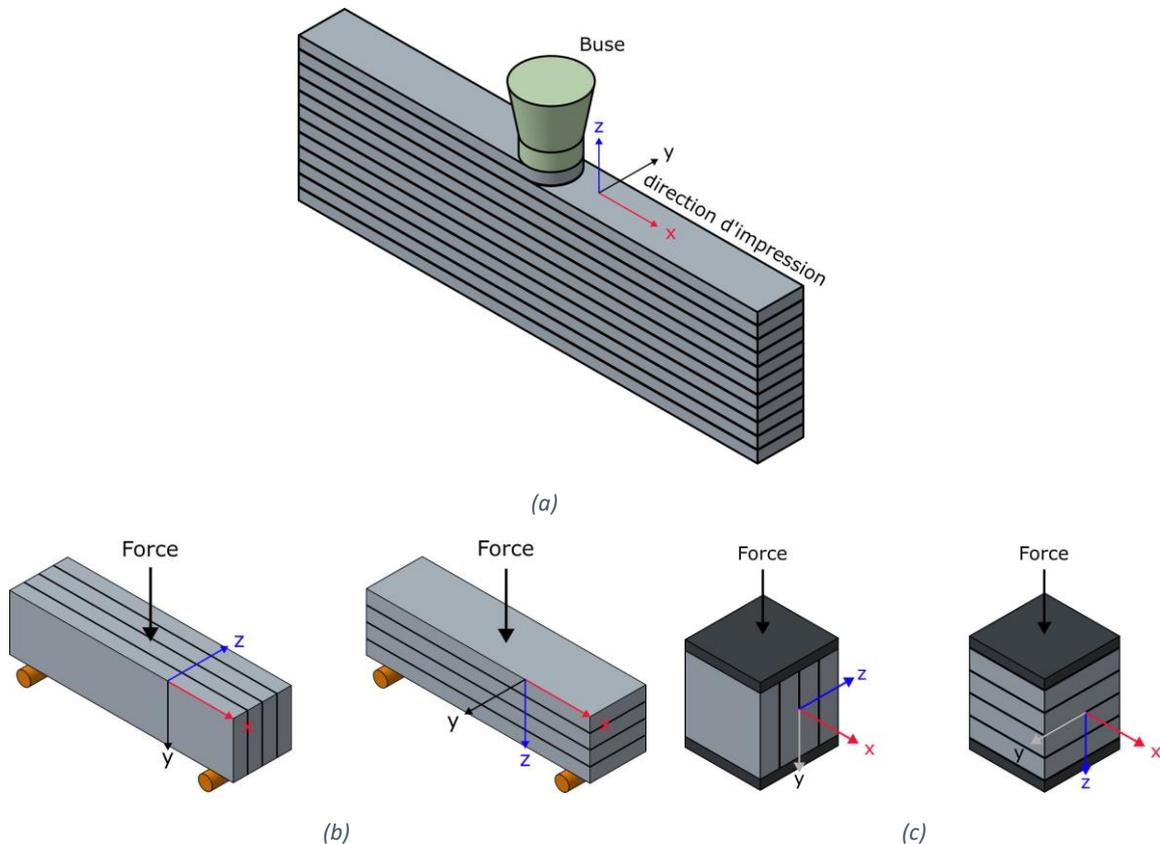


Figure 2.25: (a) Désignation des axes X, Y, et Z par rapport à la direction de l'impression 3D des couches, et direction d'application de la charge d'écrasement parallèle (selon l'axe Y) et perpendiculaire (selon l'axe Z) aux couches imprimées des éprouvettes découpées pour les essais de (b) flexion et (c) compression

L'objectif de cette méthode est d'étudier l'effet de la technique d'impression sur les propriétés mécaniques des éprouvettes en comparant avec les autres méthodes ainsi qu'avec la méthode d'impression manuelle au pistolet.

3.5.1.5. Conditions de cure des mortiers

Après avoir confectionné les éprouvettes non-imprimées et imprimées obtenues par les trois premières méthodes (normalisée, non compactée et impression par pistolet), les moules ont été placés dans des sacs en plastique avec une petite quantité d'eau pour maintenir une humidité relative de 100% dans une pièce climatisée à 20 °C (Figure 2.26). Puis, après 24 heures, les éprouvettes ont été démoulées et placées dans les mêmes conditions jusqu'aux essais d'écrasement.



Figure 2.26: Conservation des moules dans des sacs en plastique pendant 24 heures

Pour la quatrième méthode de fabrication d'éprouvettes, le rectangle imprimé, une fois découpé en plusieurs blocs, a été recouvert d'un sac en plastique au milieu duquel une éponge humide a été placée pour retenir l'humidité pendant les 24 heures suivantes (Figure 2.27 (a)). Les blocs ont ensuite été stockés dans des sacs en plastiques contenant de l'eau et placés dans la même pièce climatisée à 20 °C jusqu'à ce qu'ils soient découpés en éprouvettes prismatiques le jour des essais d'écrasement (Figure 2.27 (b)).



Figure 2.27: (a) Couverture du rectangle imprimé et découpé en blocs pendant 24 heures, et (b) stockage des blocs dans des sacs en plastiques jusqu'aux essais d'écrasement

3.5.2. Porosité accessible au mercure

L'interface et la possibilité de formation de vides entre les couches imprimées en 3D peuvent fortement affecter les propriétés mécaniques et les performances de durabilité d'un mortier durci. Par conséquent, il est essentiel d'étudier la porosité des mortiers imprimés en 3D. Dans cette étude, la porosité totale des mortiers imprimés et non imprimés a été mesurée à l'aide d'un porosimètre à mercure (Micromeritics AutoPore V 9600), conformément à la norme ISO 15901-1:2016. Cette technique permet un accès rapide à la distribution des pores avec une bonne précision dans la gamme de 3 nm à 360 µm et une pression de mercure de 206 MPa. Les mortiers imprimés et non imprimés ont été découpés en petits morceaux de 1 × 1 × 1 cm et séchés à 40 °C avant d'être analysés. Il est important de noter que pour les échantillons imprimés, les pièces ont été soigneusement prélevées

pour assurer la présence d'une interface séparant deux couches à l'intérieur de celles-ci. La masse des pièces testées était comprise entre 2 g et 2,5 g.

4. Etude de l'hydratation des mélanges

Afin d'étudier la réactivité des mélanges contenant les différents matériaux utilisés dans cette étude (sédiments flash calcinés, poudres de fibres de verre polyester et terre excavée), des tests de chaleur d'hydratation par calorimétrie semi-adiabatique et isotherme, ainsi que des analyses thermogravimétriques ont été réalisés sur tous les mélanges imprimables.

4.1. Calorimétrie semi-adiabatique (Langavant)

La température des mortiers a été mesurée avec un calorimètre semi-adiabatique selon la norme européenne NF EN 196-9 à 20 °C pendant une période de 7 jours consécutifs. En outre, les matériaux utilisés pour cet essai ont été stockés avant leur utilisation dans la même salle à 20 °C afin de garantir une température constante pendant toutes les phases de l'essai.

4.2. Calorimétrie isotherme

En complément de l'essai de calorimétrie semi-adiabatique, la chaleur d'hydratation et le flux de chaleur en fonction du temps des pâtes de ciment contenant du sédiment flash calciné et de la terre excavée ont été mesurés par calorimétrie isotherme à 20 °C avec des fluxmètres permettant d'équilibrer le calorimètre en moins de 5 minutes [227,228]. La composition des pâtes était identique à celle des mortiers imprimables correspondants contenant du sédiment flash calciné et de la terre excavée, à l'exception de l'ajout du sable. En outre, comme pour l'essai de calorimétrie semi-adiabatique, les matériaux ont également été stockés à 20°C avant l'essai.

4.3. Analyse thermogravimétrique (ATG)

En complément des essais de mesure de la chaleur d'hydratation par calorimétrie semi-adiabatique et isotherme, une analyse thermogravimétrique (ATG) a également été réalisée sur les pâtes de ciment correspondant aux mortiers imprimables contenant du sédiment flash calciné afin de quantifier l'hydratation et la teneur en portlandite à partir de la perte de masse en fonction de la température. L'ATG a été réalisée à l'aide d'un appareil NETZSCH STA 449 F3 avec une rampe croissante égale à 3 °C/min pour un champ thermique compris entre 105 °C et 1000 °C. Quatre phases majeures peuvent être associées à cette analyse. La première phase est liée à l'évaporation de l'eau absorbée. La deuxième phase se produit autour de 300 °C, où l'eau est éliminée des produits hydratés et provoque la décomposition du C-S-H, de l'ettringite et de l'aluminate de calcium hydraté. La troisième phase se déroule entre 400 °C et 550 °C et est associée à la décomposition de la portlandite (CH). Enfin, la dernière phase se produit au-delà de 600 °C et correspond à la décarbonatation du carbonate de calcium (CaCO₃).

De plus, la teneur en portlandite pour les différents mélanges a également été calculée à l'aide de l'Equation (2), où Δm (400 °C-550 °C) est la perte de masse mesurée entre 400 °C et 550 °C en (%), M_{CH} est la masse molaire de la portlandite égale à 74 g/mol, et M_{H_2O} est la masse molaire de l'eau égale à 18 g/mol [229].

$$\% CH = (\Delta m (400 \text{ °C}-550 \text{ °C}) \times M_{CH}) / M_{H_2O} \quad (2)$$

5. Acceptabilité environnementale par test de lixiviation

L'utilisation de matériaux alternatifs dans la construction, notamment dans l'impression 3D dans le contexte de ces travaux de recherche, ne peut pas être limitée uniquement aux exigences d'imprimabilité et de résistance. L'innocuité environnementale des matériaux doit également être vérifiée avant leur utilisation dans n'importe quelle application. Il est donc nécessaire de s'assurer que la teneur en contaminants des matériaux ne dépasse pas le seuil réglementaire, permettant ainsi de les classer comme inertes, non inertes, non dangereux ou dangereux. En conséquence, les résultats des matériaux doivent être comparés aux valeurs limites d'admission des stations de stockage, indiquées dans le référentiel ISDI de l'arrêté du 28 octobre 2010 relatif aux installations de stockage des déchets inertes et dans le référentiel ISDND de l'arrêté du 9 septembre 1997 relatif aux installations de stockage des déchets non dangereux.

Par ailleurs, une fois l'innocuité environnementale des matériaux validée, l'innocuité de leur utilisation doit également être validée vis-à-vis de l'application dans laquelle ils seront utilisés. En France, des recommandations ont été émises à ce sujet et sont regroupées dans le guide national Sétra (Service d'études sur les transports, les routes et leurs aménagements, 2011) [230]. L'objectif de ce guide est de proposer une démarche de caractérisation et d'évaluation environnementale des matériaux alternatifs en technique routière, applicable pour tous les matériaux ne disposant pas de guides spécifiques pour justifier leur acceptabilité environnementale. Le guide propose des seuils de contamination que les matériaux ne doivent pas dépasser. Bien qu'il soit destiné aux matériaux alternatifs en technique routière, ce guide a été utilisé dans le cadre de cette thèse, puisqu'il n'existe pas de guide concernant l'acceptabilité environnementale des matériaux alternatifs dans l'impression 3D.

Ainsi, des analyses chimiques des matériaux ont été réalisées par le test de lixiviation selon la norme européenne NF EN 12457-2 afin de déterminer leur niveau de polluants. Les échantillons ont été préparés avec un rapport massique liquide/solide (L/S) de 10 calculé en équivalent de matière sèche. Les échantillons ont été mis en agitation pendant 24 h, et l'éluat récupéré a été filtré à 0,45 µm. Deux échantillons ont été analysés pour valider la répétabilité du test, puis les valeurs moyennes de ces résultats ont été comparées aux seuils d'admission des stations de stockage (ISDI et ISDND) ainsi qu'aux seuils spécifiés dans le guide méthodologique Sétra (2011) afin de classer les déchets et de valider leur acceptabilité environnementale pour leur utilisation dans l'impression 3D (Tableau 2.7).

Tableau 2.7: Valeurs seuils selon l'admission des stations de stockage et le guide méthodologique Sétra en (mg/kg)

Éléments	ISDI	ISDND	Guide Sétra (2011)
As	0,5	2	1,5
Ba	20	100	60
Cd	0,04	1	0,12
Cr	0,5	10	1,5
Cu	2	50	6
Mo	0,5	10	1,5
Ni	0,4	10	1,2
Pb	0,5	10	1,5
Sb	0,06	0,7	0,18
Se	0,1	0,5	0,3
Zn	4	50	12
Chlorures	800	15 000	2 400
Fluorures	10	150	30
Sulfates	1 000	20 000	3 000
Fraction soluble	---	---	12 000

De même, des analyses chimiques par lixiviation sur les mortiers imprimables développés dans ces travaux de recherche ont également été réalisées sur les fractions inférieures à 4 mm des mortiers durcis après 28 jours d'hydratation. Les échantillons ont également été préparés avec un rapport massique L/S de 10 calculé en équivalent de matière sèche. Les échantillons ont été ensuite agités pendant 24 h comme le montre la Figure 2.28, et l'éluat récupéré a été filtré à $0,45 \mu\text{m}$. Deux échantillons ont été analysés pour chaque mélange afin de valider la répétabilité de l'essai. Ensuite, les valeurs moyennes de ces résultats ont été également comparées aux seuils d'admission des stations de stockage ainsi qu'aux seuils spécifiés dans le guide méthodologique Sétra, présentés dans le Tableau 2.7, afin de valider l'acceptabilité environnementale des mélanges imprimables contenant du sédiment flash calciné et de la terre excavée pour l'impression 3D.



Figure 2.28: Test de lixiviation

6. Conclusion

L'objectif de ce chapitre est de présenter et de décrire les différents matériaux utilisés dans ces travaux de recherche, ainsi que de proposer un cahier des charges expérimental qui doit être respecté par les mortiers étudiés afin d'être considérés comme des matériaux imprimables. Un mortier imprimable doit être extrudable ainsi que buildable. Des tests ont été mis en place pour valider ces deux exigences. L'extrudabilité a été évaluée à l'aide d'un pistolet manuel, et la buildabilité par l'essai d'affaissement modifié. Le matériau doit d'abord être suffisamment fluide pour sortir de la buse sans blocage ni filtration, puis être buildable afin de ne pas s'affaisser sous le poids des couches successives déposées. La buildabilité est validée si le mortier frais, prenant la forme conique du moule qu'il remplissait, ne s'affaisse pas plus qu'une valeur seuil suite à l'application d'une charge statique de 600 g sur sa surface. La hauteur finale du mortier après l'essai de buildabilité ne doit pas alors être inférieure à 4,5 cm. Ainsi, le mortier doit répondre à ces deux critères définis dans le cahier des charges expérimental pour être considéré comme un matériau imprimable. Ensuite, une série de tests visant à caractériser les formulations élaborées à l'état frais et durci ainsi qu'à différentes échelles a été présentée dans ce chapitre. De nombreuses propriétés, complémentaires à l'extrudabilité et à la buildabilité, sont mesurées ; telles que le temps de prise, l'évolution du seuil de cisaillement en fonction du temps, les résistances mécaniques et la porosité des échantillons imprimés et non imprimés. En outre, plusieurs tests, tels que la calorimétrie semi-adiabatique et isotherme et l'analyse thermogravimétrique, visant à étudier l'hydratation des mélanges développés dans cette étude, ont été présentés. Enfin, le test de lixiviation a été adopté dans ces travaux de recherche pour valider l'innocuité environnementale des mélanges imprimables élaborés à partir des matériaux alternatifs.

CHAPITRE 3 : VALORISATION DE SÉDIMENTS DE DRAGAGE ET DE POUDRES DE FIBRES DE VERRE POLYESTER DANS UNE MATRICE CIMENTAIRE IMPRIMABLE EN 3D

1. Introduction

L'objectif de ce chapitre est de réaliser des éco-impressions à partir de matériaux alternatifs et d'étudier l'effet de leur incorporation sur les propriétés rhéologiques et mécaniques d'une matrice cimentaire imprimable. La méthodologie de formulation suivie ainsi que la caractérisation à l'état frais et durci des différents mortiers imprimables sont présentées.

Dans ce chapitre, trois parties traitant la valorisation de matériaux alternatifs dans une matrice cimentaire imprimable sont présentées. La première partie vise à valoriser du sédiment flash calciné dans une formulation témoin imprimable, en tant que liant, en produisant un liant binaire (ciment/sédiment flash calciné). La seconde partie vise à substituer davantage le ciment à travers la production d'un liant ternaire (ciment/sédiment flash calciné/filler calcaire). Et enfin, la troisième partie vise à valoriser les poudres de fibres de verre polyester comme renfort dans la formulation témoin.

Toutefois, avant de commencer les différentes substitutions, une formulation cimentaire témoin, ne contenant pas de matériaux alternatifs, a été développée suite à plusieurs essais itératifs pour répondre aux exigences d'imprimabilité (i.e., extrudabilité et buildabilité) définies dans le cahier des charges expérimental établi au chapitre 2. La formulation témoin a ensuite été imprimée à l'échelle d'une imprimante de laboratoire afin de valider son imprimabilité et de pouvoir vérifier son adéquation en tant que formulation de départ avant de commencer la valorisation des différents matériaux alternatifs.

Après avoir identifié la formulation témoin, chaque mélange a été testé pour vérifier qu'il réponde au cahier des charges d'imprimabilité. Par la suite, les mélanges ont été caractérisés en suivant les différents essais présentés au chapitre 2. Ainsi, les mortiers élaborés ont été testés à différentes échelles, ainsi qu'à l'état frais et durci. L'hydratation a également été évaluée afin de voir l'influence de l'ajout du sédiment flash calciné et des poudres de fibres de verre polyester sur la réactivité des mélanges. Enfin, l'innocuité et l'acceptabilité environnementale des matériaux développés ont été vérifiées selon la norme NF EN 12457-2.

2. Formulation témoin imprimable

Cette section visait à fixer une formulation témoin de mortier imprimable, contenant des constituants simples, avant de commencer la valorisation des matériaux alternatifs et de voir leur effet sur le comportement à l'état frais et à l'état durci du mortier. La formulation témoin sera utilisée pour fournir une base de référence par rapport à laquelle tous les futurs mélanges élaborés seront comparés et évalués.

A cette fin, il a été décidé de fixer la quantité de liant (ciment), de sable et d'eau dans la formulation et de varier le dosage d'adjuvants afin de répondre aux exigences du cahier des charges d'imprimabilité expérimental défini dans le chapitre 2. Ainsi, un rapport de sable/liant (S/L) égal à 1,25 et un rapport d'eau/liant (E/L) égal à 0,4 ont été choisis pour la formulation témoin. Ensuite, un superplastifiant (CHRYSO Optima 100) a été sélectionné et ajouté en différents dosages par rapport à la masse du liant : 0 - 0,12 - 0,24 et 0,36% en extrait sec de SP (équivalents à 0 – 0,4 – 0,8 et 1,2% en extrait total). Le but des variations de dosage de SP est de voir la variation de l'aspect des mélanges et d'évaluer leur extrudabilité et leur buildabilité et voir s'ils répondent au cahier des charges. Comme mentionné dans le chapitre 2, l'extrudabilité est évaluée à l'aide d'un pistolet manuel et la buildabilité par l'essai d'affaissement modifié. Le mortier ne doit pas être trop dur pour ne pas provoquer de blocage à la buse, ni trop fluide pour ne pas couler sous l'effet de la gravité ou s'effondre sous le poids des couches successives déposées. Le mortier frais doit également avoir, suite à l'application d'une charge statique de 600 g sur sa surface, une hauteur finale (h_f) d'au moins 4,5 cm, ce qui correspond à la hauteur finale d'un matériau imprimable commercial et a été choisie comme valeur seuil de hauteur minimale pour le test de buildabilité.

En ce qui concerne la méthode de préparation des mélanges réalisée au laboratoire, le malaxage a été effectué à l'aide d'un malaxeur de 5 litres (Hobart N50CE) pour une durée totale de 7 minutes réparties comme suit :

- 1- Introduire les composants solides du mélange dans le bol du malaxeur à l'arrêt ;
- 2- Mélanger à sec à petite vitesse pendant 2 minutes ;
- 3- Introduire l'eau et le SP ;
- 4- Mélanger à petite vitesse pendant 1 minute ;
- 5- Mélanger à grande vitesse pendant 1 minute ;
- 6- Arrêter et racler le bol du malaxeur avec une spatule pendant 30 secondes ;
- 7- Laisser reposer le mélange pendant 30 secondes ;
- 8- Mélanger à grande vitesse pendant 2 minutes.

La même méthode de malaxage a été suivie pour tous les mélanges réalisés dans ce chapitre.

Le Tableau 3.1 présente la composition des mélanges testés avec les différents dosages de SP, ainsi que la valeur h_f (cm) obtenue par le test de buildabilité et le diamètre d'étalement (cm) obtenu par le test d'étalement par la table à secousses pour chaque mélange. Les Figures 3.1, 3.2 et 3.3 montrent également les essais d'extrudabilité, de buildabilité et d'étalement réalisés dans le laboratoire pour chacun des quatre mélanges, respectivement.

Tableau 3.1: Composition, hauteur finale et diamètre d'étalement des mélanges testés avec différents dosages de SP

Mélanges	0% SP	0,12% SP	0,24% SP	0,36% SP
Sable (g)	850			
OPC (g)	683			
Eau/Liant	0,4			
SP (%) en extrait sec	0	0,12	0,24	0,36
	Hauteur finale et diamètre d'étalement			
h_f (cm)	4,75	4,25	3,7	2,75
Diamètre d'étalement (cm)	16,02	17,75	19,32	22,35



Figure 3.1: Extrudabilité des mélanges avec (a) 0%, (b) 0,12%, (c) 0,24% et (d) 0,36% SP



Figure 3.2: Buildabilité des mélanges avec (a) 0%, (b) 0,12%, (c) 0,24% et (d) 0,36% SP



Figure 3.3: Etalement des mélanges avec (a) 0%, (b) 0,12%, (c) 0,24% et (d) 0,36% SP

Les résultats montrent que l'augmentation du dosage de SP conduit à une augmentation de la fluidité du mortier. Un plus grand affaissement, des valeurs de buildabilité plus faibles et un plus grand étalement des mortiers frais sont observés avec l'augmentation du dosage de SP de 0% à 0,36%.

En termes d'extrudabilité, tous les mélanges ont pu sortir de la buse du pistolet, mais cela ne les rend pas tous extrudables et adaptés à l'impression 3D. Les mélanges contenant 0% et 0,12% de SP étaient difficiles à extruder et présentaient des très grandes fissures. Le mélange contenant 0,24% de SP était plus facile à extruder que les mélanges contenant 0 et 0,12% de SP et n'a pas présenté d'anomalie pendant l'extrusion. Enfin, le mélange contenant 0,36% de SP était trop fluide et les couches se sont effondrées lors de l'impression. Ensuite, en termes de buildabilité, les deux premiers mélanges (0 et 0,12% SP) ont enregistré une valeur de buildabilité plus élevée ($h_f = 4,75$ et $4,25$ cm) que les deux autres mélanges ($h_f = 3,7$ et $2,75$ cm). Par conséquent, les résultats de l'extrudabilité sont en accord avec les résultats de la buildabilité.

Pour conclure, les résultats d'extrudabilité et de buildabilité des mélanges contenant différents pourcentages de SP sont résumés dans le Tableau 3.2 ci-dessous. En effet, le mélange contenant 0% de SP était le seul parmi les autres mélanges à respecter la condition de buildabilité ($h_f = 4,75$ cm $>$ h_f seuil = $4,5$ cm), mais n'était pas satisfaisant en termes d'extrudabilité (trop sec), et a donc été éliminé. Le mélange contenant 0,12% de SP ne répondait ni la condition de buildabilité ($h_f = 4,25$ cm $<$ h_f seuil) ni la condition d'extrudabilité (trop sec), et a donc lui aussi été éliminé. Le mélange contenant 0,36% de SP a également été éliminé ($h_f = 2,75$ cm $<$ h_f seuil, et trop fluide).

Tableau 3.2: Résumé des résultats d'extrudabilité et de buildabilité pour les mélanges contenant différents dosages de SP

Mélanges	0% SP	0,12% SP	0,24% SP	0,36% SP
Extrudabilité	X	X	✓	✓
Buildabilité	✓	X	X	X

Par ailleurs, le seul mélange acceptable en termes d'extrudabilité pour l'impression 3D était celui qui contenait 0,24% de SP. Cependant, sa buildabilité n'était pas entièrement satisfaisante par rapport au cahier des charges ($h_f = 3,7 \text{ cm} < h_f \text{ seuil}$). Pour cette raison, un agent modifiant de viscosité (AMV) BELITEX ADDICHAP a été ajouté à deux dosages différents par rapport à la masse du liant (0,4 et 0,8%) dans la formulation contenant 0,24% de SP, afin d'observer son effet sur le comportement rhéologique des mortiers. Il a été prouvé dans des études précédentes que l'ajout d'un tel additif augmente la cohésion, en stabilité et la buildabilité d'un mélange [48,221–223].

Le Tableau 3.3 présente la composition de trois mélanges contenant 0,24% de SP avec différents dosages d'AMV (0 - 0,4 et 0,8%), ainsi que la valeur h_f (cm) obtenue par le test de buildabilité et le diamètre d'étalement (cm) obtenu par le test d'étalement par la table à secousses pour chaque mélange. Les Figures 3.4, 3.5 et 3.6 montrent également les essais d'extrudabilité, de buildabilité et d'étalement réalisés dans le laboratoire pour les trois mélanges, respectivement.

Tableau 3.3: Composition, hauteur finale et diamètre d'étalement des mélanges testés avec différents dosages d'AMV et 0,24% de SP

Mélanges	0,24% SP - 0% AMV	0,24% SP - 0,4% AMV	0,24% SP - 0,8% AMV
Sable (g)	850		
OPC (g)	683		
Eau/Liant	0,4		
SP (%) en extrait sec	0,24		
AMV (%)	0	0,4	0,8
	Hauteur finale et diamètre d'étalement		
h_f (cm)	3,7	4,5	4,75
Diamètre d'étalement (cm)	19,32	15,59	13,60

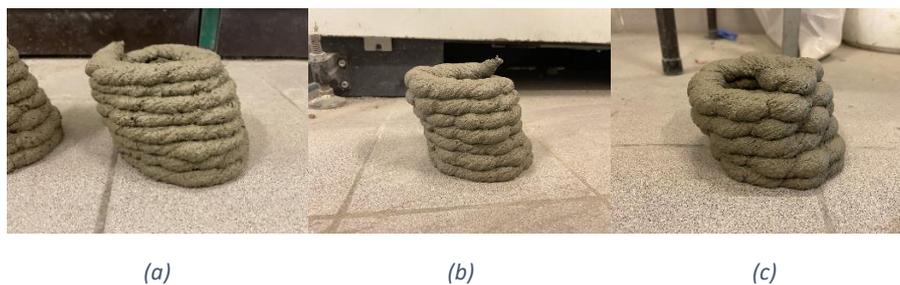


Figure 3.4: Extrudabilité des mélanges avec 0,24% SP et (a) 0%, (b) 0,4% et (c) 0,8% AMV

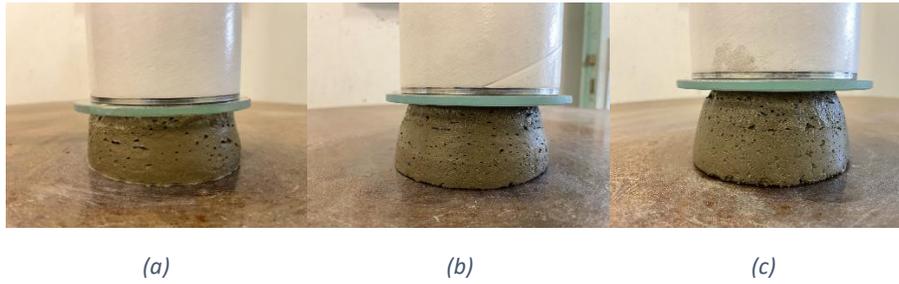


Figure 3.5: Buildabilité des mélanges avec 0,24% SP et (a) 0%, (b) 0,4% et (c) 0,8% AMV

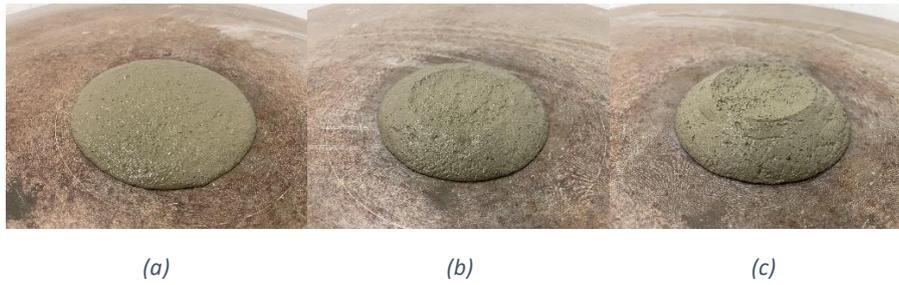


Figure 3.6: Etalement des mélanges avec 0,24% SP et (a) 0%, (b) 0,4% et (c) 0,8% AMV

Les résultats d’extrudabilité et de buildabilité des mélanges contenant 0,24% de SP et différents pourcentages d’AMV sont résumés dans le Tableau 3.4 ci-dessous.

Tableau 3.4: Résumé des résultats d’extrudabilité et de buildabilité pour les mélanges contenant 0,24% de SP et différents % d’AMV

Mélanges	0,24% SP – 0% AMV	0,24% SP – 0,4% AMV	0,24% SP – 0,8% AMV
Extrudabilité	✓	✓	✓
Buildabilité	X	✓	✓

En effet, le mélange contenant 0,4% d’AMV s’est extrudé facilement et sans problème, contrairement au mélange contenant 0,8% d’AMV qui était également extrudable mais nécessitait un peu plus d’effort et de pression pour sortir de la buse du pistolet. Par opposition au mélange contenant 0% d’AMV, les couches des mélanges contenant 0,4 et 0,8% d’AMV ont un aspect plus homogène et plus cohésif. En outre, une valeur de buildabilité de $h_f = 4,5$ cm et $h_f = 4,75$ cm a été enregistrée pour les mélanges contenant 0,4 et 0,8% d’AMV respectivement, démontrant que l’addition d’AMV a modifié le comportement de la formulation précédemment non-buildable ($h_f = 3,7$ cm) en une formulation buildable. L’ajout d’AMV a ainsi modifié l’aspect rhéologique des mélanges. Enfin, le diamètre d’étalement des mortiers contenant 0,4 et 0,8% d’AMV était de 15,59 cm et 13,60 cm respectivement, ce qui démontre que l’AMV joue également un rôle de durcisseur et de solidificateur dans une matrice cimentaire.

Par conséquent, et sur la base des résultats obtenus, la formulation contenant un dosage de SP égal à 0,24% et un dosage d’AMV égal à 0,4% a été choisie comme formulation témoin dans ce chapitre, pour la raison qu’après plusieurs essais itératifs, elle a pu répondre aux exigences d’imprimabilité (i.e., extrudabilité et buildabilité) définies dans le cahier des charges expérimental de l’étude. Elle présente une valeur de buildabilité égale à 4,5 cm et un diamètre d’étalement égal à 15,59 cm. La Figure 3.7 ci-dessous montre l’extrudabilité, la buildabilité et l’étalement de la formulation témoin sélectionnée, et le Tableau 3.5 sa composition.



Figure 3.7: Extrudabilité, buildabilité et étalement de la formulation témoin

Tableau 3.5: Composition de la formulation témoin imprimable

Formulation témoin	
Sable (g)	850
OPC (g)	683
Eau/Liant	0,4
SP (%) en extrait sec	0,24
AMV (%)	0,4

Afin de vérifier les résultats d'extrudabilité et de buildabilité obtenus à petite échelle, la formulation témoin a ensuite été imprimée à l'aide d'une imprimante de laboratoire, comme le montre la Figure 3.8.



Figure 3.8: Impression de la formulation témoin à l'échelle de l'imprimante de laboratoire

3. Valorisation du sédiment flash calciné dans une matrice cimentaire imprimable

3.1. Méthodologie de formulation de mortiers à base de liant binaire ciment/sédiment flash calciné

L'objectif de cette partie est de valoriser du sédiment flash calciné dans la formulation témoin imprimable en tant que liant. Ainsi, des substitutions volumiques de ciment (C) par du sédiment flash calciné (FS) de 5, 10, 15, 20, et 30% ont été réalisées afin de déterminer jusqu'à quel pourcentage il reste toujours possible de conserver les conditions d'imprimabilité de mortier.

Par conséquent, et afin d'étudier exclusivement l'effet de la présence du sédiment sur les propriétés rhéologiques et mécaniques d'un mortier imprimable, le rapport E/L a été maintenu constant pour tous les mélanges ainsi que le dosage des adjuvants (SP et AMV). Le rapport E/L a donc été fixé à 0,4 et le dosage de SP et AMV à 0,24% (en extrait sec) et 0,4% de la masse totale du liant, respectivement. Ce rapport et ces dosages ont été choisis pour être cohérents avec la formulation témoin. La composition du liant en (%) ainsi que la composition des mélanges valorisant du sédiment flash calciné sont présentées dans le Tableau 3.6 ci-dessous. REF correspond à la formulation témoin. FS5, FS10, FS15, FS20, et FS30 correspondent aux mélanges contenant respectivement 5%, 10%, 15%, 20%, et 30% de sédiments flash calcinés.

Tableau 3.6: Composition du liant en (%) et des mélanges valorisant du sédiment flash calciné

	Composition du liant en (%)					
	REF	FS5	FS10	FS15	FS20	FS30
OPC (%)	100	95	90	85	80	70
FS (%)	-	5	10	15	20	30
Composition des mélanges valorisant du sédiment flash calciné						
Sable (g)	850	850	850	850	850	850
OPC (g)	683	649	614	580	546	478
FS (g)	-	29	57	86	114	172
Eau/Liant	0,4					
SP (%) en extrait sec	0,24					
AMV (%)	0,4					

3.2. Caractérisation des mortiers à base de liant binaire ciment/sédiment flash calciné

Les mélanges valorisant du sédiment flash calciné ont d'abord été testés pour l'imprimabilité afin de voir s'ils répondaient aux exigences définies dans le cahier des charges de l'impression 3D, puis caractérisés à l'état frais et durci. Les paramètres testés des mortiers dans cette partie sont : l'extrudabilité, la buildabilité, le diamètre d'étalement, le temps de prise, l'évolution du seuil de cisaillement en fonction du temps, les résistances mécaniques d'éprouvettes réalisées par différentes méthodes, et la porosité.

3.2.1. Caractérisation à l'état frais

3.2.1.1. Extrudabilité et buildabilité

L'extrudabilité évaluée au pistolet manuel des différents mélanges, ainsi que celle de la formulation témoin (REF) dont l'extrudabilité a déjà été prouvée, est présentée dans la Figure 3.9. Les résultats montrent que les mélanges FS5 et FS10 ont été facilement extrudés par la buse du pistolet sans aucun problème. En revanche, les mélanges FS15 et FS20 étaient secs et difficiles à extruder, et présentaient de nombreuses fissures et ne pouvaient donc pas être extrudés correctement. Par conséquent, l'ajout du sédiment flash calciné a abouti à des mélanges plus secs, plus rigides et plus difficiles à extruder. Cela pourrait être attribué à la nature des sédiments et à leur forte demande en eau [143]. De plus, concernant le mélange FS30, il n'est pas représenté sur la Figure 3.9 car il était très sec et pas du tout extrudable par la buse du pistolet, et a donc été abandonné pour la suite de l'étude et les autres essais de caractérisation n'étant pas réalisables pour lui.

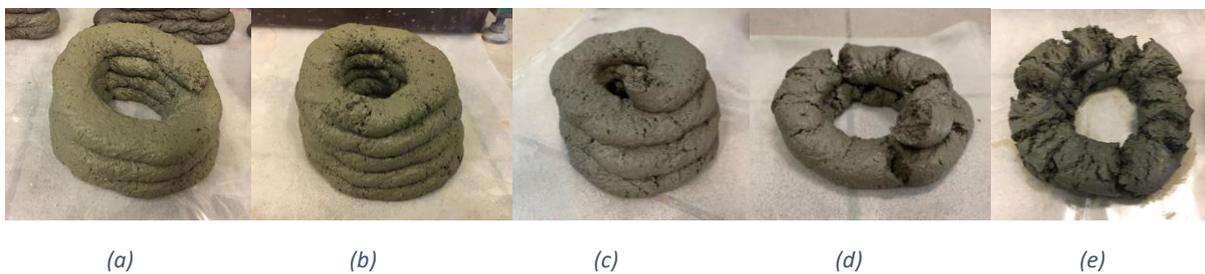


Figure 3.9: Extrudabilité de (a) la formulation témoin et des mélanges (b) FS5, (c) FS10, (d) FS15 et (e) FS20

La buildabilité évaluée par l'essai d'affaissement modifié des différents mélanges frais, ainsi que celle du mélange REF dont la buildabilité a déjà été démontrée, est présentée dans la Figure 3.10. La hauteur finale enregistrée pour tous les mélanges était supérieure à celle du mortier commercial imprimable définie comme la valeur de hauteur seuil pour l'essai de buildabilité (h_f seuil = 4,5 cm) et variait de 4,5 cm à 4,75 cm, ce qui démontre que tous les mélanges sont buildables et ont une bonne capacité à conserver leur forme après l'application de la charge statique de 600 g.

En outre, la valeur de buildabilité était plus élevée pour les mélanges contenant de plus grandes quantités de sédiment flash calciné, ce qui implique que l'ajout du sédiment entraîne des mélanges plus rigides avec une capacité de rétention de forme plus élevée.

Cependant, un mélange buildable n'est pas forcément un mélange imprimable, car pour qu'un mélange soit considéré comme imprimable, il doit répondre simultanément aux deux exigences de l'impression 3D qui sont l'extrudabilité et la buildabilité. Les mélanges FS15 et FS20 étaient buildables mais non extrudables, et ne peuvent donc pas être considérés comme des mélanges imprimables. En revanche, les mélanges FS5 et FS10 étaient à la fois extrudables et buildables, et peuvent donc être classifiés comme des mélanges imprimables et adaptés à l'impression 3D.

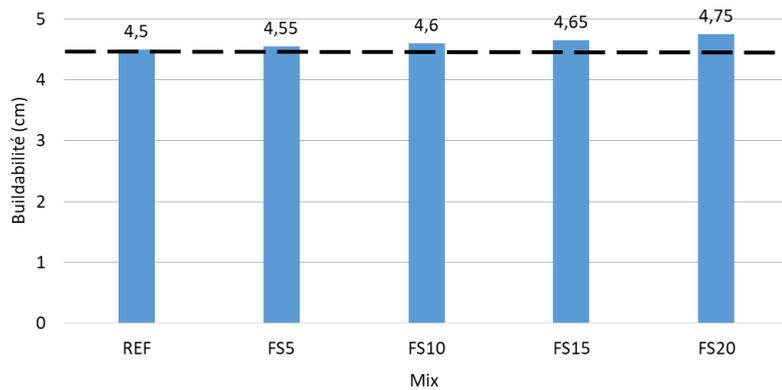


Figure 3.10: Buildabilité des mélanges valorisant du sédiment flash calciné en (cm)

Les résultats d’extrudabilité et de buildabilité des mélanges valorisant du sédiment flash calciné sont résumés dans le Tableau 3.7 ci-dessous.

Tableau 3.7: Résumé des résultats d’extrudabilité et de buildabilité pour les mélanges valorisant du sédiment flash calciné

Mélanges	FS5	FS10	FS15	FS20
Extrudabilité	✓	✓	X	X
Buildabilité	✓	✓	✓	✓

En effet, il est possible de constater que le pourcentage de substitution du ciment par du sédiment flash calciné jusqu’auquel l’imprimabilité du mortier n’est pas affectée est de 10 %. En conséquence, le mélange FS10 a été imprimé et validé à l’échelle d’une imprimante de laboratoire, comme le montre la Figure 3.11.

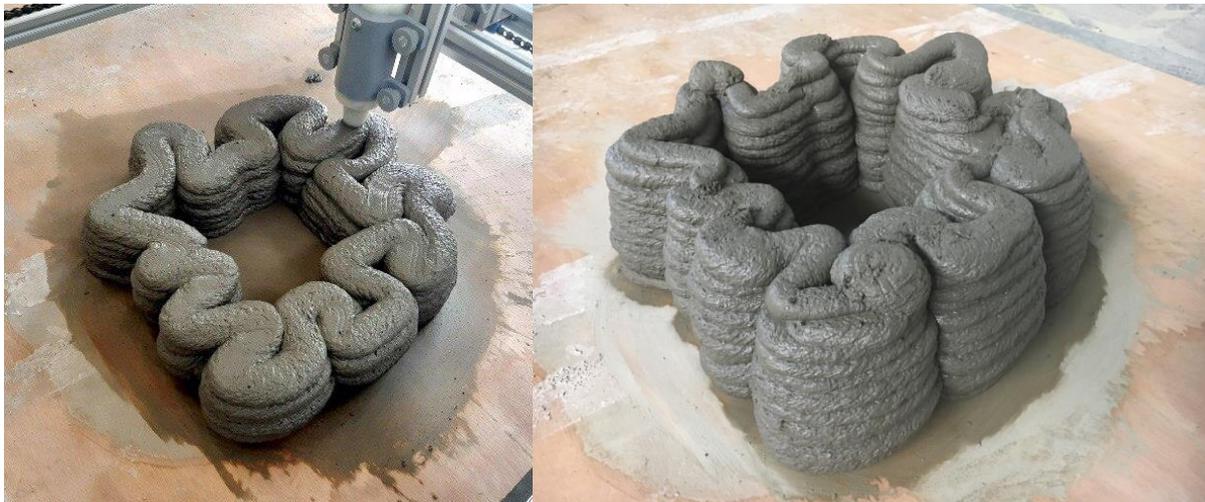


Figure 3.11: Impression de FS10 à l’échelle de l’imprimante de laboratoire

3.2.1.2. Diamètre d’étalement et temps de prise

Le diamètre d’étalement obtenu avec la table à secousses des différents mélanges est présenté dans la Figure 3.12. Les résultats montrent que la fluidité des mélanges a diminué avec l’augmentation du pourcentage de sédiment flash calciné. Le diamètre d’étalement diminue de 15,59 cm pour REF jusqu’à 12,59 cm pour FS20. Une perte de maniabilité a été rapportée dans des études précédentes par Zhao

et al. [143] et Rehman et al. [231], où le diamètre d'étalement des mélanges a également diminué avec l'ajout de sédiments [143] et de mâchefers d'incinération [231]. Ici, la perte de maniabilité pourrait être attribuée au fait que les sédiments ont une surface spécifique plus élevée que le ciment, ce qui entraîne l'absorption d'une partie de l'eau du mélange. De plus, le bon coefficient de détermination ($R^2 = 0,98$) correspondant à la courbe de tendance des résultats dans la Figure 3.12 montre que la diminution de la maniabilité des mortiers est linéaire avec l'ajout du sédiment dans le mélange.

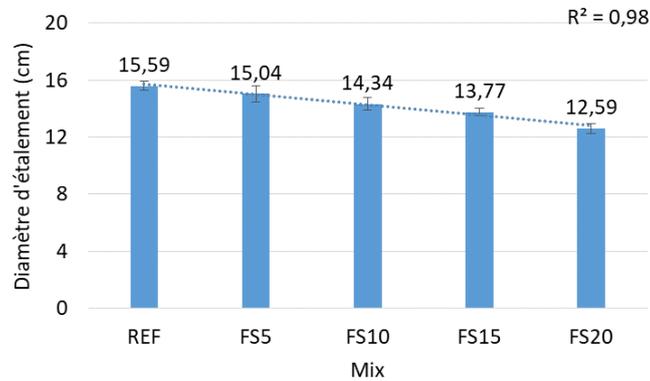


Figure 3.12: Diamètre d'étalement des mélanges valorisant du sédiment flash calciné

Le temps de prise des mélanges obtenu avec l'essai Vicat est présenté dans la Figure 3.13. Les résultats montrent que les temps de prise initial et final sont atteints plus rapidement pour les mélanges contenant une plus grande quantité de sédiment flash calciné. Il est important de noter que le temps de prise peut être influencé par plusieurs facteurs, notamment le rapport E/L, la température du mélange, la composition minéralogique du mélange et la présence d'adjuvants [232]. En se référant à la Figure 3.9, et même en observant visuellement le changement d'aspect frais des mortiers extrudés, il est clair qu'un pourcentage plus élevé de sédiment entraîne une prise et un durcissement plus rapides en raison de la rigidité et de la dureté initiale des mélanges. Ce comportement, similaire à celui obtenu avec l'essai d'étalement, peut également être attribué à la forte demande en eau des sédiments.

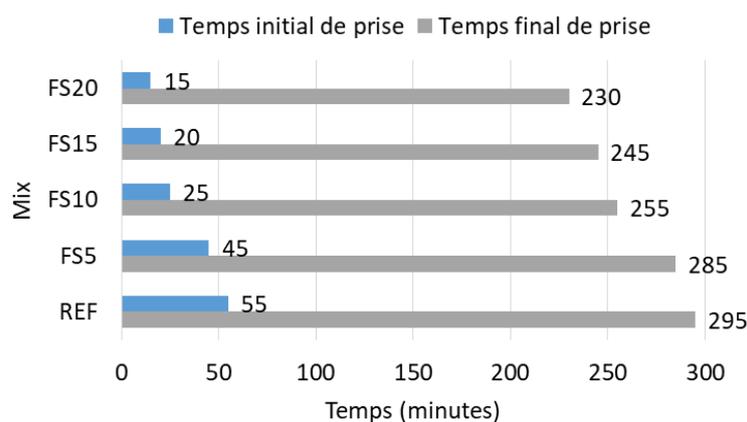


Figure 3.13: Temps initial et final de prise pour les mélanges valorisant du sédiment flash calciné

Les résultats de l'étalement et du temps de prise ont permis d'identifier certaines limites et marges relatives aux résultats obtenus à la suite des essais d'imprimabilité réalisés précédemment (i.e., l'essai d'extrudabilité et l'essai de buildabilité). Les mélanges imprimables ont montré un diamètre d'étalement supérieur à 14 cm (i.e., REF, FS5 et FS10), alors que les mélanges non imprimables et très

rigides ont enregistré un diamètre d'étalement inférieur à 14 cm (i.e., FS15 et FS20). En outre, les mélanges imprimables ont enregistré un temps de prise initial compris entre 25 et 55 minutes (i.e., REF, FS5 et FS10), tandis que les mélanges non imprimables ont enregistré un temps de prise plus court de 15 et 20 minutes (i.e., FS15 et FS20).

3.2.1.3. Essai de pénétration de cône

La Figure 3.14 montre les valeurs de seuil de cisaillement mesurées par l'essai de pénétration de cône en fonction du temps pour les différents mélanges. Deux observations peuvent être tirées des résultats. La première est l'augmentation progressive du seuil de cisaillement avec le temps pour tous les mélanges. La seconde est que lorsque le pourcentage de sédiment flash calciné augmente, des valeurs de seuil plus élevées ainsi qu'un développement plus rapide de la rigidité du mortier sont enregistrés. Par conséquent, la présence du sédiment conduit à une amélioration de la buildabilité des mélanges. En outre, en comparant les résultats avec ceux de Baz et al. [51], obtenus avec le même essai, la variation du seuil de cisaillement avec le temps peut être estimée de manière similaire en appliquant un modèle linéaire. Les courbes de tendance des résultats pour tous les mortiers présentent un bon coefficient de détermination (R^2) compris entre 0,97 et 0,99. Ce modèle est également cohérent avec celui de Roussel [64,65], où l'évolution du seuil de cisaillement des matériaux cimentaires imprimés a été définie comme linéaire avec le temps. Cependant, pour les résultats des mélanges, les valeurs de seuil enregistrées par REF, FS5 et FS10 étaient proches les unes des autres, tandis que celles enregistrées par FS15 et FS20 étaient plus éloignées. En effet, les trois mélanges imprimables (REF, FS5 et FS10) ont enregistré une première valeur de seuil à 120 s entre 1,2 et 2,2 kPa, ce qui coïncide avec les résultats de l'étude menée par Rahul et al. [67] qui a prouvé que l'extrudabilité et la constructibilité ne peuvent être atteintes que lorsque le seuil de cisaillement du matériau ne dépasse pas 2,5 kPa. En revanche, FS15 et FS20 ont enregistré une première valeur de seuil égale à 3,2 et 3,5 kPa ($> 2,5$ kPa), respectivement, montrant que les mélanges étaient déjà trop rigides dès le départ pour être considérés comme mélanges imprimables.

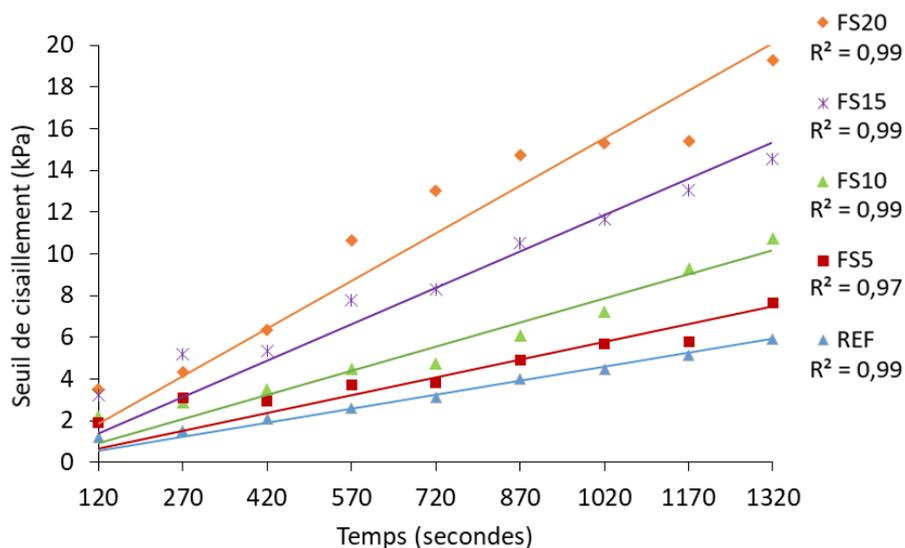


Figure 3.14: Seuil de cisaillement des mélanges valorisant du sédiment flash calciné en fonction du temps

3.2.2. Caractérisation à l'état durci

Afin de tester les propriétés mécaniques, telles que les résistances mécaniques et la porosité accessible au mercure des mélanges développés à base de sédiments flash calcinés, quatre méthodes de mise en œuvre ont été adoptées afin d'obtenir des éprouvettes :

- Normalisées/compactées ;
- Non compactées ;
- Imprimées par pistolet ;
- Imprimées par imprimante.

Les éprouvettes normalisées selon la norme NF EN 196-1 ont été réalisées pour tous les mortiers, afin de voir l'influence de l'ajout du sédiment flash calciné sur les propriétés mécaniques de la matrice sans prendre compte de l'effet de l'impression 3D. En revanche, les éprouvettes non compactées, imprimées par pistolet et par imprimante n'ont été réalisées que pour les mortiers imprimables : REF, FS5 et FS10. L'objectif de la mise en œuvre de ces différentes méthodes de réalisation d'éprouvettes est d'étudier l'influence de la technique de mise en œuvre sur les propriétés mécaniques des mélanges imprimables.

3.2.2.1. Résistances mécaniques

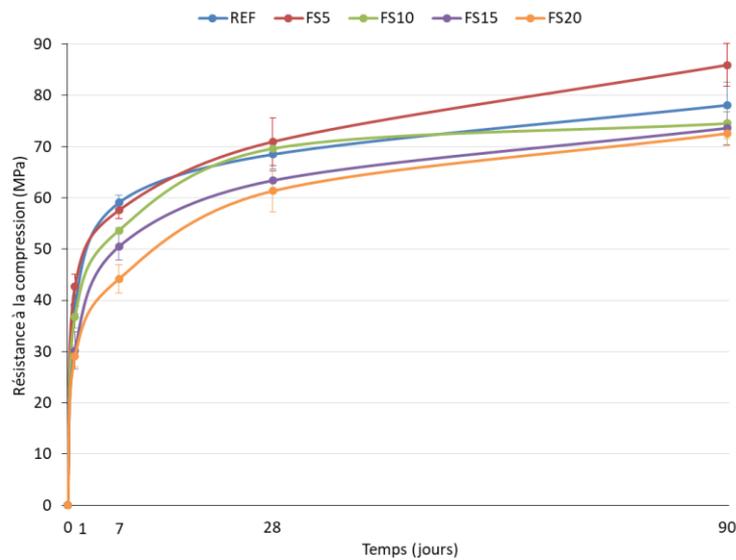
La résistance à la compression a été mesurée à quatre échéances d'essai : 1, 7, 28 et 90 jours. En outre, et pour plus de clarté lors de la présentation et la discussion des résultats de résistance à la compression obtenus par les différentes méthodes de préparation d'éprouvettes, le Tableau 3.8 ci-dessous indique l'abréviation utilisée pour une formulation (REF) pour différencier les éprouvettes réalisées par chacune des quatre méthodes.

Tableau 3.8: Abréviations et références des quatre méthodes de fabrication d'éprouvettes

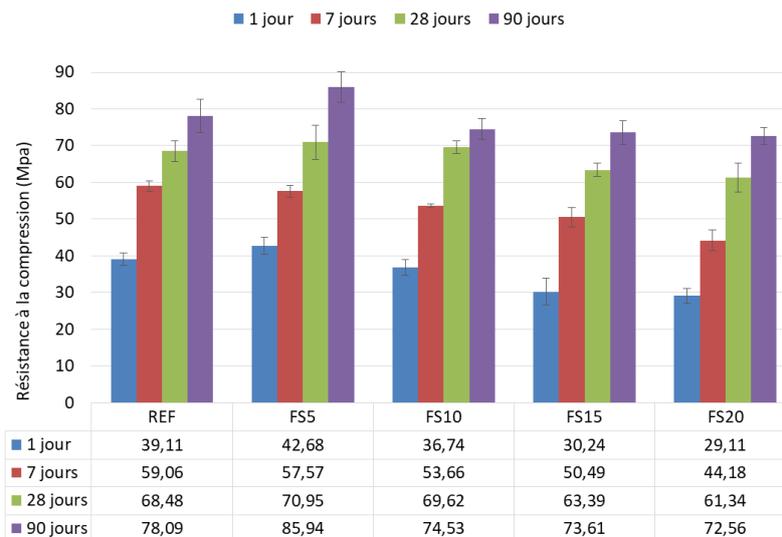
Abréviation	Méthode utilisée	Exemple
Aucune abréviation	Moulage normalisé/compacté	REF
NC	Moulage Non Compacté	REF-NC
IP	Impression par Pistolet	REF-IP
Z	Impression par imprimante avec direction d'application de la charge parallèle à l'axe des Z	REF-Z
Y	Impression par imprimante avec direction d'application de la charge parallèle à l'axe des Y	REF-Y

Les résultats de la résistance à la compression de tous les mortiers sur éprouvettes normalisées sont présentés dans les Figures 3.15 (a) et (b). Les résistances à 7 jours étaient plus faibles pour les mortiers contenant plus de sédiment, et l'ordre dans lequel les résistances variaient du plus élevé au plus faible était le suivant : REF, FS5, FS10, FS15 et FS20. D'autre part, à 28 jours, FS5 et FS10 ont enregistré une résistance à la compression très proche ou même supérieure à REF, tandis que FS15 et FS20 ont enregistré des résistances inférieures à REF. Enfin, à 90 jours, FS5 a enregistré une résistance à la compression supérieure à REF, tandis que les autres mélanges ont enregistré des résistances similaires mais inférieures à REF. En parallèle, il est possible d'observer une augmentation des résistances de REF, FS5, FS15 et FS20 d'au moins 10 MPa entre 28 jours et 90 jours. Par conséquent, l'ajout de 5% de

sédiments flash calcinés conduit à une amélioration de la résistance à la compression à 28 et 90 jours en favorisant le développement de l'hydratation du ciment. Une étude menée par Amar et al. [126] a examiné la résistance à la compression des mortiers avec différents rapports E/L ainsi que différents pourcentages de substitution du ciment avec les mêmes sédiments flash calcinés que ceux utilisés dans cette thèse. Ils ont constaté que la teneur optimale en sédiments était d'environ 10-15%. Ils ont également constaté que les mortiers avec 5% de sédiments avaient la plus grande résistance et que les mortiers avec 8% et 10% de sédiments avaient une résistance similaire ou supérieure à celle du mélange de référence à 28 et 90 jours. Amar et al. ont souligné que cette amélioration pourrait provenir des sites de nucléation préférentiels lors des réactions cimentaires autour des particules fines des sédiments, ce qui permettrait une meilleure distribution des produits hydratés et le remplissage des vides et pourrait ainsi conduire à une structuration plus efficace de la matrice [126].



(a)



(b)

Figure 3.15: Résistance à la compression des éprouvettes normalisées des mélanges valorisant du sédiment flash calciné 1 à 1, 7, 28 et 90 jours

Ensuite, afin de mettre en évidence l'effet de l'impression 3D sur les propriétés mécaniques des mélanges imprimables, plusieurs types d'éprouvettes ont été réalisés. Tout d'abord, le moulage non compacté (NC) vise à mettre en évidence l'aspect d'un matériau imprimé qui n'est ni compacté ni vibré. Cette méthode reflète l'aspect d'une seule couche non compactée et ne prend pas en compte l'effet de superposition des couches extrudées. Ensuite, les méthodes de réalisation d'éprouvettes par impression visent à étudier l'influence du processus d'extrusion sur les propriétés mécaniques d'un mélange. Deux types d'éprouvettes imprimées ont été réalisés. Les premières éprouvettes ont été préparées à l'aide d'un pistolet manuel (IP), tandis que les deuxièmes ont été extraites de cordons imprimés par une imprimante.

Tout d'abord, la résistance à la compression des éprouvettes normalisées est comparée à celle des éprouvettes non compactées et imprimées par pistolet pour les trois mélanges imprimables (REF, FS5 et FS10) et est présentée dans les Figures 3.16, 3.17 et 3.18, respectivement.

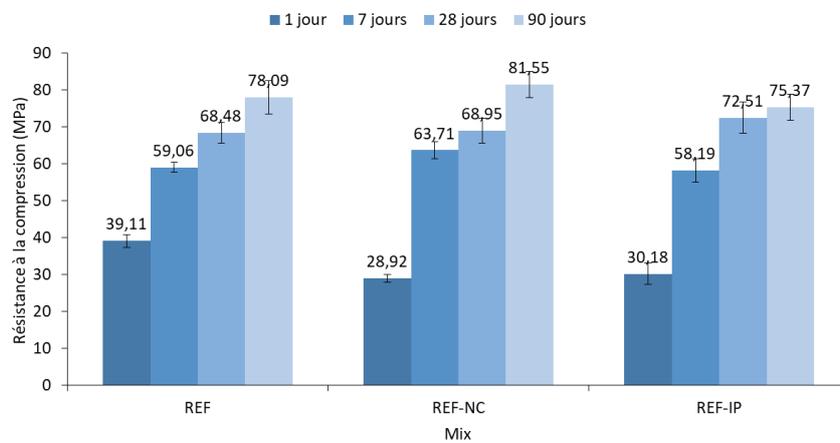


Figure 3.16: Résistance à la compression de REF, REF-NC et REF-IP à 1, 7, 28 et 90 jours

Les résultats de REF (Figure 3.16) montrent que les résistances à la compression des trois types d'éprouvettes étaient similaires à toutes les échéances d'essai, sauf à 1 jour, où REF a enregistré une résistance significativement supérieure à celle de REF-NC et de REF-IP. Néanmoins, à 7 et 28 jours, REF-NC et REF-IP avaient la résistance la plus élevée, respectivement. Alors qu'à 90 jours, REF-NC avait la résistance la plus élevée, suivi de REF, puis de REF-IP.

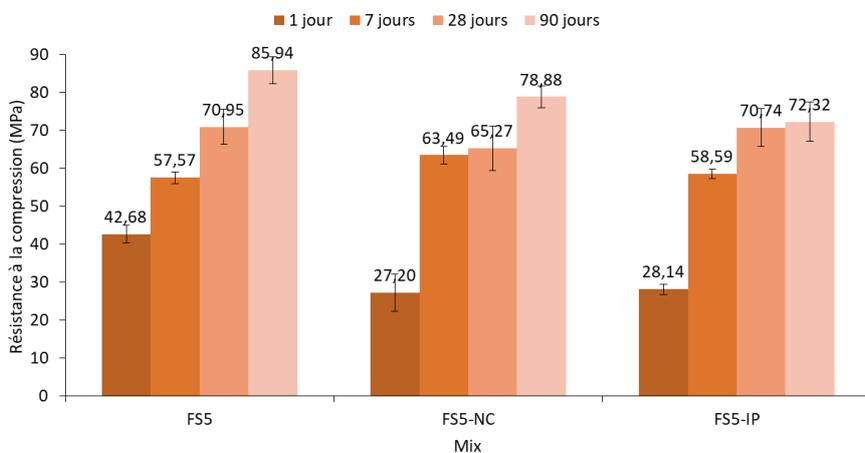


Figure 3.17: Résistance à la compression de FS5, FS5-NC et FS5-IP à 1, 7, 28 et 90 jours

En ce qui concerne les résultats de FS5 (Figure 3.17), FS5 avait une résistance qui dépassait significativement celle de FS5-NC et FS5-IP à 1 jour. FS5-NC avait une résistance plus élevée que FS5 et FS5-IP à 7 jours mais avait la résistance la plus faible à 28 jours. De plus, à 7 et 28 jours, FS5 et FS5-IP avaient des résistances très proches l'une de l'autre, tandis qu'à 90 jours, FS5 et FS5-NC avaient les résistances les plus proches et plus élevées que FS5-IP. Par conséquent, aucune tendance actuelle de variation et d'effet sur la résistance à la compression n'a pu être observée pour les différents types d'éprouvettes pour le mélange FS5.

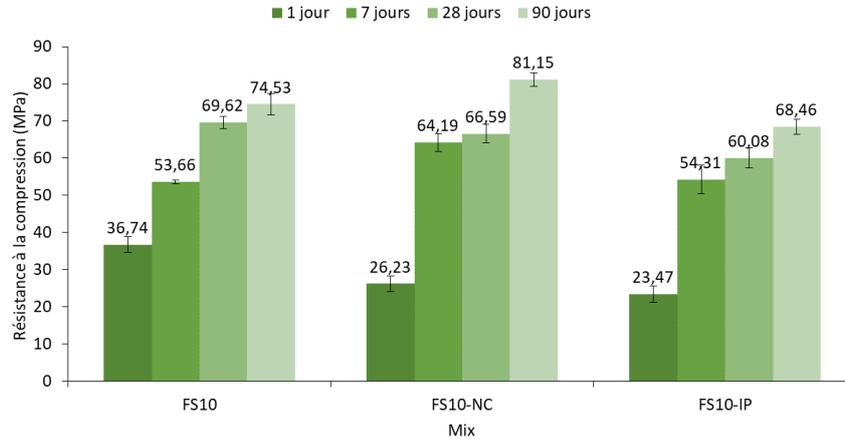


Figure 3.18: Résistance à la compression de FS10, FS10-NC et FS10-IP à 1, 7, 28 et 90 jours

En outre, en ce qui concerne les résultats de FS10 (Figure 3.18), la résistance à la compression des éprouvettes non compactées était inférieure à celle des éprouvettes compactées à 1 et 28 jours, mais supérieure à 7 et 90 jours. Cependant, la résistance à la compression des éprouvettes imprimées par pistolet était la plus faible résistance obtenue pour ce mélange, quelle que soit l'échéance d'essai.

Enfin, les mélanges REF et FS10 ont été imprimés à l'aide de l'imprimante pour tester leur résistance à la compression. Parmi les différents types d'éprouvettes testés, les éprouvettes imprimées en 3D par l'imprimante sont celles qui se rapprochent le plus et le mieux du cas réel, puisque le matériau testé sera dans les mêmes conditions que celles rencontrées réellement dans l'impression 3D. De plus, l'utilisation d'une imprimante 3D pour la réalisation d'éprouvettes prismatiques élimine la probabilité d'un manque de précision et évite de provoquer des erreurs de manipulation lors de l'impression des couches, contrairement au pistolet manuel, qui est manipulé par un être humain et non par un robot.

Pour rappel, la résistance des éprouvettes imprimées a été testée dans deux directions. La charge appliquée était soit perpendiculaire (selon l'axe Z), soit parallèle (selon l'axe Y) aux couches imprimées comme le montre la Figure 3.19.

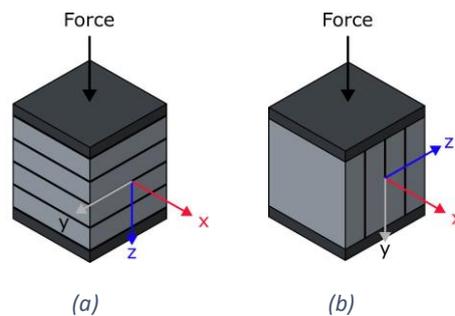


Figure 3.19: Direction d'application de la charge d'écrasement (a) parallèle et (b) perpendiculaire aux couches imprimées

Ainsi, les Figures 3.20 et 3.21 montrent la résistance à la compression des éprouvettes normalisées et des éprouvettes imprimées par l'imprimante pour REF et FS10, respectivement. Le premier objectif est de comparer les résultats obtenus dans les deux directions Y et Z des éprouvettes imprimées. Le deuxième objectif est d'étudier l'effet de l'imprimante 3D sur les performances mécaniques des mélanges par rapport à la méthode conventionnelle de réalisation d'éprouvettes.

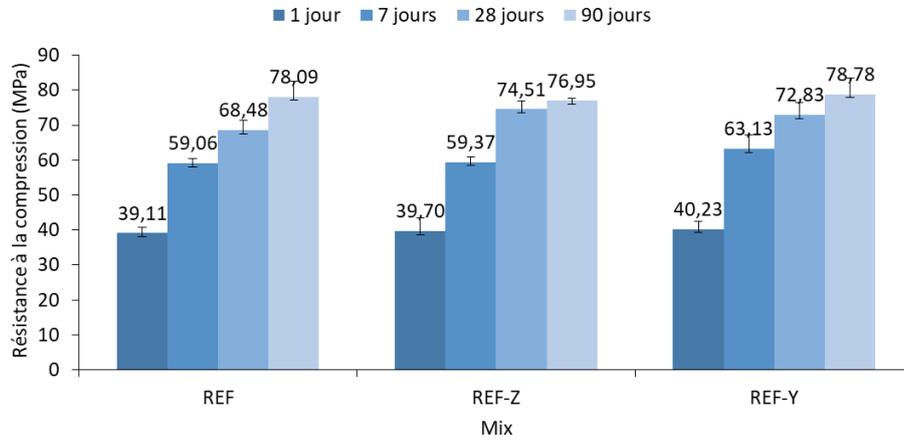


Figure 3.20: Résistance à la compression de REF, REF-Z et REF-Y à 1, 7, 28 et 90 jours

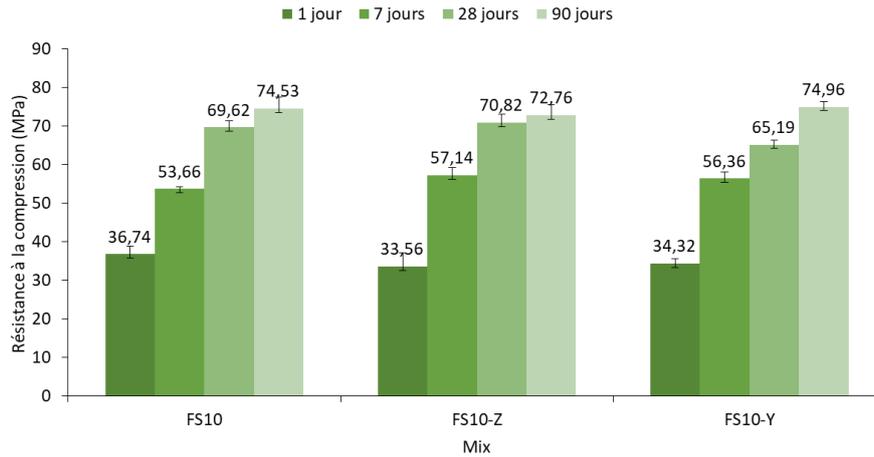


Figure 3.21: Résistance à la compression de FS10, FS10-Z et FS10-Y à 1, 7, 28 et 90 jours

Les résistances à la compression obtenues dans les deux directions (Z et Y) des éprouvettes imprimées pour REF et de FS10 étaient très identiques et très similaires pour toutes les échéances d'essai. Ensuite, pour REF, les résultats de la direction Y étaient légèrement supérieurs à ceux de la direction Z, sauf à 28 jours, où REF-Z avait enregistré une résistance légèrement supérieure à REF-Y d'environ 2 MPa. Pour FS10, les résultats de la direction Y étaient légèrement supérieurs à ceux de la direction Z à 1 et 90 jours, mais pas à 7 et 28 jours. Cependant, la différence entre les deux directions d'application de la charge reste négligeable, étant donné les faibles écarts enregistrés pour REF et FS10, qui sont respectivement de 2,98 et 3,79%. De même, les résultats obtenus pour les éprouvettes imprimées avec l'imprimante étaient très proches de ceux obtenus pour les éprouvettes normalisées. Par conséquent, l'impression 3D à l'aide de l'imprimante n'a pas influencé négativement les propriétés mécaniques des mélanges, mais les a plutôt maintenues, ou même améliorées, par rapport à la méthode conventionnelle de fabrication d'éprouvettes.

Afin d'estimer l'influence de la méthode d'impression sur les résistances mécaniques, les résultats des deux types d'éprouvettes imprimées (au pistolet et à l'imprimante) sont comparés pour REF et FS10 dans les Figures 3.22 et 3.23, respectivement. Les éprouvettes imprimées avec l'imprimante testées dans la direction Y ont été choisies pour cette comparaison, puisque les éprouvettes imprimées au pistolet ont également été testées dans la direction Y, parallèle à la direction des couches imprimées.

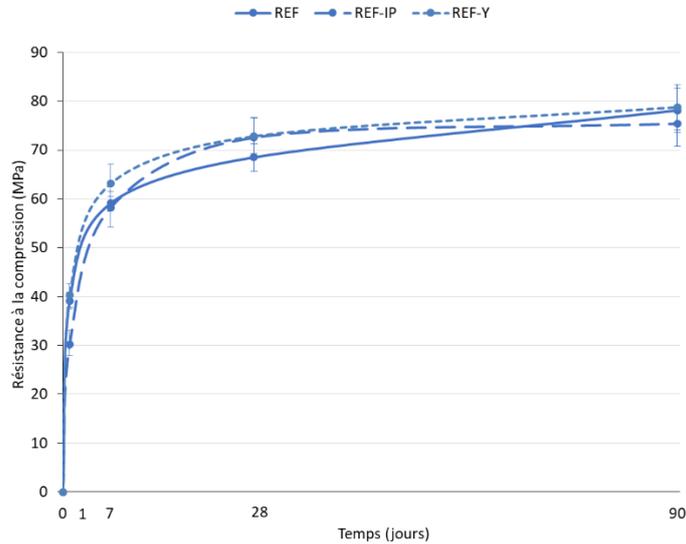


Figure 3.22: Résistance à la compression de REF, REF-IP et REF-Y à 1, 7, 28 et 90 jours

Les résultats de REF montrent qu'à 1 et 90 jours, la résistance de REF et REF-Y était similaire et supérieure à celle de REF-IP. Cependant, à 7 jours, la résistance de REF et REF-IP était similaire et inférieure à celle de REF-Y, tandis qu'à 28 jours, la résistance de REF-IP et REF-Y était similaire et supérieure à celle de REF.

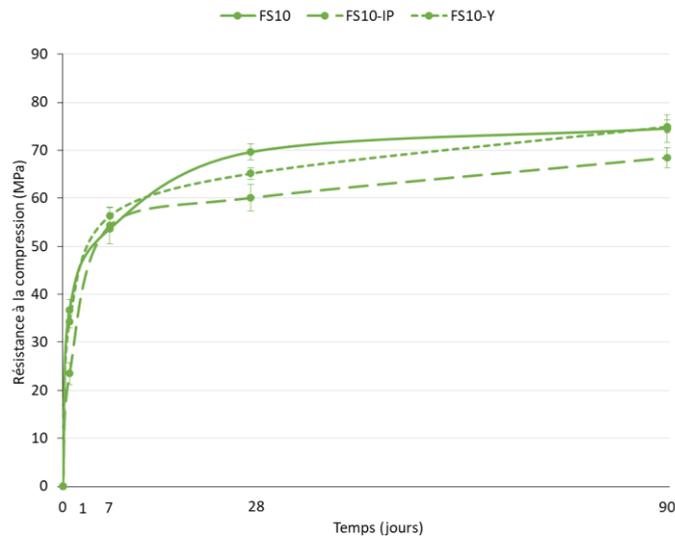


Figure 3.23: Résistance à la compression de FS10, FS10-IP et FS10-Y à 1, 7, 28 et 90 jours

D'autre part, les résultats de FS10 montrent qu'à 28 jours, la résistance de FS10 était la plus élevée, suivie de celle de FS10-Y, puis de celle de FS10-IP, tandis qu'à 90 jours, la résistance de FS10 et FS10-Y était similaire et supérieure à celle de FS10-IP. En outre, comme observé pour REF, il est également

possible de constater que la résistance de FS10-Y était supérieure à celle de FS10-IP pour toutes les échéances d'essai.

Cependant, en comparant les résultats présentés dans les Figures 3.22 et 3.23, il est possible d'observer que la résistance de FS10-IP était significativement inférieure à celle de son mélange compacté équivalent FS10, en particulier à 28 et 90 jours, alors que celle de REF-IP n'était pas si éloignée de REF.

Cette dégradation de la résistance de FS10-IP peut être associée à la perte de maniabilité résultant de l'ajout du sédiment, qui est un matériau très fin qui entraîne une augmentation de la rigidité du mélange en raison de sa forte demande en eau [143]. Ainsi, FS10 était légèrement plus difficile à extruder par le pistolet et plus complexe à remplir dans le moule prismatique par rapport à REF, ce qui a créé quelques défauts et irrégularités dans les couches et aux interfaces, diminuant par la suite la résistance à la compression des éprouvettes imprimées au pistolet du mélange FS10. D'autre part, des mélanges ayant une maniabilité et une fluidité plus élevées, comme REF, possèdent une meilleure adhérence entre les couches, de sorte que la perte de résistance ne sera pas aussi importante qu'avec des mélanges à ouvrabilité plus faible. En effet, la différence entre les éprouvettes imprimées et non imprimées diminue à mesure que la maniabilité du mélange augmente, car les couches imprimées sont plus susceptibles de fusionner entre elles, ce qui réduit l'effet de superposition et la formation de vide à l'interface des couches. Plusieurs études ont montré l'effet de l'ouvrabilité et de la maniabilité sur la déposition des couches et les performances mécaniques.

En outre, la rigidité et la viscosité des mélanges contenant du sédiment flash calciné peuvent être attribuées à la teneur en argile et à la finesse du sédiment. Plusieurs études ont rapporté des résultats similaires lors de l'ajout de la nano-argile (nanoclay), par exemple, où l'aspect frais et rhéologique des matériaux cimentaires imprimables en 3D ont été affectés par l'ajout de la nano-argile qui a agi comme un modificateur de viscosité [233,234]. Kaushik et al. [234] ont montré que, même si l'ajout de la nano-argile a entraîné une perte significative de l'ouvrabilité d'un mélange cimentaire imprimable, le seuil de cisaillement du matériau a augmenté en raison de la cohésion élevée du mélange. Ainsi, l'ajout de la nano-argile a préservé la forme idéale du matériau pendant et après l'extrusion, l'empêchant de s'effondrer. L'ajout du sédiment flash calciné dans cette étude semble avoir des effets similaires sur les propriétés rhéologiques à l'état frais des mélanges imprimés en 3D, notamment pour FS10.

En plus, les éprouvettes IP ont été imprimées et fabriquées à l'aide d'un dispositif manuel manipulé par un être humain, ce qui n'exclut pas la possibilité de rencontrer certaines erreurs de manipulation qui peuvent par la suite affecter les performances mécaniques des éprouvettes testées.

Néanmoins, les éprouvettes imprimées à l'aide de l'imprimante ont enregistré des résistances plus élevées que les éprouvettes imprimées à l'aide du pistolet pour les deux mélanges. Cette différence de résistance constatée pourrait être attribuée à la méthode de mise en œuvre des éprouvettes. La Figure 3.24 (a) montre un exemple d'éprouvettes imprimées en 4 couches par le pistolet, où des irrégularités peuvent être observées entre les couches et sur les côtés où la charge a été appliquée. Il est donc possible que cette irrégularité trouvée sur les côtés de chargement soit la raison de la diminution de la résistance pour ces éprouvettes. Cependant, les éprouvettes issues des cordons imprimés par l'imprimante, une fois coupées, présentaient des surfaces lisses et plates, comme le montre la Figure 3.24 (b), réduisant ainsi le risque de réduction de la résistance. En fait, les éprouvettes imprimées et coupées ne présentaient pas d'interface des couches, contrairement aux éprouvettes imprimées par pistolet où les couches étaient visibles et séparées les unes des autres. Par conséquent, l'homogénéité et la bonne adhérence entre les couches des éprouvettes imprimées avec l'imprimante pourraient avoir contribué aux résistances élevées.



Figure 3.24: Epreuves imprimées (a) avec le pistolet et (b) avec l'imprimante

3.2.2.2. Porosité accessible au mercure

En complément de la résistance à la compression, la porosité totale accessible au mercure a également été mesurée pour les éprouvettes normalisées, imprimées par pistolet (IP) et imprimées par imprimante (Z/Y). La porosité est l'un des critères et indicateurs de durabilité les plus critiques, en particulier pour les matériaux imprimés en 3D. En effet, la mesure de la porosité permet de vérifier s'il existe des pores à l'interface des couches imprimées qui pourraient être dus à la méthode de mise en œuvre des différents types d'éprouvettes. Par conséquent, le Tableau 3.9 ci-dessous montre la porosité totale exprimée en (%) pour les différents types d'éprouvettes pour les mélanges imprimables (REF, FS5 et FS10) après 28 et 90 jours d'hydratation.

Tableau 3.9: Porosité totale des différentes éprouvettes des mélanges valorisant du sédiment flash calciné après 28 et 90 jours d'hydratation en (%)

	Porosité totale (%)	
	28 jours	90 jours
REF	12,46	10,35
REF-IP	13,18	12,44
REF-Z/Y	10,06	9,76
FS5	12,28	10,06
FS5-IP	11,59	12,24
FS10	13,38	10,52
FS10-IP	13,59	12,28
FS10-Z/Y	12,73	10,29

Les résultats du Tableau 3.9 montrent que pour tous les mélanges et pour tous les types d'éprouvettes, à l'exception de FS5-IP, la porosité totale a diminué entre 28 et 90 jours, ce qui peut également être relié aux résultats de la résistance à la compression qui a augmenté entre 28 et 90 jours pour chaque type d'éprouvette de chaque mélange.

Dans le cas des mélanges REF et FS10, les éprouvettes imprimées avec le pistolet (IP) ont montré la porosité la plus élevée parmi les autres types d'éprouvettes. La porosité élevée de ces éprouvettes coïncide avec les faibles résistances à la compression ainsi qu'avec la méthode de mise en œuvre des éprouvettes, comme cela a été évoqué précédemment concernant les irrégularités observées sur les surfaces des éprouvettes (Figure 3.24 (a)).

De plus, la porosité des éprouvettes imprimées à l'aide de l'imprimante (REF-Z/Y et FS10-Z/Y) était inférieure à celle des éprouvettes réalisées selon la norme (REF et FS10). La porosité plus faible des éprouvettes imprimées à l'imprimante peut être due à la pression supplémentaire appliquée au matériau pendant le processus d'extrusion, ce qui donne un matériau plus dense et moins poreux. En effet, Koker [92] a constaté que dans certains cas, et en fonction des paramètres d'impression, la pression supplémentaire exercée sur le matériau pendant le processus d'impression peut conduire à une réduction des vides à l'intérieur de la couche et à l'interface, créant ainsi une matrice plus dense. Une autre étude réalisée par Le et al. [12] a également montré que la légère vibration du récipient de mortier ainsi que la pression de la pompe pendant le processus d'extrusion peuvent entraîner une réduction du volume de vide dans un mortier imprimé par rapport à un mortier compacté et normalisé. En outre, cette diminution de la porosité observée dans les éprouvettes peut avoir des conséquences sur les résistances mécaniques, où dans certains cas, la résistance à la compression des éprouvettes imprimées par l'imprimante était supérieure à celle des éprouvettes normalisées, en particulier pour REF (Figure 3.22). Plusieurs études ont rapporté le même résultat concernant la résistance des spécimens imprimés par rapport aux spécimens non imprimés [35,91]. Toutefois, ce n'est pas toujours le cas pour les éléments imprimés en 3D, par ce que de nombreux facteurs entrent en jeu, tels que la forme de la buse d'extrusion, la distance de déposition de couches et la vitesse d'impression [45,90].

3.3. Influence du sédiment flash calciné sur l'hydratation des mélanges

Afin d'étudier la réactivité des mélanges contenant du sédiment flash calciné, des mesures de chaleur d'hydratation par calorimétrie semi-adiabatique et isotherme, ainsi que des analyses thermogravimétriques ont été réalisés.

3.3.1. Calorimétrie semi-adiabatique

La température de tous les mortiers valorisant du sédiment flash calciné a été mesurée avec un calorimètre semi-adiabatique selon la norme européenne NF EN 196-9 pour une durée de 7 jours consécutifs. Les courbes calorimétriques sont présentées dans la Figure 3.25, et l'âge du pic d'hydratation en heures ainsi que la température maximale mesurée à ce pic sont également présentés dans le Tableau 3.10 pour tous les mélanges. Les résultats montrent que la température la plus élevée a été enregistrée pour REF, suivi de FS5, FS10, FS15 et FS20, ce qui montre que l'hydratation du mélange a diminué avec l'ajout du sédiment flash calciné. De plus, l'âge du pic d'hydratation était compris entre 15,00 et 16,12 heures après la préparation des mortiers frais.

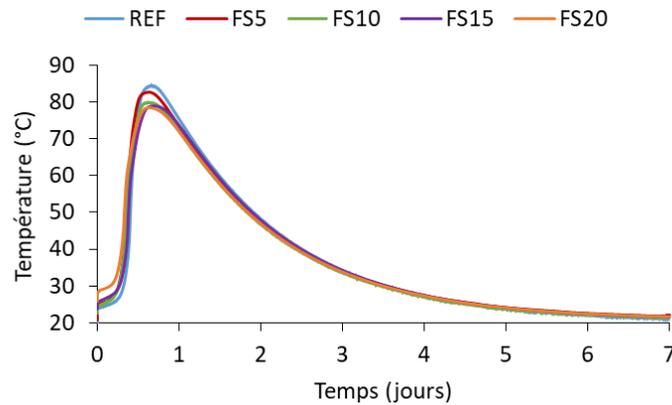


Figure 3.25: Température des mortiers valorisant du sédiment flash calciné par calorimétrie semi-adiabatique

Tableau 3.10: Age et température du pic d'hydratation des mortiers valorisant du sédiment flash calciné par calorimétrie semi-adiabatique

Mélange (mortier frais)	REF	FS5	FS10	FS15	FS20
Age de pic d'hydratation (heures)	16,03	15,00	15,01	16,12	15,09
Température du pic d'hydratation (°C)	84,43	82,67	79,81	78,91	78,48

3.3.2. Calorimétrie isotherme

En complément de l'essai de calorimétrie semi-adiabatique des mortiers, la chaleur d'hydratation et le flux de chaleur des pâtes de ciment contenant du sédiment flash calciné en fonction du temps ont également été mesurés par calorimétrie isotherme. La composition des pâtes était identique à celle des mortiers présentés dans le Tableau 3.6, à l'exception de l'ajout du sable.

Le mécanisme d'hydratation de la pâte de ciment se manifeste généralement en quatre phases principales. La première phase se produit directement après le contact de l'eau avec le ciment et est liée à la dissolution des grains anhydres, donc à l'hydratation des grains de ciment. Cette phase se déroule généralement très rapidement, en quelques minutes, et génère beaucoup de chaleur [235]. La deuxième phase correspond à la période d'induction où la pâte de ciment présente une faible activité thermique et un faible dégagement de chaleur [236]. La troisième phase correspond à l'hydratation accélérée des silicates et aluminates, formant du C-S-H et de l'ettringite, et provoquant une forte génération de chaleur. Lors de cette phase, la pâte commence à développer une prise. Enfin, la quatrième et dernière phase se forme après l'épuisement du gypse et la transition de l'ettringite en hydrate de monosulfoaluminate, ralentissant les réactions, diminuant le dégagement de chaleur et formant la matrice solide de la pâte [237].

La Figure 3.26 montre les courbes de chaleur d'hydratation et de flux de chaleur des pâtes de ciment pour les mélanges contenant du sédiment flash calciné en fonction du temps par calorimétrie isotherme pour une durée de 48 heures. Après un premier pic qui apparaît suite à la dissolution des grains anhydres lors de leur contact avec l'eau, une phase d'induction, de presque la même durée (10h), a lieu pour toutes les pâtes. Ensuite, Le second pic d'hydratation, correspondant à l'accélération de l'hydratation des silicates et aluminates après la phase d'induction, présente une intensité plus élevée pour REF comparant aux mélanges contenant du sédiment flash calciné. Ceci est due au fait que REF contient plus de ciment par rapport aux autres pâtes de ciment. Or, la forme des courbes d'hydratation est la même pour toutes les pâtes ce qui signifie que ces dernières présentent le même mécanisme d'hydratation. Ceci est en accord avec Snellings et al. [149] qui ont démontré que le

processus d'hydratation du ciment n'était pas affecté par l'ajout du sédiment de dragage traité par la méthode de calcination flash. La figure 3.26 montre également la chaleur cumulée dégagée des différents mélanges. Les résultats indiquent que l'augmentation du pourcentage de sédiment flash calciné a entraîné une diminution de la chaleur dégagée cumulée d'hydratation des mélanges après 48 heures.

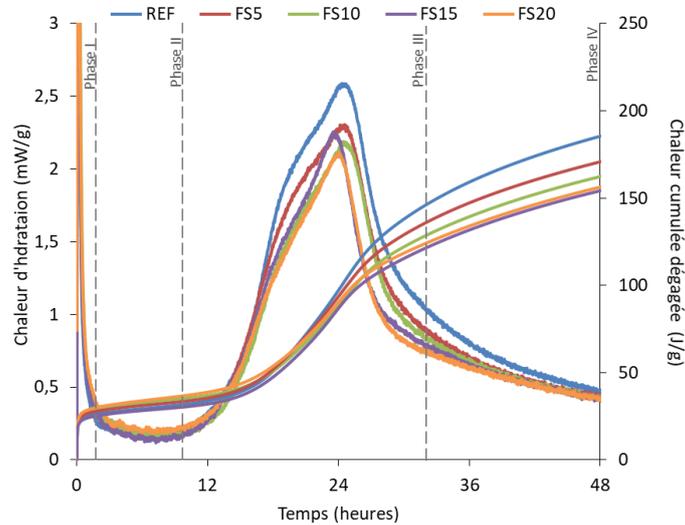


Figure 3.26: Chaleur d'hydratation et chaleur cumulée dégagée par les pâtes de ciment contenant du sédiment flash calciné par calorimétrie isotherme

En outre, la Figure 3.27 ci-dessous montre la chaleur cumulée dégagée pendant les 60 premières minutes d'hydratation pour les pâtes correspondant aux mortiers imprimables REF, FS5 et FS10, étant donné l'importance de surveiller l'évolution du durcissement des mortiers imprimables à très jeune âge, notamment pendant la première heure du processus d'impression. Les résultats montrent que FS10 avait la chaleur d'hydratation la plus élevée, suivi de FS5, puis de REF. L'ajout du sédiment flash calciné a donc pu augmenter le degré d'hydratation pendant la première heure, ce qui conduit à une buildabilité adéquate des mortiers contenant du sédiment flash calciné durant la première heure d'impression.

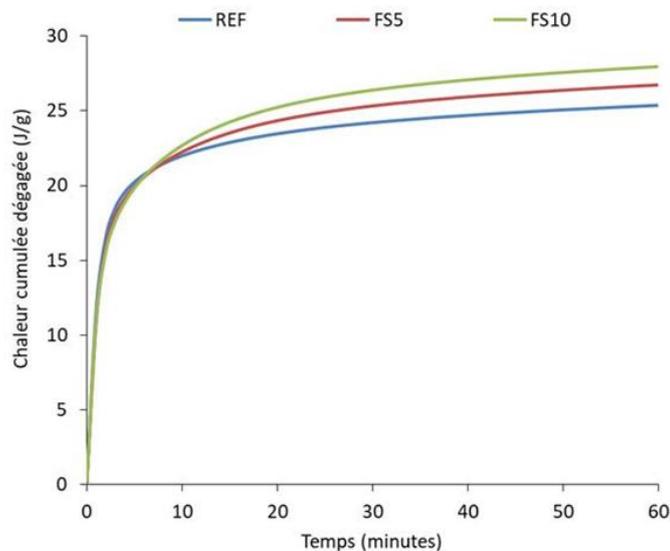


Figure 3.27: Chaleur cumulée dégagée par les pâtes de ciment contenant du sédiment flash calciné par calorimétrie isotherme durant la première heure

3.3.3. Analyse thermogravimétrique (ATG)

En complément des essais de mesure de la chaleur d'hydratation par calorimétrie semi-adiabatique et isotherme, une analyse thermogravimétrique (ATG) a également été réalisée sur les pâtes de ciment correspondant aux mortiers imprimables (REF, FS5 et FS10), afin de quantifier l'hydratation et la teneur en portlandite à partir de la perte de masse en fonction de la température. La Figure 3.28 montre les courbes de perte de masse TG (%) et les courbes dérivées de la perte de masse DTG (%/min) des pâtes de ciment après 90 jours d'hydratation. Par ailleurs, le Tableau 3.11 présente la perte de masse entre 400 °C et 550 °C et la teneur en portlandite mesurées par l'ATG des différentes pâtes à 90 jours selon l'Equation (2).

Les résultats de DTG montrent que les trois mélanges présentent des pics de perte de masse similaires. Le premier pic observé autour de 170 °C correspond à l'eau éliminée des produits hydratés des mélanges où a lieu la décomposition de C-S-H, de l'ettringite et de l'aluminate de calcium hydraté. Le deuxième pic observé est associé à la décomposition de la portlandite, et le dernier pic à la décarbonatation du carbonate de calcium (750 °C). Par conséquent, en comparant les résultats du deuxième pic, REF a présenté une perte de masse liée à la décomposition de la portlandite, légèrement plus élevée que les mélanges contenant du sédiment, démontrant une teneur en portlandite dans REF plus élevée que celle trouvée dans FS5 et FS10. Par conséquent, ceci pourra être dû, comme indiqué dans les résultats de la calorimétrie isotherme, à la quantité de ciment plus importante dans REF que dans FS5 et FS10.

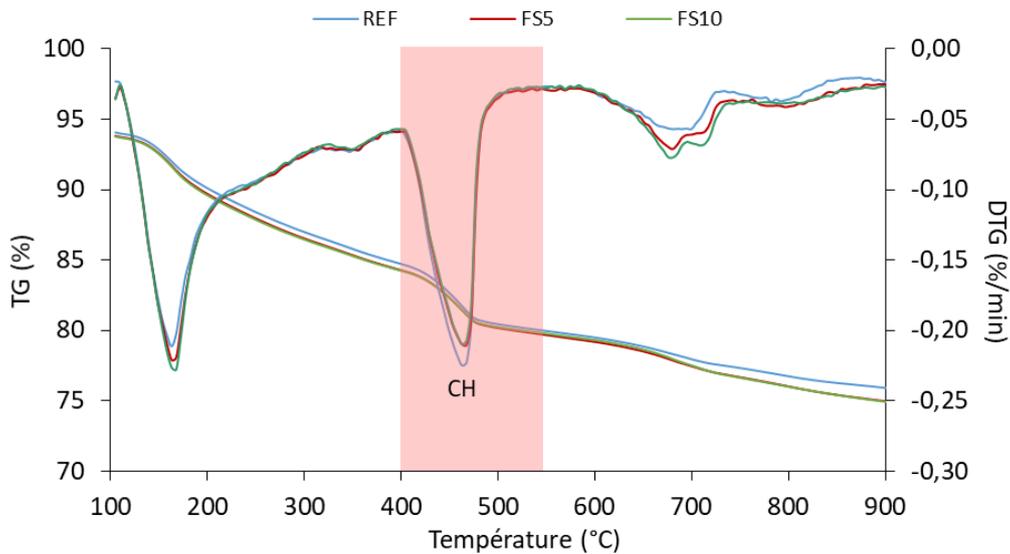


Figure 3.28: Courbes ATG des pâtes de ciment contenant du sédiment flash calciné après 90 jours d'hydratation

Tableau 3.11: Perte de masse et teneur en portlandite des pâtes de ciment contenant du sédiment flash calciné mesurées après 90 jours d'hydratation en (%) par ATG

Pâte de ciment	Δm (%)	CH (%)
REF (100% C)	4,76	19,56
FS5 (95% C)	4,61	18,93
FS10 (90% C)	4,48	18,40

3.4. Résumé des résultats de la valorisation du sédiment flash calciné dans une matrice cimentaire imprimable

L'objectif de cette première partie du chapitre était de développer et de caractériser des mélanges imprimables valorisant du sédiment flash calciné à 750 °C dans une formulation témoin imprimable, en tant que liant, en produisant un liant binaire (ciment/sédiment flash calciné). Les différents pourcentages de sédiment testés étaient de 5, 10, 15, 20 et 30%. De plus, le rapport Eau/Liant ainsi que le dosage des adjuvants dans les mélanges ont été maintenus constants et identiques à ceux de la formulation témoin, de sorte que le seul paramètre modifié entre les mélanges était la quantité de sédiment flash calciné, qui substituait partiellement le ciment.

Les essais d'extrudabilité et de buildabilité ont montré que la substitution du ciment par 5% et de 10% de sédiments était adéquate du point de vue de l'imprimabilité, car les mélanges étaient à la fois extrudables et buildables et pouvaient donc être considérés comme des mélanges imprimables. En revanche, les mélanges contenant 15% et 20% de sédiments étaient buildables mais non extrudables, tandis que le mélange contenant 30% de sédiments n'était pas du tout extrudable et a donc été abandonné pour la suite de l'étude. Par conséquent, le mélange contenant 10% de sédiments (FS10) a été imprimé à l'aide d'une imprimante 3D afin de vérifier également son imprimabilité à plus grande échelle et de valider les résultats obtenus à petite échelle.

Pour les essais à l'état frais, les résultats ont montré que la fluidité, le diamètre d'étalement et le temps de prise diminuaient progressivement avec l'augmentation du pourcentage de sédiment dans le mélange. En outre, l'augmentation du pourcentage de sédiment a entraîné une accélération du durcissement et du développement de seuil de cisaillement au fil du temps. Ce comportement peut être attribué à la forte demande en eau ainsi qu'à la teneur en argile et à la finesse du sédiment. Ainsi, l'ajout du sédiment flash calciné dans une matrice cimentaire imprimable semble agir comme un modificateur de la viscosité naturel, influençant les propriétés rhéologiques à l'état frais des mélanges imprimés en 3D.

Pour les essais à l'état durci, l'augmentation du pourcentage de sédiment flash calciné a entraîné une diminution globale de la résistance à la compression en raison de l'effet de la substitution du ciment. Néanmoins, l'ajout de 5% de sédiments flash calcinés a conduit à une amélioration de la résistance à la compression à 28 et 90 jours. Ensuite, différents types d'éprouvettes ont été réalisées (non compactées, imprimées par pistolet et imprimées par imprimante 3D) afin de mettre en évidence l'effet de l'impression 3D sur la résistance mécanique des mélanges. Les éprouvettes non compactées ont enregistré des résistances supérieures et/ou égales à celles des éprouvettes normalisées compactées, à l'exception du mélange contenant 5% de sédiments flash calcinés, qui a enregistré des résistances inférieures à son mélange normalisé équivalent. Les éprouvettes imprimées à l'aide de l'imprimante ont enregistré des résistances plus élevées que les éprouvettes imprimées au pistolet, ce qui pourrait être attribué à la méthode de mise en œuvre des éprouvettes. De plus, aucune différence significative n'a pu être observée au niveau de la direction d'application de la charge sur les éprouvettes imprimées avec l'imprimante. En outre, ces résistances étaient très similaires à celles obtenues selon la norme NF EN 196-1. Ainsi, l'impression 3D n'a pas influencé négativement les propriétés mécaniques des mélanges imprimés par rapport à la méthode conventionnelle de fabrication d'éprouvettes.

La porosité totale accessible au mercure a également été calculée pour les différents types d'éprouvettes des mélanges imprimables. La porosité la plus élevée a été observée pour les éprouvettes imprimées avec le pistolet, ce qui coïncide avec les faibles résistances, ainsi qu'avec la

méthode de mise en œuvre des éprouvettes. En outre, la porosité enregistrée pour les éprouvettes imprimées avec l'imprimante était inférieure à celle des éprouvettes réalisées selon la norme, ce qui peut être dû à la pression supplémentaire appliquée au matériau pendant le processus d'extrusion, ce qui donne un matériau plus dense, moins poreux et plus résistant. En effet, dans certains cas, la résistance des éprouvettes imprimées avec l'imprimante était supérieure à celle des éprouvettes normalisées.

L'hydratation a également été étudiée pour voir l'influence de l'ajout du sédiment flash calciné sur la réactivité des mélanges. Les tests calorimétriques et les analyses thermogravimétriques ont montré que la réactivité globale et l'hydratation des mélanges diminuaient avec l'augmentation du pourcentage de sédiment.

La composition en kg/m³ des mélanges imprimables valorisant du sédiment flash calciné, ainsi que celle de la formulation témoin, est présentée dans le Tableau 3.12.

Tableau 3.12: Composition du liant en (%), de la formulation témoin et des mélanges imprimables valorisant du sédiment flash calciné (kg/m³)

	Composition du liant en (%)		
	REF	FS5	FS10
OPC (%)	100	95	90
FS (%)	-	5	10
Composition des mélanges imprimables valorisant du sédiment flash en (kg/m ³)			
Sable	1043	1046	1049
OPC	838	798	758
FS	-	35	71
Eau	335	333	331
SP	6,7	6,7	6,6
AMV	3,4	3,3	3,3

Comme le montre le Tableau 3.12, la quantité de ciment a pu être réduite de 100% à 90% en valorisant 10% de sédiments flash calcinés pour un mélange imprimable dans les conditions de cette étude. Par exemple, pour un mélange imprimable de 1 m³, la quantité de ciment pourrait être réduite de 838 kg à 758 kg, où 71 kg de sédiments pourraient être valorisés. De plus, la réduction de 10% de la quantité du ciment dans le mélange réduira également le coût des matériaux de construction de 10% ainsi que la quantité de CO₂ provenant de la fabrication du ciment. Par conséquent, les mélanges à base de sédiments peuvent être considérés comme satisfaisants aux niveaux économique et écologique.

De plus, même avec la substitution du ciment, la résistance à la compression des mélanges imprimables reste plus que suffisante pour leur utilisation en construction. Ainsi, les mélanges à base de sédiments peuvent également être considérés comme satisfaisants en termes de résistance.

La valorisation du sédiment flash calciné a ainsi pu être réalisée de manière satisfaisante dans le cadre de l'impression 3D d'une encre cimentaire.

4. Valorisation du sédiment dans une matrice imprimable à base de liant ternaire ciment/sédiment flash calciné/filler calcaire

4.1. Méthodologie de formulation de mortiers à base de liant ternaire ciment/sédiment flash calciné/filler calcaire

L'objectif de cette partie est de substituer davantage le ciment dans un mortier imprimable par la production d'un liant ternaire (ciment/sédiment flash calciné/filler calcaire).

Les fillers calcaires présentent plusieurs avantages et sont normalement introduits dans le béton pour plusieurs raisons. Ils apportent une correction granulaire qui va garantir la fluidité des bétons et faciliter leur pompage. En effet, les fillers calcaires permettent d'améliorer certaines propriétés telles que la consistance, l'ouvrabilité, la résistance à la compression et la durabilité. Les fillers calcaires contribuent également à une réduction globale de l'empreinte CO₂ et du coût du matériau final. L'ajout du filler présente donc un triple intérêt : économique, technique et environnemental.

Ainsi, des substitutions volumiques de ciment (C) par du sédiment flash calciné (FS) de 10 et 20% et par du filler calcaire (L : Limestone filler) de 10, 20 et 30% ont été effectuées pour vérifier si l'introduction du filler calcaire permettra d'imprimer avec plus de 10% de sédiments comme démontré précédemment. Quatre mélanges ont été testés : FS10L10, FS10L20, FS20L20 et FS20L30. Le nombre suivant "FS" correspond au pourcentage de ciment remplacé par le sédiment et le nombre suivant "L" par le filler calcaire. Par exemple, FS20L30 correspond au mélange dans lequel 50% du ciment a été substitué par 20% de sédiments et 30% de filler calcaire.

Le rapport Eau/Liant et le dosage des adjuvants ont été maintenus identiques à ceux de la formulation témoin et à ceux des mélanges valorisant du sédiment flash calciné choisis dans la section 3.1 du chapitre 3. La composition du liant en (%) ainsi que la composition des mélanges contenant du sédiment flash calciné et du filler calcaire sont présentées dans le Tableau 3.13 ci-dessous.

Tableau 3.13: Composition du liant en (%) et des mélanges contenant du sédiment flash calciné et du filler calcaire

	Composition du liant ternaire en (%)				
	REF	FS10L10	FS10L20	FS20L20	FS20L30
OPC (%)	100	80	70	60	50
FS (%)	-	10	10	20	20
L (%)	-	10	20	20	30
Composition des mélanges contenant du sédiment flash calciné et du filler calcaire					
Sable (g)	850	850	850	850	850
OPC (g)	683	546	478	410	341
FS (g)	-	57	57	114	178
L (g)	-	59	118	118	178
Eau/Liant	0,4				
SP (%) en extrait sec	0,24				
AMV (%)	0,4				

4.2. Caractérisation des mortiers à base de liant ternaire ciment/sédiment flash calciné/filler calcaire

Les mêmes tests utilisés pour caractériser les mélanges valorisant du sédiment flash ont été appliqués aux mélanges contenant du sédiment flash calciné et du filler calcaire. Tout d’abord, l’imprimabilité des mélanges a été testée pour voir s’ils répondaient aux exigences de l’impression 3D, puis une caractérisation des mélanges a été réalisée à l’état frais et durci.

4.2.1. Caractérisation à l’état frais

4.2.1.1. Extrudabilité et buildabilité

Les résultats d’extrudabilité sont présentés dans la Figure 3.29. FS10L20 et FS20L30 ont été extrudés sans difficulté, tandis que FS10L10 était un peu difficile à extruder et présentait quelques fissures et FS20L20 était trop sec, non extrudable et provoquait un blocage et une ségrégation au niveau de la buse du pistolet.



Figure 3.29: Extrudabilité des mélanges (a) FS10L10, (b) FS10L20, (c) FS20L20 et (d) FS20L30

Les résultats de buildabilité sont présentés dans les Figures 3.30 et 3.31. La hauteur finale enregistrée pour tous les mélanges était supérieure à la valeur limite de hauteur définie pour le test de buildabilité (h_f seuil = 4,5 cm) et variait de 4,5 cm à 4,9 cm, ce qui démontre que tous les mélanges peuvent être considérés comme des mélanges buildables.



Figure 3.30: Buildabilité des mélanges (a) FS10L10, (b) FS10L20, (c) FS20L20 et (d) FS20L30

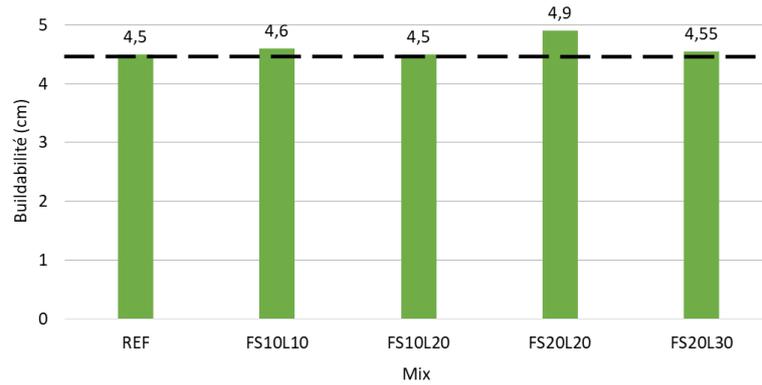


Figure 3.31: Buildabilité des mélanges contenant du sédiment flash calciné et du filler calcaire en (cm)

Les résultats d’extrudabilité et de buildabilité des mélanges contenant du sédiment flash calciné et du filler calcaire sont résumés dans le Tableau 3.14 ci-dessous, où tous les mélanges étaient buildables, mais pas tous extrudables.

Tableau 3.14: Résumé des résultats d’extrudabilité et de buildabilité pour les mélanges contenant du sédiment flash calciné et du filler calcaire

Mélanges	FS10L10	FS10L20	FS20L20	FS20L30
Extrudabilité	X	✓	X	✓
Buildabilité	✓	✓	✓	✓

En effet, FS10L10 et FS20L20 n’ont pas respecté la condition d’extrudabilité et n’ont donc pas pu être considérés comme imprimables, tandis que FS10L20 et FS20L30 ont respecté les deux conditions d’imprimabilité et ont donc été considérés comme des mélanges imprimables, et leur imprimabilité a été validée par des impressions à l’échelle d’une imprimante 3D de laboratoire, comme le montrent les Figures 3.32 et 3.33.



Figure 3.32: Impression de FS10L20 à l’échelle de l’imprimante de laboratoire



Figure 3.33: Impression de FS20L30 à l'échelle de l'imprimante de laboratoire

4.2.1.2. Diamètre d'étalement et temps de prise

Le diamètre d'étalement des mélanges est présenté dans la Figure 3.34. FS10L10 et FS20L20 ont enregistré un étalement inférieur à celui de la formulation témoin, tandis que FS10L20 et FS20L30 ont enregistré un étalement proche de celui de la formulation témoin.

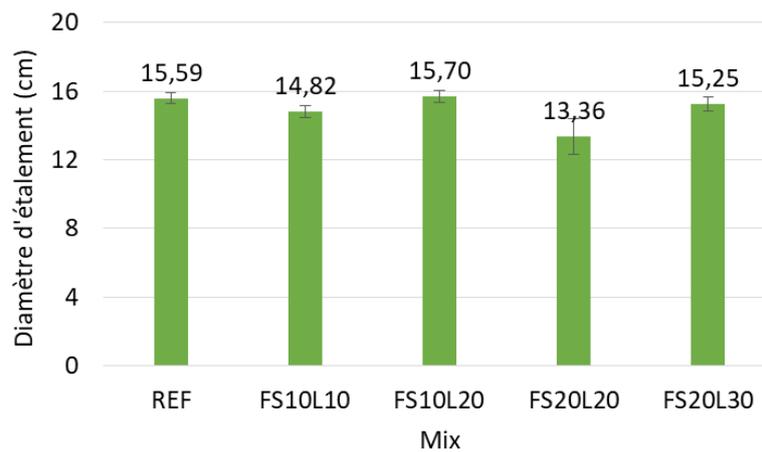


Figure 3.34: Diamètre d'étalement des mélanges contenant du sédiment flash calciné et du filler calcaire

Les résultats de temps de prise présentés dans la Figure 3.35 montrent que FS10L10 et FS20L20 ont atteint leur début de prise en premier, suivis de FS10L20 et FS20L30, puis de REF, et que tous les mélanges sauf FS10L20 ont atteint leur fin de prise avant REF.

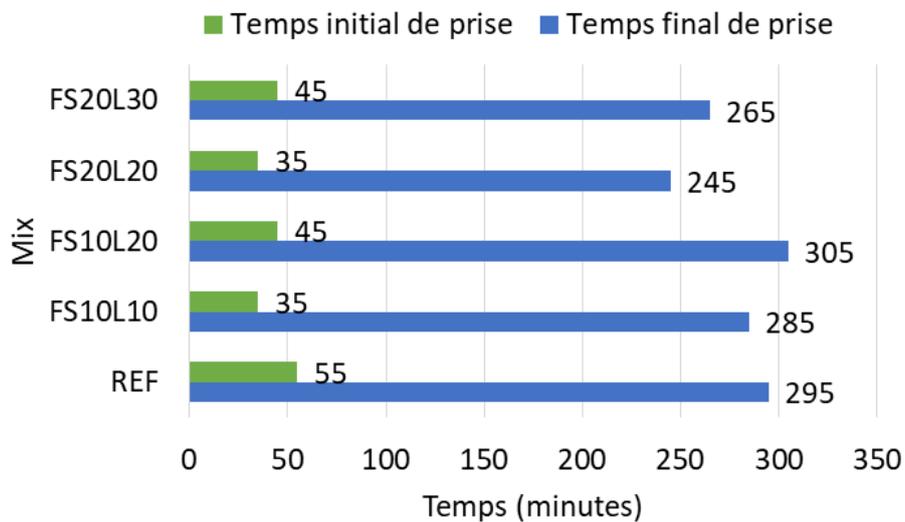


Figure 3.35: Temps initial et final de prise pour les mélanges contenant du sédiment flash calciné et du filler calcaire

4.2.1.3. Essai de pénétration de cône

La Figure 3.36 montre l'évolution du seuil de cisaillement pour les différents mélanges en fonction du temps. Comme obtenu pour les mélanges valorisant du sédiment flash calciné uniquement, le seuil de cisaillement augmente progressivement pour chaque mélange et la variation du seuil avec le temps peut être estimée par un modèle linéaire. Les courbes de tendance des résultats pour tous les mortiers révèlent un coefficient de détermination (R^2) entre 0,91 et 0,99. En revanche, en comparant les mélanges contenant le même pourcentage de sédiment, FS10L10 et FS20L20 présentaient des seuils plus élevés que FS10L20 et FS20L30, respectivement. En outre, les valeurs de seuil enregistrées par REF, FS10L20, FS10L10 et FS20L30 étaient proches les unes des autres, tandis que celles enregistrées par FS20L20 étaient plus éloignées et plus élevées. Cela peut être remarqué à partir de la première mesure de seuil enregistrée à 120 s qui était comprise entre 1,2 et 1,5 kPa pour les mélanges : REF, FS10L20, FS10L10 et FS20L30 et égale à 2,7 kPa pour FS20L20. Cette première valeur de seuil correspondant aux quatre premiers mélanges coïncide avec les résultats de l'étude menée par Rahul et al. [67] qui a montré que l'extrudabilité et la constructibilité ne peuvent être atteintes que lorsque le seuil de cisaillement du matériau ne dépasse pas 2,5 kPa. Cependant, ici, malgré le fait que FS10L10 n'était pas tout à fait considéré comme un mélange imprimable auparavant, il était encore possible de l'extruder à travers la buse du pistolet, et pouvait donc être classé comme un mélange respectant les valeurs de seuil d'un matériau imprimable dans le cadre de cet essai. En revanche, la première valeur de seuil enregistrée pour FS20L20 a dépassé 2,5 kPa, ce qui prouve encore une fois que le mélange, bien que très buildable, ne peut être considéré comme imprimable car il était trop rigide lors de l'extrusion et a provoqué un blocage au niveau de la buse du pistolet.

En fait, les résultats du seuil de cisaillement des mélanges sont influencés par la présence des deux ajouts : le sédiment flash calciné et le filler calcaire. En ce qui concerne le sédiment flash calciné, une augmentation du seuil de cisaillement peut être attribuée à son ajout, comme cela a déjà été démontré dans les résultats de l'essai de pénétration de cône des mélanges valorisant du sédiment flash calciné uniquement. En revanche, pour le filler calcaire, des seuils de cisaillement plus faibles ont été observés dans les mélanges contenant plus de filler calcaire que de sédiment flash calciné ($FS10L20 < FS10L10$ et $FS20L30 < FS20L20$). Ainsi, la thixotropie des mélanges augmente avec l'augmentation du pourcentage de sédiment flash calciné et diminue avec l'augmentation du pourcentage de filler

calcaire. Plusieurs études ont également observé une diminution de la thixotropie avec l'ajout de la charge calcaire, indiquant que cette diminution se produit parce que la poudre de charge calcaire ne génère pas de CSH, mais agit plutôt comme un site de nucléation uniquement, et donc, la fraction de la production totale de CSH diminuerait relativement, ainsi que le taux de structuration [51,74].

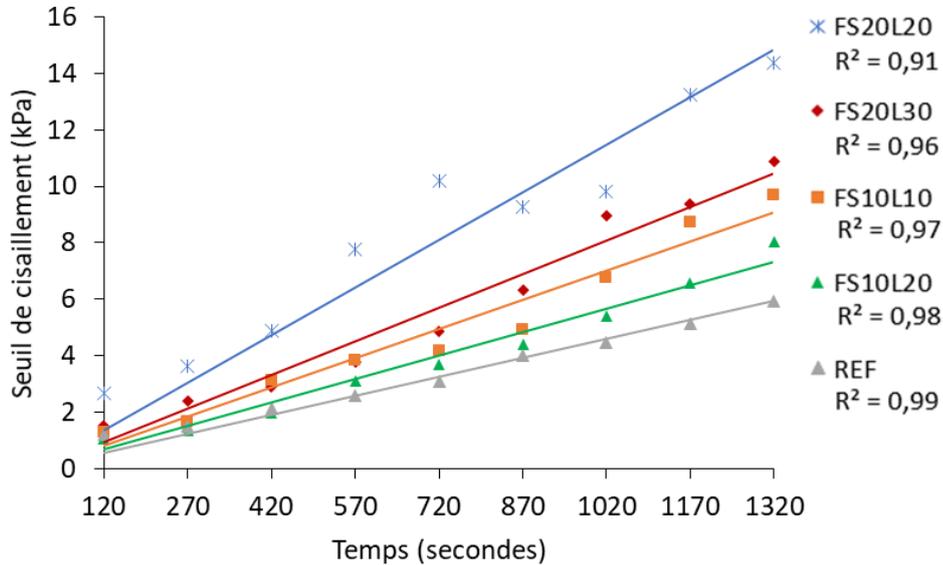


Figure 3.36: Seuil de cisaillement des mélanges contenant du sédiment flash calciné et du filler calcaire en fonction du temps

4.2.1.4. Résumé des résultats à l'essai frais

Tous les essais réalisés à l'état frais montrent que les mélanges ayant le même pourcentage de filler calcaire et de sédiment (i.e., FS10L10 et FS20L20) étaient plus rigides et plus secs que les mélanges ayant un pourcentage plus élevé de filler calcaire que de sédiment (i.e., FS10L20 et FS20L30). Cela peut être attribué à la forte demande en eau du sédiment flash calciné en raison de sa surface spécifique élevée (28,95 m²/g), contrairement au filler calcaire qui a une faible demande en eau et une faible surface spécifique (1,21 m²/g). En effet, le sédiment provoque le durcissement et la rigidité du mélange en agissant comme un modificateur de viscosité, tandis que le filler calcaire améliore l'ouvrabilité ainsi que la maniabilité du mélange en le rendant plus fluide. Ainsi, étant donné les rôles opposés de ces deux ajouts dans un mortier imprimable, il était nécessaire de trouver un équilibre entre les dosages de sédiment et de filler calcaire dans les mélanges pour répondre aux exigences d'imprimabilité et de résistance. Les essais à l'état frais ont montré que les mélanges contenant 10% de filler calcaire de plus que le sédiment avaient de bonnes performances rhéologiques en ce qui concerne l'extrudabilité et la buildabilité. En conséquence, FS10L10 et FS20L20 n'étaient pas assez fluides pour être convenablement extrudables et n'étaient donc pas considérés comme des mélanges imprimables, même s'ils étaient buildables, contrairement à FS10L20 et FS20L30 qui étaient suffisamment fluides pour être à la fois extrudables et buildables. De plus, FS10L10 et FS20L20 ont présenté une prise, un durcissement et un développement de seuil de cisaillement plus rapides que les deux autres mélanges, en raison de leur rigidité initiale à l'état frais.

4.2.2. Caractérisation à l'état durci

Afin de tester les propriétés mécaniques, telles que les résistances mécaniques et la porosité accessible au mercure des mélanges développés contenant du sédiment flash calciné et du filler calcaire, quatre méthodes de mise en œuvre ont été adoptées afin d'obtenir des éprouvettes :

- Normalisées/compactées ;
- Non compactées (NC) ;
- Imprimées par pistolet (IP) ;
- Imprimées par imprimante (Z et Y).

Les éprouvettes normalisées ont été réalisées pour tous les mélanges à base de liant ternaire. Cependant, les éprouvettes non compactées, imprimées par pistolet et par imprimante ont été réalisées uniquement pour les mélanges démontrés imprimables FS10L20 et FS20L30.

4.2.2.1. Résistances mécaniques

Les résultats de la résistance à la compression des mélanges à base de liant ternaire selon la norme NF EN 196-1 à 1, 7, 28 et 90 jours sont présentés dans les Figures 3.37 (a) et (b). La résistance à la compression de REF était la plus élevée par rapport aux mélanges contenant du sédiment flash calciné et du filler calcaire pour toutes les échéances d'essai, en raison de l'effet de la substitution de 20, 30, 40 et 50% du ciment par les matériaux alternatifs. Par conséquent, l'ordre dans lequel les mélanges ont enregistré une résistance à la compression, du plus élevé au plus bas, est le suivant : REF, FS10L10, FS10L20, FS20L20 et FS20L30. A 7 jours, FS10L10 et FS10L20 avaient des résistances comparables, tout comme FS20L20 et FS20L30. En revanche, à 28 jours, la résistance des mélanges contenant le même pourcentage de sédiment et de filler : FS10L10 et FS20L20 avait augmenté d'environ 10 et 5 MPa, respectivement, tandis que celle des mélanges contenant un pourcentage plus faible de sédiment que de filler (FS10L20 et FS20L30) avait à peine augmenté. En outre, à 28 jours, FS10L10 avait la résistance la plus élevée parmi les autres mélanges, tandis qu'à 90 jours, FS10L10 n'avait pas beaucoup gagné en résistance, contrairement à FS10L20 et FS20L20 qui ont gagné en résistance et avaient des valeurs plus proches de FS10L10. FS20L30 avait également développé un gain de résistance entre 28 et 90 jours mais restait le mélange avec la plus faible résistance à la compression en raison de la grande quantité de ciment substituée dans ce mélange. En fait, la substitution de 50% de ciment entraîné une diminution d'environ 25 MPa de la résistance entre FS20L30 et REF à 28 et 90 jours. De plus, la résistance à la compression de FS20L20, initialement éloignée de celle de FS10L10 et FS10L20 à 7 et 28 jours est devenue très proche de leur résistance à 90 jours. Cela montre que même avec une substitution de 40% de ciment, supérieure à celle dans FS10L10 (20%) et FS10L20 (30%), FS20L20 a été capable de compenser la différence de résistance dans le temps, ce qui est dû à la réactivité à long terme du sédiment, qui est présent en plus grande quantité dans FS20L20 (20%) que dans FS10L10 et FS10L20 (10%), et non pas forcément au filler calcaire, qui est un matériau inerte et non réactif qui ne contribue pas trop au développement de la résistance.

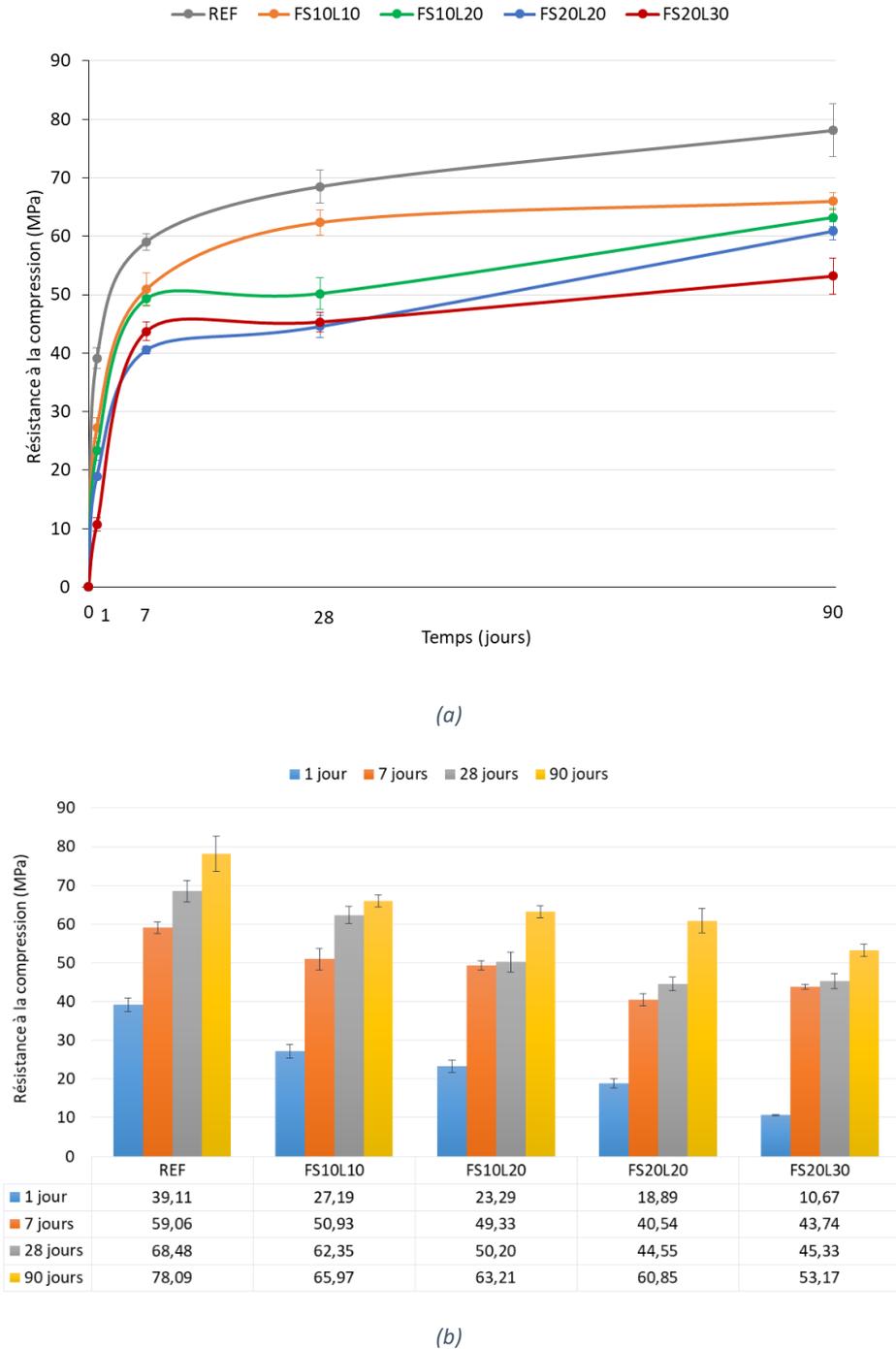


Figure 3.37: Résistance à la compression des éprouvettes normalisées des mélanges contenant du sédiment flash calciné et du filler calcaire à 1, 7, 28 et 90 jours

En résumé, il peut être constaté que la substitution du ciment par le sédiment flash calciné et le filler calcaire a conduit à une diminution de la résistance à la compression des mélanges. D'autre part, afin d'évaluer l'effet de l'impression 3D sur les propriétés mécaniques des mélanges imprimables, la résistance à la compression des éprouvettes non compactées (NC), imprimées par pistolet (IP), ainsi que réalisées selon la norme NF EN 196-1 pour FS10L20 et FS20L30 est présentée dans les Figures 3.38 et 3.39, respectivement.

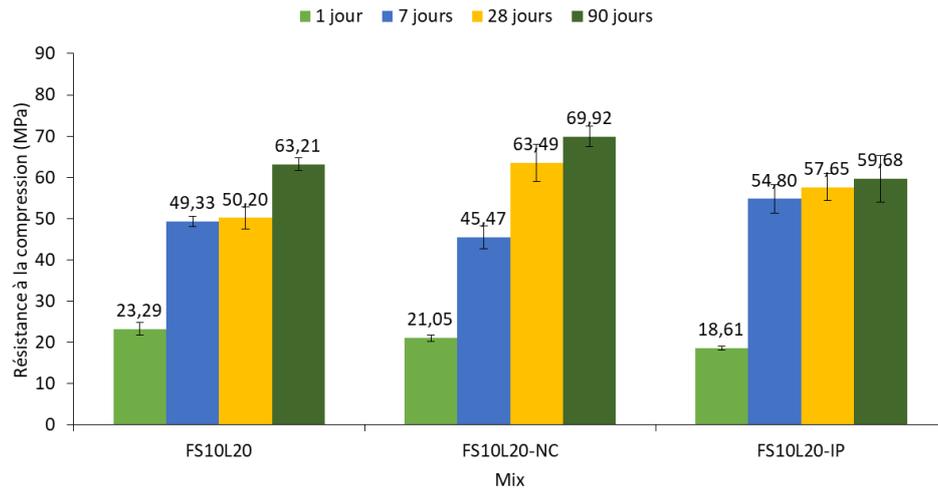


Figure 3.38: Résistance à la compression de FS10L20, FS10L20-NC et FS10L20-IP à 1, 7, 28 et 90 jours

Les résultats de FS10L20 montrent que la résistance à la compression de FS10L20-NC a dépassée celle de FS10L20 et FS10L20-IP à 28 et 90 jours, et que la résistance de FS10L20-IP a également dépassée celle de FS10L20 à 7 et 28 jours (Figure 3.38). Cependant, FS10L20 avait la résistance la plus élevée seulement à 1 jour. Aucune tendance claire n'a donc pu être observée concernant le type d'éprouvettes et les résultats de résistance à la compression pour le mélange FS10L20.

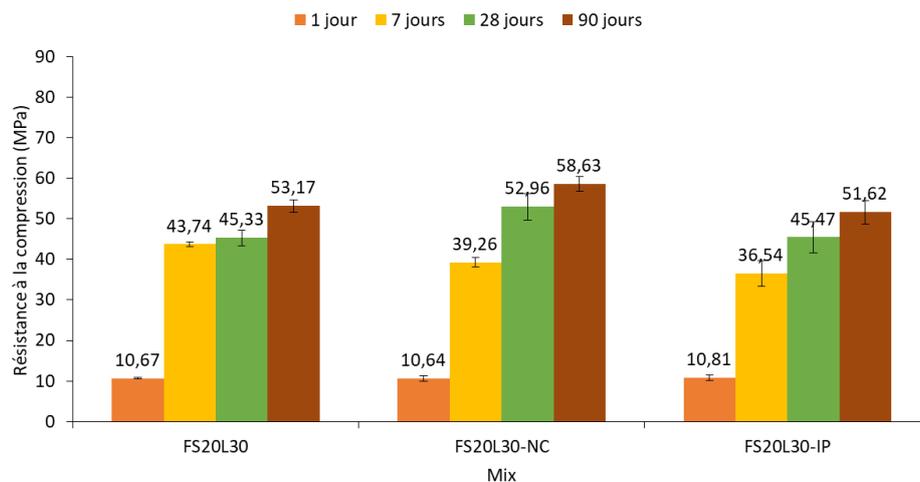


Figure 3.39: Résistance à la compression de FS20L30, FS20L30-NC et FS20L30-IP à 1, 7, 28 et 90 jours

En ce qui concerne les résultats de FS20L30 (Figure 3.39), les différents types d'éprouvettes ont enregistré une résistance équivalente à 1 jour. A 7 jours, FS20L30 avait la résistance la plus élevée, suivie de FS20L30-NC, puis de FS20L30-IP, tandis qu'à 28 et 90 jours, FS20L30-NC avait la résistance la plus élevée, suivi de FS20L30, puis de FS20L30-IP. Ainsi, la majorité des résistances les plus élevées appartenaient aux éprouvettes non compactées, suivies des éprouvettes compactées, puis des éprouvettes imprimées par pistolet.

Enfin, FS10L20 et FS20L30 ont été imprimés à l'aide de l'imprimante afin de tester leur résistance sur des éprouvettes extraites de cordons imprimés par une machine. Cette méthode se rapproche le plus du cas réel, puisque le matériau testé sera dans les mêmes conditions que celles réellement rencontrées dans l'impression 3D. Pour rappel, la résistance des éprouvettes imprimées a été testée

dans deux directions. La charge appliquée était soit perpendiculaire (selon l'axe Z), soit parallèle (selon l'axe Y) aux couches imprimées.

Ainsi, les Figures 3.40 et 3.41 montrent la résistance à la compression des éprouvettes normalisées et imprimées par imprimante pour FS10L20 et FS20L30, respectivement. Le premier objectif est de comparer les résultats obtenus dans les deux directions Y et Z des éprouvettes imprimées. Le deuxième objectif est d'étudier l'effet de l'imprimante 3D sur les performances mécaniques des mélanges par rapport à la méthode conventionnelle de réalisation d'éprouvettes.

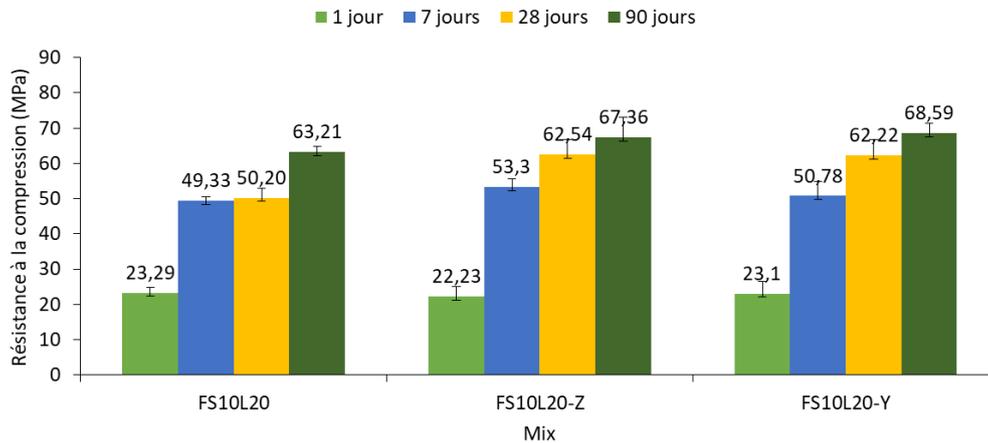


Figure 3.40: Résistance à la compression de FS10L20, FS10L20-Z et FS10L20-Y à 1, 7, 28 et 90 jours

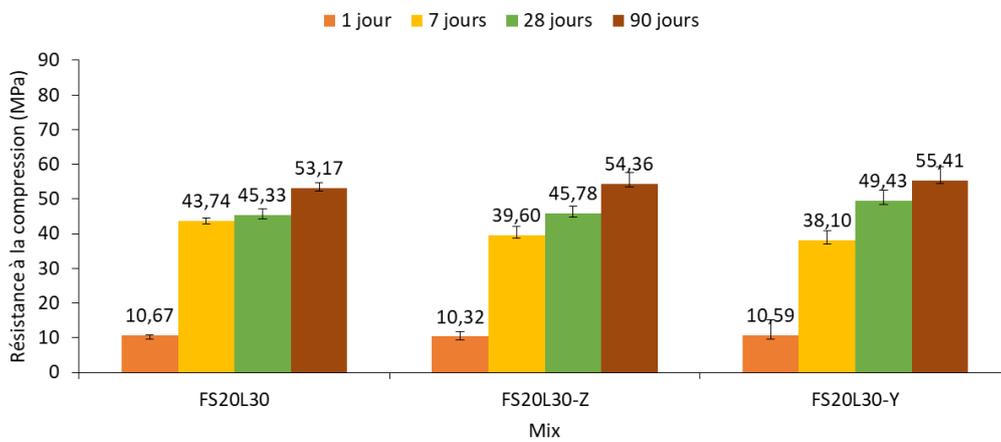


Figure 3.41: Résistance à la compression de FS20L30, FS20L30-Z et FS20L30-Y à 1, 7, 28 et 90 jours

Les résistances à la compression obtenues dans les deux directions (Z et Y) pour les éprouvettes imprimées de FS10L20 et FS20L30 étaient similaires avec des écarts moyens négligeables de 2,75 et 3,94%, respectivement. Cependant, la majorité des résistances des éprouvettes imprimées était supérieure à celles des éprouvettes normalisées, en particulier pour le mélange FS10L20 à 7 jours. Par conséquent, l'impression 3D à l'aide de l'imprimante n'a pas influencé négativement les propriétés mécaniques des mélanges, mais les a plutôt améliorées par rapport à la méthode conventionnelle de fabrication d'éprouvettes.

Afin de voir l'influence de la méthode d'impression sur les résistances mécaniques, les résultats des deux types d'éprouvettes imprimées (au pistolet et à l'imprimante) sont comparés pour FS10L20 et FS20L30 dans les Figures 3.42 et 3.43, respectivement. Les éprouvettes imprimées avec l'imprimante

testées dans la direction Y ont été choisies pour cette comparaison, puisque les éprouvettes imprimées au pistolet ont également été testées dans la direction Y, parallèle à la direction des couches imprimées.

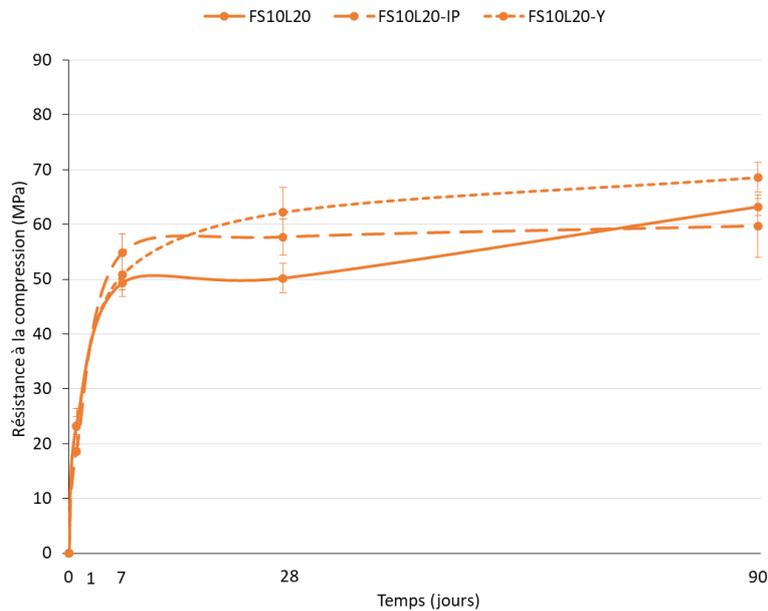


Figure 3.42: Résistance à la compression de FS10L20, FS10L20-NC et FS10L20-Y à 1, 7, 28 et 90 jours

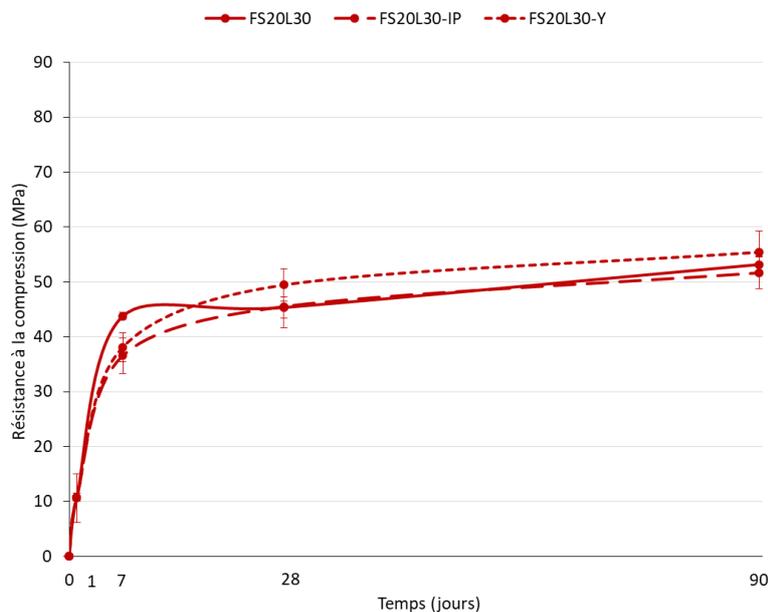


Figure 3.43: Résistance à la compression de FS20L30, FS20L30-NC et FS20L30-Y à 1, 7, 28 et 90 jours

Les résultats des Figures 3.42 et 3.43 montrent que les éprouvettes imprimées à l'aide de l'imprimante pour les deux mélanges avaient une résistance supérieure à celle des éprouvettes normalisées et imprimées au pistolet à 28 et 90 jours. Néanmoins, à 7 jours, les éprouvettes imprimées au pistolet et les éprouvettes normalisées présentaient la résistance la plus élevée pour les mélanges FS10L20 et FS20L30, respectivement. En outre, en comparant les résultats des éprouvettes normalisées à ceux des éprouvettes imprimées au pistolet, aucune tendance claire ne peut être déduite, puisque des résistances arbitraires ont été enregistrées à chaque échéance d'essai. En revanche, la majorité des

résistances obtenues pour les éprouvettes imprimées par l'imprimante étaient les plus élevées. Cela peut être attribué à la méthode de la mise en œuvre des éprouvettes, où des irrégularités peuvent se produire sur les côtés des éprouvettes imprimées par pistolet et entraîner une détérioration de la résistance. De même, les résistances plus élevées des éprouvettes imprimées par rapport aux éprouvettes normalisées peuvent être dues à la pression supplémentaire exercée sur le matériau pendant l'extrusion, ce qui peut entraîner une matrice plus dense et plus résistante.

4.2.2.2. Porosité accessible au mercure

En complément de la résistance à la compression, la porosité totale (%) accessible au mercure a également été mesurée pour les éprouvettes normalisées, imprimées par pistolet (IP) et imprimées par imprimante (Z/Y) des mélanges imprimables contenant du sédiment flash calciné et du filler calcaire (FS10L20 et FS20L30) après 28 et 90 jours d'hydratation (Tableau 3.15).

Tableau 3.15: Porosité totale des différentes éprouvettes des mélanges contenant du sédiment flash calciné et du filler calcaire après 28 et 90 jours d'hydratation en (%)

	Porosité totale (%)	
	28 jours	90 jours
FS10L20	15,07	12,81
FS10L20-IP	16,55	13,22
FS10L20-Z/Y	13,46	11,96
<hr/>		
FS20L30	16,97	15,31
FS20L30-IP	18,22	16,02
FS20L30-Z/Y	16,33	14,15

Les résultats du Tableau 3.15 montrent que, pour les deux mélanges, la porosité totale a diminué entre 28 et 90 jours, quelle que soit la méthode de fabrication d'éprouvettes, ce qui peut être relié aux résultats de la résistance à la compression qui a augmenté entre 28 et 90 jours pour chaque type d'éprouvette de chaque mélange. En outre, la porosité de FS20L30 était plus élevée que celle de FS10L20, ce qui peut être dû à la plus faible maniabilité de FS20L30 par rapport à FS10L20, ainsi qu'au dosage de sédiment plus élevé dans FS20L30 (20%) que dans FS10L20 (10%). Cela coïncide avec Zhao et al. [143] qui ont également signalé une augmentation de la porosité totale avec l'augmentation du dosage de sédiment dans le mélange.

Une tendance similaire de variation de la porosité totale peut être observée pour les différents types d'éprouvettes pour les deux mélanges à 28 et 90 jours, où la porosité de la plus élevée à la plus faible était dans l'ordre suivant : IP > NF EN 196-1 > Z/Y.

Comme pour les mélanges valorisant du sédiment flash calciné uniquement, les éprouvettes imprimées au pistolet ont montré la plus grande porosité, ce qui est dû à la méthode de mise en œuvre des éprouvettes, comme mentionné précédemment vis-à-vis des irrégularités et des vides observés sur les surfaces des éprouvettes.

En outre, la porosité des éprouvettes imprimées à l'aide de l'imprimante (FS10L20-Z/Y et FS20L30-Z/Y) était inférieure à celle des éprouvettes réalisées selon la norme (FS10L20 et FS10L30). Cela peut être dû à la pression supplémentaire appliquée au matériau pendant le processus d'extrusion, ce qui donne un matériau plus dense et moins poreux. Les mêmes résultats ont été observés pour les mélanges valorisant du sédiment flash calciné seul. Cette diminution de la porosité peut également être liée aux résistances mécaniques, la résistance des éprouvettes imprimées par l'imprimante étant supérieure à

celle des éprouvettes normalisées à 28 et 90 jours. Plusieurs études ont rapporté le même résultat concernant la résistance des spécimens imprimés par rapport aux spécimens non imprimés [35,91].

4.3. Influence du sédiment flash calciné et du filler calcaire sur l'hydratation des mélanges

Afin d'étudier la réactivité des mélanges contenant du sédiment flash calciné et du filler calcaire, des tests de chaleur d'hydratation par calorimétrie semi-adiabatique et isotherme, ainsi que des analyses thermogravimétriques ont été réalisés.

4.3.1. Calorimétrie semi-adiabatique

La température de tous les mortiers a été mesurée à l'aide du calorimètre semi-adiabatique pendant une durée de 7 jours consécutifs à 20°C et est présentée dans la Figure 3.44. Le Tableau 3.16 indique également l'âge du pic d'hydratation en heures ainsi que la température maximale mesurée à ce pic pour les mortiers. Les résultats montrent que la température diminuait de plus en plus avec l'augmentation du taux de substitution du ciment par du sédiment flash calciné et du filler calcaire. La substitution du ciment de 50%, par exemple, a entraîné une diminution de la température mesurée d'environ 30 °C, la température maximale de REF étant de 84,43 °C, alors que celle de FS20L30 était de 56,79 °C. En outre, la substitution du ciment a également entraîné un retard au niveau d'apparition du pic d'hydratation, où celui de REF était à 16,03 heures alors que de celui de FS20L30 était à 22,42 heures.

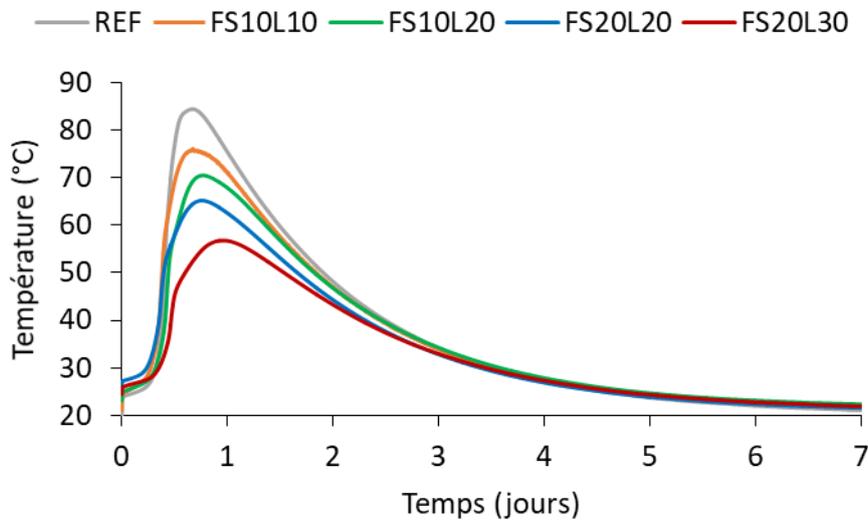


Figure 3.44: Température des mortiers contenant du sédiment flash calciné et du filler calcaire par calorimétrie semi-adiabatique

Tableau 3.16: Age et température du pic d'hydratation des mortiers contenant du sédiment flash calciné et du filler calcaire par calorimétrie semi-adiabatique

Mélange (mortier frais)	REF	FS10L10	FS10L20	FS20L20	FS20L30
Age de pic d'hydratation (heures)	16,03	16,02	18,26	18,15	22,42
Température du pic d'hydratation (°C)	84,43	75,72	70,47	65,19	56,79

4.3.2. Calorimétrie isotherme

En complément de l'essai de calorimétrie semi-adiabatique des mortiers, la chaleur d'hydratation des pâtes de ciment contenant du sédiment flash calciné et du filler calcaire en fonction du temps a également été mesurée par calorimétrie isotherme. La composition des pâtes était identique à celle des mortiers présentés dans le Tableau 3.13, à l'exception de l'ajout du sable. La Figure 3.45 montre les courbes de chaleur d'hydratation et de flux de chaleur des pâtes de ciment en fonction du temps pour une durée de 48 heures.

Les résultats montrent que toutes les courbes calorimétriques présentaient le même mécanisme d'hydratation avec des formes et des tendances similaires. Cependant, les pâtes contenant du sédiment flash calciné et du filler avaient une période d'induction plus longue que REF. De plus, l'intensité du second pic d'hydratation a diminué avec l'augmentation du pourcentage de ciment substitué par du sédiment flash calciné et du filler calcaire, ce qui est cohérent avec les résultats du calorimètre semi-adiabatique. De même, la chaleur dégagée cumulée après 48 heures a également diminué avec la substitution progressive du ciment par le sédiment flash calciné et le filler calcaire. En fait, FS10L10 et FS10L20 avaient une chaleur dégagée cumulée assez proche (115,30 et 120,92 J/g), tout comme FS20L20 et FS20L30 (89,78 et 85,66 J/g). Ainsi, l'augmentation du pourcentage de sédiment et de filler calcaire a entraîné une diminution de la réactivité totale des mélanges

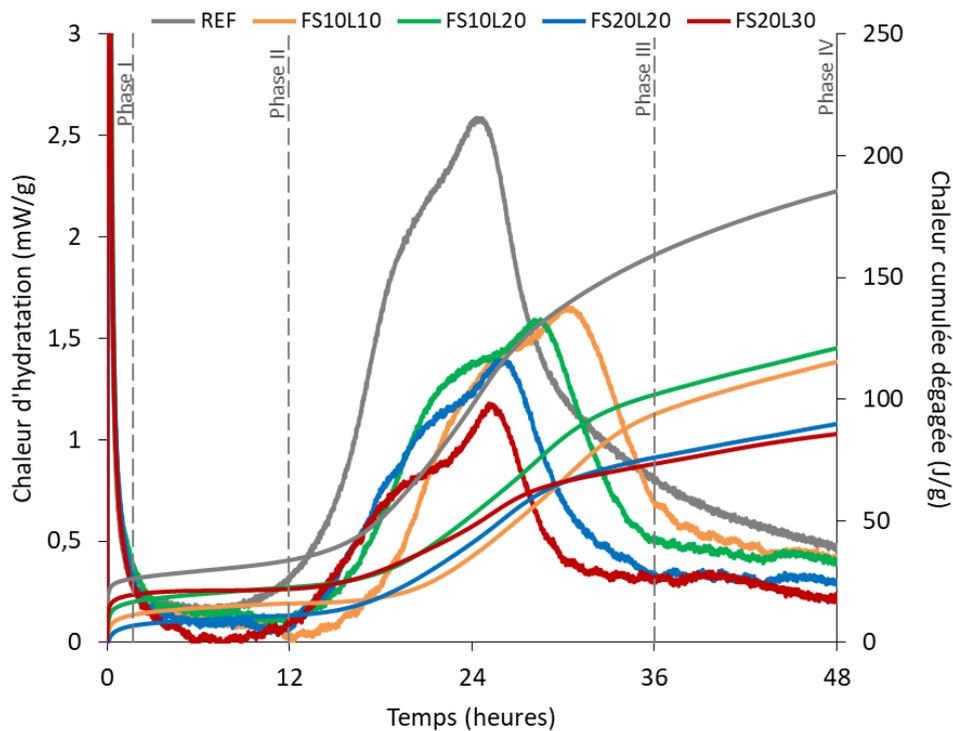


Figure 3.45: Chaleur d'hydratation et chaleur cumulée dégagée par les pâtes de ciment contenant du sédiment flash calciné et du filler calcaire par calorimétrie isotherme

La Figure 3.46 ci-dessous montre la chaleur cumulée dégagée pendant les 60 premières minutes d'hydratation pour les pâtes correspondant à la formulation témoin et les mortiers imprimables contenant du sédiment flash calciné et du filler calcaire qui sont REF, FS10L20 et FS10L30, vu l'importance de surveiller la réactivité ainsi que le processus de durcissement des mortiers imprimables à un très jeune âge. Les résultats montrent que FS20L30 était plus réactif que FS10L20 durant la première heure d'hydratation, ce qui n'était pas le cas à la fin des 48 heures d'hydratation, où le dégagement de chaleur total de FS20L30 était inférieur à celui de FS10L20. L'augmentation du

pourcentage de sédiment flash calciné de 10% à 20% a abouti à une augmentation du degré d'hydratation pendant la première heure, conduisant à une réactivité et un durcissement du mélange contenant plus de sédiment pendant la première heure d'impression. De plus, cette augmentation de réactivité pourrait également être causée par l'augmentation de 20% à 30% du pourcentage du filler calcaire. Une étude réalisée par Zajac et al. [238] a montré que l'ajout du filler calcaire au ciment Portland accélère généralement l'hydratation pendant les premières heures et augmente la résistance à un très jeune âge, puisqu'il crée des sites de nucléation supplémentaires, qui accélèrent la réaction d'hydratation à jeune âge.

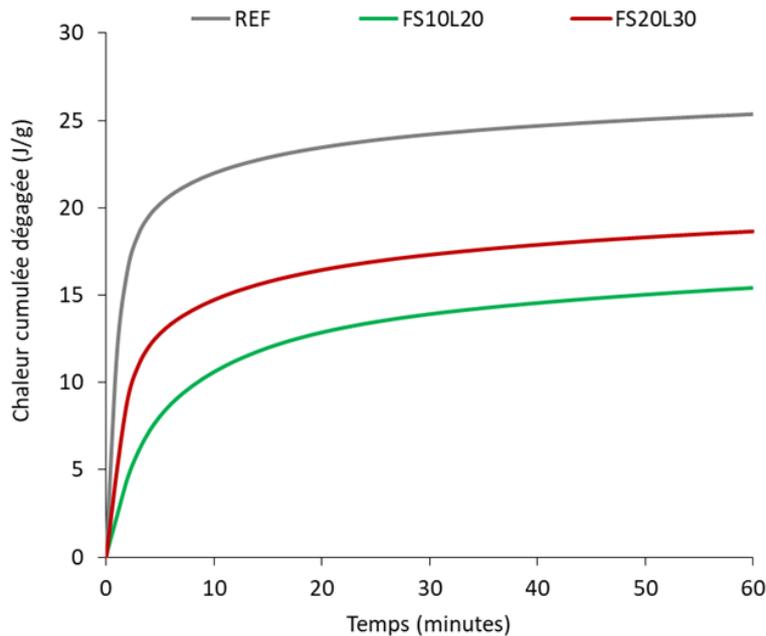


Figure 3.46: Chaleur cumulée dégagée par les pâtes de ciment contenant du sédiment flash calciné et du filler calcaire par calorimétrie isotherme durant la première heure

4.3.3. Analyse thermogravimétrique

En complément des essais de mesure de la chaleur d'hydratation par calorimétrie semi-adiabatique et isotherme, une analyse thermogravimétrique a également été réalisée sur les pâtes de ciment correspondant aux mortiers imprimables (REF, FS10L20 et FS20L30), afin de quantifier l'hydratation et la teneur en portlandite des mélanges en fonction de la température. La Figure 3.45 montre les courbes de perte de masse TG (%) et les courbes dérivées de la perte de masse DTG (%/min) des pâtes de ciment après 90 jours d'hydratation. Par ailleurs, le Tableau 3.17 présente la perte de masse et la teneur en portlandite entre 400 °C et 550 °C mesurées par l'ATG des différentes pâtes à 90 jours selon l'Equation (2).

Les résultats de DTG montrent la formation de 3 pics endothermiques pour les trois formulations. Le premier vers 170°C est lié à la décomposition de C-S-H, de l'ettringite et de l'aluminate de calcium hydraté. Le deuxième pic vers 450 °C est lié à la décomposition de la portlandite et le dernier vers 750°C à la décarbonatation.

En ce qui concerne la perte de masse liée à la portlandite, le Tableau 3.17 montre que REF présente la perte de masse la plus élevée, suivi de FS10L20, puis de FS20L30. Par conséquent, la teneur de portlandite est la plus élevée dans REF, suivi de FS10L20, puis de FS20L30. Cela peut être dû, comme

l'indiquent les résultats de la calorimétrie isotherme, à la quantité de ciment plus importante dans REF que dans FS10L20 et FS20L30.

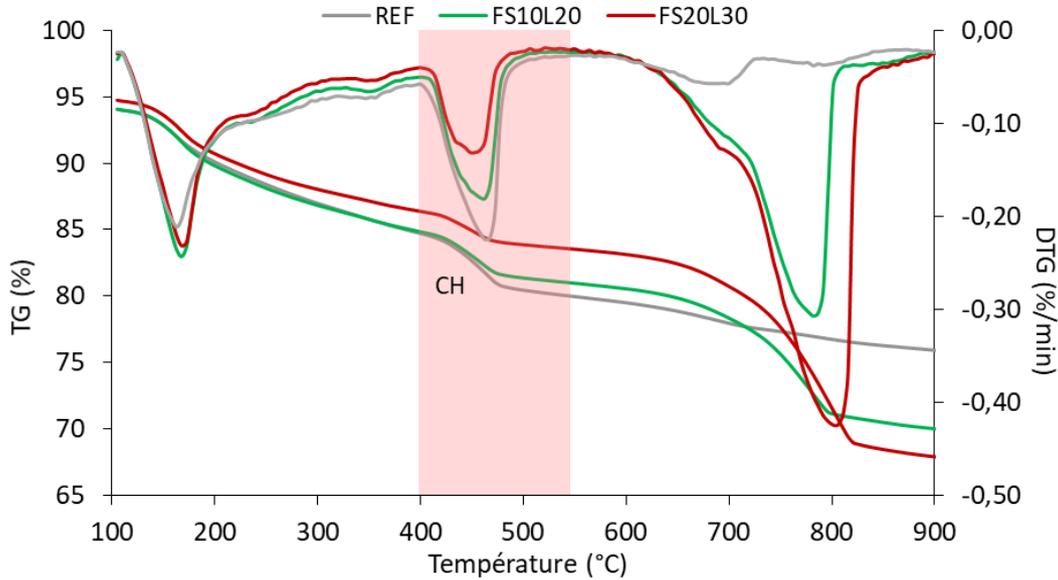


Figure 3.47: Courbes ATG des pâtes de ciment contenant du sédiment flash calciné et du filler calcaire après 90 jours d'hydratation

Tableau 3.17: Perte de masse et teneur en portlandite des pâtes de ciment contenant du sédiment flash calciné et du filler calcaire mesurées après 90 jours d'hydratation en (%) par ATG

Pâte de ciment	Δm (%)	CH (%)
REF (100% C)	4,76	19,56
FS10L20 (70% C)	3,86	15,87
FS20L30 (50% C)	2,85	11,72

4.4. Résumé des résultats de la valorisation du sédiment dans une matrice imprimable à base de liant ternaire ciment/sédiment flash calciné/filler calcaire

L'objectif de cette partie du chapitre était de valoriser davantage le sédiment flash calciné dans la formulation témoin imprimable en substituant une partie supplémentaire du ciment par du filler calcaire, qui est connu pour fournir des avantages dans un béton classique, tels que la fluidité, l'ouvrabilité et la pompabilité. Ainsi, des substitutions volumiques de ciment par du sédiment flash calciné (FS) de 10 et 20% et par du filler calcaire (L) de 10, 20 et 30% ont été effectuées. Quatre mélanges ont été développés et caractérisés : FS10L10, FS10L20, FS20L20 et FS20L30. Le rapport Eau/Liant et le dosage des adjuvants dans les mélanges ont été maintenus identiques à ceux de la formulation témoin (0% de substitution) et à ceux des mélanges valorisant du sédiment flash calciné uniquement, de sorte que le seul paramètre modifié entre les mélanges était le pourcentage de substitution du ciment par le sédiment flash calciné et le filler calcaire.

Les essais d'imprimabilité ont montré que tous les mélanges étaient buildables, mais pas tous extrudables. En fait, les mélanges contenant le même pourcentage de filler calcaire et de sédiment étaient plus rigides et plus secs que les mélanges contenant un pourcentage plus élevé de filler calcaire

que de sédiment. Ainsi, FS10L10 et FS20L20 ne répondaient pas à la condition d'extrudabilité et ne pouvaient donc pas être considérés comme des mélanges imprimables, alors que FS10L20 et FS20L30 répondaient aux deux conditions d'imprimabilité et étaient donc considérés comme des mélanges imprimables. L'imprimabilité des mélanges a ensuite été validée par des impressions à l'échelle d'une imprimante de laboratoire. Ceci peut être attribué à la forte demande en eau du sédiment flash calciné, contrairement au filler calcaire qui a une faible demande en eau. En effet, le sédiment a provoqué le durcissement et la rigidité du mélange en agissant comme un modificateur de viscosité, tandis que le filler calcaire a amélioré la maniabilité ainsi que l'ouvrabilité du mélange en le rendant plus fluide. En conséquence, FS10L10 et FS20L20 ont présenté un étalement plus faible, ainsi qu'une prise, un durcissement et un développement de seuil de cisaillement plus rapides que les deux autres mélanges, en raison de leur rigidité initiale à l'état frais.

Pour les essais à l'état durci, l'augmentation du pourcentage de sédiment flash calciné et de filler calcaire a entraîné une diminution visible de la résistance à la compression en raison de l'effet de substitution du ciment. Ensuite, et afin de mettre en évidence l'effet de l'impression 3D sur les propriétés mécaniques des mélanges, différentes méthodes de préparation d'éprouvettes ont été réalisées (normalisée, non compactée et imprimée par pistolet et par imprimante). Les éprouvettes non compactées ont enregistré des résistances supérieures à celles des éprouvettes normalisées à 28 et 90 jours. Les éprouvettes imprimées par imprimante ont enregistré des résistances plus élevées que les éprouvettes imprimées par pistolet, ce qui pourrait être attribué à la méthode de mise en œuvre des éprouvettes. De plus, aucune différence significative n'a pu être observée dans la direction de l'application de la charge sur les éprouvettes imprimées à l'imprimante. Par ailleurs, ces résistances étaient plus ou moins proches de celles obtenues selon la norme NF EN 196-1. Ainsi, l'impression 3D n'a pas influencé négativement les propriétés mécaniques des mélanges imprimés par rapport à la méthode normalisée de fabrication d'éprouvettes.

La porosité totale accessible au mercure a également été calculée pour les différents types d'éprouvettes des mélanges imprimables. La porosité la plus élevée a été observée pour les éprouvettes imprimées avec le pistolet, ce qui coïncide avec les faibles résistances, ainsi qu'avec la méthode de mise en œuvre des éprouvettes. En outre, la porosité enregistrée pour les éprouvettes imprimées avec l'imprimante était inférieure à celle des éprouvettes réalisées selon la norme, ce qui peut être dû à la pression supplémentaire appliquée au matériau pendant le processus d'extrusion, ce qui donne un matériau plus dense, moins poreux et plus résistant. En effet, dans certains cas, la résistance des éprouvettes imprimées avec l'imprimante était supérieure à celle des éprouvettes normalisées.

L'hydratation a également été testée pour évaluer la réactivité des mélanges contenant du sédiment flash calciné et du filler calcaire. Les tests calorimétriques ont montré que la réactivité globale et l'hydratation des mélanges diminuaient avec l'augmentation du pourcentage de sédiment et de filler calcaire.

La composition en kg/m^3 des mélanges imprimables contenant du sédiment flash calciné et du filler calcaire, ainsi que celle de la formulation témoin, est présentée dans le Tableau 3.18.

Tableau 3.18: Composition du liant en (%), de la formulation témoin et des mélanges imprimables contenant du sédiment flash calciné et du filler calcaire en (kg/m³)

	Composition du liant en (%)		
	REF	FS10L20	FS20L30
OPC (%)	100	70	50
FS (%)	-	10	20
L (%)	-	20	30
Composition des mélanges imprimables contenant du sédiment flash calciné et du filler calcaire en (kg/m ³)			
Sable	1043	1058	1069
OPC	838	595	430
FS	-	71	144
L	-	147	223
Eau	335	326	319
SP	6,7	6,5	6,4
AMV	3,4	3,3	3,2

Comme le montre le Tableau 3.18, la quantité de ciment a pu être réduite de 100% à 70 et à 50% en valorisant 10% et 20% de sédiments flash calcinés, respectivement, pour un mélange imprimable dans les conditions de cette étude, où une partie du ciment a également été remplacée par du filler calcaire. Par exemple, pour un mélange imprimable de 1 m³, la quantité de ciment pourrait être réduite de 838 kg à 595 et à 430 kg, où 71 et 144 kg de sédiments pourraient être valorisés, respectivement. Ainsi, il a été possible d'augmenter le pourcentage de valorisation du sédiment flash calciné de 10 à 20%, ainsi que d'augmenter le pourcentage de substitution du ciment de 10 à 50% entre les mélanges de la première et de la deuxième parties du chapitre, grâce à l'introduction du filler calcaire qui remplaçait le ciment jusqu'à 30%. Par conséquent, la réduction de la quantité de ciment dans les mélanges contenant du sédiment flash calciné et du filler calcaire, qui est supérieure à celle des mélanges contenant du sédiment flash calciné uniquement, permettra de réduire davantage le coût des matériaux de construction, ainsi que la quantité de CO₂ provenant de la fabrication du ciment. De ce fait, les mélanges à base de sédiments flash calcinés et de filler calcaire développés dans cette partie du chapitre peuvent être considérés comme économiquement et écologiquement satisfaisants.

En outre, même avec la substitution extrême du ciment allant jusqu'à 50%, la résistance à la compression des mélanges imprimables reste encore suffisante pour leur utilisation dans la construction. Ainsi, les mélanges imprimables à base de sédiments flash calcinés et de filler calcaire peuvent également être considérés comme satisfaisants en termes de résistance.

En conclusion, la valorisation du sédiment flash calciné a pu être réalisée de manière satisfaisante dans le cadre de l'impression 3D d'une encre cimentaire à base d'un liant ternaire (ciment/sédiment flash calciné/filler calcaire). Cependant, étant donné les rôles rhéologiques opposés du sédiment flash calciné et du filler calcaire (durcissement et maniabilité), un équilibre a dû être trouvé entre les dosages des deux ajouts afin de répondre aux exigences d'imprimabilité et de résistance d'un matériau imprimable en 3D.

5. Valorisation de poudres de fibres de verre polyester dans une matrice cimentaire imprimable

5.1. Méthodologie de formulation de mortiers à base de poudres de fibres de verre polyester

L'objectif de cette partie est de valoriser des poudres de fibres de verre polyester dans la formulation témoin imprimable, en tant que renfort. Les poudres sont recyclées à partir de pièces composites therm durcissables (polyester insaturé/fibres de verre) issues du secteur automobile en fin de vie (iNoPLAST, France). Des substitutions volumiques du sable par des poudres de fibres de verre polyester (PV) de 2, 4, 6, 8 et 10% ont été réalisées afin d'étudier l'effet de leur introduction sur les propriétés rhéologiques et mécaniques d'une matrice cimentaire imprimable. Cinq mélanges ont été testés : PV2, PV4, PV6, PV8 et PV10, où le nombre qui suit "PV" correspond au pourcentage de sable remplacé par des poudres de fibres de verre polyester.

Le rapport Eau/Liant et le dosage des adjuvants ont été maintenus identiques à ceux de la formulation témoin et ceux des mélanges valorisant du sédiment flash calciné. Le Tableau 3.19 ci-dessous présente la composition des mélanges valorisant des poudres de fibres de verre polyester.

Tableau 3.19: Composition des mélanges valorisant des poudres de fibres de verre polyester

	Composition des mélanges valorisant des poudres de fibres de verre polyester					
	REF	PV2	PV4	PV6	PV8	PV10
Sable (g)	850	833	816	799	782	765
OPC (g)	683					
PV (g)	-	13	25	38	51	64
Eau/Liant	0,4					
SP (%) en extrait sec	0,24					
AMV (%)	0,4					

5.2. Caractérisation des mortiers à base de poudres de fibres de verre polyester

Les mêmes tests utilisés pour caractériser les mélanges valorisant du sédiment flash calciné ont été appliqués aux mélanges valorisant des poudres de fibres de verre polyester. Tout d'abord, l'imprimabilité des mélanges a été testée pour voir s'ils répondaient aux exigences de l'impression 3D, puis une caractérisation des mélanges a été réalisée à l'état frais et durci.

5.2.1. Caractérisation à l'état frais

5.2.1.1. Extrudabilité et buildabilité

Les résultats d'extrudabilité présentés dans la Figure 3.48 montrent que tous les mélanges étaient extrudables sans signes de fissuration au niveau des couches imprimées. Cependant, une pression légèrement plus élevée a été nécessaire pour l'extrusion des mélanges PV8 et PV10, démontrant que l'ajout des poudres de fibres de verre polyester a entraîné une certaine rigidité des mélanges, mais pas au point qu'ils ne soient plus extrudables.

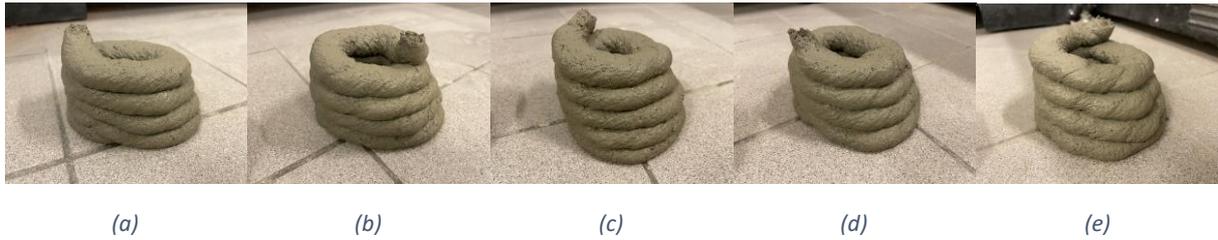


Figure 3.48: Extrudabilité des mélanges (a) PV2, (b) PV4, (c) PV6, (d) PV8 et (e) PV10

Les résultats de buildabilité présentés dans les Figures 3.49 et 3.50 montrent que tous les mélanges étaient buildables et ont enregistré une hauteur finale supérieure à la valeur limite de hauteur définie pour le test de buildabilité (h_f seuil = 4,5 cm). Les mélanges PV2, PV4 et PV6 ont enregistré une hauteur finale égale à celle de la formulation témoin ($h_f = 4,5$ cm), tandis que PV8 et PV10 ont enregistré une hauteur finale légèrement supérieure à celle de la formulation témoin ($h_f = 4,55$ cm).

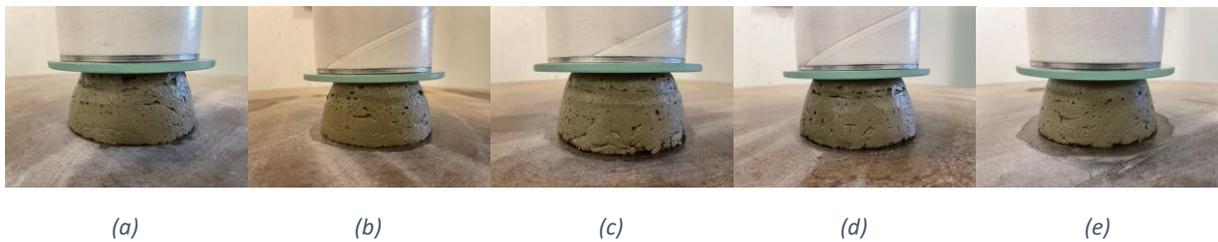


Figure 3.49: Buildabilité des mélanges (a) PV2, (b) PV4, (c) PV6, (d) PV8 et (e) PV10

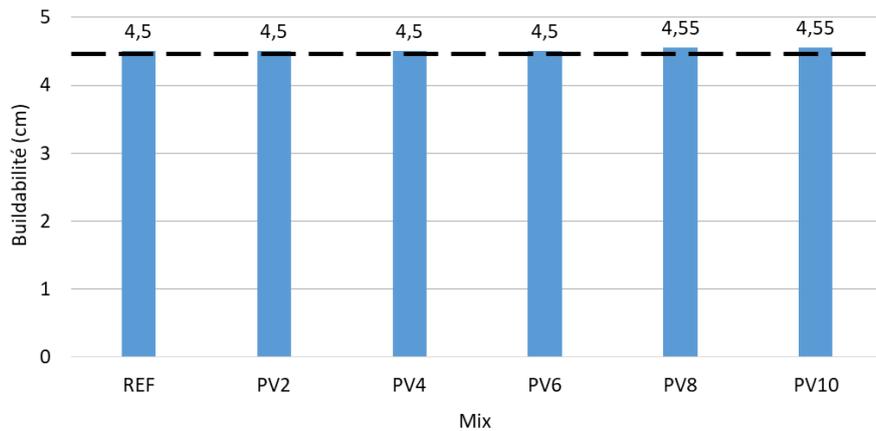


Figure 3.50: Buildabilité des mélanges valorisant des poudres de fibres de verre polyester en (cm)

Les résultats d'extrudabilité et de buildabilité des mélanges valorisant des poudres de fibres de verre polyester sont résumés dans le Tableau 3.20 ci-dessous.

Tableau 3.20: Résumé des résultats d'extrudabilité et de buildabilité pour les mélanges valorisant des poudres de fibres de verre polyester

Mélanges	PV2	PV4	PV6	PV8	PV10
Extrudabilité	✓	✓	✓	✓	✓
Buildabilité	✓	✓	✓	✓	✓

En effet, tous les mélanges étaient imprimables puisqu'ils respectaient les conditions d'imprimabilité définies dans le cahier des charges. Des impressions à l'échelle d'une imprimante de laboratoire ont ensuite été réalisées pour les mélanges PV4 et PV10, comme le montrent les Figures 3.51 et 3.52, afin de valider les résultats obtenus avec le pistolet.



Figure 3.51: Impression de PV4 à l'échelle de l'imprimante de laboratoire



Figure 3.52: Impression de PV10 à l'échelle de l'imprimante de laboratoire

5.2.1.2. Diamètre d'étalement et temps de prise

Les résultats d'étalement présentés dans la Figure 3.53 montrent que l'ajout des poudres de fibres de verre polyester a entraîné une diminution du diamètre d'étalement. En outre, PV8 et PV10 ont enregistré les plus petits diamètres par rapport aux autres mélanges, ce qui est en accord avec les résultats de buildabilité, où une légère rigidité des mélanges PV8 et PV10 a également été constatée.

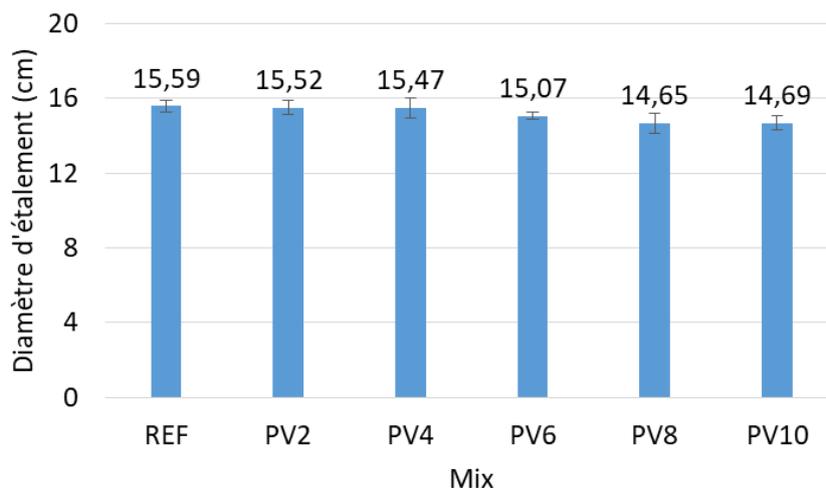


Figure 3.53: Diamètre d'étalement des mélanges valorisant des poudres de fibres de verre polyester

En outre, l'ajout des poudres de fibres de verre polyester a entraîné une légère diminution du temps de prise des mélanges, comme le montre la Figure 3.54. Cependant, cette diminution n'était pas trop significative. Les valeurs enregistrées par les différents mélanges étaient assez proches les unes des autres, ce qui montre que l'ajout des poudres n'a pas trop affecté le temps de prise.

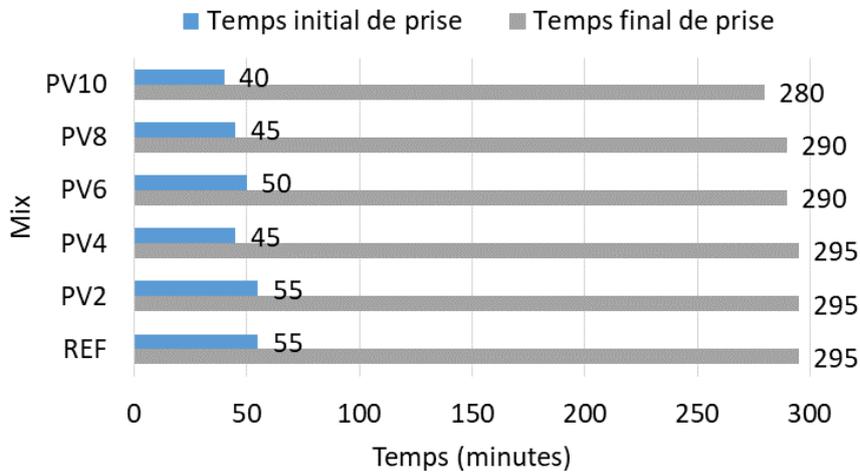


Figure 3.54: Temps initial et final de prise pour les mélanges valorisant des poudres de fibres de verre polyester

5.2.1.3. Essai de pénétration de cône

La Figure 3.55 montre l'évolution du seuil de cisaillement pour les différents mélanges en fonction du temps. Le seuil de cisaillement augmente progressivement pour chaque mélange et la variation du seuil avec le temps peut également être estimée par un modèle linéaire. Les courbes de tendance des résultats pour tous les mortiers révèlent un coefficient de détermination (R^2) entre 0,93 et 0,99. De plus, l'ajout des poudres de fibres de verre polyester a entraîné une augmentation du seuil ainsi qu'une évolution plus rapide du seuil dans le temps. Les mélanges PV2, PV4, PV6 et PV8 ont enregistré des valeurs de seuil proches les unes des autres et proches du témoin, tandis que PV10 a enregistré des valeurs plus éloignées et plus élevées, prouvant à nouveau la légère rigidité de PV10 observée lors des essais précédents à l'état frais. Néanmoins, PV10 ainsi que les autres mélanges ont enregistré une première mesure de seuil inférieure à 2,5 kPa, ce qui coïncide avec l'étude de Rahul et al. [67], prouvant une fois de plus que tous les mélanges développés contenant des poudres de fibres de verre polyester sont imprimables puisqu'ils respectent les valeurs de seuil requises pour l'impression.

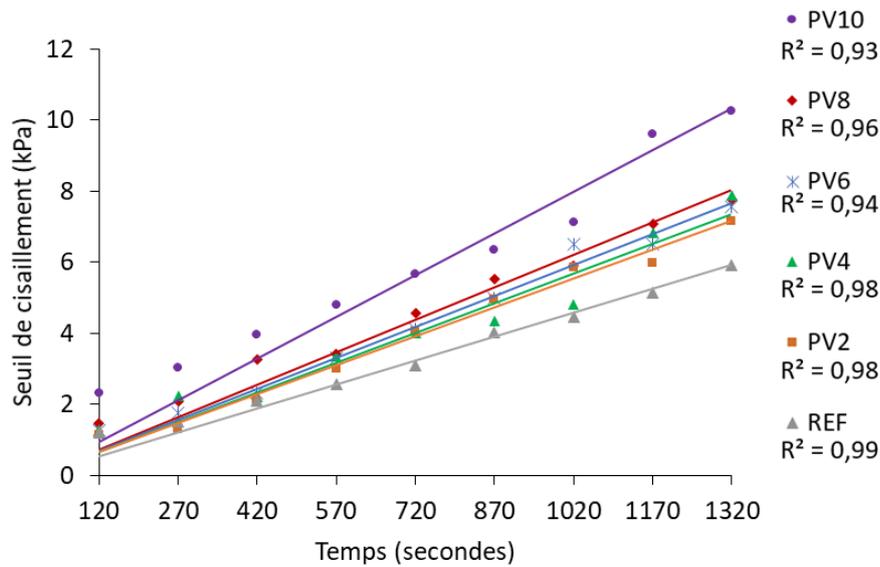


Figure 3.55: Seuil de cisaillement des mélanges valorisant des poudres de fibres de verre polyester en fonction du temps

5.2.1.4. Résumé des résultats à l'état frais

En résumé, l'ajout des poudres de fibres de verre polyester a influencé les propriétés à l'état frais des mélanges, telles que la fluidité, le diamètre d'étalement et le temps de prise, et a également entraîné un durcissement et un développement de seuil de cisaillement plus rapides au cours du temps. Cependant, la différence observée à l'état frais n'était pas très significative, les mélanges contenant différents pourcentages de poudres présentant presque le même aspect rhéologique global en termes d'imprimabilité. Une étude menée par Sebaibi et al. [174] a montré que l'incorporation de fibres et poudres de verre polyester affecte fortement l'ouvrabilité des bétons, en particulier des bétons à haute teneur en fibres, où une mauvaise dispersion des fibres peut se produire. Ils ont constaté que l'ajout de poudres à un taux de 6,9% ne réduisait pas significativement l'ouvrabilité et ont jugé qu'il présentait la meilleure ouvrabilité.

5.2.2. Caractérisation à l'état durci

5.2.2.1. Résistances mécaniques

Des éprouvettes normalisées et imprimées par pistolet ont été adoptées pour tester les propriétés mécaniques des mélanges valorisant des poudres de fibres de verre polyester. Les essais réalisés sur les éprouvettes normalisées permettront d'étudier l'influence de l'ajout des poudres de fibres de verre polyester sur les propriétés mécaniques d'une matrice cimentaire indépendamment de l'impression 3D, tandis que les essais réalisés sur les éprouvettes imprimées permettront d'étudier l'effet de l'impression sur les performances mécaniques des mélanges dans leur état imprimé.

La Figure 3.56 montre la résistance à la flexion des mortiers normalisés à 1, 7, 28 et 90 jours. Les résistances à 1 jour sont similaires pour tous les mélanges. Pour le reste des échéances d'essai, les résultats montrent que la résistance à la flexion a tendance à augmenter légèrement avec l'augmentation du dosage des poudres de fibres de verre polyester jusqu'à un dosage de 6%, au-delà duquel la résistance commence à diminuer.

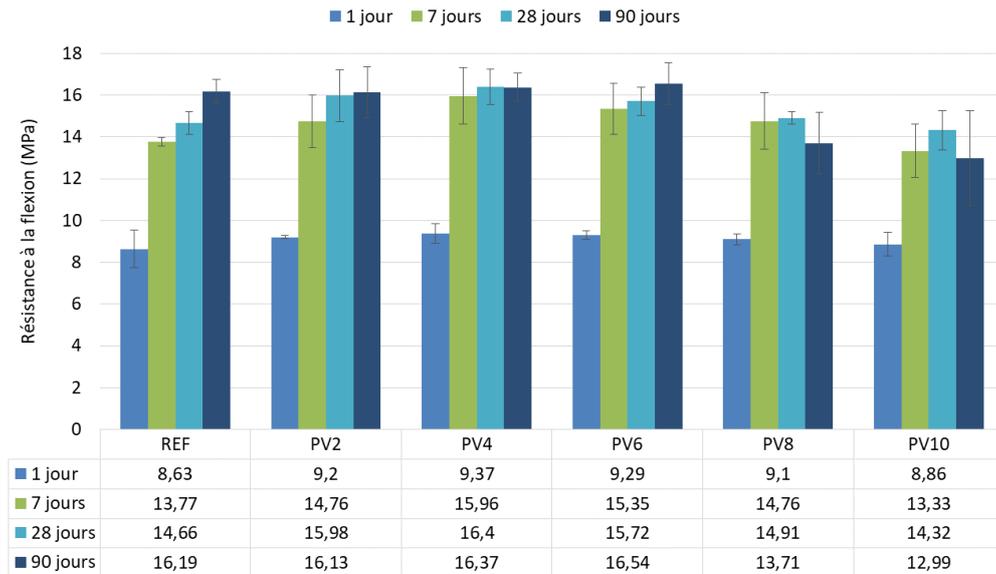


Figure 3.56: Résistance à la flexion des éprouvettes normalisées des mélanges valorisant des poudres de fibres de verre polyester à 1, 7, 28 et 90 jours

D'autre part, la Figure 3.57 montre la résistance à la flexion des mortiers imprimés réalisés avec le pistolet. Il est possible de constater qu'une augmentation du dosage des poudres de fibres de verre polyester entraîne une amélioration de la résistance à la flexion pour des teneurs en poudres de 2, 4 et 6%, mais une diminution de la résistance pour des teneurs en poudres de 8 et 10%. En effet, par rapport au mélange de référence, une amélioration de la résistance à la flexion de 11, 16 et 10% à 28 jours ainsi que de 20, 16 et 15% à 90 jours peut être observée pour les mélanges renforcés avec 2, 4 et 6% de poudres, respectivement.

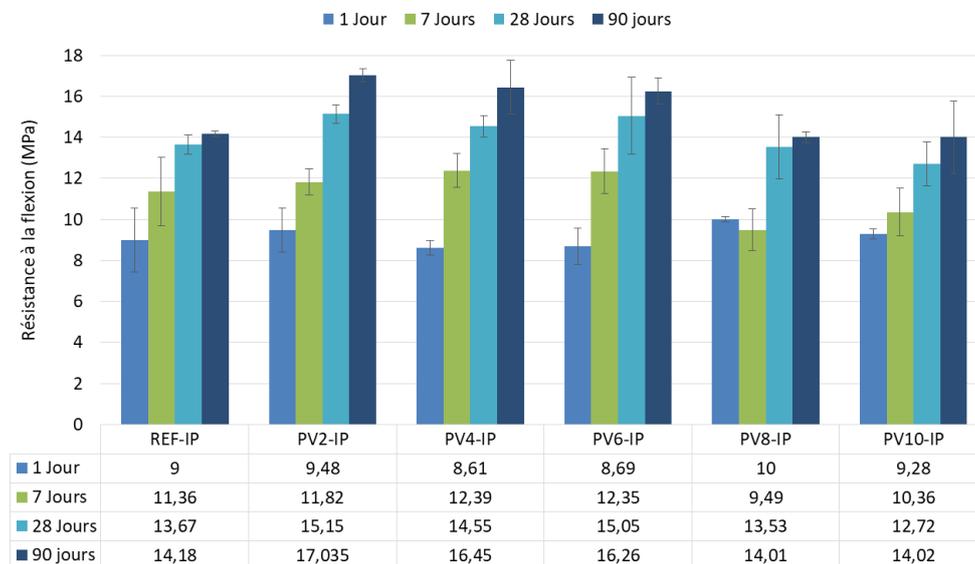


Figure 3.57: Résistance à la flexion des éprouvettes imprimées par pistolet des mélanges valorisant des poudres de fibres de verre polyester à 1, 7, 28 et 90 jours

La détérioration de la résistance à la flexion des mélanges imprimés contenant 8 et 10% de poudres de fibres de verre polyester peut être attribuée à la légère rigidité ces mélanges par rapport aux mélanges contenant moins de poudres. Cette rigidité pourrait entraîner des difficultés à déposer les couches lors de la mise en œuvre des éprouvettes, ce qui peut créer des irrégularités et des défauts

de couche sur les côtés des éprouvettes et pourrait influencer les résistances. De plus, en comparant les résultats des Figures 3.56 et 3.57, la majorité des mortiers imprimés avaient des résistances à la flexion inférieure à celles des mortiers normalisés. Sur les 20 valeurs de résistance à la flexion des mortiers imprimés (à l'exclusion de REF), seules 6 valeurs dépassaient la résistance de leur mortier normalisé correspondant, ce qui représente des résistances supérieures d'environ 30% et inférieures de 70% pour les mortiers imprimés par rapport aux mortiers normalisés. Par conséquent, le processus d'impression manuelle du pistolet a influencé la performance des mélanges. Cette diminution pourrait être due à la création de vides entre les couches ainsi qu'aux défauts créés sur les parois des éprouvettes imprimées où la charge d'écrasement est appliquée.

L'objectif principal de l'utilisation des poudres de fibres de verre polyester dans ce travail de recherche est d'améliorer la résistance à la flexion des mélanges. Cette amélioration a pu être constatée dans les mélanges contenant un dosage de poudres égal à 2, 4 et 6%, notamment dans le cas des éprouvettes imprimées. Une étude de Sebaibi et al. [174] a également rapporté une augmentation de la résistance à la flexion de mélanges renforcés avec des poudres ainsi que des fibres de verre polyester. Ils ont constaté une augmentation de 32% la résistance à la flexion et à la traction d'un matériau incorporant 4,41% de fibres et 7,17% de poudres en substituant le sable, et une augmentation de 37% des résistances d'un matériau renforcé avec 6,9% de poudres en substituant la fumée de silice. L'étude a également souligné que les poudres interviennent au niveau de la micro-fissuration, réduisant ainsi la détérioration du matériau.

D'autre part, la résistance à la compression des mortiers normalisés renforcés par des poudres de fibres de verre polyester a également été mesurée et est présentée dans la Figure 3.58. Les différents mélanges ont enregistré des résistances similaires à tous les âges, sauf à 90 jours, où REF a enregistré une résistance légèrement supérieure à celle des autres mélanges. Ainsi, l'ajout des poudres de fibres de verre polyester n'a pas eu trop d'effet sur la résistance à la compression des mélanges. Ces résultats coïncident avec ceux de Sebaibi et al. [174] qui ont également rapporté la non-influence de l'ajout du même type de poudres sur la résistance à la compression.

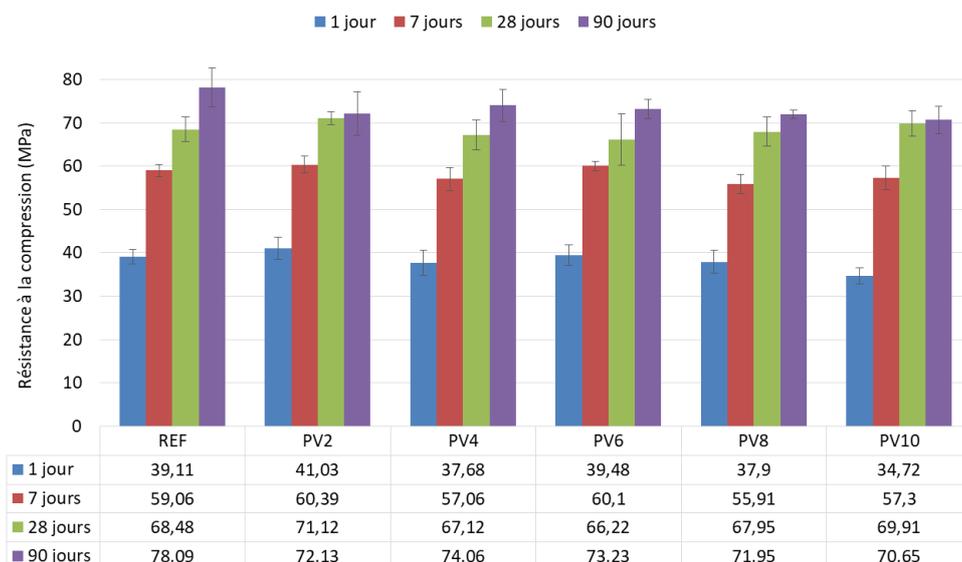


Figure 3.58: Résistance à la compression des éprouvettes normalisées des mélanges valorisant des poudres de fibres de verre polyester à 1, 7, 28 et 90 jours

En outre, la Figure 3.59 montre la résistance à la compression des mortiers imprimés réalisés avec le pistolet. Contrairement aux résultats des mortiers normalisés, les résistances à la compression des

mortiers imprimés contenant des poudres de fibres de verre polyester n'étaient pas toutes similaires. En effet, REF, PV2 et PV4 ont enregistré des résistances proches les unes des autres et supérieures à celles de PV6, PV8 et PV10 à 28 et à 90 jours. L'augmentation du dosage de poudres a donc conduit à une diminution de la résistance à la compression dans les mortiers imprimés. Cela peut être dû à ce qui a été observé lors des essais à l'état frais, où les mélanges contenant un dosage élevé de poudres étaient un peu plus rigides, ce qui pourrait probablement entraîner des difficultés à déposer les couches pendant le processus de moulage, créant ainsi des irrégularités des couches et des défauts sur les côtés des éprouvettes où la charge d'écrasement est appliquée.

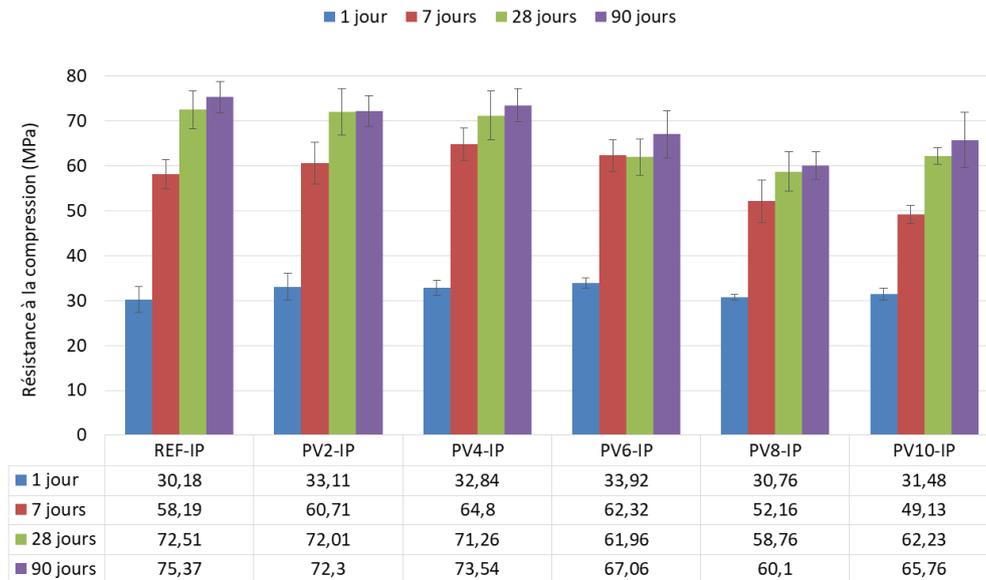


Figure 3.59: Résistance à la compression des éprouvettes imprimées par pistolet des mélanges valorisant des poudres de fibres de verre polyester à 1, 7, 28 et 90 jours

Comme pour la résistance à la flexion, la majorité des mortiers imprimés avaient une résistance à la compression inférieure à celle des mortiers normalisés. De même, 70% des résistances des mortiers imprimés étaient inférieures à celles des mortiers normalisés. Par conséquent, le processus d'impression a influencé la résistance à la compression comme à la flexion.

5.3. Influence des poudres de fibres de verre polyester sur l'hydratation des mélanges

Afin d'étudier la réactivité des mélanges contenant des poudres de fibres de verre polyester, des tests de chaleur d'hydratation par calorimétrie semi-adiabatique ont été réalisés.

5.3.1. Calorimétrie semi-adiabatique

La température de tous les mortiers contenant des poudres de fibres de verre polyester a été mesurée à l'aide du calorimètre semi-adiabatique pendant une durée de 7 jours consécutifs et est présentée dans la Figure 3.60. Le Tableau 3.21 indique également l'âge du pic d'hydratation en heures ainsi que la température maximale mesurée à ce pic pour les mortiers. Les résultats montrent que la température et l'âge du pic d'hydratation se situaient respectivement entre 84,43 et 88,92 °C et entre 13,22 et 16,03 heures. Comme constaté pour les résultats de la résistance à la compression, l'ajout des poudres de fibres de verre polyester n'a eu aucun effet sur l'hydratation, car aucune tendance claire n'a été observée avec l'augmentation du dosage des poudres dans les mortiers.

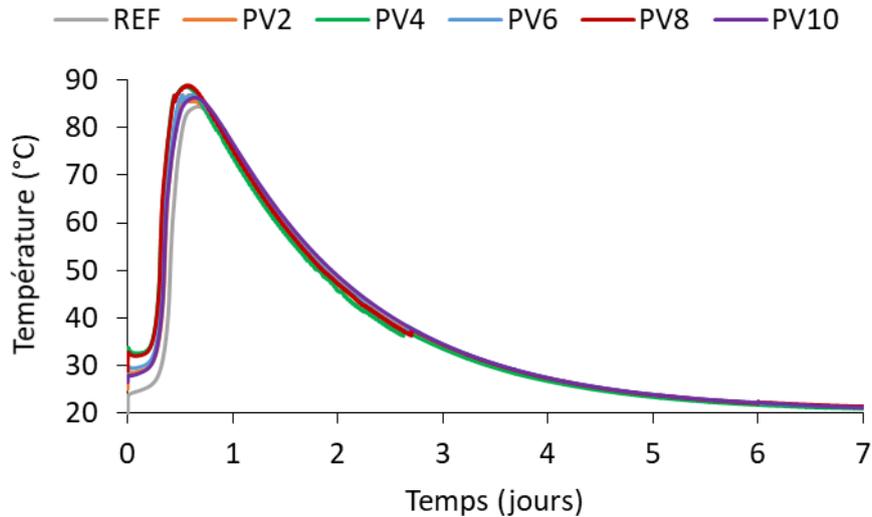


Figure 3.60: Température des mortiers valorisant des poudres de fibres de verre polyester par calorimétrie semi-adiabatique

Tableau 3.21: Age et température du pic d'hydratation des mortiers valorisant des poudres de fibres de verre polyester par calorimétrie semi-adiabatique

Mélange (mortier frais)	REF	PV2	PV4	PV6	PV8	PV10
Age de pic d'hydratation (heures)	16,03	14,06	13,22	14,46	13,44	15,20
Température du pic d'hydratation (°C)	84,43	86,93	88,83	86,92	88,91	86,33

5.4. Résumé des résultats de la valorisation des poudres de fibres de verre polyester dans une matrice cimentaire imprimable

L'objectif de cette partie du chapitre est de développer et de caractériser des mélanges imprimables contenant différents pourcentages de poudres de fibres de verre polyester (2, 4, 6, 8 et 10%). Le rapport Eau/Liant et le dosage des adjuvants dans les mélanges ont été maintenus constants et identiques à ceux de la formulation témoin (0% de poudres), de sorte que le seul paramètre modifié entre les mélanges était la quantité de poudres de fibres de verre polyester.

Les tests d'extrudabilité et de buildabilité ont montré que tous les mélanges contenant des poudres de fibres de verre polyester étaient extrudables et buildables, et pouvaient donc être considérés comme des mélanges imprimables. Les mélanges contenant 4% et 10% de poudres ont été imprimés avec l'imprimante de laboratoire afin de vérifier leur l'imprimabilité et de valider les résultats obtenus avec le pistolet.

Pour les essais à l'état frais, les résultats ont montré que la fluidité, le diamètre d'étalement et le temps de prise diminuaient progressivement avec l'augmentation de la quantité de poudres de fibres de verre polyester dans le mélange. En outre, l'augmentation de la quantité de poudres a également entraîné un durcissement et un développement de seuil de cisaillement plus rapides au cours du temps. Cependant, la différence observée à l'état frais entre les mélanges n'était pas très significative. En effet, les mélanges contenant différents pourcentages de poudres présentaient quasiment le même aspect rhéologique global du point de vue de l'imprimabilité.

Pour les essais à l'état durci, l'ajout de poudres de fibres de verre polyester a entraîné une amélioration de 20, 16 et 15% de la résistance à la flexion des mélanges imprimés pour des teneurs en poudres de

2, 4 et 6% par rapport au mélange de référence à 90 jours, respectivement. Cependant, l'ajout des poudres n'a pas eu trop d'effet sur la résistance à la compression des mélanges. De plus, 70% des résistances à la flexion et à la compression des mortiers imprimés étaient inférieures à celles des mortiers normalisés, ce qui démontre que l'impression a eu un effet sur les performances mécaniques des mortiers.

L'hydratation a également été évaluée par calorimétrie semi-adiabatique. Les résultats ont montré que l'ajout de poudres de fibres de verre polyester n'avait pas d'effet visible sur la réactivité globale et l'hydratation des mélanges.

La composition en kg/m^3 des mélanges imprimables valorisant des poudres de fibres de verre polyester est présentée dans le Tableau 3.22 ci-dessous.

Tableau 3.22: Composition de la formulation témoin et des mélanges imprimables valorisant des poudres de fibres de verre polyester en (kg/m^3)

Composition des mélanges imprimables valorisant des poudres de fibres de verre polyester en (kg/m^3)						
	REF	PV2	PV4	PV6	PV8	PV10
Sable	1043	1022	1001	980	959	939
OPC	838					
PV	-	16	31	47	63	78
Eau	335					
SP	6,7					
AMV	3,4					

En conclusion, la valorisation de poudres de fibres de verre polyester a pu tout de même être réalisée de manière satisfaisante dans le cadre de l'impression 3D d'une encre cimentaire.

6. Acceptabilité environnementale des mélanges imprimables à base de sédiments flash calcinés

Avant de vérifier l'innocuité environnementale des matériaux imprimés à base de sédiments flash calcinés, des essais de lixiviation ont été réalisés sur les sédiments flash calcinés avant formulation selon la norme européenne NF EN 12457-2. Ces essais sont nécessaires pour déterminer la teneur en polluants. Les résultats obtenus, exprimés en mg/kg de matière sèche, sont présentés dans le Tableau 3.23 ci-dessous, puis comparés aux seuils d'admission des stations de stockage (ISDI et ISDND) afin de classer le sédiment ainsi qu'aux seuils spécifiés dans le guide méthodologique Sétra (2011) [230] afin de valider son acceptabilité environnementale pour son utilisation en impression 3D.

En effet, bien que le guide Sétra soit destiné aux matériaux alternatifs en technique routière, il a été utilisé dans le cadre de cette étude, puisqu'il n'existe pas de guide concernant l'acceptabilité environnementale des matériaux alternatifs en impression 3D.

Tableau 3.23: Valeurs des contaminants dans le sédiment flash calciné et valeurs seuils selon l'admission des stations de stockage et le guide méthodologique Sétra en (mg/kg)

Eléments	FS	ISDI	ISDND	Sétra (2011) Guide méthodologique	
				100% des échantillons	Exclusion
As	< 0,1	0,5	2	1,5	2
Ba	0,66	20	100	60	100
Cd	< 0,009	0,04	1	0,12	1
Cr	1,65	0,5	10	1,5	10
Cu	0,02	2	50	6	50
Mo	1,17	0,5	10	1,5	10
Ni	< 0,05	0,4	10	1,2	10
Pb	0,044	0,5	10	1,5	10
Sb	< 0,06	0,06	0,7	0,18	0,7
Se	< 0,08	0,1	0,5	0,3	0,5
Zn	< 0,01	4	50	12	50
Chlorures	126	800	15 000	2 400	15 000
Fluorures	26	10	150	30	150
Sulfates	4 112	1 000	20 000	3 000	20 000
Fraction soluble	484,18	---	---	12 000	60 000

Les valeurs de contaminants trouvées lors de cette analyse chimique pour le sédiment flash calciné étaient inférieures aux valeurs seuils du référentiel ISDI (arrêté du 28 octobre 2010) sauf pour le Chrome (Cr), le Molybdène (Mo), les fluorures et les sulfates, mais inférieures à toutes les valeurs seuils du référentiel ISDND (arrêté du 9 septembre 1997). Le sédiment peut donc être considéré et classé comme un matériau « non inerte non dangereux ». La valorisation du sédiment comme matière première secondaire dans la construction d'ouvrages de génie civil et dans une matrice cimentaire comme ajout minéral est donc possible d'un point de vue environnemental. Par ailleurs, en comparant les valeurs obtenues pour le sédiment avec les valeurs fixées dans le guide méthodologique Sétra pour 100% des échantillons, un dépassement en Cr et en sulfates a été observé, mais aucun dépassement n'a été observé pour les autres éléments et pour la fraction soluble. Cependant, les dépassements observés pour 100% des échantillons restent inférieurs aux seuils d'exclusion du guide Sétra, ce qui permet donc l'utilisation du sédiment en technique routière et en impression 3D, comme dans cette étude.

Suite à cette vérification, des analyses chimiques par lixiviation sur les mortiers imprimables valorisant du sédiment flash calciné (REF, FS5, FS10, FS10L20 et FS20L30) sont réalisées sur les fractions inférieures à 4 mm des mortiers durcis après 28 jours d'hydratation. Les résultats sont présentés dans le Tableau 3.24 ci-dessous, puis comparés aux seuils d'admission des stations de stockage (ISDI et ISDND) ainsi qu'aux seuils spécifiés dans le guide méthodologique Sétra.

Tableau 3.24: Valeurs des contaminants dans la formulation témoin et les mélanges imprimables valorisant du sédiment flash calciné et valeurs seuils selon l'admission des stations de stockage et le guide méthodologique Sétra en (mg/kg)

Eléments	Mélanges					ISDI	ISDND	Guide Sétra (2011) 100% des échantillons
	REF	FS5	FS10	FS10L20	FS20L30			
As	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	0,5	2	1,5
Ba	15,53	15,41	15,78	18,22	16,98	20	100	60
Cd	< 0,009	< 0,009	< 0,009	< 0,009	< 0,009	0,04	1	0,12
Cr	0,17	0,13	0,09	0,07	0,04	0,5	10	1,5
Cu	0,087	0,069	0,063	0,079	0,071	2	50	6
Mo	< 0,09	< 0,09	< 0,09	< 0,09	0,11	0,5	10	1,5
Ni	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	0,4	10	1,2
Pb	< 0,03	0,04	0,043	0,057	0,1055	0,5	10	1,5
Sb	< 0,06	< 0,06	< 0,06	< 0,06	< 0,06	0,06	0,7	0,18
Se	< 0,08	< 0,08	< 0,08	< 0,08	< 0,08	0,1	0,5	0,3
Zn	< 0,01	0,019	0,032	0,012	0,027	4	50	12
Chlorures	74	75	73	84	85	800	15 000	2 400
Fluorures	23	23	24	25	25	10	150	30
Sulfates	139	135	115	112	93	1 000	20 000	3 000
Fraction soluble	9 204,18	18 469,29	19 827,35	17 450,07	16 667,45	---	---	12 000

Les valeurs de contaminants trouvées lors de cette analyse pour les mélanges imprimables étaient inférieures aux valeurs seuils du référentiel ISDI (arrêté du 28 octobre 2010) sauf pour les fluorures, mais inférieures à toutes les valeurs seuils du référentiel ISDND (arrêté du 9 septembre 1997). Les mélanges peuvent donc être considérés et classés comme « non inertes non dangereux ». Par ailleurs, en comparant les valeurs obtenues aux valeurs fixées dans le guide méthodologique Sétra pour 100% des échantillons, un dépassement de la valeur de la fraction soluble a été observé pour tous les mélanges, sauf pour la formulation témoin REF. Cependant, les valeurs de chlorures et de sulfates pour ces mélanges étaient inférieures à celles spécifiées dans le guide qui indique qu'il convient de respecter soit les valeurs associées aux chlorures et aux sulfates, soit de respecter les valeurs associées à la fraction soluble pour qu'un matériau soit considéré comme conforme. Par conséquent, les mélanges peuvent être considérées comme acceptables d'un point de vue environnemental et leur application en technique routière et en impression 3D, comme dans cette étude, s'avère possible.

7. Conclusion

L'objectif de ce chapitre est de valoriser les sédiments flash calcinés et les poudres de fibres de verre polyester dans une matrice cimentaire imprimable. Le chapitre est divisé en 3 parties différentes. La première partie vise à valoriser du sédiment flash calciné dans une formulation témoin cimentaire imprimable, comme liant, en substituant une partie du ciment. La deuxième partie vise à valoriser davantage le sédiment flash calciné dans la formulation témoin en substituant une partie supplémentaire du ciment par du filler calcaire. Et enfin, la troisième partie vise à valoriser les poudres de fibres de verre polyester dans la même formulation témoin, en tant que renfort, en substituant une partie du sable.

L'objectif de ce chapitre est alors de développer des formulations imprimables résistantes, écologiques et durables à partir de matériaux alternatifs et d'étudier l'effet de leur incorporation sur les propriétés rhéologiques et mécaniques d'une matrice cimentaire imprimable. La méthodologie de formulation suivie et la caractérisation des différents mélanges imprimables élaborés ont été présentées.

Tout d'abord, une formulation cimentaire témoin a été développée et sélectionnée après plusieurs essais itératifs pour répondre aux exigences d'imprimabilité (i.e., extrudabilité et buildabilité) définies dans le cahier des charges expérimental. L'extrudabilité a été évaluée à l'aide d'un pistolet manuel et la buildabilité à l'aide de l'essai d'affaissement modifié. Ensuite, la formulation témoin a été imprimée à l'échelle de l'imprimante de laboratoire afin de confirmer son imprimabilité et de valider les résultats obtenus à petite échelle.

Ensuite, chaque mélange a été testé pour s'assurer qu'il répondait aux spécifications du cahier des charges expérimental d'imprimabilité. Par la suite, les mélanges ont été testés à différentes échelles, ainsi qu'à l'état frais et durci. L'hydratation a également été évaluée pour étudier l'influence de l'ajout du sédiment flash calciné et des poudres de fibres de verre polyester sur la réactivité des mélanges. Enfin, l'innocuité environnementale des mélanges imprimables élaborés à partir de sédiments flash calcinés ont été validées par des tests de lixiviation.

Le Tableau 3.25 ci-dessous présente la composition en kg/m^3 de la formulation témoin, ainsi que celle des mélanges imprimables développés dans ce chapitre à base de sédiments flash calcinés.

Tableau 3.25: Composition du liant en (%), de la formulation témoin et des mélanges imprimables valorisant du sédiment flash calciné en (kg/m^3)

	Composition du liant en (%)				
	REF	FS5	FS10	FS10L20	FS20L30
OPC (%)	100	95	90	70	50
FS (%)	-	5	10	10	20
L (%)	-	-	-	20	30
	Composition des mélanges imprimables valorisant du sédiment flash calciné en (kg/m^3)				
Sable	1043	1046	1049	1058	1069
OPC	838	798	758	595	430
FS	-	35	71	71	144
L	-	-	-	147	223
Eau	335	333	331	326	319
SP	6,7	6,7	6,6	6,5	6,4
AMV	3,4	3,3	3,3	3,3	3,2

Comme le montre le Tableau 3.25, la quantité de ciment a pu être réduite de 5, 10, 30 et 50% pour les quatre mélanges imprimables élaborés à partir de sédiments flash calcinés, respectivement. Ainsi, pour un mélange imprimable de volume égal à 1 m^3 , la quantité de ciment pourrait être réduite de 838 kg à 798, 758, 595 et 430 kg pour les quatre mélanges, respectivement, où 35, 71 et 144 kg de sédiments pourraient être valorisés. Par conséquent, il a été possible de développer des mélanges imprimables contenant 5 et 10% de sédiments flash calcinés, ainsi que des mélanges imprimables contenant 10 et 20% de celui-ci, avec de faibles quantités de ciment, où une substitution de 30 et 50% de ciment a pu être réalisée, respectivement, grâce à l'ajout du filler calcaire et aux avantages qu'il peut fournir dans une matrice cimentaire, tels que la maniabilité, l'ouvrabilité et la pompabilité. Par conséquent, la réduction de ciment trouvée dans les mélanges ci-dessus contribuera à réduire les coûts

de construction en réduisant les coûts des matériaux, et à réduire l'impact environnemental négatif et la quantité de CO₂ libérée par le processus de fabrication du ciment. En outre, même si le sédiment a été traité thermiquement avant d'être utilisé dans cette étude, l'approche de la calcination flash offre une variété d'avantages, notamment un coût et une consommation d'énergie réduits, ainsi qu'un temps de calcination plus rapide par rapport aux autres techniques traditionnelles de calcination thermique directe. En plus, l'utilisation du filler calcaire contribue également à une réduction globale de l'empreinte CO₂ et du coût du matériau final. L'ajout du sédiment traité et du filler calcaire présente donc un double intérêt : économique et environnemental. Ainsi, les mélanges élaborés à base de sédiments traités et de filler calcaire peuvent être considérés comme satisfaisants d'un point de vue économique et écologique.

Néanmoins, même avec une substitution du ciment jusqu'à 50%, la résistance à la compression des mélanges imprimable reste encore suffisante pour leur utilisation en construction. Ainsi, les mélanges imprimables valorisant du sédiment flash calciné peuvent également être considérés comme satisfaisants en termes de résistance.

En outre, l'innocuité environnementale des mélanges imprimables développés à partir de sédiments flash calcinés a été vérifiée et validée par des tests de lixiviation. Par conséquent, les mélanges à base de sédiments peuvent être considérés comme satisfaisants au niveau environnemental.

Néanmoins, même si la durabilité n'a pas été exclusivement abordée et évaluée dans cette étude pour les mélanges imprimables, des critères et indicateurs de durabilité ont été adressés, tels que la porosité et la teneur en portlandite par ATG.

Ainsi, la valorisation du sédiment de dragage a pu être réalisée de manière satisfaisante dans le cadre de l'impression 3D d'une encre cimentaire en termes d'imprimabilité, de résistance, d'environnement et de durabilité.

Cela dit, sur la base des résultats obtenus pour la valorisation du sédiment flash calciné dans une matrice cimentaire imprimable, il serait intéressant d'explorer les avantages de la finesse du sédiment flash calciné ainsi que la rigidité et la viscosité qu'il génère lorsqu'il est ajouté à un matériau cimentaire imprimable, agissant ainsi comme un modificateur de viscosité naturel. Si cela peut être prouvé dans des travaux futurs, le recyclage du sédiment flash calciné dans l'impression 3D permettrait donc non seulement de réduire l'impact environnemental en diminuant la consommation de ciment, mais aussi de minimiser l'utilisation d'adjuvants qui sont généralement nécessaires pour assurer une viscosité adéquate du matériau imprimable. Ainsi, la buildabilité, un des critères requis pour les matériaux imprimables en 3D, peut être favorisée par l'ajout du sédiment flash calciné, qui permet une rigidification plus rapide des matériaux imprimés par empilement des couches.

Enfin, l'utilisation de poudres de fibres de verre polyester, en tant que renfort, a également été réalisée de manière satisfaisante dans le cadre de l'impression 3D d'une matrice cimentaire. En effet, les propriétés à l'état frais ont été satisfaisantes et peu affectées par l'ajout des poudres jusqu'à un pourcentage de 10% dans le mélange. Alors que pour les propriétés à l'état durci, l'ajout de poudres a conduit à une amélioration de la résistance à la flexion des mélanges renforcés avec 2, 4 et 6% de poudres, surtout dans le cas des mortiers imprimés. Par contre, l'ajout de poudres n'a pas eu beaucoup d'effet sur la résistance à la compression des mélanges.

CHAPITRE 4 : VALORISATION DE LA TERRE EXCAVÉE DANS UN MORTIER IMPRIMABLE EN 3D

1. Introduction

Ce chapitre vise à réaliser des éco-impressions à base de terre excavée, en développant des formulations imprimables, résistantes, écologiques et durables à partir de larges quantités de terre.

Dans ce chapitre, une méthodologie de formulation est suivie afin de mettre en place trois formulations imprimables, chacune contenant une quantité différente de terre. Le chapitre présente ensuite les résultats de la caractérisation des différentes formulations développées.

La méthodologie de formulation suivie dans ce chapitre comprend plusieurs parties. La première partie consiste à trouver le superplastifiant le plus approprié ainsi que le dosage de saturation des différents mélanges contenant de la terre excavée à travers deux méthodes : la détermination du temps d'écoulement avec le cône de Marsh et du diamètre d'étalement avec le mini-cône. La deuxième partie vise à trouver le dosage approprié de superplastifiant pour chacune des trois formulations après la réalisation de plusieurs essais itératifs afin de garantir la conformité aux exigences d'imprimabilité (i.e., extrudabilité et buildabilité) définies dans le cahier des charges expérimental. Une fois l'imprimabilité validée à petite échelle, les formulations sont imprimées à l'aide d'une imprimante 3D de laboratoire pour garantir également leur imprimabilité à plus grande échelle, puis caractérisées par les différents tests à l'état frais et durci. L'hydratation est également évaluée pour étudier l'influence de l'ajout de terre sur la réactivité des mélanges. De plus, l'innocuité environnementale des formulations imprimables élaborées à partir de terre excavée est vérifiée par des tests de lixiviation selon la norme NF EN 12457-2. Enfin, afin d'étudier la possibilité d'appliquer les formulations imprimables développées dans ce chapitre à l'échelle réelle dans le domaine de la construction, leur résistance à la compression est comparée à celle de blocs en béton traditionnels utilisés pour construire des murs à fonction porteuse ou non porteuse.

2. Méthodologie de formulation

L'objectif de cette section est de rendre trois formulations contenant différentes quantités de terre excavée imprimables. Les mélanges proposés dans ce chapitre sont composés de terre excavée, de ciment, d'eau et de superplastifiant. La terre est tamisée à 2 mm, et le ciment est le même que celui défini au paragraphe 2.1 du chapitre 2 (CEM I 52,5 N). Le dosage de l'eau et du superplastifiant a été calculé par rapport à la masse totale des particules fines dans chaque mélange. Ces particules comprennent le ciment et la partie fine de la terre (< 80 µm) équivalente à 32% de la masse totale de la terre. Toutefois, le rapport Eau/Fines a été fixé à 0,4 pour tous les mélanges, de sorte que le seul paramètre à déterminer dans chacune des trois formulations était le dosage en SP. Aucun modificateur de viscosité n'a été utilisé dans ce chapitre, parce que d'après la littérature, la partie argileuse de la terre peut jouer un rôle de cohésion dans le mélange [233,234].

Les trois formulations préliminaires à tester pour l'imprimabilité sont présentées dans le Tableau 4.1 ci-dessous. Leur composition en ciment, terre, et eau est connue et fixe. La quantité de ciment dans les trois formulations est la même, mais la quantité de terre est différente, ce qui entraîne différents

rapports Terre/Ciment. La formulation 3 contient le plus de terre, suivie de la formulation 2 puis de la formulation 1. La variation de la quantité de terre entraîne une variation de la quantité de particules provenant de la fraction fines de la terre, et par conséquent, une variation de la quantité totale de particules fines dans le mélange et de la quantité d'eau nécessaire pour avoir un rapport Eau/Fines égal à 0,4.

L'utilisation d'un superplastifiant dans un mélange imprimable est primordiale afin de pouvoir réduire la quantité d'eau à utiliser tout en assurant une bonne fluidité du mélange qui est un des paramètres essentiels dans l'impression 3D. De ce fait, une étude a été menée afin d'identifier le type de superplastifiant à utiliser ainsi que le dosage de superplastifiant à ajouter dans chaque formulation. Par conséquent, trois superplastifiants différents : MasterSuna SBS 4131, CHRYSO®Fluid Optima 100, et MasterGlenium ACE 456 ont été testés afin de déterminer lequel est le plus adapté aux mélanges contenant de la terre excavée. Ces superplastifiants ont été choisis en particulier en raison de leur nature et de leur composition différente, ainsi que de leur adaptabilité prometteuse à un matériau imprimable. MasterSuna SBS 4131 a été choisi car il est censé apporter de la fluidité dans des bétons intégrant des sables/sols difficiles et argileux. CHRYSO®Fluid Optima 100 a été choisi car il a été utilisé dans le chapitre 3 pour le développement de mélanges cimentaires. Il a donc été décidé d'étudier son effet sur la fluidification des mélanges argileux contenant de la terre excavée. Enfin, MasterGlenium ACE 456 a été choisi car la littérature montre que les superplastifiants à base de polycarboxylates sont adaptés et favorisés pour l'imprimabilité des matériaux cimentaires et argileux.

Tableau 4.1: Formulations préliminaires

	Formulations préliminaires		
	Formulation 1 (F1)	Formulation 2 (F2)	Formulation 3 (F3)
Masse ciment (g)	300	300	300
Masse terre totale (g)	700	1200	1700
Terre/Ciment (~)	2	4	6
Masse terre < 80 µm (g)	224	384	544
Fines = ciment + terre < 80 µm	524	684	844
Eau/Fines	0,4	0,4	0,4
% SP (wt.% fines) en extrait sec	à déterminer	à déterminer	à déterminer

Afin de voir quel superplastifiant a le plus grand effet fluidifiant sur les formulations à base de terre, plusieurs essais de saturation ont été réalisés. Les essais ont été réalisés sur les particules fines des mélanges, donc sur le ciment seul, sur la partie fine de la terre (< 80 µm) seule, ainsi que sur les mélanges de ciment avec la partie fine de la terre (< 80 µm) correspondants aux trois formulations présentées dans le Tableau 4.1. La partie sableuse de la terre (> 80 µm) a été exclue de cet essai car elle n'est pas affectée par la présence d'un superplastifiant. A cet effet, la terre a été tamisée à 80 µm pour les essais de saturation. Cependant, une fois le dosage de superplastifiant trouvé pour chaque formulation, la terre entière (< 2 mm) a été utilisée dans le développement des formulations imprimables.

2.1. Saturation du ciment en superplastifiant au cône de Marsh

Plusieurs pourcentages de SP en extrait sec ont été testés (0,5%, 1%, 1,5%, et 2%). Toutefois, pour tester la saturation des mélanges de ciment/terre fine, il était indispensable de tester d'abord la saturation du ciment seul et de la partie fine de la terre seule avec les différents SP. Pour cette raison,

le ciment a été testé en premier à l'aide du test du cône de Marsh (NF P 18-358). Ainsi, le temps d'écoulement du coulis de ciment adjuvanté par les différents SP a été mesuré en fonction du temps.

La Figure 4.1 montre l'évolution du temps d'écoulement du coulis en secondes avec différents pourcentages de MasterSuna SBS 4131. Il n'a pas été possible de réaliser l'essai à $t_0 + 5$ min pour 0,5% ni à tout moment pour 2% en raison de la très haute viscosité du coulis. De plus, pour 0,5%, le coulis est devenu de plus en plus fluide avec le temps, alors que pour 1% et 1,5%, le coulis initialement fluide est devenu plus visqueux avec le temps, indiquant que le SP n'a pas le même effet fluidifiant sur le coulis à travers le temps. Sur la base de ces résultats, le dosage de saturation du coulis de ciment par MasterSuna SBS 4131 peut être estimé à 1,5%, puisque l'écoulement le plus rapide a été enregistré à ce dosage, même si la fluidité du coulis n'est pas restée stable dans le temps.

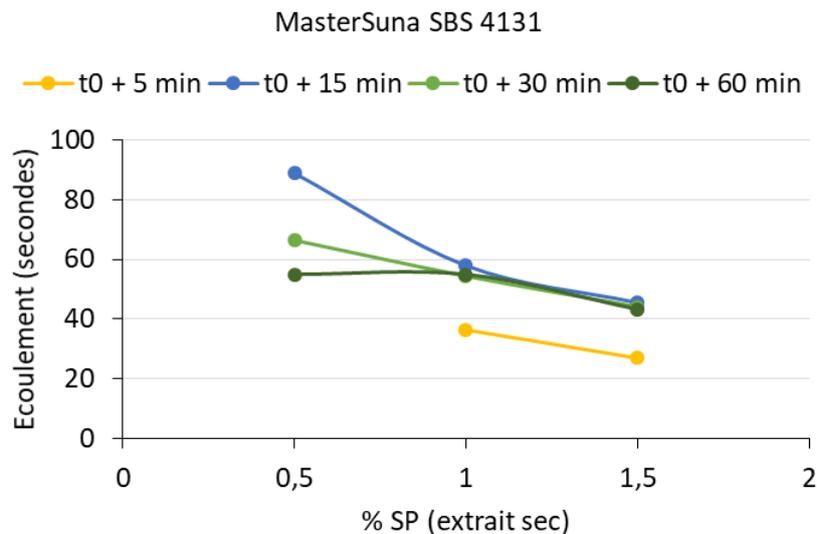


Figure 4.1: Temps d'écoulement en secondes du ciment avec MasterSuna SBS 4131 à 5, 15, 30 et 60 minutes

D'autre part, la Figure 4.2 montre l'évolution du temps d'écoulement en secondes du coulis avec différents pourcentages de CHRYSO®Fluid Optima 100. L'augmentation du dosage de 0,5% à 1,5% a entraîné une fluidification du coulis. Cependant, à 2%, un effet opposé peut être remarqué dans la fluidité du coulis, où le temps d'écoulement est devenu plus lent, passant de 11,03 secondes à $t_0 + 5$ min à 68,38 secondes à $t_0 + 60$ min, montrant que le coulis est sur-adjuvanté et que la limite de saturation a été dépassée. Par conséquent, le dosage de saturation du coulis de ciment par CHRYSO®Fluid Optima 100 est de 1,5%. De plus, en comparant ce SP à MasterSuna SBS 4131, CHRYSO®Fluid Optima 100 possède un effet fluidifiant plus élevé et une capacité à maintenir la fluidité du coulis plus longtemps. Par exemple, pour un dosage de 1,5%, à 15 minutes, MasterSuna SBS 4131 a entraîné un écoulement de 46 secondes, tandis que CHRYSO®Fluid Optima 100 a entraîné un écoulement de 18 secondes.

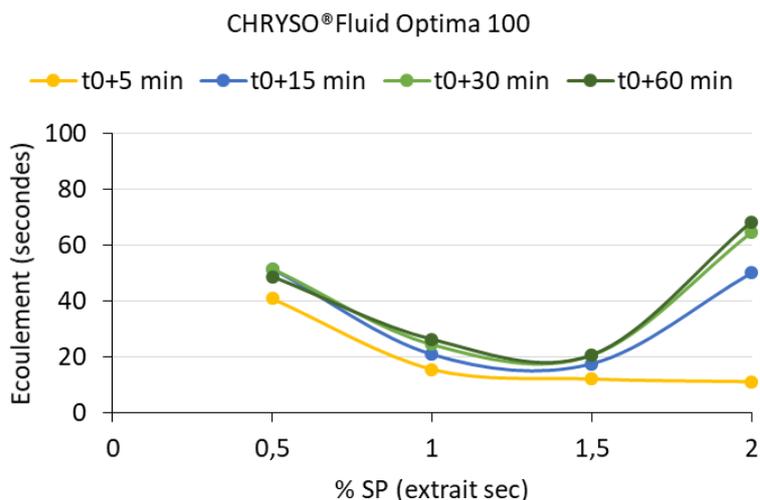


Figure 4.2: Temps d'écoulement en secondes du ciment avec CHRYSO®Fluid Optima 100 à 5, 15, 30 et 60 minutes

Enfin, la Figure 4.3 montre l'évolution du temps d'écoulement en secondes du coulis avec différents pourcentages de MasterGlenium ACE 456. Deux pourcentages supplémentaires (0,25% et 0,75%) ont été ajoutés pour ce SP en raison de sa grande fluidité par rapport aux deux autres premiers superplastifiants. Le coulis gagne en fluidité avec l'augmentation du dosage en SP de 0,25% à 1,5%. Cependant, comme observé avec CHRYSO®Fluid Optima 100, à 2%, un effet opposé peut être remarqué, où le temps d'écoulement est devenu plus lent, montrant que la limite de saturation a été dépassée. Par conséquent, le dosage de saturation du coulis de ciment par MasterGlenium ACE 456 est également de 1,5%. De plus, en comparant les trois superplastifiants, MasterGlenium ACE 456 a eu le plus grand effet fluidifiant et la plus grande capacité à maintenir la fluidité du coulis dans le temps. Par exemple, pour un dosage de 1,5%, à 15 minutes, MasterSuna SBS 4131 a entraîné un écoulement de 46 secondes (le plus lent), CHRYSO®Fluid Optima 100 un écoulement de 18 secondes, et MasterGlenium ACE 456 un écoulement de 12 secondes (le plus rapide).

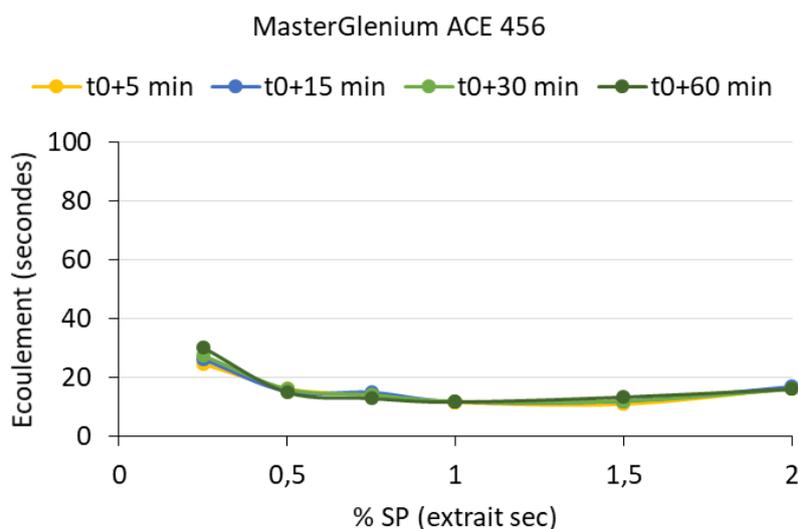


Figure 4.3: Temps d'écoulement en secondes du ciment avec MasterGlenium ACE 456 à 5, 15, 30 et 60 minutes

Pour mettre en évidence la différence entre les trois superplastifiants sur la fluidification du coulis de ciment à un moment donné, la Figure 4.4 (a, b, c, et d) montre le temps d'écoulement du coulis mesuré

pour les différents pourcentages de chaque superplastifiant à $t_0 + 5$ min, $t_0 + 15$ min, $t_0 + 30$ min, et $t_0 + 60$ min, respectivement. Les courbes de saturation montrent que MasterGlenium ACE 456 est le SP ayant le plus grand effet fluidifiant, suivi de CHRYSO®Fluid Optima 100, puis de MasterSuna SBS 4131. Le même classement peut être établi pour le SP ayant la plus grande capacité à maintenir la fluidité dans le temps. Enfin, les trois superplastifiants ont enregistré le même dosage de saturation pour le coulis de ciment qui est de 1,5% en extrait sec.

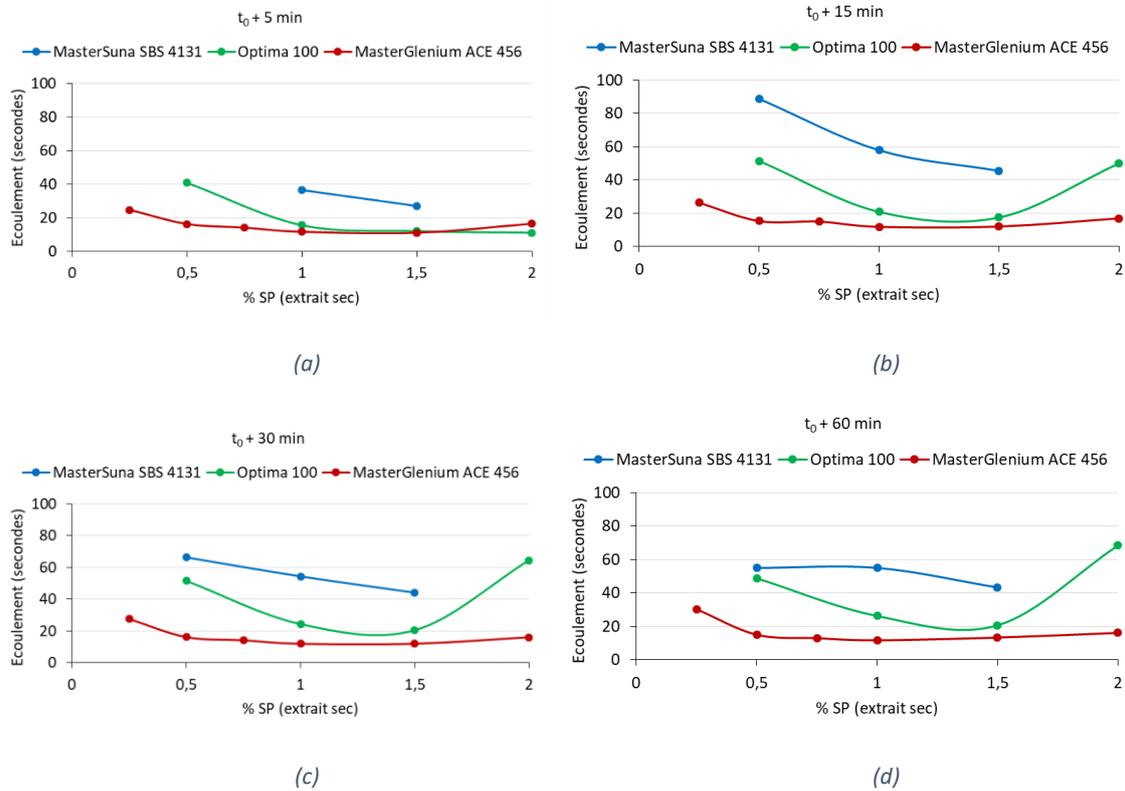


Figure 4.4: Temps d'écoulement en secondes du ciment avec MasterSuna SBS 4131, MasterGlenium ACE 456 et CHRYSO®Fluid Optima 100 à (a) 5 minutes, (b) 15 minutes, (c) 30 minutes et (d) 60 minutes

2.2. Saturation du ciment et de la terre en superplastifiant au mini-cône

Sur la base des résultats d'écoulement obtenus avec le cône de Marsh, MasterGlenium ACE 456 était le SP le plus efficace sur la fluidification du coulis de ciment. Cependant, il reste à trouver le SP le plus adapté à la terre parmi les trois superplastifiants utilisés dans cette étude. Ainsi, il a été décidé de tester la saturation de la terre à l'aide du mini-cône. Néanmoins, afin de valider la fiabilité de la méthode de saturation par mini-cône, la saturation du ciment a été testée à nouveau mais cette fois-ci en utilisant le mini-cône afin de comparer les résultats obtenus par cette méthode avec ceux obtenus par la méthode du cône de Marsh.

Par conséquent, le diamètre d'étalement de la pâte de ciment par le mini-cône a été mesuré avec différents pourcentages de superplastifiant à $t_0 + 5$ min, $t_0 + 15$ min, et $t_0 + 30$ min. Il a été décidé de limiter les mesures jusqu'à 30 minutes pour cet essai, étant donné l'effet maximal du superplastifiant dans les 15 premières minutes et la stabilité de son effet au-delà de 30 minutes, comme le montrent les résultats du cône de Marsh. De ce fait, les diamètres d'étalement de la pâte de ciment mesurés avec différents dosages de MasterSuna SBS 4131, CHRYSO®Fluid Optima 100, et MasterGlenium ACE 456 sont présentés dans les Figures 4.5, 4.6 et 4.7, respectivement.

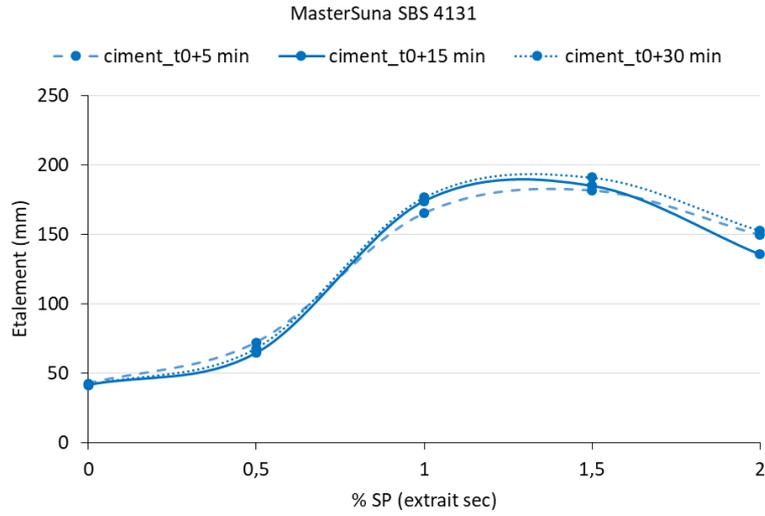


Figure 4.5: Etalement du ciment avec MasterSuna SBS 4131 à 5, 15 et 30 minutes

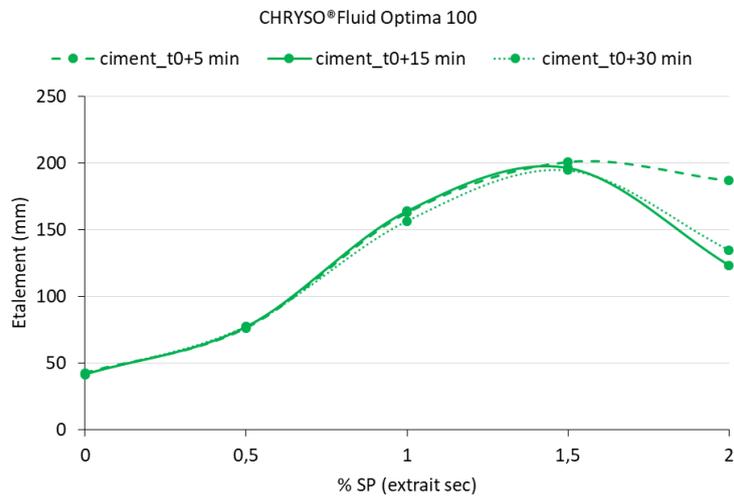


Figure 4.6: Etalement du ciment avec CHRYSO®Fluid Optima 100 à 5, 15 et 30 minutes

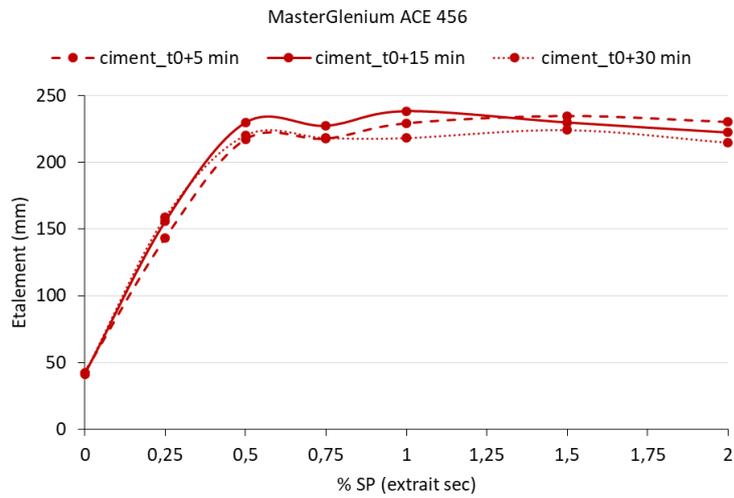


Figure 4.7: Etalement du ciment avec MasterGlenium ACE 456 à 5, 15 et 30 minutes

Les courbes de saturation de la pâte de ciment montrent que les diamètres d'étalement obtenus par le mini-cône sont plus grands avec MasterGlenium ACE 456 (Figure 4.7) qu'avec les deux autres superplastifiants (Figure 4.5 et 4.6), démontrant à nouveau que MasterGlenium ACE 456 a un effet fluidifiant plus important sur le ciment que MasterSuna SBS 4131 et CHRYSO®Fluid Optima 100. Il est également possible d'observer que le plus grand diamètre d'étalement enregistré pour chacun des trois superplastifiants correspondait à un dosage de 1,5%, permettant ainsi de considérer ce dosage, déterminé au mini-cône, comme le dosage de saturation de la pâte de ciment par les trois superplastifiants. Ces résultats sont en accord avec les résultats obtenus avec le cône de Marsh. Ainsi, l'utilisation de cette méthode pour la détermination de la saturation du coulis pourrait être équivalente et représentative de la méthode de saturation du cône de Marsh.

Cela dit, la saturation de la partie fine de la terre (< 80 µm) par les trois superplastifiants a donc été testée à l'aide du mini-cône. Les diamètres d'étalement de la pâte de la terre mesurés à $t_0 + 5$ min, $t_0 + 15$ min, et $t_0 + 30$ min avec différents dosages de MasterSuna SBS 4131, CHRYSO®Fluid Optima 100, et MasterGlenium ACE 456 sont présentés dans les Figures 4.8, 4.9 et 4.10 respectivement.

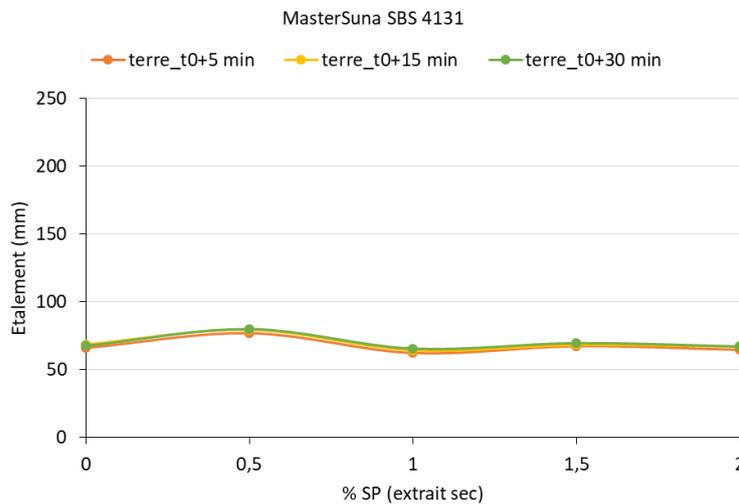


Figure 4.8: Étalement de la partie fine de la terre avec MasterSuna SBS 4131 à 5, 15 et 30 minutes

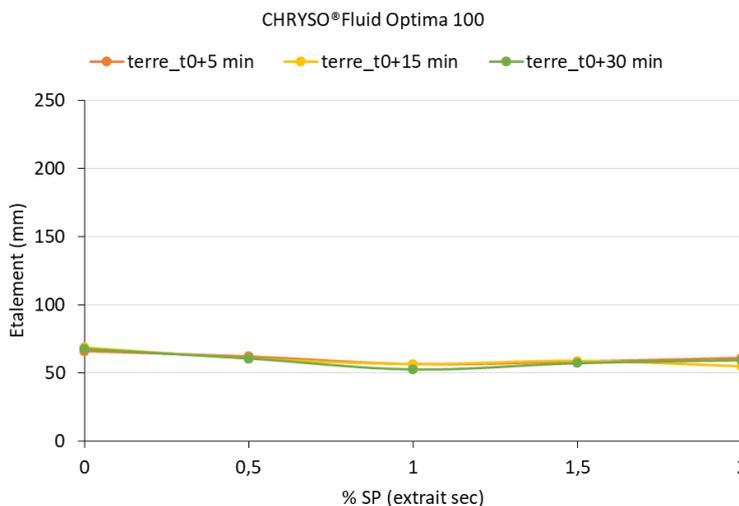


Figure 4.9: Étalement de la partie fine de la terre avec CHRYSO®Fluid Optima 100 à 5, 15 et 30 minutes

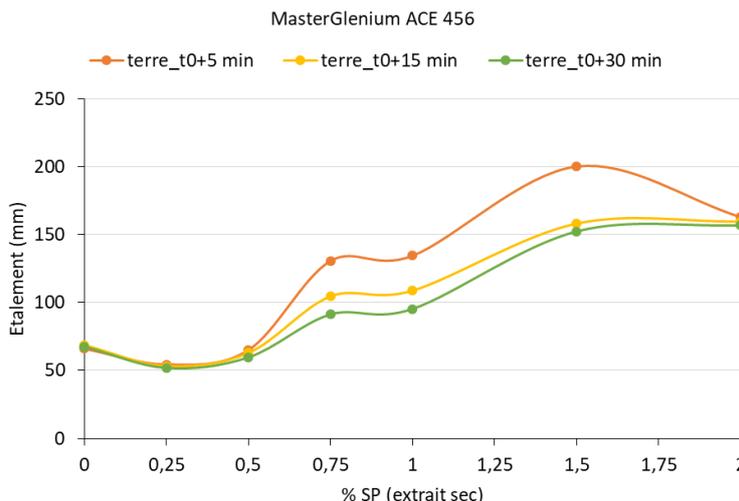


Figure 4.10: Etalement de la partie fine de la terre avec MasterGlenium ACE 456 à 5, 15 et 30 minutes

Les courbes de saturation de la pâte de terre montrent qu'aucune fluidité n'a été gagnée en augmentant le dosage de MasterSuna SBS 4131 et de CHRYSO®Fluid Optima 100. En revanche, ce n'était pas le cas avec MasterGlenium ACE 456, où l'augmentation du dosage de ce dernier a entraîné une augmentation du diamètre d'étalement de la pâte de terre. Cela signifie que MasterGlenium ACE 456 a le plus grand effet fluidifiant sur la terre et pourrait donc être considéré comme le SP le plus approprié pour la terre parmi les autres superplastifiants. Néanmoins, en comparant les Figures 4.7 et 4.10, l'évolution de l'étalement de la terre avec l'augmentation du dosage de MasterGlenium ACE 45 n'a pas montré la même tendance que celle du ciment. En effet, un dosage de 0,25% et 0,5% ne semble pas avoir beaucoup d'effet sur la terre. L'effet est devenu plutôt visible à partir de 0,75%. En outre, l'effet le plus important était visible à $t_0 + 5$ min plutôt qu'à $t_0 + 15$ min et $t_0 + 30$ min, comme le montrent les pourcentages de 0,75%, 1% et 1,5% où le diamètre d'étalement est devenu plus petit avec le temps (Figure 4.10). Par conséquent, MasterGlenium ACE 456 ne semble pas avoir la même capacité à maintenir la fluidité dans le temps pour la terre que pour le ciment, et cela pourrait être dû à la forte absorption d'eau par la terre, ce qui entraîne une diminution de la quantité d'eau nécessaire pour fluidifier la pâte après un certain temps. Cependant, ce manque de maintien de la fluidité n'était plus visible à 2%, où le diamètre d'étalement ne diminuait plus avec le temps, indiquant une saturation de la terre en eau et en superplastifiant. Le dosage de saturation de la terre avec MasterGlenium ACE 456 pourrait donc être considéré comme étant de 2%.

En conclusion, MasterGlenium ACE 456 s'est avéré être le superplastifiant le plus approprié pour le ciment et pour la partie fine de la terre ($< 80 \mu\text{m}$), et a donc été sélectionné pour le reste de l'étude, et les deux autres superplastifiants ont été abandonnés.

2.3. Saturation des mélanges de ciment/terre en superplastifiant au mini-cône

L'étape suivante consistait à voir si MasterGlenium ACE 456 continuerait à avoir un effet fluidifiant sur les mélanges contenant à la fois du ciment et de la terre fine. Par conséquent, des mélanges équivalents aux trois formulations (F1, F2, et F3) présentées dans le Tableau 4.1 ont été testés pour leur saturation en MasterGlenium ACE 456 avec le mini-cône de la même manière que cela a déjà été fait pour le ciment seul et pour la terre seule. La Figure 4.11 montre les courbes de saturation des trois mélanges : F1, F2, et F3 avec les différents dosages de superplastifiant à $t_0 + 5$ min, $t_0 + 15$ min, et $t_0 +$

30 min, tandis que la Figure 4.12 montre les courbes de saturation du ciment seul, de la terre seule et des trois mélanges à $t_0 + 15$ min pour mieux les distinguer et les comparer.

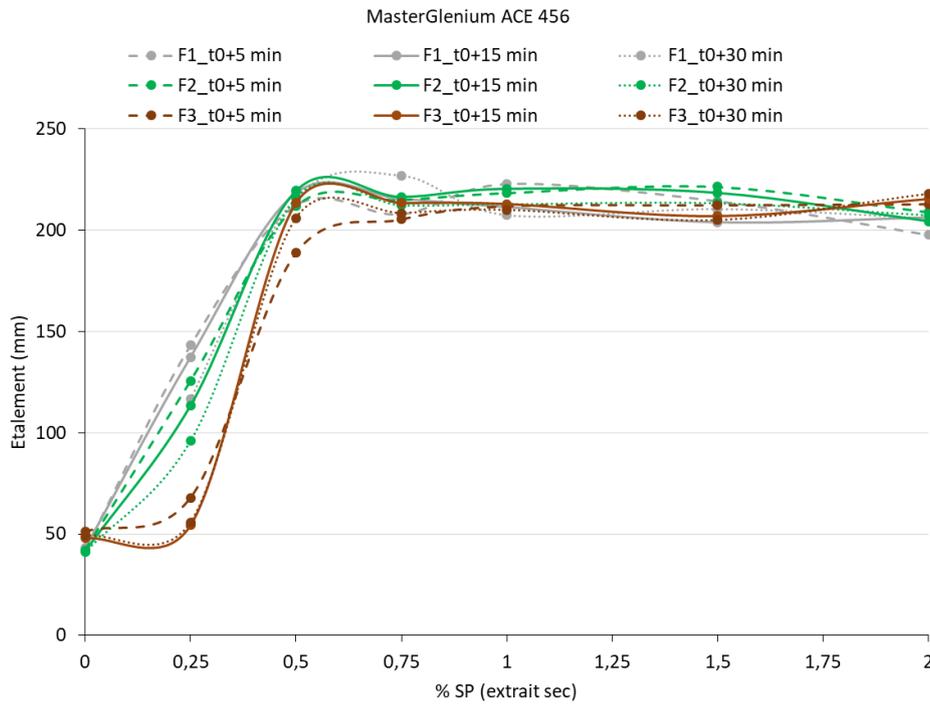


Figure 4.11: Etalement des mélanges de ciment et de la partie fine de la terre (F1, F2 et F3) avec MasterGlenium ACE 456 à 5, 15 et 30 minutes

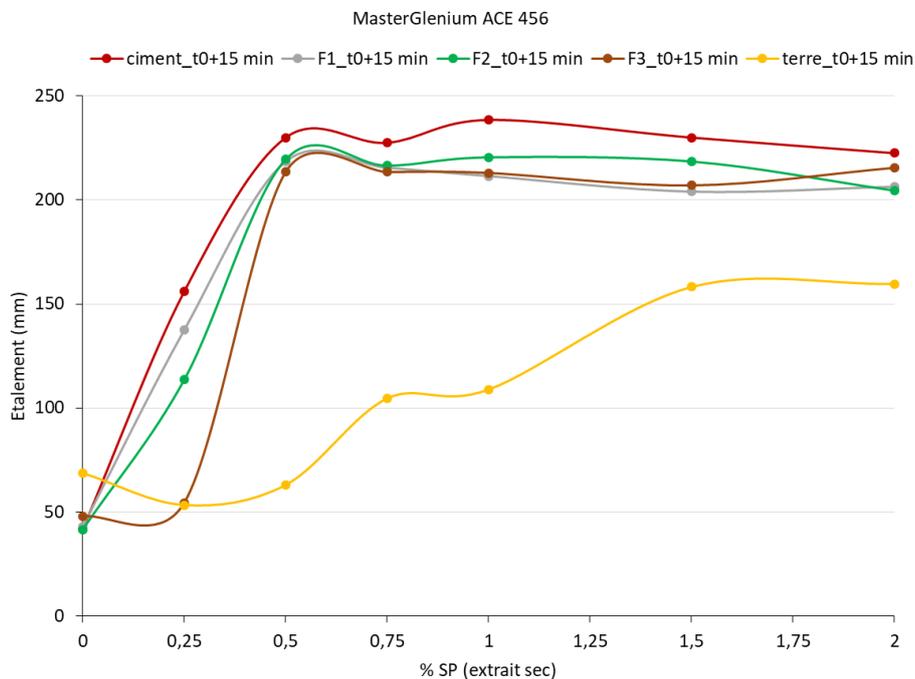


Figure 4.12: Etalement du ciment, de la terre et des mélanges de ciment et de la partie fine de la terre (F1, F2 et F3) avec MasterGlenium ACE 456 à 15 minutes

Plusieurs conclusions peuvent être tirées des Figures 4.11 et 4.12. Les résultats montrent qu'à faible dosage (0,25%), le SP ne semble pas avoir la même influence sur les trois mélanges, où le mélange

contenant le plus de terre (F3) a enregistré le plus faible diamètre d'étalement par rapport aux mélanges F1 et F2, contenant moins de terre. En revanche, une stabilisation des valeurs d'étalement à partir de 0,5% a pu être observée pour les courbes de saturation des trois mélanges qui ont également montré des étalements proches les uns des autres. En effet, l'évolution des courbes de saturation des mélanges par MasterGlenium ACE 456 et leurs valeurs d'étalement étaient plus proches de celles du ciment, que de celles de la terre. Il apparaît également que les étalements des mélanges ont commencé à diminuer au-delà du dosage de 1%, indiquant le dosage de saturation.

En conclusion, parmi les trois superplastifiants testés, MasterGlenium ACE 456 s'est avéré être le superplastifiant le mieux adapté au ciment seul, à la partie fine de la terre ($< 80 \mu\text{m}$) ainsi qu'aux mélanges de ciment/terre fine (F1, F2, et F3) et a donc été sélectionné pour assurer l'imprimabilité des trois formulations préliminaires présentées dans le Tableau 4.1. Néanmoins, même si le dosage de saturation en SP a été déterminé, il ne s'agit pas nécessairement du dosage à utiliser pour avoir des mélanges imprimables. Il reste donc à déterminer le dosage de SP à ajouter à chacune des formulations pour qu'elles soient imprimables.

3. Développement et caractérisation de formulations

imprimables à l'état frais

Plusieurs pourcentages de SP ont été testés pour chacune des formulations préliminaires, afin de trouver le pourcentage approprié qui permettrait à la formulation de répondre aux exigences d'imprimabilité (i.e., l'extrudabilité et la buildabilité) définies dans le cahier des charges expérimental. Les différentes formulations ont été testées pour leur extrudabilité par le pistolet manuel et pour leur buildabilité par l'essai d'affaissement modifié.

Le malaxage des formulations a été réalisé avec un malaxeur de 5 litres (Hobart N50CE) pour une durée totale de 7 minutes, comme suit :

- 1- Introduire le ciment et la terre dans le bol du malaxeur à l'arrêt ;
- 2- Mélanger à petite vitesse pendant 2 minutes pour homogénéiser les composants solides ;
- 3- Introduire l'eau et le SP ;
- 4- Mélanger à petite vitesse pendant 1 minute ;
- 5- Mélanger à grande vitesse pendant 1 minute ;
- 6- Arrêter et racler le bol du malaxeur avec une spatule pendant 30 secondes ;
- 7- Laisser reposer le mélange pendant 30 secondes ;
- 8- Mélanger à grande vitesse pendant 2 minutes.

3.1. Extrudabilité, buildabilité et diamètre d'étalement

3.1.1. Détermination du pourcentage de SP pour la Formulation 1

Trois pourcentages de SP ont été testés pour la première formulation (0,45% - 0,48% et 0,51%). Le Tableau 4.2 ci-dessous présente la composition des mélanges testés ainsi que la valeur h_f (cm) obtenue par le test de buildabilité et le diamètre d'étalement (cm) obtenu par le test d'étalement par la table à secousses pour chaque mélange. Les Figures 4.13, 4.14 et 4.15 montrent les essais d'extrudabilité, de buildabilité et d'étalement réalisés dans le laboratoire pour chacun des trois mélanges, respectivement.

Tableau 4.2: Composition des mélanges de la Formulation 1

	Composition des mélanges de la Formulation 1		
	SP = 0,45%	SP = 0,48%	SP = 0,51%
Masse ciment (g)	300		
Masse terre totale (g)	700		
Terre/Ciment (~)	2		
Masse terre < 80 µm (g)	224		
Fines = ciment + terre < 80 µm	524		
Eau/Fines	0,4		
% SP (wt.% fines) en extrait sec	0,45	0,48	0,51
Hauteur finale et diamètre d'étalement			
h_f (cm)	4,75	4,5	2,7
Diamètre d'étalement (cm)	15,20	16,97	19,53



(a)

(b)

(c)

Figure 4.13: Extrudabilité des mélanges de la Formulation 1 avec (a) 0,45%, (b) 0,48% et (c) 0,51% SP



(a)

(b)

(c)

Figure 4.14: Buildabilité des mélanges de la Formulation 1 avec (a) 0,45%, (b) 0,48% et (c) 0,51% SP



(a)

(b)

(c)

Figure 4.15: Etalement des mélanges de la Formulation 1 avec (a) 0,45%, (b) 0,48% et (c) 0,51% SP

En ce qui concerne les résultats d'extrudabilité, le mélange contenant 0,45% de SP était difficile à extruder et présentait quelques craquelures. Le mélange contenant 0,48% de SP était facilement extrudable sans signes de fissuration ou d'affaissement, et le mélange contenant 0,51% de SP était extrudable mais aussi fluide et présentait un affaissement des couches. Les résultats de buildabilité montrent que les mélanges contenant 0,45% et 0,48% de SP étaient buildables ($h_f = 4,75$ et $4,5 \text{ cm} \geq h_f \text{ seuil} = 4,5 \text{ cm}$, correspondant à un matériau imprimable commercial) contrairement au mélange contenant 0,51% de SP qui ne l'était pas ($h_f = 2,7 \text{ cm} < h_f \text{ seuil}$). Parmi les trois mélanges, le deuxième contenant 0,48% de SP était le seul à répondre aux exigences d'imprimabilité (i.e., l'extrudabilité et la buildabilité). Pour cela, le dosage de 0,48% de SP a été choisi pour assurer l'imprimabilité de la première formulation (F1) à base de terre excavée, ce qui est bien inférieur au dosage de saturation de 1% déterminé dans la section 2.3 du chapitre.

3.1.2. Détermination du pourcentage de SP pour la Formulation 2

Deux pourcentages de SP ont été testés pour la deuxième formulation (0,72% et 0,75%). Le Tableau 4.3 ci-dessous présente la composition des mélanges testés ainsi que la valeur h_f (cm) obtenue par le test de buildabilité et le diamètre d'étalement (cm) obtenu par le test d'étalement par la table à secousses pour chaque mélange. Les Figures 4.16, 4.17 et 4.18 montrent les essais d'extrudabilité, de buildabilité et d'étalement réalisés dans le laboratoire pour les deux mélanges, respectivement.

Tableau 4.3: Composition des mélanges de la Formulation 2

	Composition des mélanges de la Formulation 2	
	SP = 0,72%	SP = 0,75%
Masse ciment (g)	300	
Masse terre totale (g)	1200	
Terre/Ciment (~)	4	
Masse terre < 80 μm (g)	384	
Fines = ciment + terre < 80 μm	684	
Eau/Fines	0,4	
% SP (wt.% fines) en extrait sec	0,72	0,75
	Hauteur finale et diamètre d'étalement	
h_f (cm)	4,85	4,5
Diamètre d'étalement (cm)	13,90	15,64



Figure 4.16: Extrudabilité des mélanges de la Formulation 2 avec (a) 0,72% et (b) 0,75% SP



Figure 4.17: Buildabilité des mélanges de la Formulation 2 avec (a) 0,72% et (b) 0,75% SP



Figure 4.18: Etalement des mélanges de la Formulation 2 avec (a) 0,72% et (b) 0,75% SP

Les résultats d'extrudabilité montrent que le mélange contenant 0,72% de SP était difficile à extruder et présentait des craquelures, tandis que le mélange contenant 0,75% de SP était facilement extrudable sans signes de fissuration ou d'affaissement. Pourtant, les résultats de buildabilité montrent que les deux mélanges étaient buildables ($h_f = 4,85$ et $4,5$ cm $\geq h_f$ seuil), mais comme le premier mélange ne répondait pas à l'exigence d'extrudabilité alors que le deuxième mélange y répondait. Par conséquent, le dosage de 0,75% de SP a été sélectionné pour l'imprimabilité de la deuxième formulation (F2) à base de terre excavée, ce qui est bien inférieur au dosage de saturation de 1% déterminé dans la section 2.3 du chapitre.

3.1.3. Détermination du pourcentage de SP pour la Formulation 3

Trois pourcentages de SP ont été testés pour la troisième formulation (0,87% - 0,9% et 1%). Le Tableau 4.4 ci-dessous présente la composition des mélanges testés ainsi que la valeur h_f (cm) obtenue par le test de buildabilité et le diamètre d'étalement (cm) obtenu par le test d'étalement par la table à secousses pour chaque mélange. Les Figures 4.19, 4.20 et 4.21 montrent les essais d'extrudabilité, de buildabilité et d'étalement réalisés dans le laboratoire pour chacun des trois mélanges respectivement.

Tableau 4.4: Composition des mélanges de la Formulation 3

	Composition des mélanges de la Formulation 3		
	SP = 0,87%	SP = 0,9%	SP = 1%
Masse ciment (g)	300		
Masse terre totale (g)	1700		
Terre/Ciment (~)	6		
Masse terre < 80 µm (g)	544		
Fines = ciment + terre < 80 µm	844		
Eau/Fines	0,4		
% SP (wt.% fines) en extrait sec	0,87	0,9	1
Hauteur finale et diamètre d'étalement			
h_f (cm)	4,55	4,5	2,55
Diamètre d'étalement (cm)	15,08	15,59	19,38



(a)

(b)

(c)

Figure 4.19: Extrudabilité des mélanges de la Formulation 3 avec (a) 0,87% et (b) 0,9% et (c) 1% SP



(a)

(b)

(c)

Figure 4.20: Buildabilité des mélanges de la Formulation 3 avec (a) 0,87% et (b) 0,9% et (c) 1% SP



(a)

(b)

(c)

Figure 4.21: Etalement des mélanges de la Formulation 3 avec (a) 0,87% et (b) 0,9% et (c) 1% SP

Les résultats d’extrudabilité montrent que les mélanges contenant 0,87% et 0,9% de SP étaient extrudables sans signes de fissuration ou d’affaissement, tandis que le mélange contenant 1% de SP était extrudable mais aussi fluide et présentait un affaissement important des couches. Les résultats de buildabilité montrent que les mélanges contenant 0,87% et 0,9% de SP étaient buildables ($h_f = 4,55$ pour 0,87% SP et 4,5 cm pour 0,9% SP $\geq h_f$ seuil = 4,5 cm) contrairement au mélange contenant 1% de SP qui ne l’était pas ($h_f = 2,55$ cm < h_f seuil). Les deux premiers mélanges ont répondu aux exigences d’imprimabilité, toutefois il a été décidé de sélectionner le dosage de 0,9% de SP pour l’imprimabilité de la troisième formulation (F3) à base de terre excavée, afin d’assurer une meilleure fluidité de la formulation. De plus, le dosage choisi pour F3 (0,9%) est inférieur au dosage de saturation (1%) déterminé dans la section 2.3 du chapitre.

Les résultats des sections 3.1.1, 3.1.2 et 3.1.3 montrent que F3 nécessite un dosage de SP plus élevé que F2, qui à son tour nécessite un dosage de SP plus élevé que F1. Cela signifie que plus la fraction de la terre est élevée, plus le besoin de SP est important pour fluidifier suffisamment la formulation afin d’obtenir une imprimabilité adéquate.

3.1.4. Composition finale des trois formulations et impression à l’échelle d’une imprimante de laboratoire

En conclusion, suite aux essais itératifs, les dosages de SP choisis pour le développement des formulations imprimables à base de terre excavée sont de 0,48%, 0,75% et 0,9% pour les formulations F1, F2 et F3 respectivement. Le Tableau 4.5 résume la composition de ces trois formulations imprimables ainsi que leurs résultats de buildabilité et de diamètre d’étalement.

Tableau 4.5: Composition des trois formulations imprimables F1, F2 et F3 à base de terre excavée

	Composition des 3 formulations imprimables		
	F1	F2	F3
Masse ciment (g)	300	300	300
Masse terre totale (g)	700	1200	1700
Terre/Ciment (~)	2	4	6
Masse terre < 80 μ m (g)	224	384	544
Fines = ciment + terre < 80 μ m	524	684	844
Eau/Fines	0,4	0,4	0,4
% SP (wt.% fines) en extrait sec	0,48	0,75	0,9
Hauteur finale et diamètre d’étalement			
h_f (cm)	4,5	4,5	4,5
Diamètre d’étalement (cm)	16,97	15,64	15,59

Les formulations ont ensuite été imprimées à l’aide d’une imprimante de laboratoire afin de valider leur imprimabilité à plus grande échelle. Les Figures 4.22, 4.23 et 4.24 montrent la pièce imprimée pour chacune des formulations F1, F2 et F3 respectivement.



Figure 4.22: Impression de F1 à l'échelle de l'imprimante de laboratoire



Figure 4.23: Impression de F2 à l'échelle de l'imprimante de laboratoire



Figure 4.24: Impression de F3 à l'échelle de l'imprimante de laboratoire

3.2. Temps de prise

Le temps de prise a également été testé pour les trois formulations (Figure 4.25). Les résultats montrent que F3 a atteint son début et sa fin de prise en premier, suivie de F2 puis de F1, ce qui montre que le temps de prise devient plus court lorsque le rapport Terre/Ciment dans le mélange augmente.

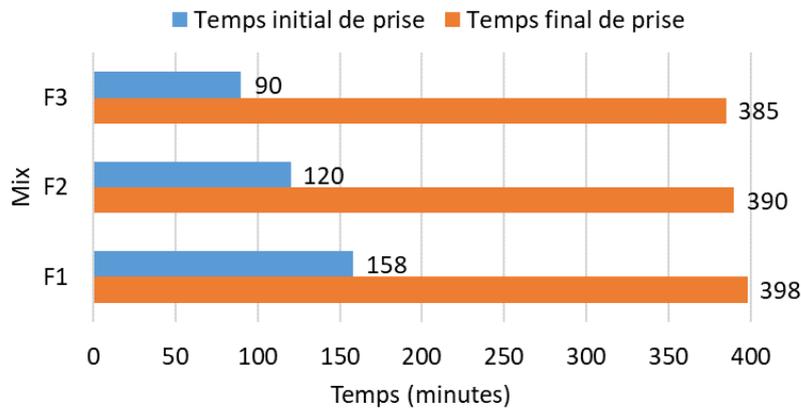


Figure 4.25: Temps initial et final de prise pour F1, F2 et F3

Les résultats du temps de prise sont en accord avec les résultats d'étalement, où F3 a enregistré le plus petit diamètre d'étalement (15,59 cm), suivie de F2 (15,64 cm), puis de F1 (16,97 cm), montrant que la fluidité du mélange diminue avec l'augmentation du rapport Terre/Ciment. Ce manque de fluidité a également été détecté lors de l'extrusion des mélanges, où une pression légèrement plus élevée était nécessaire pour extruder les mélanges contenant plus de terre. Il est également possible de percevoir une différence visuelle de texture et d'aspect frais entre les formulations extrudées. La Figure 4.26 par exemple, montre l'aspect des trois formulations imprimées avec le pistolet au laboratoire. En effet, à niveau de consistance, de fluidité et imprimabilité plus ou moins égal entre les trois formulations, F3 présentait une texture légèrement plus rugueuse que F1 et F2, qui présentaient au contraire une texture plus lisse. De plus, les couches de F3 avaient un aspect légèrement sableux, sec et saturé, alors que celles de F1 et F2 avaient un aspect plus lisse et plus brillant. Cette différence de texture pourrait être liée principalement à la différence de quantité de terre présente dans chaque formulation. Par conséquent, la diminution du temps de prise pour F2 et F3 par rapport à F1 est due à cette fermeté et à cette rigidité provenant de l'augmentation de la quantité de terre dans le mélange, et pas nécessairement du dosage en ciment, qui devrait normalement entraîner une prise plus rapide dans un mélange où il est présent en plus grande quantité. Ici, F3 (contenant la plus petite quantité de ciment) a atteint la prise plus rapidement que F1 (contenant le plus de ciment), montrant à nouveau que c'est la rigidité provenant de la quantité de terre dans le mélange qui a conduit à la prise, et non la quantité de ciment. En outre, cette rigidité pourrait également être due à la sécheresse causée par la nature absorbante de l'eau de la terre, et pourrait même varier avec la quantité de terre présente dans chaque formulation, d'où la plus grande rigidité observée pour F3, suivie par F2, puis F1.

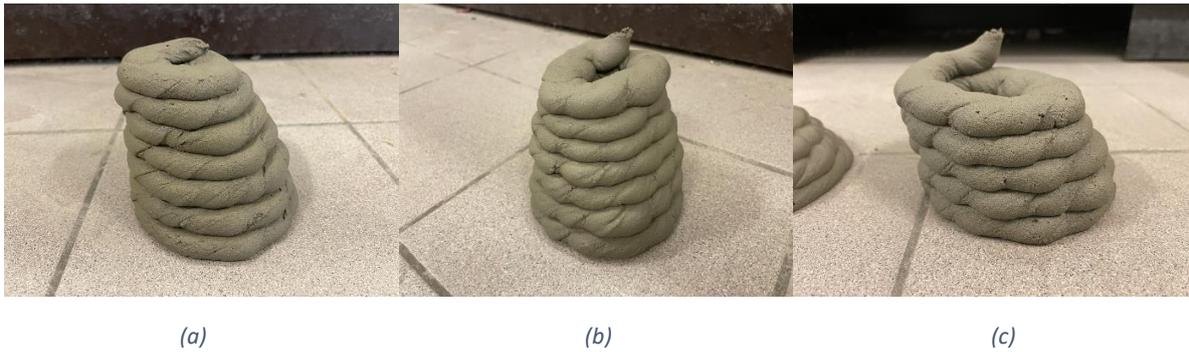


Figure 4.26: Aspect visuel et texture à l'état frais des formulations (a) F1, (b) F2 et (c) F3

De plus, le temps de prise enregistré (Figure 4.25) est plus long par rapport à celui enregistré par les mélanges des différentes applications du chapitre 3, étant donné la faible quantité de ciment présente dans les formulations à base de terre. Ce délai de prise signifie que les formulations à base de terre ont un temps d'ouvrabilité assez long, permettant une flexibilité dans le temps d'impression. Cependant, un temps ouvert long présente normalement un inconvénient dans l'impression 3D, notamment la limitation de la hauteur d'impression qui peut entraîner l'effondrement des couches imprimées très rapidement. Néanmoins, ici, la présence de la terre a créé un aspect thixotrope dans le matériau imprimé, où les couches déposées n'ont pas montré un grand affaissement et ont pu garder leur forme même après la déposition des couches successives, démontrant l'avantage apporté par la partie argileuse de la terre agissant comme un agent modifiant de viscosité. Ce comportement provoqué par l'argilosité du matériau a déjà été mentionné à plusieurs reprises dans des études antérieures, comme celle menée par Panda et al. [233] et une autre par Kaushik et al. [234] qui ont démontré que la nano-argile (nanoclay) affecte le comportement frais et rhéologique des matériaux cimentaires imprimables en 3D en agissant comme un modificateur de viscosité naturel. En fait, la stabilité développée par les couches déposées n'est pas nécessairement liée au phénomène de prise du mélange total mais plutôt aux propriétés physiques apportées par le phénomène de thixotropie où le matériau gagne en viscosité et en structure lorsqu'il est à l'état de repos. En effet, cette forte corrélation entre la thixotropie du matériau et la stabilité de la structure imprimée en 3D a déjà été démontrée par Chen et al. [239] et Zhang et al. [47].

3.3. Essai de pénétration de cône

La Figure 4.27 montre l'évolution du seuil de cisaillement pour les trois formulations en fonction du temps. Le seuil de cisaillement augmente progressivement pour chaque formulation et l'évolution du seuil avec le temps peut être estimée par un modèle linéaire, où les courbes de tendance des résultats révèlent un coefficient de détermination (R^2) entre 0,94 et 0,99. Cependant, en comparant les formulations entre elles, F3 a enregistré les valeurs de seuil les plus élevées, suivie de F2, puis de F1, ce qui montre que l'augmentation du rapport Terre/Ciment a entraîné une augmentation de la rigidité et du seuil dans le mélange. Cela coïncide avec les résultats des essais effectués à l'état frais et les résultats de Kaushik et al. [234] qui ont montré que l'ajout de la nano-argile à un mélange cimentaire imprimable en 3D entraîne une augmentation du seuil de cisaillement en raison de la cohésion élevée du mélange apportée par la nano-argile. En outre, l'imprimabilité des formulations a également été vérifiée par l'essai de pénétration de cône, où la première mesure de seuil enregistrée à 120 s variait de 0,6 à 1 kPa, et se situait entre les valeurs optimales pour l'impression 3D trouvées par Le et al. [34] et Rahul al. [67], qui sont respectivement de 0,55 kPa et 2,5 kPa.

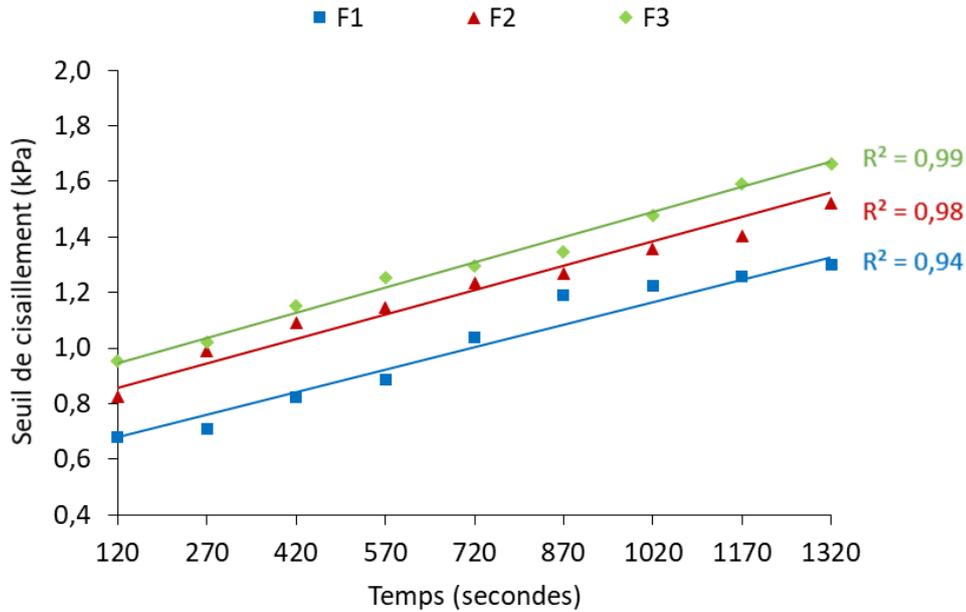


Figure 4.27: Seuil de cisaillement des trois formulations en fonction du temps

4. Caractérisation de formulations imprimables à l'état durci

Afin de tester les propriétés mécaniques, telles que la résistance à la compression et la porosité accessible au mercure des trois formulations imprimables à base de terre excavée, quatre méthodes de mise en œuvre ont été adoptées afin d'obtenir des éprouvettes :

- Normalisées/compactées ;
- Non compactées ;
- Imprimées par pistolet ;
- Imprimées par imprimante.

Pour plus de clarté lors de la présentation et la discussion des résultats obtenus par les différentes méthodes, le Tableau 4.6 ci-dessous indique un exemple de l'abréviation utilisée pour différencier les éprouvettes réalisées par chacune des quatre méthodes pour F1.

Tableau 4.6: Abréviations et références des quatre méthodes de fabrication d'éprouvettes pour la formulation 1

Abréviations	Méthode utilisée	Exemple
Aucune abréviation	Moulage normalisé/compacté	F1
NC	Moulage Non Compacté	F1-NC
IP	Impression par Pistolet	F1-IP
Z	Impression par imprimante avec direction d'application de la charge parallèle à l'axe des Z	F1-Z
Y	Impression par imprimante avec direction d'application de la charge parallèle à l'axe des Y	F1-Y

4.1. Résistance à la compression

Les résistances à la compression des éprouvettes normalisées/compactées selon la norme NF EN 196-1 pour les trois formulations sont présentées dans la Figure 4.28. Les résultats montrent que F1 a les résistances les plus élevées, suivie de F2, puis de F3 pour toutes les échéances d'essai. Ces résultats sont attendus et sont dus à la différence du rapport Terre/Ciment entre les formulations, où la quantité de ciment était de 532 kg/m³ dans F1, 369 kg/m³ dans F2, et 282 kg/m³ dans F3.

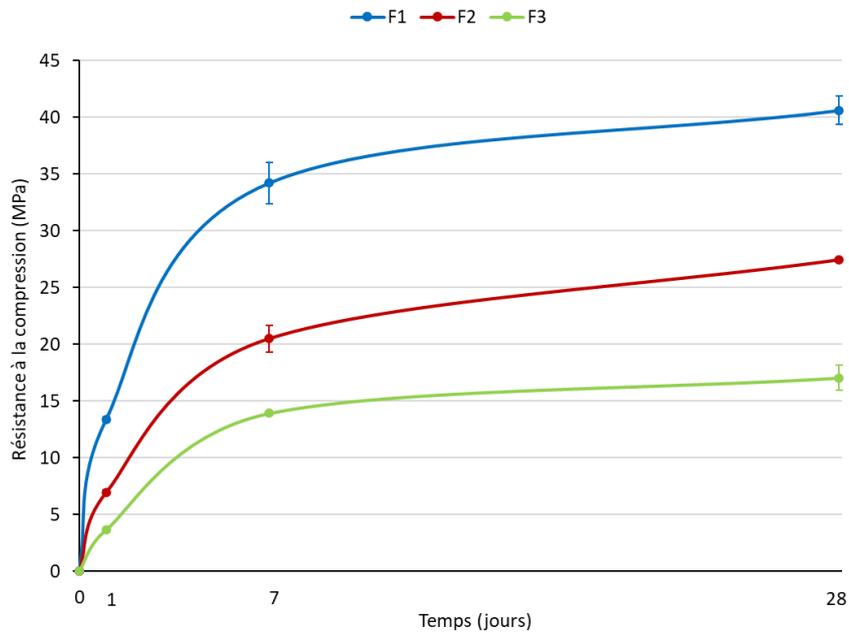


Figure 4.28: Résistance à la compression des trois formulations à 1, 7 et 28 jours selon la norme NF EN 196-1

Ensuite, afin de mettre en évidence l'effet de l'impression 3D sur les propriétés mécaniques des formulations imprimables à base de terre, plusieurs types d'éprouvettes ont été réalisés. Tout d'abord, le moulage non compacté (NC) vise à mettre en évidence l'aspect d'un matériau imprimé qui n'est ni compacté ni vibré. Cette méthode reflète l'aspect d'une seule couche non compactée et ne prend pas en compte l'effet de superposition des couches extrudées. Ensuite, les méthodes de réalisation d'éprouvettes par impression visent à étudier l'influence du processus d'extrusion sur les propriétés mécaniques d'un mélange. Deux types d'éprouvettes imprimées ont été réalisés. Les premières éprouvettes ont été préparées à l'aide d'un pistolet manuel (IP), tandis que les deuxièmes ont été extraites de cordons imprimés par une imprimante. De plus, les éprouvettes réalisées avec le pistolet ont été testées parallèlement à la direction des couches imprimées, alors que celles réalisées avec l'imprimante ont été testées parallèlement (direction Y) et perpendiculairement (direction Z) à la direction des couches imprimées.

Par conséquent, les Figures 4.29, 4.30 et 4.31 montrent la résistance à la compression des quatre différents types d'éprouvettes pour F1, F2 et F3, respectivement.

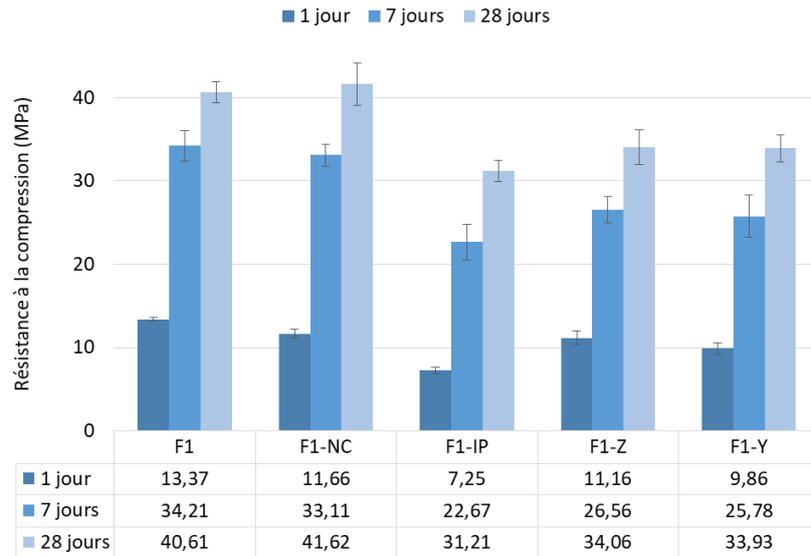


Figure 4.29: Résistance à la compression des différents types d'éprouvettes de F1 à 1, 7 et 28 jours

Les résultats obtenus pour la première formulation F1 montrent que les résistances à la compression des éprouvettes compactées et non compactées étaient très proches les unes des autres (Figure 4.29). Cependant, une diminution de la résistance à la compression a été observée pour les éprouvettes imprimées avec le pistolet manuel. Pourtant, la résistance des éprouvettes imprimées avec l'imprimante était supérieure à celle des éprouvettes imprimées au pistolet, mais toujours inférieure à celle des éprouvettes compactées et non compactées. En outre, la différence entre les deux directions testées pour les éprouvettes imprimées avec l'imprimante n'était pas trop grande (5,53%), la résistance dans la direction Z étant légèrement supérieure à celle dans la direction Y.

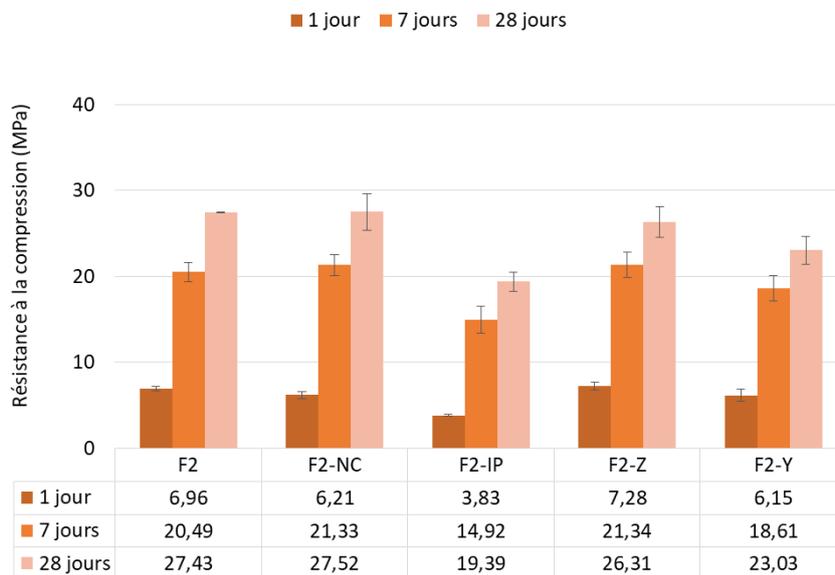


Figure 4.30: Résistance à la compression des différents types d'éprouvettes de F2 à 1, 7 et 28 jours

Similairement à ce qui a été observé pour les résultats de F1, les résultats obtenus pour la deuxième formulation F2 montrent que les résistances à la compression des éprouvettes compactées et non compactées étaient également proches les unes des autres et que la résistance des éprouvettes imprimées par le pistolet était la plus faible (Figure 4.30). Cependant, la résistance des éprouvettes imprimées par l'imprimante, dans les deux directions (Y et Z), était proche ou légèrement inférieure à

celle des éprouvettes compactées et non compactées, contrairement à ce qui a été obtenu pour F1, où la résistance des éprouvettes imprimées par imprimante était trop éloignée de celle des éprouvettes compactées et non compactées.

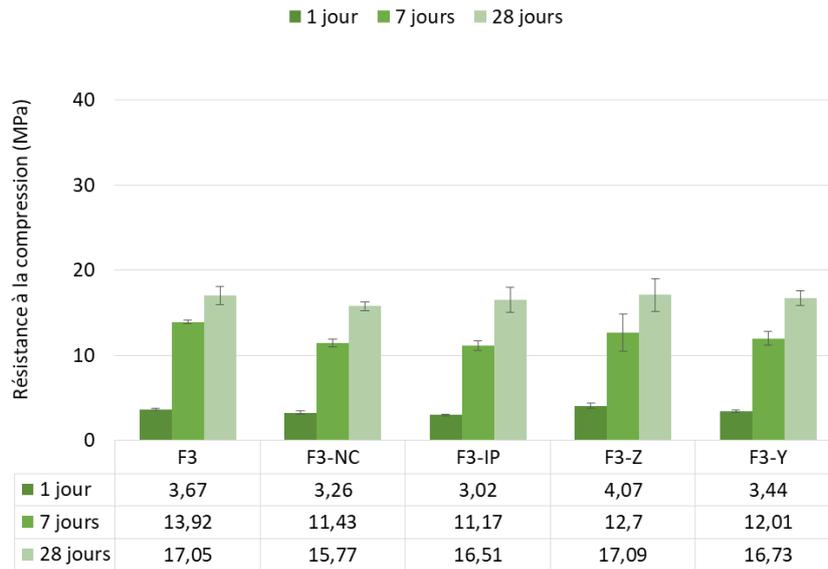


Figure 4.31: Résistance à la compression des différents types d'éprouvettes de F3 à 1, 7 et 28 jours

Enfin, en ce qui concerne les résistances à la compression de la troisième formulation F3 (Figure 4.31), aucune différence majeure n'a été observée pour les différentes éprouvettes. Cependant, une légère diminution de la résistance a été observée pour les éprouvettes non compactées et les éprouvettes imprimées au pistolet, tandis que les éprouvettes imprimées par imprimante ont montré des résistances assez proches les unes des autres ainsi que des éprouvettes compactées.

En comparant les résultats des Figures 4.29, 4.30 et 4.31, il est possible de remarquer que la différence entre les résistances des quatre types d'éprouvettes pour un même mélange diminue lorsque le rapport Terre/Ciment dans le mélange augmente. Par exemple, la différence de résistance entre les éprouvettes normalisées et celles imprimées par l'imprimante et testées selon la direction Y est de 22,45% pour F1, 12,28% pour F2 et 6,74% pour F3.

De plus, en ce qui concerne la direction d'application de la charge sur les éprouvettes imprimées avec l'imprimante, la résistance obtenue dans la direction Z était légèrement supérieure à celle obtenue dans la direction Y pour les trois formulations. Cependant, les résistances dans les deux directions étaient assez proches les unes des autres. Ainsi, la direction dans laquelle les éprouvettes imprimées ont été testées n'a pas eu beaucoup d'influence sur la résistance des mélanges. Cette observation coïncide avec celle de Wolfs et al. [93] qui ont trouvé une influence mineure de l'orientation des couches par rapport aux charges appliquées, contrairement à d'autres études qui ont signalé une influence visible de l'orientation de l'application de la charge sur les propriétés de résistance d'un échantillon imprimé [12,86,90,91].

De plus, aucune différence n'a été observée pour le mode de rupture des éprouvettes chargées dans chacune des deux directions. La Figure 4.32 (a) illustre la rupture d'un cube chargé dans la direction Z et la Figure 4.32 (b) la rupture d'un cube chargé dans la direction Y. De même, comme observé dans les éprouvettes coupées avant écrasement, aucune interface de couches imprimées n'est trouvée dans les éprouvettes après l'écrasement, démontrant à nouveau l'homogénéité des mélanges même dans leur état imprimé. En fait, le type de rupture trouvé pour les éprouvettes imprimées est identique à

celui généralement constaté pour les éprouvettes de béton cubiques classiques, et est considéré comme un type de rupture correct et satisfaisant selon la norme NF EN 12390-3 (Figure 4.33).

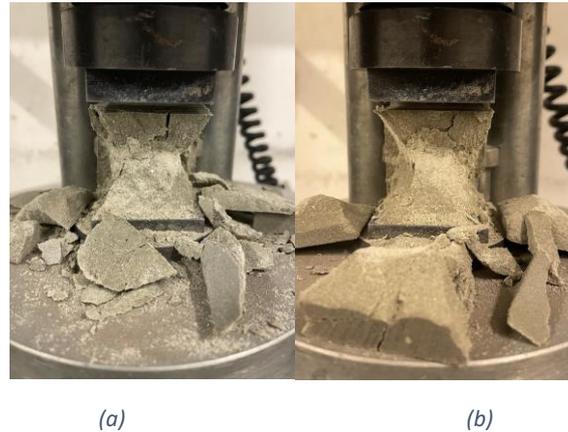


Figure 4.32: Rupture de cube imprimé avec l'imprimante chargé dans (a) la direction Z et (b) la direction Y

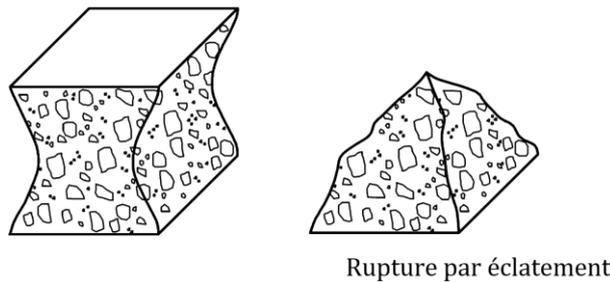


Figure 4.33: Rupture de béton cubique classique (NF EN 12390-3)

4.2. Porosité accessible au mercure

La porosité totale accessible au mercure a été mesurée pour les éprouvettes réalisées selon la norme NF EN 196-1, non compactées (NC), imprimées par pistolet (IP) et imprimées par imprimante (Z/Y). Ainsi, le Tableau 4.7 ci-dessous montre la porosité totale exprimée en (%) pour les quatre types d'éprouvettes pour chaque formulation après 28 jours d'hydratation, respectivement.

Tableau 4.7: Porosité totale des différentes éprouvettes après 28 jours d'hydratation en (%)

Porosité totale à 28 jours (%)	
F1	18,95
F1-NC	20,16
F1-IP	21,02
F1-Z/Y	18,49
F2	21,66
F2-NC	23,27
F2-IP	24,21
F2-Z/Y	19,59
F3	24,89
F3-NC	25,07
F3-IP	25,27
F3-Z/Y	20,66

Les résultats montrent que la porosité totale augmente avec le rapport Terre/Ciment, où les éprouvettes de F1 ont enregistré une porosité totale entre 18,95% et 21,02%, les éprouvettes de F2 entre 19,59% et 24,21%, et les éprouvettes de F3 entre 20,66% et 25,27%. Une tendance similaire de variation de la porosité totale peut être observée pour les différents types d'éprouvettes pour les trois formulations, où la porosité de la plus élevée à la plus faible était dans l'ordre suivant : IP > NC > NF EN 196-1 > Z/Y.

Les éprouvettes imprimées par le pistolet présentaient la porosité la plus élevée, ce qui explique la faible résistance à la compression obtenue pour ce type d'éprouvettes, tandis que les éprouvettes imprimées par l'imprimante présentaient la porosité la plus faible et des résistances équivalentes et/ou inférieures à celles des éprouvettes compactées et non compactées. Par conséquent, malgré le fait que les deux types d'éprouvettes ont été réalisés par impression 3D, la différence de résistance et de porosité observée entre les deux pourrait être attribuée à la méthode de mise en œuvre des éprouvettes. La Figure 4.34 (a) montre les éprouvettes imprimées en 4 couches par le pistolet, où des irrégularités et des vides peuvent être observés entre les couches et sur les côtés des échantillons où la charge a été appliquée pour mesurer la résistance à la compression. Il est donc possible que cette irrégularité trouvée sur les côtés de chargement soit la raison de la diminution de la résistance et de l'augmentation de la porosité trouvées pour ces éprouvettes. Cependant, les éprouvettes issues des cordons imprimés par l'imprimante, une fois coupées, présentaient des surfaces lisses et plates, comme le montre la Figure 4.34 (b), réduisant ainsi le risque de détérioration de la résistance. En fait, les éprouvettes imprimées et coupées ne présentaient pas d'interface des couches, contrairement aux éprouvettes imprimées par pistolet où les couches étaient visibles et séparées les unes des autres. Par conséquent, l'homogénéité et la bonne adhésion entre les couches des éprouvettes imprimées avec l'imprimante pourraient avoir contribué aux résistances élevées et aux faibles porosités.



(a)

(b)

Figure 4.34: Eprouvettes imprimées (a) avec le pistolet et (b) avec l'imprimante

En ce qui concerne les deux premiers types d'éprouvettes, une porosité totale plus élevée a été enregistrée pour les éprouvettes non compactées par rapport aux éprouvettes compactées. Ce résultat est tout à fait logique et attendu puisque le compactage élimine les bulles d'air présentes dans le mélange lors du moulage, alors que les mélanges non compactés sont versés directement dans le moule et ne subissent aucune forme de compactage ou de vibration, ce qui entraînera inévitablement une plus grande porosité à l'intérieur des échantillons. L'aspect des éprouvettes compactées et non compactées de la première formulation est illustré dans les Figures 4.35 (a) et (b), respectivement. Des pores peuvent être remarqués pour les deux séries d'éprouvettes. Cependant, les pores des éprouvettes compactées avaient une petite forme ronde, tandis que ceux des éprouvettes non compactées avaient une forme irrégulière et plus large. Pour cette raison, ces deux types

d'éprouvettes avaient une porosité plus élevée que les éprouvettes imprimées avec l'imprimante et ensuite découpées, qui présentaient des surfaces homogènes lisses sans défauts ou porosité visibles de l'extérieur (Figure 4.34 (b)). Une autre raison pour laquelle les échantillons imprimés peuvent avoir une faible porosité peut être due au fait que le processus d'extrusion exerce une certaine pression sur le matériau durant l'extrusion, résultant ainsi en un matériau plus dense et moins poreux. En effet, Koker [92] a constaté que dans certains cas, et en fonction des paramètres d'impression, la pression supplémentaire exercée sur le matériau pendant le processus d'impression peut conduire à une réduction des vides à l'intérieur de la couche et à l'interface, créant ainsi une matrice plus dense.



Figure 4.35: Aspect d'éprouvettes (a) compactées et (b) non compactées de la formulation F1

Cependant, même si les éprouvettes imprimées avec l'imprimante avaient une porosité plus faible et les éprouvettes non compactées une porosité plus élevée que les éprouvettes compactées, aucune grande différence n'a été observée au niveau de la résistance à la compression de ces trois types d'éprouvettes, qui ont montré des valeurs de résistance proches les unes des autres. En fait, pour les résultats à la compression de F1 (Figure 4.29), les éprouvettes imprimées avec l'imprimante ont même enregistré une résistance inférieure à celle des éprouvettes compactées et non compactées. Par conséquent, la résistance à la compression n'a pas été trop affectée par la porosité trouvée dans les échantillons testés, sauf pour les échantillons imprimés avec le pistolet, où la résistance a été fortement affectée par la porosité interne trouvée ainsi que par les défauts et les irrégularités des cotées extérieurs des éprouvettes. Pourtant, l'évaluation de la porosité des échantillons reste essentielle car elle constitue l'un des critères et indicateurs de durabilité.

5. Influence de la terre sur l'hydratation des mélanges

Afin d'étudier la réactivité des mélanges contenant de la terre excavée, des tests de chaleur d'hydratation par calorimétrie semi-adiabatique et isotherme, ainsi que des analyses thermogravimétriques ont été réalisés.

5.1. Calorimétrie semi-adiabatique

La température des trois formulations imprimables F1, F2 et F3 a été mesurée à l'aide du calorimètre semi-adiabatique pendant une durée de 7 jours consécutifs est présentée dans la Figure 4.36. Le Tableau 4.8 indique également l'âge du pic d'hydratation en heures ainsi que la température maximale mesurée à ce pic pour les mortiers. Les résultats montrent que la température diminue progressivement avec l'augmentation du rapport Terre/Ciment, F1 ayant la température maximale la plus élevée (62,68 °C), suivie de F2 (47,50 °C), puis de F3 (38,97 °C). En outre, l'augmentation du rapport Terre/Ciment n'a pas provoqué un retard dans la formation du début du pic d'hydratation, mais plutôt

un retard dans l'âge de l'apparition du pic d'hydratation maximal, où celui de F1 est apparu à 16,30 heures tandis que celui de F2 et F3 est apparu à 19,29 et 22,58 heures, respectivement.

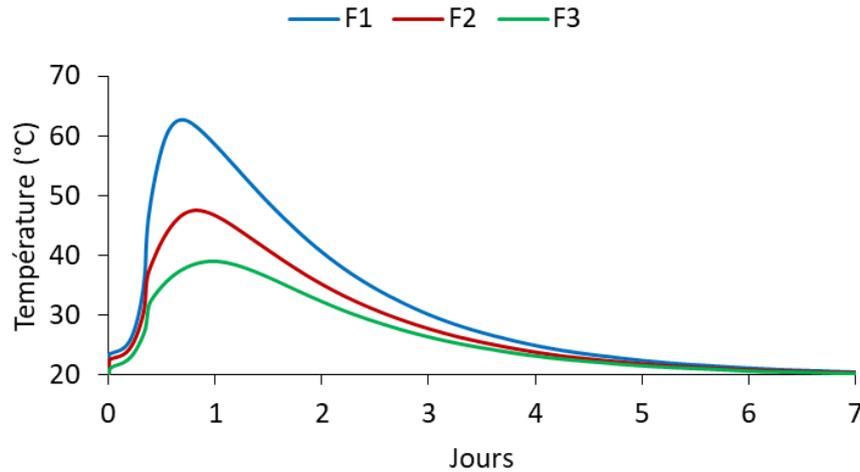


Figure 4.36: Température des mortiers par calorimétrie semi-adiabatique

Tableau 4.8: Age et température du pic d'hydratation des mortiers par calorimétrie semi-adiabatique

Formulation (mortier frais)	F1	F2	F3
Age de pic d'hydratation (heures)	16,30	19,29	22,58
Température du pic d'hydratation (°C)	62,68	47,50	38,97

5.2. Calorimétrie isotherme

En plus de l'essai de calorimétrie semi-adiabatique, la chaleur d'hydratation des pâtes de fines (ciment + terre < 80 μm) en fonction du temps a également été mesurée par calorimétrie isotherme. La composition des pâtes était identique à celle des formulations F1, F2, et F3 présentées dans le Tableau 4.5, à l'exception de l'ajout de la partie sableuse de la terre (> 80 μm). La Figure 4.37 montre les courbes de chaleur d'hydratation et de flux de chaleur des pâtes en fonction du temps pour une durée de 48 heures.

Les résultats montrent que toutes les courbes calorimétriques présentent le même mécanisme d'hydratation avec des formes et des tendances similaires, où quatre phases principales peuvent être observées. La première phase observée est exothermique, se déroule en quelques minutes et directement après le contact de l'eau avec le ciment et est liée à la dissolution des grains anhydres [235]. La deuxième phase observée représente la période d'induction où la pâte de ciment présente une faible activité thermique et une faible chaleur dégagée [236]. La troisième phase observée correspond à l'hydratation accélérée des silicates et aluminates, formant du C-S-H et de l'ettringite, et provoquant un fort dégagement de chaleur. Lors de cette phase, la pâte commence à développer une prise. Enfin, la quatrième phase observée correspond à l'épuisement du gypse et à la transition de l'ettringite en hydrate de monosulfoaluminate, ce qui ralentit les réactions, diminue la chaleur dégagée et forme la matrice solide de la pâte [237]. La Figure 4.37 montre que les courbes des pâtes présentent une forme de pic principal similaire l'une à l'autre, mais d'intensité différente, où le flux de chaleur le plus élevé appartenait à F1, suivi de F2, puis de F3. Ainsi, l'augmentation du rapport Terre/Ciment a entraîné une diminution de l'intensité d'hydratation ainsi qu'un retard dans l'atteinte du pic d'intensité d'hydratation. La chaleur cumulée dégagée pendant les 48 premières heures d'hydratation a

également diminué avec l'augmentation du rapport Terre/Ciment, où F1 avait la chaleur cumulée la plus élevée (95,42 J/g), suivie par F2 (65,37 J/g), puis par F3 (45,96 J/g).

Par conséquent, les essais calorimétriques montrent que l'augmentation du rapport Terre/Ciment, et donc la diminution de la quantité de ciment par rapport à la composition totale du mélange, entraîne une diminution de la chaleur cumulée dégagée, de l'intensité globale de l'hydratation et de la réactivité du mélange.

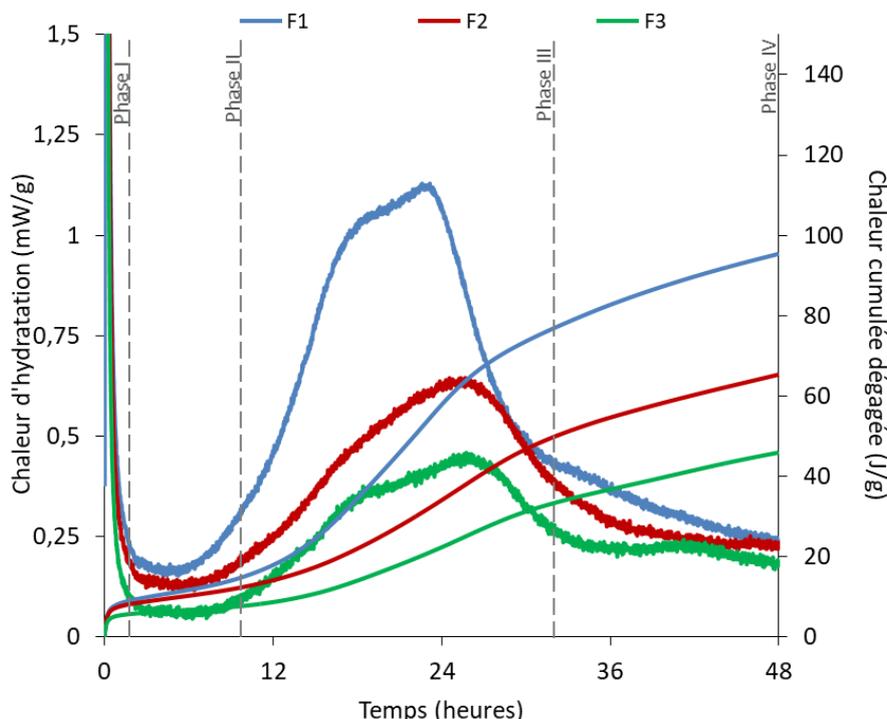


Figure 4.37: Chaleur d'hydratation et chaleur cumulée dégagée par les pâtes de fines par calorimétrie isotherme

5.3. Analyse thermogravimétrique

Une analyse thermogravimétrique (ATG) a également été réalisée sur les pâtes de fines des trois formulations afin de quantifier l'hydratation et la teneur en portlandite des mélanges en fonction de la température. La Figure 4.38 montre les courbes de perte de masse TG (%) et les courbes dérivées de la perte de masse DTG (%/min). De plus, le Tableau 4.9 montre la perte de masse et la teneur en portlandite entre 400 °C et 550 °C pour les trois mélanges après 28 jours d'hydratation.

Les résultats montrent une tendance similaire de la perte de masse avec la température pour les trois mélanges. Cependant, F1 a enregistré la plus grande perte de masse, suivi de F2, puis de F3, d'où la plus grande consommation de portlandite dans F1, suivi de F2, puis de F3. Ainsi, l'augmentation du rapport Terre/Ciment et donc la réduction de la quantité de ciment par rapport à la composition totale du mélange, entraîne une diminution de la réactivité et de l'hydratation des mélanges.

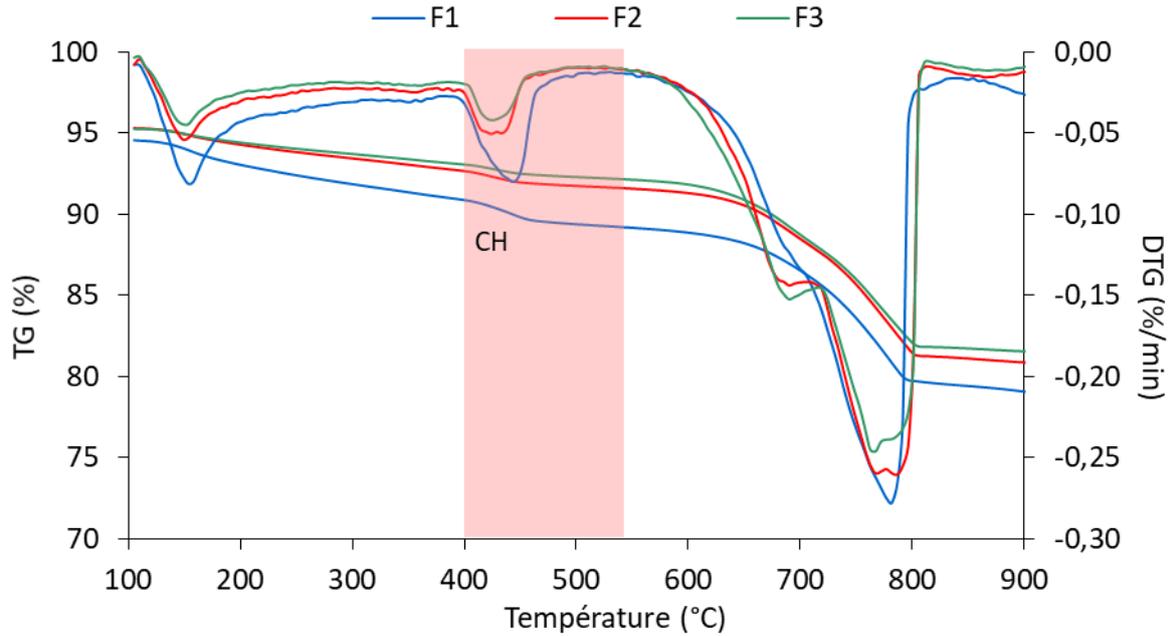


Figure 4.38: Courbes ATG des pâtes de fines après 28 jours d'hydratation

Tableau 4.9: Perte de masse et teneur en portlandite des pâtes de fines mesurées après 28 jours d'hydratation en (%) par ATG

Pâte de fines (ciment + terre < 80µm)	Δm mesuré (%)	CH mesuré (%)
F1	1,71	7,03
F2	1,09	4,48
F3	0,94	3,86

6. Acceptabilité environnementale des formulations imprimables à base de terre excavée

Avant de vérifier l'innocuité environnementale des matériaux imprimés à base de terre excavée, des essais de lixiviation ont été réalisés sur la terre excavée avant formulation selon la norme européenne NF EN 12457-2. Ces essais sont nécessaires pour déterminer la teneur en polluants. Les résultats obtenus, exprimés en mg/kg de matière sèche, sont présentés dans le Tableau 4.10 ci-dessous, puis comparés aux seuils d'admission des stations de stockage (ISDI et ISDND) afin de classer la terre ainsi qu'aux seuils spécifiés dans le guide méthodologique Sétra (2011) [230] afin de valider son acceptabilité environnementale pour son utilisation en impression 3D.

En effet, bien que le guide Sétra soit destiné aux matériaux alternatifs en technique routière, il a été utilisé dans le cadre de cette étude, puisqu'il n'existe pas de guide concernant l'acceptabilité environnementale des matériaux alternatifs en impression 3D.

Tableau 4.10: Valeurs des contaminants dans la terre excavée et valeurs seuils selon l'admission des stations de stockage et le guide méthodologique Sétra en (mg/kg)

Eléments	Terre	ISDI	ISDND	Guide Sétra (2011) 100% des échantillons
As	< 0,1	0,5	2	1,5
Ba	0,047	20	100	60
Cd	< 0,009	0,04	1	0,12
Cr	< 0,004	0,5	10	1,5
Cu	< 0,02	2	50	6
Mo	0,229	0,5	10	1,5
Ni	< 0,05	0,4	10	1,2
Pb	< 0,03	0,5	10	1,5
Sb	< 0,06	0,06	0,7	0,18
Se	< 0,08	0,1	0,5	0,3
Zn	< 0,01	4	50	12
Chlorures	12	800	15 000	2 400
Fluorures	24	10	150	30
Sulfates	1 485	1 000	20 000	3 000
Fraction soluble	1 588,51	---	---	12 000

Les valeurs de contaminants trouvées lors de cette analyse pour la terre excavée étaient inférieures aux valeurs seuils du référentiel ISDI (arrêté du 28 octobre 2010) sauf pour les fluorures et les sulfates, mais inférieures à toutes les valeurs seuils du référentiel ISDND (arrêté du 9 septembre 1997). La terre peut donc être considérée et classée comme un matériau « non inerte non dangereuse ». La valorisation de la terre dans la construction d'ouvrages de génie civil et dans une matrice cimentaire est donc possible d'un point de vue environnemental. De plus, en comparant les valeurs obtenues pour la terre avec les valeurs fixées dans le guide méthodologique Sétra pour 100% des échantillons, aucun dépassement n'a été observé, ce qui permet donc l'utilisation de la terre en technique routière et en impression 3D, comme dans cette étude.

Suite à cette vérification, des analyses chimiques par lixiviation sur les formulations imprimables valorisant de la terre excavée (F1, F1 et F3) sont réalisées sur les fractions inférieures à 4 mm des mortiers durcis après 28 jours d'hydratation. Les résultats sont présentés dans le Tableau 4.11 ci-dessous, puis comparés aux seuils d'admission des stations de stockage (ISDI et ISDND) ainsi qu'aux seuils spécifiés dans le guide méthodologique Sétra.

Tableau 4.11: Valeurs des contaminants dans les formulations imprimables (F1, F2 et F3) et valeurs seuils selon l'admission des stations de stockage et le guide méthodologique Sétra en (mg/kg)

Eléments	Formulations			ISDI	ISDND	Guide Sétra (2011) 100% des échantillons
	F1	F2	F3			
As	< 0,1	< 0,1	< 0,1	0,5	2	1,5
Ba	15,55	14,21	12,04	20	100	60
Cd	< 0,009	< 0,009	< 0,009	0,04	1	0,12
Cr	0,16	0,11	0,11	0,5	10	1,5
Cu	0,058	0,056	0,046	2	50	6
Mo	0,10	0,14	0,18	0,5	10	1,5
Ni	< 0,05	< 0,05	< 0,05	0,4	10	1,2
Pb	< 0,03	< 0,03	< 0,03	0,5	10	1,5
Sb	< 0,06	< 0,06	< 0,06	0,06	0,7	0,18
Se	< 0,08	< 0,08	< 0,08	0,1	0,5	0,3
Zn	0,019	< 0,01	< 0,01	4	50	12
Chlorures	56	39	34	800	15 000	2 400
Fluorures	12	11	12	10	150	30
Sulfates	91	61	56	1000	20 000	3 000
Fraction soluble	18 594,47	16 477,39	16 453,42	---	---	12 000

Les valeurs de contaminants trouvées lors de cette analyse pour les formulations imprimables à base de terre étaient inférieures aux valeurs seuils du référentiel ISDI (arrêté du 28 octobre 2010) sauf pour les fluorures, mais inférieures à toutes les valeurs seuils du référentiel ISDND (arrêté du 9 septembre 1997). Les mélanges peuvent donc être considérés et classés comme « non inertes non dangereux ». En outre, en comparant les valeurs obtenues aux valeurs fixées dans le guide méthodologique Sétra pour 100% des échantillons, un dépassement de la valeur de la fraction soluble a été observé pour toutes les formulations. Cependant, les valeurs de chlorures et de sulfates pour ces mélanges étaient inférieures à celles spécifiées dans le guide qui indique qu'il convient de respecter soit les valeurs associées aux chlorures et aux sulfates, soit de respecter les valeurs associées à la fraction soluble pour qu'un matériau soit considéré comme conforme. Par conséquent, les formulations élaborées à base de terre peuvent être considérées comme acceptables d'un point de vue environnemental et leur application en technique routière et en impression 3D, comme dans cette étude, s'avère possible.

7. Application de formulations imprimables à base de terre excavée à l'échelle réelle de construction

Pour que les formulations imprimables élaborées dans ce chapitre puissent être utilisées dans le cadre d'une construction réelle, il ne suffit pas qu'elles répondent aux exigences d'imprimabilité et d'innocuité environnementale uniquement. La résistance des mélanges doit également être vérifiée vis-à-vis de l'application souhaitée, étant donné la grande quantité de terre et la faible quantité de ciment présentes dans les formulations. Il est donc nécessaire de s'assurer que la résistance des mélanges imprimables est suffisante et satisfaisante afin d'envisager la possibilité de remplacer le béton classique normalement utilisé dans la construction. L'objectif est donc d'attribuer une classe de résistance aux mélanges imprimables à base de terre et de comparer leur résistance aux résistances

minimales requises pour les structures utilisées dans la construction, telles qu'un mur porteur ou non porteur en maçonnerie ou en béton armé.

Ainsi, le Tableau 4.12 rappelle la résistance à la compression à 28 jours des éprouvettes imprimées avec l'imprimante et testées dans les directions Y et Z pour les trois formulations.

Tableau 4.12: Résistance à la compression des formulations imprimables à 28 jours en (MPa)

	F1	F2	F3
Résistance à la compression à 28 jours (MPa)	33-34	23-26	16-17

La construction des ouvrages traditionnels est souvent réalisée en maçonnerie courante, notamment en blocs en béton de granulats courants ou légers (parpaings), en briques et en béton cellulaire. En effet, il existe plusieurs types de blocs, tels que les blocs à enduire ou de parement et montés à joints horizontaux et verticaux maçonnés, collés, ou sans joint vertical (bloc à emboîtement). Ces blocs sont utilisés en maçonnerie porteuses et non porteuses dans toutes les formes de murs y compris les murs simples, doubles, les cloisons, les refends, les soubassements et l'utilisation générale au-dessous du niveau du sol y compris les murs de protection contre l'incendie, l'isolation thermique, acoustique.

Il existe trois types principaux de blocs : les blocs creux, perforés et pleins, et accessoires. Cependant, ces trois types ne disposent pas tous de la même résistance. En fait, pour les blocs à enduire de granulats courants, par exemple, il existe cinq classes principales de résistance différentes, comme le montre le Tableau 4.13 ci-dessous [240].

Tableau 4.13: Classes de résistance pour le parpaing (blocs en béton de granulats courants)

Classes de résistance pour le parpaing (blocs en béton de granulats courants)					
La classe	B40	B60	B80	B120	B160
La résistance (MPa)	4	6	8	12	16

Les blocs creux sont le type le plus courant de parpaings utilisés pour fonder un mur ou une cloison. Le bloc creux est le type de parpaing le moins cher et le plus léger et est normalement disponible dans les classes de résistance B40, B60 et B80. En revanche, les blocs perforés ou pleins sont le type de parpaings le plus lourds, et sont utilisés pour la fondation d'un soubassement d'une maison ou d'un sous-sol enterré. Ils ont une résistance plus élevée que les blocs creux, peuvent supporter une charge plus importante et appartiennent à la classe de résistance B80 à B160. Enfin, les blocs accessoires regroupent tous les autres blocs utilisés à des usages spécifiques.

En comparant les résistances de F1, F2 et F3 aux résistances des différentes classes de parpaings du Tableau 4.13, les résistances des trois mélanges dépassent les résistances de toutes les classes de parpaings. Par conséquent, l'impression 3D de ces mélanges pourrait théoriquement remplacer les différents types et classes de parpaings utilisés dans les différents applications mentionnées ci-dessus, telles que la fondation d'un mur, une cloison, un soubassement de maison ou un sous-sol enterré, etc., ayant une fonction non porteuse ou porteuse.

Les Figures 4.39 (a) et (b) montrent un exemple de mur fondé par des parpaings et un autre mur équivalent en résistance réalisé et rempli par une succession de couches superposées imprimées en 3D, respectivement.

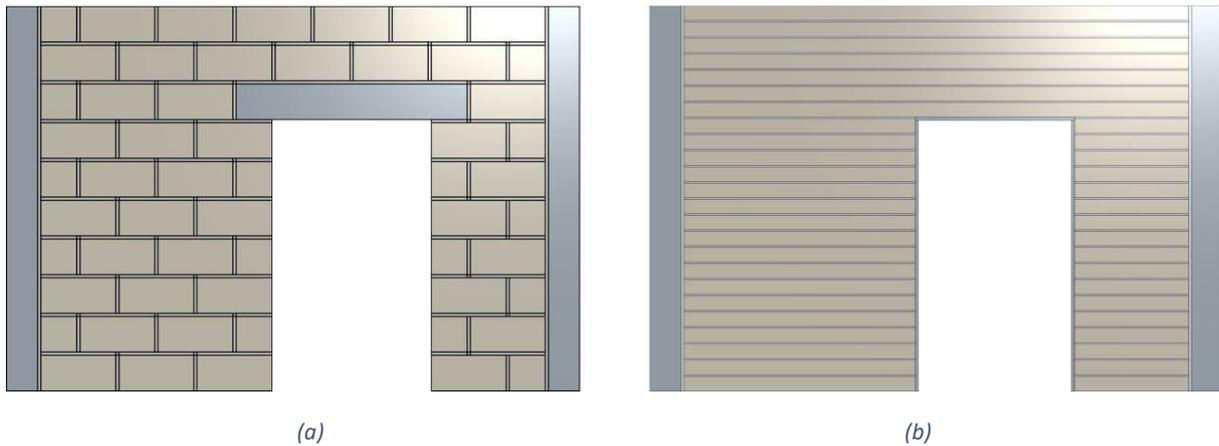


Figure 4.39: Mur de résistance équivalente réalisé avec (a) des parpaings et (b) des couches imprimées en 3D

En outre, les résistances à la compression des formulations de cette étude (16 à 33 MPa) dépassent largement les résistances obtenues pour un matériau imprimable également développé à partir de terre excavée brute non traitée par Perrot et al. [210], comprises entre 1,21 et 1,7 MPa. Cependant, la terre brute avec 60% de particules plus fines que $10\ \mu\text{m}$ dans [210] a été activée avec un liant d'alginate à prise rapide Cimalgin HS3, qui est peu susceptible de produire les mêmes résistances qu'une terre activée avec un liant hydraulique tel que le ciment portland. Pourtant, les résistances présentées par leur terre imprimable étaient du même ordre que celles d'une argile de torchis conventionnelle, ce qui démontre que des faibles résistances sont encore possibles pour un matériau imprimable, en fonction de l'application prévue.

Dans une autre étude menée par d'Haese et al. [241], cinq mélanges à base de fibres de lin, de fines d'argile de carrière de moins de $100\ \mu\text{m}$, d'un ciment de haut fourneau de qualité supérieure et d'un adjuvant/superplastifiant ont été développés et testés dans le but d'obtenir un matériau structural imprimable. Ils ont trouvé des résistances à la compression comprises entre 6,5 et 17,3 MPa, et ont sélectionné le mélange le plus résistant avec une proportion de 30% de ciment par rapport aux matériaux secs (ciment + fines de carrières) pour réaliser un mur structural, indiquant que la résistance obtenue par ce mélange est supérieure à celle requise pour une maison à deux étages. Ils ont également noté l'importance de la proportion de ciment dans la conception des mélanges de matériaux de construction. Cependant, les formulations de cette étude (F1, F2 et F3), avec une teneur en ciment de 30, 20 et 15%, respectivement, par rapport aux matériaux secs des mélanges (ciment + terre), ont montré des résistances à la compression d'environ 34, 26 et 17 MPa, respectivement. Par conséquent, une résistance équivalente à celle du mélange structural contenant 30% de ciment développé par d'Haese et al. [241] a été enregistrée par F3 contenant la moitié du ciment (15%), démontrant ainsi la possibilité de considérer les trois mélanges de cette étude (F1, F2 et F3) comme des mélanges imprimables appropriés pour la réalisation de murs structuraux porteurs.

8. Conclusion

L'objectif de ce chapitre est de valoriser de la terre excavée dans des formulations imprimables résistantes, écologiques et durables.

Une méthodologie de formulation en plusieurs parties a été suivie afin de mettre en place trois formulations imprimables. La première partie consistait à trouver le superplastifiant et le dosage de saturation les plus appropriés pour les différents mélanges en utilisant deux méthodes : le temps d'écoulement avec le cône de Marsh et le diamètre d'étalement avec le mini-cône. Des essais itératifs de saturation ont montré que MasterGlenium ACE 456 était le superplastifiant le plus approprié et le

plus fluidifiant pour le ciment seul, pour la partie fine de la terre ainsi que pour les mélanges de ciment/terre fine. MasterGlenium ACE 456 a donc été choisi pour développer les formulations imprimables. La deuxième partie de la démarche méthodologique visait à trouver le dosage approprié de superplastifiant pour chacune des trois formulations, contenant de différentes quantités de terre : 70, 80 et 85% par rapport à la masse totale des composants secs (ciment et terre) des mélanges. Le dosage convenable a été sélectionné après avoir réalisé plusieurs tests répétitifs à l'échelle du laboratoire afin de garantir la conformité aux exigences d'imprimabilité (i.e., extrudabilité et buildabilité) définies dans le cahier des charges expérimental. L'extrudabilité a été évaluée à l'aide d'un pistolet manuel et la buildabilité à l'aide de l'essai d'affaissement modifié. Une fois l'imprimabilité des trois formulations validée à petite échelle, elles ont été imprimées à l'aide d'une imprimante de laboratoire, ce qui a permis de vérifier leur imprimabilité à différentes échelles. Les formulations ont ensuite été caractérisées par différents tests à l'état frais ainsi qu'à l'état durci.

Pour les essais à l'état frais, les résultats ont montré que la fluidité, le diamètre d'étalement et le temps de prise diminuaient avec l'augmentation du rapport Terre/Ciment dans le mélange. En outre, l'augmentation du rapport Terre/Ciment a également entraîné un durcissement et un développement de seuil de cisaillement plus rapides au cours du temps.

Pour les essais à l'état durci, l'augmentation du rapport Terre/Ciment a provoqué une diminution de la résistance à la compression. En addition, différentes méthodes de fabrication d'éprouvettes ont été réalisées afin de mettre en évidence l'effet de l'impression 3D sur la résistance à la compression. Les résultats ont montré que la résistance des éprouvettes imprimées par pistolet était la plus faible, en raison de la porosité et des irrégularités présentes sur les côtés où la charge de compression a été appliquée. Néanmoins, la résistance des éprouvettes non compactées et imprimées avec l'imprimante était supérieure à celle des éprouvettes imprimées par pistolet et proche à celles des éprouvettes réalisées selon la norme. De plus, la porosité totale la plus élevée correspondait aux éprouvettes imprimées avec le pistolet, tandis que la plus faible porosité correspondait aux éprouvettes imprimées avec l'imprimante. Cette faible porosité observée chez les éprouvettes réalisées par l'imprimante peut s'expliquer par la pression additionnelle appliquée sur le matériau lors de son extrusion de la buse de l'imprimante, ce qui pourrait aboutir à une matrice plus dense et moins poreuse.

L'hydratation a également été évaluée pour voir l'influence de l'ajout de terre sur la réactivité des mélanges. Les tests calorimétriques et les analyses thermogravimétriques ont montré que la réactivité globale et l'hydratation des mélanges diminuaient avec l'augmentation du rapport Terre/Ciment dans les formulations. En outre, l'innocuité et l'acceptabilité environnementale des formulations imprimables élaborées à partir de la terre excavée ont été vérifiées par des tests de lixiviation.

La composition des trois formulations imprimables élaborées en kg/m³ est présentée dans le Tableau 4.14 ci-dessous, où F1 représente la formulation contenant la plus faible quantité de terre, suivie de F2, contenant une quantité moyenne de terre, et de F3, contenant la plus importante quantité de terre.

Tableau 4.14: Composition des trois formulations imprimables en (kg/m³)

	Composition des 3 formulations imprimables en kg/m ³		
	F1	F2	F3
Ciment	532	369	282
Terre	1243	1477	1602
Eau	362	322	301
SP	15	21	24

Comme le montre le Tableau 4.14, les formulations imprimables ont une teneur élevée en terre et une faible teneur en ciment. En effet, les formulations F1, F2, et F3 contiennent environ 2, 4 et 6 fois plus de terre que de ciment, respectivement, ce qui démontre la possibilité de concevoir des éco-impressions à partir de grandes quantités de terre excavée et de faibles quantités de ciment. Cette réduction du ciment permettra de diminuer les coûts de construction en réduisant les coûts des matériaux, et de réduire l'impact environnemental négatif et la quantité de CO₂ libérée par le processus de fabrication du ciment. Par conséquent, les formulations développées peuvent être considérées comme satisfaisantes aux niveaux écologiques et économiques.

En outre, et afin d'étudier la possibilité d'appliquer les formulations imprimables élaborées dans ce chapitre à l'échelle réelle de la construction, leur résistance à la compression a été comparée à celle de différents types et classes de blocs de granulats courants (parpaings). Il a été constaté que les trois formulations dépassaient la résistance de toutes les classes de parpaings. L'impression 3D de couches successives et superposées de ces trois mélanges pourrait ainsi être utilisée pour construire des murs porteurs ou non porteurs souvent constitués d'éléments de maçonnerie, tels que des blocs en béton de granulats courants. Le remplacement des différents types et classes de parpaings par des couches imprimées à base de terre excavée de résistance équivalente et acceptable devient possible. Par conséquent, les formulations peuvent également être considérées comme satisfaisantes en termes de résistance.

Néanmoins, même si la durabilité n'a pas été exclusivement abordée et évaluée dans cette étude pour les formulations imprimables, des critères et indicateurs de durabilité ont été adressés, tels que la porosité et la teneur en portlandite par l'ATG.

En conclusion, dans ce chapitre, trois formulations imprimables résistantes, écologiques et durables contenant de grandes quantités de terre excavée ont pu être développées.

Conclusion générale

Ce travail de recherche s'intéresse à la valorisation de différents types de matériaux alternatifs dans l'impression 3D. La thèse aborde deux axes principaux de valorisation. Le premier vise à développer des formulations imprimables à partir d'une matrice cimentaire intégrant deux matériaux alternatifs : des sédiments de dragage, en tant que liant, et des poudres de fibres de verre polyester, en tant que renfort. Le deuxième vise à développer des formulations imprimables à partir de la terre excavée.

Une méthodologie expérimentale est adoptée pour la mise en œuvre des mélanges contenant les matériaux alternatifs. Tout d'abord, un cahier des charges expérimental est défini puis suivi afin de valider l'imprimabilité des mélanges élaborés. Le cahier des charges exige que les mélanges répondent aux deux propriétés d'imprimabilité suivantes : extrudabilité et buildabilité. L'extrudabilité est évaluée à l'aide d'un pistolet manuel et la buildabilité par l'essai d'affaissement modifié. D'une part, le mélange est considéré comme extrudable s'il a un aspect suffisamment fluide pour s'écouler assez facilement par la buse du pistolet sans provoquer de blocage au niveau de la buse d'extrusion. D'autre part, le mélange frais est considéré comme buildable si sa hauteur finale, mesurée après application d'une charge statique, n'est pas inférieure à 4,5 cm, ce qui correspond à la hauteur finale d'un matériau imprimable commercial et qui est choisi comme valeur seuil de hauteur minimale pour le test de buildabilité. Des impressions à plus grande échelle sont réalisées avec une imprimante 3D de laboratoire afin de valider l'imprimabilité obtenue à petite échelle. Ensuite, des essais d'évaluation des mortiers imprimables à l'état frais et durci sont réalisés. Plusieurs propriétés des mortiers sont évaluées, notamment le diamètre d'étalement, le temps de prise, l'évolution du seuil de cisaillement en fonction du temps, les résistances mécaniques et la porosité. Par ailleurs, afin de mettre en évidence l'influence de l'impression 3D sur les propriétés mécaniques, différentes méthodes de fabrication d'éprouvettes sont réalisées, telles que des éprouvettes réalisées selon la norme NF EN 196-1, des éprouvettes non compactées, et des éprouvettes imprimées au pistolet et à l'imprimante. De plus, l'hydratation et l'influence de l'ajout des différents matériaux alternatifs sur la réactivité des mélanges sont étudiées par des tests calorimétriques et des analyses thermogravimétriques. Enfin, des tests de lixiviation sont réalisés afin de valider l'innocuité et l'acceptabilité environnementale des mélanges imprimables élaborés à partir des matériaux alternatifs.

Une formulation cimentaire témoin imprimable, ne contenant aucun type de matériau alternatif, est développée à petite échelle puis imprimée à l'échelle d'une imprimante de laboratoire afin de valider son imprimabilité.

Valorisation de sédiments de dragage

Le sédiment flash calciné est tout d'abord valorisé dans la formulation témoin imprimable, en tant que liant, en produisant un liant binaire (ciment/sédiment flash calciné). Différents mélanges contenant du sédiment flash calciné sont testés, où le sédiment remplace le ciment par 5, 10, 15, 20 et 30%. Les mélanges contenant 5 et 10% de sédiments répondent aux exigences d'imprimabilité, tandis que les mélanges contenant 15, 20 et 30% de sédiments n'y répondent pas. Ensuite, des mélanges contenant du sédiment flash calciné et du filler calcaire sont également élaborés afin de produire un liant ternaire et de substituer davantage le ciment. Les pourcentages d'introduction de ces deux matériaux dans la formulation témoin sont de 10 et 20% pour le sédiment et de 10, 20 et 30% pour le filler calcaire. Deux mélanges imprimables sont obtenus. Le premier contient 10% de sédiments et 20% de filler calcaire et le second contient 20% de sédiments et 30% de filler calcaire. Par conséquent, avec l'ajout du filler calcaire, il est possible de valoriser davantage le sédiment flash calciné de 10% à 20% dans les

conditions de cette étude. Les mélanges imprimables élaborés dans cette partie sont imprimés à l'échelle d'une imprimante de laboratoire.

Les résultats montrent que l'ajout du sédiment entraîne une diminution de la fluidité, du diamètre d'étalement et du temps de prise, mais provoque une accélération du durcissement et du développement du seuil de cisaillement en fonction du temps. Ceci est attribué à la forte demande en eau du sédiment flash calciné, contrairement au filler calcaire qui a une faible demande en eau. En fait, les deux matériaux jouent un rôle opposé l'un à l'autre, où le sédiment provoque le durcissement et la rigidité du mélange, tandis que le filler calcaire améliore la maniabilité ainsi que l'ouvrabilité du mélange.

En ce qui concerne les résultats à l'état durci, l'augmentation du pourcentage de sédiment flash calciné et de filler calcaire entraîne une diminution de la résistance à la compression. Les éprouvettes non compactées ont des résistances plus élevées que les éprouvettes normalisées à 28 et 90 jours, et les éprouvettes imprimées par imprimante ont des résistances similaires aux éprouvettes normalisées mais plus élevées que les éprouvettes imprimées par pistolet. Cependant, aucune différence significative n'est observée au niveau de la direction d'application de la charge sur les éprouvettes imprimées avec l'imprimante. De plus, la porosité la plus élevée est observée pour les éprouvettes imprimées au pistolet, suivie par celle des éprouvettes réalisées selon la norme, puis celle des éprouvettes imprimées avec l'imprimante. La faible porosité observée dans les éprouvettes imprimées par rapport aux éprouvettes normalisées est due à la pression supplémentaire appliquée au matériau pendant le processus d'extrusion, ce qui permet d'obtenir un matériau plus dense, moins poreux et plus résistant.

De plus, les essais calorimétriques et les analyses thermogravimétriques montrent que la réactivité globale et l'hydratation des mélanges diminuent avec l'augmentation du pourcentage de sédiment et de filler calcaire.

D'ailleurs, avec les quatre mélanges imprimables développés valorisant du sédiment flash calciné, la quantité de ciment est réduite de 5, 10, 30 et 50%. Ainsi, pour un mélange imprimable de volume égal à 1 m³, la quantité de ciment est réduite de 838 kg à 798, 758, 595 et 430 kg pour les quatre mélanges, respectivement, où 35, 71 et 144 kg de sédiments sont valorisés. Néanmoins, même avec la substitution maximale de ciment de 50%, la résistance à la compression des mélanges imprimables est encore suffisante pour leur utilisation dans les applications de construction.

Valorisation de poudres de fibres de verre polyester

Différents mélanges contenant de poudres de fibres de verre polyester provenant du broyage fin de composites therm durcis sont testés. Les poudres sont introduites dans la formulation de contrôle imprimable en tant que renfort en substituant le sable de 2, 4, 6, 8 et 10%. Tous les mélanges testés répondent aux exigences d'imprimabilité du cahier des charges, et les mélanges contenant 4% et 10% de poudres de fibres de verre polyester sont imprimés à l'aide de l'imprimante.

Les résultats montrent que l'ajout des poudres de fibres de verre polyester diminue progressivement mais légèrement la fluidité, le diamètre d'étalement et le temps de prise, mais entraîne un durcissement et un développement de seuil de cisaillement plus rapides en fonction du temps. Cependant, la différence observée à l'état frais entre les mélanges n'est pas très significative. De plus, les résultats à l'état durci montrent que l'ajout de poudres de fibres de verre polyester entraîne une amélioration de 20, 16 et 15% de la résistance à la flexion des mélanges imprimés renforcés avec 2, 4 et 6% de poudres par rapport au mélange de référence, respectivement. En revanche, l'ajout de poudres n'a pas eu beaucoup d'effet sur la résistance à la compression. En outre, aucune différence

significative n'est observée dans la réactivité globale et l'hydratation des mélanges contenant différents dosages de poudres de fibres de verre polyester.

Valorisation de la terre excavée

Trois formulations imprimables à partir de terre excavée sont élaborées suite à une approche expérimentale qui consiste à comparer trois superplastifiants différents et à choisir le plus approprié ainsi que le dosage de saturation et le dosage adapté pour rendre les différentes formulations imprimables. Les tests de saturation sont réalisés selon deux méthodes : le temps d'écoulement avec le cône de Marsh et le diamètre d'étalement avec le mini-cône.

Les trois formulations imprimables élaborées sont acceptables du point de vue environnemental et contiennent un dosage de terre différent l'une de l'autre, soit environ 2, 4 et 6 fois le dosage de ciment respectivement. En outre, leur imprimabilité est validée à petite échelle ainsi qu'à l'échelle d'une imprimante de laboratoire.

Les résultats montrent que l'augmentation du rapport Terre/Ciment dans le mélange entraîne une diminution de la fluidité, du diamètre d'étalement et du temps de prise, mais conduit à un durcissement et un développement de seuil de cisaillement plus rapides en fonction du temps. En ce qui concerne les performances mécaniques, l'augmentation du rapport Terre/Ciment entraîne une réduction de la résistance à la compression, de la réactivité globale et de l'hydratation des mélanges. En outre, la résistance des éprouvettes imprimées par pistolet est la plus faible, tandis que la résistance des éprouvettes non compactées et imprimées avec l'imprimante est proche à celles des éprouvettes normalisées. De plus, les résistances obtenues dans les deux directions d'application de la charge sur les éprouvettes imprimées sont très proches les unes aux autres. En outre, l'augmentation de la quantité de la terre dans le mélange diminue la différence observée entre les résistances des quatre différents types d'éprouvettes pour un même mélange. Par ailleurs, la porosité totale la plus élevée correspond aux éprouvettes imprimées au pistolet, tandis que la porosité la plus faible correspond aux éprouvettes imprimées à l'imprimante, ce qui est dû à la pression supplémentaire appliquée sur le matériau lors de son extrusion de la buse de l'imprimante.

D'autre part, malgré le dosage élevé de terre et le faible dosage de ciment, les formulations sont considérées comme satisfaisantes en termes de résistance, puisqu'elles ont enregistré des résistances équivalentes ou même supérieures à toutes les classes de parpaings, ce qui rend leur application possible à l'échelle réelle de la construction.

Perspectives

Malgré tout ce qui a été fait dans cette thèse, et tous les résultats apportés concernant la valorisation des matériaux alternatifs dans l'impression 3D, il reste encore beaucoup de sujets à investiguer et de questions à se poser afin de fournir une compréhension complète et globale des différents facteurs pouvant influencer cette nouvelle technique de construction.

- Des formulations imprimables ont été développées avec un pourcentage de sédiments flash calcinés allant jusqu'à 20%. Il serait donc intéressant de développer des formulations incorporant encore plus de sédiments de dragage. Ceci pourrait être réalisé en optimisant le rapport Eau/Liant ainsi que le dosage du superplastifiant dans les formulations contenant des quantités élevées de sédiments.
- Sur la base des résultats de cette étude, il serait intéressant d'explorer les avantages de la finesse du sédiment flash calciné ainsi que la rigidité et la viscosité qu'il génère lorsqu'il est ajouté à des matériaux cimentaires imprimables, leur conférant ainsi un rôle de modificateur de viscosité naturel. Si cela peut être prouvé dans des travaux futurs, le recyclage des sédiments calcinés dans l'impression 3D permettrait non seulement de réduire l'impact environnemental en diminuant la consommation de ciment, mais aussi de minimiser l'utilisation d'adjuvants qui sont généralement nécessaires pour assurer une viscosité adéquate des mélanges imprimables.
- Il serait également intéressant d'explorer l'utilisation d'autres types de sédiments susceptibles d'avoir une réaction pouzzolanique plus importante après la calcination flash.
- En ce qui concerne les poudres de fibres de verre polyester, il serait intéressant d'essayer d'augmenter leur rugosité par un traitement approprié afin d'améliorer davantage la résistance à la flexion.
- Dans cette étude, la terre excavée a été utilisée pour remplacer le sable. Il serait intéressant de calciner la terre et de l'utiliser pour remplacer le ciment.
- Il serait prudent et judicieux de réaliser une étude rhéologique plus approfondie sur toutes les formulations imprimables élaborées dans cette étude.
- En termes d'évaluation de la durabilité et de la microstructure des éléments imprimés en 3D, il est nécessaire d'élargir le cadre de recherche. Ceci est fortement recommandé afin de surveiller la détérioration globale du béton imprimé et ses performances. Par conséquent, une meilleure compréhension de la distribution de la taille des pores du béton imprimé doit être effectuée et comparée à celle du béton normal. En particulier, l'effet de la pression de pompage sur le matériau imprimé doit être étudié, car c'est l'un des paramètres d'impression les plus influents sur ces propriétés.
- Il serait essentiel d'étudier le taux de rétraction et de séchage des formulations imprimables développées à partir de terre excavée, étant donné la nature absorbante de l'eau de la terre. En effet, cela conduit à la création de microfissures dans l'élément imprimé, ce qui pourrait alors entraîner une détérioration des performances globales de l'élément imprimé, notamment en termes de résistance mécanique et de durabilité. Par conséquent, il serait essentiel de trouver une méthode appropriée pour conférer à l'élément imprimé une plus grande capacité à résister à tous les types de rétrécissement.
- Il serait intéressant de réaliser une étude du cycle de vie des formulations imprimables élaborées à partir de sédiments de dragage et de terre excavée afin de comparer leur impact environnemental à celui des formulations imprimables déjà existantes et répandues dans la littérature.

- Maintenant que le mécanisme de valorisation a été étudié et évalué pour chacun des matériaux alternatifs dans une matrice imprimable, la prochaine étape pourrait consister à essayer de développer des mélanges imprimables combinant les trois matériaux alternatifs à la fois : les sédiments de dragage, les poudres de fibres de verre polyester et la terre excavée.
- Il serait également intéressant de réaliser des impressions 3D des formulations imprimables élaborées dans cette étude à l'échelle industrielle, afin de valider la fiabilité de la méthodologie de formulation suivie à l'échelle du laboratoire.

Références

- [1] ASTM International, F2792-12a - Standard Terminology for Additive Manufacturing Technologies, Rapid Manuf. Assoc. (2013) 10–12. <https://doi.org/10.1520/F2792-12A.2>.
- [2] B. Nematollahi, M. Xia, J. Sanjayan, Current progress of 3D concrete printing technologies, in: ISARC 2017 - Proc. 34th Int. Symp. Autom. Robot. Constr., 2017: pp. 260–267. <https://doi.org/10.22260/isarc2017/0035>.
- [3] S.M. Allen, E.M. Sachs, Three-dimensional printing of metal parts for tooling and other applications, *Met. Mater. Int.* 6 (2000) 589–594. <https://doi.org/10.1007/BF03028104>.
- [4] J.S. Pelz, N. Ku, M.A. Meyers, L.R. Vargas-Gonzalez, Additive manufacturing of structural ceramics: a historical perspective, *J. Mater. Res. Technol.* 15 (2021) 670–695. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.07.155>.
- [5] J.M. Jafferson, D. Chatterjee, A review on polymeric materials in additive manufacturing, *Mater. Today Proc.* 46 (2021) 1349–1365. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.02.485>.
- [6] S. Singamneni, Y. LV, A. Hewitt, R. Chalk, W. Thomas, D. Jordison, Additive Manufacturing for the Aircraft Industry: A Review, *J. Aeronaut. Aerosp. Eng.* 08 (2019). <https://doi.org/10.35248/2168-9792.19.8.215>.
- [7] C. Culmone, G. Smit, P. Breedveld, Additive manufacturing of medical instruments: A state-of-the-art review, *Addit. Manuf.* 27 (2019) 461–473. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2019.03.015>.
- [8] S. Mantihal, R. Kobun, B.B. Lee, 3D food printing of as the new way of preparing food: A review, *Int. J. Gastron. Food Sci.* 22 (2020) 100260. <https://doi.org/10.1016/j.ijgfs.2020.100260>.
- [9] J. Pegna, Exploratory investigation of solid freeform construction, *Autom. Constr.* 5 (1997) 427–437. [https://doi.org/10.1016/S0926-5805\(96\)00166-5](https://doi.org/10.1016/S0926-5805(96)00166-5).
- [10] B. Khoshnevis, Automated construction by contour crafting - Related robotics and information technologies, *Autom. Constr.* 13 (2004) 5–19. <https://doi.org/10.1016/j.autcon.2003.08.012>.
- [11] D. Lowke, E. Dini, A. Perrot, D. Weger, C. Gehlen, B. Dillenburger, Particle-bed 3D printing in concrete construction – Possibilities and challenges, *Cem. Concr. Res.* 112 (2018) 50–65. <https://doi.org/10.1016/J.CEMCONRES.2018.05.018>.
- [12] T.T. Le, S.A. Austin, S. Lim, R.A. Buswell, R. Law, A.G.F. Gibb, T. Thorpe, Hardened properties of high-performance printing concrete, *Cem. Concr. Res.* 42 (2012) 558–566. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2011.12.003>.
- [13] Fusion deposition modeling (FDM), (n.d.). https://images.adsttc.com/media/images/5a61/f207/f197/cc68/6c00/0136/slideshow/S__8937814.jpg?1516368384 (accessed February 15, 2023).
- [14] Robotic construction and exploring the limits of 3D printing with Enrico Dini - 3D Printing Industry, (n.d.). <https://3dprintingindustry.com/news/robotic-construction-exploring-limits-3d-printing-enrico-dini-99977/> (accessed February 15, 2023).
- [15] I. Hager, A. Golonka, R. Putanowicz, 3D Printing of Buildings and Building Components as the Future of Sustainable Construction?, *Procedia Eng.* 151 (2016) 292–299. <https://doi.org/10.1016/J.PROENG.2016.07.357>.
- [16] H. Al Jassmi, F. Al Najjar, A.H.I. Mourad, Large-Scale 3D Printing: The Way Forward, *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.* 324 (2018) 012088. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/324/1/012088>.
- [17] P. Poullain, E. Paquet, S. Garnier, B. Furet, On site deployment of 3D printing for the building construction – The case of YhnovaTM, *MATEC Web Conf.* 163 (2018) 163. <https://doi.org/10.1051/MATECCONF/201816301001>.
- [18] The Manufacturers of 3D Printed Houses - 3Dnatives, (n.d.). <http://www.3dnatives.com/en/3d-printed-house-companies-120220184/#!> (accessed January 20, 2023).
- [19] XtreeE | The large-scale 3D, (n.d.). <https://xtreee.com/> (accessed January 20, 2023).
- [20] Le leader mondial de l'impression 3D pour la construction | COBOD International, (n.d.).

- <https://cobod.com/fr/> (accessed January 20, 2023).
- [21] Stampante 3D per case | Crane WASP - Stampanti 3D | WASP, (n.d.). <https://www.3dwasp.com/stampante-3d-per-case-crane-wasp/> (accessed January 20, 2023).
- [22] C. Kohtala, Addressing sustainability in research on distributed production: an integrated literature review, *J. Clean. Prod.* 106 (2015) 654–668. <https://doi.org/10.1016/J.JCLEPRO.2014.09.039>.
- [23] S. Ford, M. Despeisse, Additive manufacturing and sustainability: an exploratory study of the advantages and challenges, *J. Clean. Prod.* 137 (2016) 1573–1587. <https://doi.org/10.1016/J.JCLEPRO.2016.04.150>.
- [24] S. Lim, T. Le, J. Webster, R. Buswell, S. Austin, A. Gibb, T. Thorpe, Fabricating construction components using layer manufacturing technology, in: *Glob. Innov. Constr. Conf. 2009*, 2009.
- [25] M. Valente, A. Sibai, M. Sambucci, Extrusion-Based Additive Manufacturing of Concrete Products: Revolutionizing and Remodeling the Construction Industry, *J. Compos. Sci.* 2019, Vol. 3, Page 88. 3 (2019) 88. <https://doi.org/10.3390/JCS3030088>.
- [26] M. Sakin, Y.C. Kiroglu, 3D Printing of Buildings: Construction of the Sustainable Houses of the Future by BIM, *Energy Procedia.* 134 (2017) 702–711. <https://doi.org/10.1016/J.EGYPRO.2017.09.562>.
- [27] M. Kreiger, J.M. Pearce, Environmental life cycle analysis of distributed three-dimensional printing and conventional manufacturing of polymer products, *ACS Sustain. Chem. Eng.* 1 (2013) 1511–1519. https://doi.org/10.1021/SC400093K/ASSET/IMAGES/MEDIUM/SC-2013-00093K_0011.GIF.
- [28] J. Faludi, C. Bayley, S. Bhogal, M. Iribarne, Comparing environmental impacts of additive manufacturing vs traditional machining via life-cycle assessment, (n.d.). <https://doi.org/10.1108/RPJ-07-2013-0067>.
- [29] F. Bos, R. Wolfs, Z. Ahmed, T. Salet, Additive manufacturing of concrete in construction: potentials and challenges of 3D concrete printing, *Virtual Phys. Prototyp.* 11 (2016) 209–225. <https://doi.org/10.1080/17452759.2016.1209867>.
- [30] M.A. Alzarrad, 3D Printing Applications in Construction from The Past and into The Future, (2019). <https://doi.org/10.3311/CCC2019-103>.
- [31] W. Gao, Y. Zhang, D. Ramanujan, K. Ramani, Y. Chen, C.B. Williams, C.C.L. Wang, Y.C. Shin, S. Zhang, P.D. Zavattieri, The status, challenges, and future of additive manufacturing in engineering, *Comput. Des.* 69 (2015) 65–89. <https://doi.org/10.1016/J.CAD.2015.04.001>.
- [32] B. Ahuja, M. Karg, M. Schmidt, Additive manufacturing in production: challenges and opportunities, <https://doi.org/10.1117/12.2082521>. 9353 (2015) 11–20. <https://doi.org/10.1117/12.2082521>.
- [33] D. Asprone, C. Menna, F.P. Bos, T.A.M. Salet, J. Mata-Falcón, W. Kaufmann, Rethinking reinforcement for digital fabrication with concrete, *Cem. Concr. Res.* 112 (2018) 111–121. <https://doi.org/10.1016/J.CEMCONRES.2018.05.020>.
- [34] T.T. Le, S.A. Austin, S. Lim, R.A. Buswell, A.G.F. Gibb, T. Thorpe, Mix design and fresh properties for high-performance printing concrete, *Mater. Struct. Constr.* 45 (2012) 1221–1232. <https://doi.org/10.1617/s11527-012-9828-z>.
- [35] V.N. Nerella, V. Mechtcherine, Studying the Printability of Fresh Concrete for Formwork-Free Concrete Onsite 3D Printing Technology (CONPrint3D), *3D Concr. Print. Technol.* (2019) 333–347. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-815481-6.00016-6>.
- [36] S. Lim, R.A. Buswell, T.T. Le, S.A. Austin, A.G.F. Gibb, T. Thorpe, Developments in construction-scale additive manufacturing processes, *Autom. Constr.* 21 (2012) 262–268. <https://doi.org/10.1016/j.autcon.2011.06.010>.
- [37] K. El Cheikh, S. Rémond, N. Khalil, G. Aouad, Numerical and experimental studies of aggregate blocking in mortar extrusion, *Constr. Build. Mater.* 145 (2017) 452–463. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.04.032>.
- [38] T. Wangler, E. Lloret, L. Reiter, N. Hack, F. Gramazio, M. Kohler, M. Bernhard, B. Dillenburger, J. Buchli, N. Roussel, R. Flatt, Digital Concrete: Opportunities and Challenges, *RILEM Tech. Lett.* 1

- (2016) 67. <https://doi.org/10.21809/rilemtechlett.2016.16>.
- [39] Y.W.D. Tay, G.H.A. Ting, Y. Qian, B. Panda, L. He, M.J. Tan, Time gap effect on bond strength of 3D-printed concrete, <https://doi.org/10.1080/17452759.2018.1500420>. 14 (2018) 104–113. <https://doi.org/10.1080/17452759.2018.1500420>.
- [40] Z. Liu, M. Li, T.N. Wong, M.J. Tan, Towards Additive Manufacturing: Pumping Flow Rate with Time-Dependent Material Rheology in 3D Cementitious Material Printing, *Mater. Sci. Forum.* 941 (2018) 2131–2136. <https://doi.org/10.4028/WWW.SCIENTIFIC.NET/MSF.941.2131>.
- [41] F.P. Bos, Z.Y. Ahmed, E.R. Jutinov, T.A.M. Salet, Experimental Exploration of Metal Cable as Reinforcement in 3D Printed Concrete, *Mater.* 2017, Vol. 10, Page 1314. 10 (2017) 1314. <https://doi.org/10.3390/MA10111314>.
- [42] B. Panda, S.C. Paul, L.J. Hui, Y.W.D. Tay, M.J. Tan, Additive manufacturing of geopolymer for sustainable built environment, *J. Clean. Prod.* 167 (2017) 281–288. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2017.08.165>.
- [43] J. Van Der Putten, M. Deprez, V. Cnudde, G. De Schutter, K. Van Tittelboom, Microstructural Characterization of 3D Printed Cementitious Materials, *Mater.* 2019, Vol. 12, Page 2993. 12 (2019) 2993. <https://doi.org/10.3390/MA12182993>.
- [44] L. Yang, S.M.E. Sepasgozar, S. Shirowzhan, A. Kashani, D. Edwards, Nozzle criteria for enhancing extrudability, buildability and interlayer bonding in 3D printing concrete, *Autom. Constr.* 146 (2023) 104671. <https://doi.org/10.1016/J.AUTCON.2022.104671>.
- [45] B. Panda, S.C. Paul, N.A.N. Mohamed, Y.W.D. Tay, M.J. Tan, Measurement of tensile bond strength of 3D printed geopolymer mortar, *Measurement.* 113 (2018) 108–116. <https://doi.org/10.1016/J.MEASUREMENT.2017.08.051>.
- [46] T. Ding, J. Xiao, S. Zou, Y. Wang, Hardened properties of layered 3D printed concrete with recycled sand, *Cem. Concr. Compos.* 113 (2020) 103724. <https://doi.org/10.1016/J.CEMCONCOMP.2020.103724>.
- [47] Y. Zhang, Y. Zhang, G. Liu, Y. Yang, M. Wu, B. Pang, Fresh properties of a novel 3D printing concrete ink, *Constr. Build. Mater.* 174 (2018) 263–271. <https://doi.org/10.1016/J.CONBUILDMAT.2018.04.115>.
- [48] A. Kazemian, X. Yuan, E. Cochran, B. Khoshnevis, Cementitious materials for construction-scale 3D printing: Laboratory testing of fresh printing mixture, *Constr. Build. Mater.* 145 (2017) 639–647. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.04.015>.
- [49] V. Mechtcherine, F.P. Bos, A. Perrot, W.R.L. da Silva, V.N. Nerella, S. Fataei, R.J.M. Wolfs, M. Sonebi, N. Roussel, Extrusion-based additive manufacturing with cement-based materials – Production steps, processes, and their underlying physics: A review, *Cem. Concr. Res.* 132 (2020) 106037. <https://doi.org/10.1016/J.CEMCONRES.2020.106037>.
- [50] M. Rubio, M. Sonebi, S. Amziane, 3D printing of fibre cement-based materials: fresh and rheological performances, *Acad. J. Civ. Eng.* 35 (2017) 480–488. <https://doi.org/10.26168/ICBBM2017.74>.
- [51] B. Baz, S. Remond, G. Aouad, Influence of the mix composition on the thixotropy of 3D printable mortars, *Mag. Concr. Res.* (2022) 1–13. <https://doi.org/10.1680/jmacr.20.00193>.
- [52] H. Ilcan, O. Sahin, A. Kul, G. Yildirim, M. Sahmaran, Rheological properties and compressive strength of construction and demolition waste-based geopolymer mortars for 3D-Printing, *Constr. Build. Mater.* 328 (2022) 127114. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2022.127114>.
- [53] B. Nematollahi, P. Vijay, J. Sanjayan, A. Nazari, M. Xia, V.N. Nerella, V. Mechtcherine, Effect of polypropylene fibre addition on properties of geopolymers made by 3D printing for digital construction, *Materials (Basel)*. 11 (2018). <https://doi.org/10.3390/ma11122352>.
- [54] J. Ye, C. Cui, J. Yu, K. Yu, J. Xiao, Fresh and anisotropic-mechanical properties of 3D printable ultra-high ductile concrete with crumb rubber, *Compos. Part B Eng.* 211 (2021) 108639. <https://doi.org/10.1016/J.COMPOSITESB.2021.108639>.
- [55] Y.W.D. Tay, B. Panda, S.C. Paul, N.A. Noor Mohamed, M.J. Tan, K.F. Leong, 3D printing trends in building and construction industry: a review, *Virtual Phys. Prototyp.* 12 (2017) 261–276. <https://doi.org/10.1080/17452759.2017.1326724>.

- [56] M. Kaszyńska, S. Skibicki, M. Hoffmann, 3D Concrete Printing for Sustainable Construction, *Energies* 2020, Vol. 13, Page 6351. 13 (2020) 6351. <https://doi.org/10.3390/EN13236351>.
- [57] S. Skibicki, M. Pułtorak, M. Kaszyńska, M. Hoffmann, E. Ekiert, D. Sibera, The effect of using recycled PET aggregates on mechanical and durability properties of 3D printed mortar, *Constr. Build. Mater.* 335 (2022) 127443. <https://doi.org/10.1016/J.CONBUILDMAT.2022.127443>.
- [58] A. Perrot, D. Rangedard, A. Pierre, Structural built-up of cement-based materials used for 3D-printing extrusion techniques, *Mater. Struct. Constr.* 49 (2016) 1213–1220. <https://doi.org/10.1617/s11527-015-0571-0>.
- [59] N. Roussel, G. Ovarlez, S. Garrault, C. Brumaud, The origins of thixotropy of fresh cement pastes, *Cem. Concr. Res.* 42 (2012) 148–157. <https://doi.org/10.1016/J.CEMCONRES.2011.09.004>.
- [60] N. Roussel, Rheological requirements for printable concretes, *Cem. Concr. Res.* 112 (2018) 76–85. <https://doi.org/10.1016/J.CEMCONRES.2018.04.005>.
- [61] Q.-H. Nguyen, N.-D. Nguyen, Incompressible Non-Newtonian Fluid Flows, (n.d.).
- [62] R.J.M. Wolfs, F.P. Bos, T.A.M. Salet, Early age mechanical behaviour of 3D printed concrete: Numerical modelling and experimental testing, *Cem. Concr. Res.* 106 (2018) 103–116. <https://doi.org/10.1016/J.CEMCONRES.2018.02.001>.
- [63] L.K. Mettler, F.K. Wittel, R.J. Flatt, H.J. Herrmann, Evolution of strength and failure of SCC during early hydration, *Cem. Concr. Res.* 89 (2016) 288–296. <https://doi.org/10.1016/J.CEMCONRES.2016.09.004>.
- [64] N. Roussel, A thixotropy model for fresh fluid concretes: Theory, validation and applications, *Cem. Concr. Res.* 36 (2006) 1797–1806. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2006.05.025>.
- [65] N. Roussel, Steady and transient flow behaviour of fresh cement pastes, *Cem. Concr. Res.* 35 (2005) 1656–1664. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2004.08.001>.
- [66] A. Perrot, A. Pierre, S. Vitaloni, V. Picandet, Prediction of lateral form pressure exerted by concrete at low casting rates, *Mater. Struct. Constr.* 48 (2015) 2315–2322. <https://doi.org/10.1617/S11527-014-0313-8/METRICS>.
- [67] A. V. Rahul, M. Santhanam, H. Meena, Z. Ghani, 3D printable concrete: Mixture design and test methods, *Cem. Concr. Compos.* 97 (2019) 13–23. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2018.12.014>.
- [68] B. Panda, M.J. Tan, Experimental study on mix proportion and fresh properties of fly ash based geopolymer for 3D concrete printing, *Ceram. Int.* 44 (2018) 10258–10265. <https://doi.org/10.1016/J.CERAMINT.2018.03.031>.
- [69] D. Marchon, R.J. Flatt, Impact of chemical admixtures on cement hydration, *Sci. Technol. Concr. Admixtures.* (2016) 279–304. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100693-1.00012-6>.
- [70] K. Pj, S. Cho, S. Zeranka, V.Z. Gpag, Multi-physics approach for improved thixotropy of cement-based materials for 3DPC, 1st Int. Conf. 3D Constr. Print. 2018 (2018) 26–28.
- [71] D. Jiao, C. Shi, Q. Yuan, X. An, Y. Liu, H. Li, Effect of constituents on rheological properties of fresh concrete-A review, *Cem. Concr. Compos.* 83 (2017) 146–159. <https://doi.org/10.1016/J.CEMCONCOMP.2017.07.016>.
- [72] E.P. Koehler, D.W. Fowler, Development of a Portable Rheometer for Fresh Portland Cement Concrete Sponsored by the Aggregates Foundation for Technology, Research and Education, (n.d.).
- [73] K. MA, G. LONG, Y. XIE, R. ZHU, Rheological Properties of Compound Pastes with Cement-Fly Ash-Limestone Powder, (n.d.). <https://doi.org/10.7521/J.ISSN.0454>.
- [74] M.K. Rahman, M.H. Baluch, M.A. Malik, Thixotropic behavior of self compacting concrete with different mineral admixtures, *Constr. Build. Mater.* 50 (2014) 710–717. <https://doi.org/10.1016/J.CONBUILDMAT.2013.10.025>.
- [75] V. Bonavetti, H. Donza, G. Menéndez, O. Cabrera, E.F. Irassar, Limestone filler cement in low w/c concrete: A rational use of energy, *Cem. Concr. Res.* 33 (2003) 865–871. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(02\)01087-6](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(02)01087-6).
- [76] S. Tsivilis, G. Batis, E. Chaniotakis, G. Grigoriadis, D. Theodossis, Properties and behavior of limestone cement concrete and mortar, *Cem. Concr. Res.* 30 (2000) 1679–1683.

- [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(00\)00372-0](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(00)00372-0).
- [77] Y. Qian, K. Lesage, K. El Cheikh, G. De Schutter, Effect of polycarboxylate ether superplasticizer (PCE) on dynamic yield stress, thixotropy and flocculation state of fresh cement pastes in consideration of the Critical Micelle Concentration (CMC), *Cem. Concr. Res.* 107 (2018) 75–84. <https://doi.org/10.1016/J.CEMCONRES.2018.02.019>.
- [78] N. Khalil, G. Aouad, K. El Cheikh, S. Rémond, Use of calcium sulfoaluminate cements for setting control of 3D-printing mortars, *Constr. Build. Mater.* 157 (2017) 382–391. <https://doi.org/10.1016/J.CONBUILDMAT.2017.09.109>.
- [79] K.H. Khayat, Viscosity-enhancing admixtures for cement-based materials — An overview, *Cem. Concr. Compos.* 20 (1998) 171–188. [https://doi.org/10.1016/S0958-9465\(98\)80006-1](https://doi.org/10.1016/S0958-9465(98)80006-1).
- [80] M. Palacios, R.J. Flatt, Working mechanism of viscosity-modifying admixtures, *Sci. Technol. Concr. Admixtures.* (2016) 415–432. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100693-1.00020-5>.
- [81] M. Daukšys, A. Klovas, Calculation of plastic viscosity of concrete mixture using the modified empirical formula, *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.* 442 (2018). <https://doi.org/10.1088/1757-899X/442/1/012018>.
- [82] J.T. Kolawole, R. Combrinck, W.P. Boshoff, Measuring the thixotropy of conventional concrete: The influence of viscosity modifying agent, superplasticiser and water, *Constr. Build. Mater.* 225 (2019) 853–867. <https://doi.org/10.1016/J.CONBUILDMAT.2019.07.240>.
- [83] R.A. Buswell, W.R. Leal de Silva, S.Z. Jones, J. Dirrenberger, 3D printing using concrete extrusion: A roadmap for research, *Cem. Concr. Res.* 112 (2018) 37–49. <https://doi.org/10.1016/J.CEMCONRES.2018.05.006>.
- [84] D. Marchon, S. Kawashima, H. Bessaies-Bey, S. Mantellato, S. Ng, Hydration and rheology control of concrete for digital fabrication: Potential admixtures and cement chemistry, *Cem. Concr. Res.* 112 (2018) 96–110. <https://doi.org/10.1016/J.CEMCONRES.2018.05.014>.
- [85] D.P. Bentz, S.Z. Jones, M.A. Peltz, P.E. Stutzman, Mitigation of autogenous shrinkage in repair mortars via internal curing, *Concr. Aust.* 41 (2015) 35–39.
- [86] B. Panda, S. Chandra Paul, M. Jen Tan, Anisotropic mechanical performance of 3D printed fiber reinforced sustainable construction material, *Mater. Lett.* 209 (2017) 146–149. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2017.07.123>.
- [87] G. Ma, J. Zhang, L. Wang, Z. Li, J. Sun, Mechanical characterization of 3D printed anisotropic cementitious material by the electromechanical transducer, *Smart Mater. Struct.* 27 (2018) 075036. <https://doi.org/10.1088/1361-665X/AAC789>.
- [88] T.D. Ngo, A. Kashani, G. Imbalzano, K.T.Q. Nguyen, D. Hui, Additive manufacturing (3D printing): A review of materials, methods, applications and challenges, *Compos. Part B Eng.* 143 (2018) 172–196. <https://doi.org/10.1016/J.COMPOSITESB.2018.02.012>.
- [89] Y.W.D. Tay, M.Y. Li, M.J. Tan, Effect of printing parameters in 3D concrete printing: Printing region and support structures, *J. Mater. Process. Technol.* 271 (2019) 261–270. <https://doi.org/10.1016/J.JMATPROTEC.2019.04.007>.
- [90] S.C. Paul, Y.W.D. Tay, B. Panda, M.J. Tan, Fresh and hardened properties of 3D printable cementitious materials for building and construction, *Arch. Civ. Mech. Eng.* 18 (2018) 311–319. <https://doi.org/10.1016/J.ACME.2017.02.008>.
- [91] P. Feng, X. Meng, J.F. Chen, L. Ye, Mechanical properties of structures 3D printed with cementitious powders, *Constr. Build. Mater.* 93 (2015) 486–497. <https://doi.org/10.1016/J.CONBUILDMAT.2015.05.132>.
- [92] D. De Koker, Manufacturing processes for engineered cement-based composite material products, M.Sc. Thesis, Stellenbosch Univ. South Africa. (2004).
- [93] R.J.M. Wolfs, F.P. Bos, T.A.M. Salet, Hardened properties of 3D printed concrete: The influence of process parameters on interlayer adhesion, *Cem. Concr. Res.* 119 (2019) 132–140. <https://doi.org/10.1016/J.CEMCONRES.2019.02.017>.
- [94] B. Zareian, B. Khoshnevis, Interlayer adhesion and strength of structures in Contour Crafting - Effects of aggregate size, extrusion rate, and layer thickness, *Autom. Constr.* 81 (2017) 112–121. <https://doi.org/10.1016/J.AUTCON.2017.06.013>.

- [95] H. Lee, J.H.J. Kim, J.H. Moon, W.W. Kim, E.A. Seo, Correlation between pore characteristics and tensile bond strength of additive manufactured mortar using X-ray computed tomography, *Constr. Build. Mater.* 226 (2019) 712–720. <https://doi.org/10.1016/J.CONBUILDMAT.2019.07.161>.
- [96] A.R. Arunothayan, B. Nematollahi, R. Ranade, S.H. Bong, J.G. Sanjayan, K.H. Khayat, Fiber orientation effects on ultra-high performance concrete formed by 3D printing, *Cem. Concr. Res.* 143 (2021) 106384. <https://doi.org/10.1016/J.CEMCONRES.2021.106384>.
- [97] P.O. Akadiri, E.A. Chinyio, P.O. Olomolaiye, Design of A Sustainable Building: A Conceptual Framework for Implementing Sustainability in the Building Sector, *Build.* 2012, Vol. 2, Pages 126–152. 2 (2012) 126–152. <https://doi.org/10.3390/BUILDINGS2020126>.
- [98] M. Pitt, M. Tucker, M. Riley, J. Longden, Towards sustainable construction: Promotion and best practices, *Constr. Innov.* 9 (2009) 201–224. <https://doi.org/10.1108/14714170910950830/FULL/PDF>.
- [99] M.C.G. Juenger, F. Winnefeld, J.L. Provis, J.H. Ideker, Advances in alternative cementitious binders, *Cem. Concr. Res.* 41 (2011) 1232–1243. <https://doi.org/10.1016/J.CEMCONRES.2010.11.012>.
- [100] I. Holton, J. Glass, A. Price, Developing a successful sector sustainability strategy: six lessons from the UK construction products industry, *Corp. Soc. Responsib. Environ. Manag.* 15 (2008) 29–42. <https://doi.org/10.1002/CSR.135>.
- [101] G.K.C. Ding, Sustainable construction—The role of environmental assessment tools, *J. Environ. Manage.* 86 (2008) 451–464. <https://doi.org/10.1016/J.JENVMAN.2006.12.025>.
- [102] I. Agustí-Juan, F. Müller, N. Hack, T. Wangler, G. Habert, Potential benefits of digital fabrication for complex structures: Environmental assessment of a robotically fabricated concrete wall, *J. Clean. Prod.* 154 (2017) 330–340. <https://doi.org/10.1016/J.JCLEPRO.2017.04.002>.
- [103] H. Alhumayani, M. Gomaa, V. Soebarto, W. Jabi, Environmental assessment of large-scale 3D printing in construction: A comparative study between cob and concrete, *J. Clean. Prod.* 270 (2020) 122463. <https://doi.org/10.1016/J.JCLEPRO.2020.122463>.
- [104] I. Agustí-Juan, G. Habert, Environmental design guidelines for digital fabrication, *J. Clean. Prod.* 142 (2017) 2780–2791. <https://doi.org/10.1016/J.JCLEPRO.2016.10.190>.
- [105] C. Zhang, V.N. Nerella, A. Krishna, S. Wang, Y. Zhang, V. Mechtcherine, N. Banthia, Mix design concepts for 3D printable concrete: A review, *Cem. Concr. Compos.* 122 (2021) 104155. <https://doi.org/10.1016/J.CEMCONCOMP.2021.104155>.
- [106] M. Hambach, D. Volkmer, Properties of 3D-printed fiber-reinforced Portland cement paste, *Cem. Concr. Compos.* 79 (2017) 62–70. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2017.02.001>.
- [107] B. Panda, J.H. Lim, M.J. Tan, Mechanical properties and deformation behaviour of early age concrete in the context of digital construction, *Compos. Part B Eng.* 165 (2019) 563–571. <https://doi.org/10.1016/J.COMPOSITESB.2019.02.040>.
- [108] Z. Liu, M. Li, Y. Weng, T.N. Wong, M.J. Tan, Mixture Design Approach to optimize the rheological properties of the material used in 3D cementitious material printing, *Constr. Build. Mater.* 198 (2019) 245–255. <https://doi.org/10.1016/J.CONBUILDMAT.2018.11.252>.
- [109] C. Liu, X. Wang, Y. Chen, C. Zhang, L. Ma, Z. Deng, C. Chen, Y. Zhang, J. Pan, N. Banthia, Influence of hydroxypropyl methylcellulose and silica fume on stability, rheological properties, and printability of 3D printing foam concrete, *Cem. Concr. Compos.* 122 (2021) 104158. <https://doi.org/10.1016/J.CEMCONCOMP.2021.104158>.
- [110] W.J. Long, C. Lin, J.L. Tao, T.H. Ye, Y. Fang, Printability and particle packing of 3D-printable limestone calcined clay cement composites, *Constr. Build. Mater.* 282 (2021) 122647. <https://doi.org/10.1016/J.CONBUILDMAT.2021.122647>.
- [111] Y. Chen, C. Romero Rodriguez, Z. Li, B. Chen, O. Çopuroğlu, E. Schlangen, Effect of different grade levels of calcined clays on fresh and hardened properties of ternary-blended cementitious materials for 3D printing, *Cem. Concr. Compos.* 114 (2020). <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2020.103708>.
- [112] S.A. Khan, M. Koç, S.G. Al-Ghamdi, Sustainability assessment, potentials and challenges of 3D

- printed concrete structures: A systematic review for built environmental applications, *J. Clean. Prod.* 303 (2021) 127027. <https://doi.org/10.1016/J.JCLEPRO.2021.127027>.
- [113] J. Zhao, L. Tong, B. Li, T. Chen, C. Wang, G. Yang, Y. Zheng, Eco-friendly geopolymer materials: A review of performance improvement, potential application and sustainability assessment, *J. Clean. Prod.* 307 (2021) 127085. <https://doi.org/10.1016/J.JCLEPRO.2021.127085>.
- [114] Y. Yao, M. Hu, F. Di Maio, S. Cucurachi, Life cycle assessment of 3D printing geo-polymer concrete: An ex-ante study, *J. Ind. Ecol.* 24 (2020) 116–127. <https://doi.org/10.1111/JIEC.12930>.
- [115] O.A. Mendoza Reales, P. Duda, E.C.C.M. Silva, M.D.M. Paiva, R.D.T. Filho, Nanosilica particles as structural buildup agents for 3D printing with Portland cement pastes, *Constr. Build. Mater.* 219 (2019) 91–100. <https://doi.org/10.1016/J.CONBUILDMAT.2019.05.174>.
- [116] P. Sikora, S.Y. Chung, M. Liard, D. Lootens, T. Dorn, P.H. Kamm, D. Stephan, M. Abd Elrahman, The effects of nanosilica on the fresh and hardened properties of 3D printable mortars, *Constr. Build. Mater.* 281 (2021) 122574. <https://doi.org/10.1016/J.CONBUILDMAT.2021.122574>.
- [117] S. Zou, J. Xiao, T. Ding, Z. Duan, Q. Zhang, Printability and advantages of 3D printing mortar with 100% recycled sand, *Constr. Build. Mater.* 273 (2021) 121699. <https://doi.org/10.1016/J.CONBUILDMAT.2020.121699>.
- [118] G. Bai, L. Wang, G. Ma, J. Sanjayan, M. Bai, 3D printing eco-friendly concrete containing under-utilised and waste solids as aggregates, *Cem. Concr. Compos.* 120 (2021) 104037. <https://doi.org/10.1016/J.CEMCONCOMP.2021.104037>.
- [119] M.Á. Sanjuán, C. Andrade, P. Mora, A. Zaragoza, Carbon Dioxide Uptake by Cement-Based Materials: A Spanish Case Study, *Appl. Sci.* 2020, Vol. 10, Page 339. 10 (2020) 339. <https://doi.org/10.3390/APP10010339>.
- [120] Apur, PRINCIPALES FILIÈRES DES DÉCHETS DU BTP, (n.d.).
- [121] Déchets du bâtiment | Ministères Écologie Énergie Territoires, (n.d.). <https://www.ecologie.gouv.fr/dechets-du-batiment> (accessed January 19, 2023).
- [122] X. Capilla, C. Schwartz, J.P. Bedell, T. Sterckeman, Y. Perrodin, J.L. Morel, Physicochemical and biological characterisation of different dredged sediment deposit sites in France, *Environ. Pollut.* 143 (2006) 106–116. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2005.11.007>.
- [123] J. He, X. kang Shi, Z. xiang Li, L. Zhang, X. ying Feng, L. rong Zhou, Strength properties of dredged soil at high water content treated with soda residue, carbide slag, and ground granulated blast furnace slag, *Constr. Build. Mater.* 242 (2020) 118126. <https://doi.org/10.1016/J.CONBUILDMAT.2020.118126>.
- [124] H. Oh, J. Lee, N. Banthia, S. Talukdar, H. Oh, J. Lee, N. Banthia, S. Talukdar, An Experimental Study of the Physicochemical Properties of a Cement Matrix Containing Dredged Materials, *Mater. Sci. Appl.* 2 (2011) 847–857. <https://doi.org/10.4236/MSA.2011.27115>.
- [125] A. Hayet, A. Deram, D. Bohain, Contexte et cadre réglementaire de la gestion des sédiments de dragage, (2017).
- [126] M.A.A. Amar, Traitement des sédiment de dragage pour une valorisation dans les matrice cimentaires, (2017). <https://ori-nuxeo.univ-lille1.fr/nuxeo/site/esupversions/0f4f5ddf-c741-4135-87b3-0ef6d9be0906>.
- [127] A. Gosselin, Protocole d'évaluation de la traitabilité des sédiments, des sols et des boues à l'aide des technologies minéralurgiques, 1999.
- [128] C. Tribout, B. Husson, A. Nzihou, Use of treated dredged sediments as road base materials: Environmental assessment, *Waste and Biomass Valorization.* 2 (2011) 337–346. <https://doi.org/10.1007/S12649-011-9068-4/METRICS>.
- [129] F. Marot, Caractérisation et traitement de sédiments de dragage contenant des polluants métalliques, [Http://Www.Theses.Fr](http://Www.Theses.Fr). (1997) 330.
- [130] S. Salvador, O. Pons, Semi-mobile flash dryer/calciner unit to manufacture pozzolana from raw clay soils - application to soil stabilisation, *Constr. Build. Mater.* 14 (2000) 109–117. [https://doi.org/10.1016/S0950-0618\(00\)00005-2](https://doi.org/10.1016/S0950-0618(00)00005-2).
- [131] C. Bich, J. Ambroise, J. Péra, Influence of degree of dehydroxylation on the pozzolanic activity

- of metakaolin, *Appl. Clay Sci.* 44 (2009) 194–200. <https://doi.org/10.1016/J.CLAY.2009.01.014>.
- [132] R. San Nicolas, M. Cyr, G. Escadeillas, Characteristics and applications of flash metakaolins, *Appl. Clay Sci.* 83–84 (2013) 253–262. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2013.08.036>.
- [133] C. Van Bunderen, R. Snellings, L. Vandewalle, Ö. Cizer, Early-age hydration and autogenous deformation of cement paste containing flash calcined dredging sediments, *Constr. Build. Mater.* 200 (2019) 104–115. <https://doi.org/10.1016/J.CONBUILDMAT.2018.12.090>.
- [134] R. Snellings, Ö. Cizer, L. Horckmans, P.T. Durdziński, P. Dierckx, P. Nielsen, K. Van Balen, L. Vandewalle, Properties and pozzolanic reactivity of flash calcined dredging sediments, *Appl. Clay Sci.* 129 (2016) 35–39. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2016.04.019>.
- [135] M. Amar, M. Benzerzour, N.E. Abriak, Y. Mamindy-Pajany, Study of the pozzolanic activity of a dredged sediment from Dunkirk harbour, *Powder Technol.* 320 (2017) 748–764. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2017.07.055>.
- [136] V. Dubois, N.E. Abriak, R. Zentar, G. Ballivy, The use of marine sediments as a pavement base material, *Waste Manag.* 29 (2009) 774–782. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2008.05.004>.
- [137] K. Siham, B. Fabrice, A.N. Edine, D. Patrick, Marine dredged sediments as new materials resource for road construction, *Waste Manag.* 28 (2008) 919–928. <https://doi.org/10.1016/J.WASMAN.2007.03.027>.
- [138] V. Cappuyns, V. Deweirt, S. Rousseau, Dredged sediments as a resource for brick production: Possibilities and barriers from a consumers’ perspective, *Waste Manag.* 38 (2015) 372–380. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2014.12.025>.
- [139] Z. Lafhaj, M. Samara, F. Agostini, L. Boucard, F. Skoczylas, G. Depelsenaire, Polluted river sediments from the North region of France: Treatment with Novosol® process and valorization in clay bricks, *Constr. Build. Mater.* 22 (2008) 755–762. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2007.01.023>.
- [140] K. Hamer, V. Karius, Brick production with dredged harbour sediments. An industrial-scale experiment, *Waste Manag.* 22 (2002) 521–530. [https://doi.org/10.1016/S0956-053X\(01\)00048-4](https://doi.org/10.1016/S0956-053X(01)00048-4).
- [141] M. Samara, Z. Lafhaj, C. Chapiseau, Valorization of stabilized river sediments in fired clay bricks: Factory scale experiment, *J. Hazard. Mater.* 163 (2009) 701–710. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2008.07.153>.
- [142] Valorisation à l’échelle nationale des sédiments de dragage., (n.d.). <https://www.sedilab.com/sedimateriaux/> (accessed February 13, 2023).
- [143] Z. Zhao, M. Benzerzour, N.E. Abriak, D. Damidot, L. Courard, D. Wang, Use of uncontaminated marine sediments in mortar and concrete by partial substitution of cement, *Cem. Concr. Compos.* 93 (2018) 155–162. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2018.07.010>.
- [144] J.L. Dalton, K.H. Gardner, T.P. Seager, M.L. Weimer, J.C.M. Spear, B.J. Magee, Properties of Portland cement made from contaminated sediments, *Resour. Conserv. Recycl.* 41 (2004) 227–241. <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2003.10.003>.
- [145] N. Junakova, J. Junak, Recycling of Reservoir Sediment Material as a Binder in Concrete, *Procedia Eng.* 180 (2017) 1292–1297. <https://doi.org/10.1016/j.proeng.2017.04.291>.
- [146] M. Amar, M. Benzerzour, J. Kleib, N.E. Abriak, From dredged sediment to supplementary cementitious material: characterization, treatment, and reuse, *Int. J. Sediment Res.* (2020). <https://doi.org/10.1016/j.ijsrc.2020.06.002>.
- [147] G. Aouad, A. Laboudigue, N. Gineys, N.E. Abriak, Dredged sediments used as novel supply of raw material to produce Portland cement clinker, *Cem. Concr. Compos.* 34 (2012) 788–793. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2012.02.008>.
- [148] D.C. Chu, J. Kleib, M. Amar, M. Benzerzour, N.E. Abriak, Recycling of dredged sediment as a raw material for the manufacture of Portland cement – Numerical modeling of the hydration of synthesized cement using the CEMHYD3D code, *J. Build. Eng.* 48 (2022) 103871. <https://doi.org/10.1016/j.jobe.2021.103871>.
- [149] R. Snellings, L. Horckmans, C. Van Bunderen, L. Vandewalle, Ö. Cizer, Flash-calcined dredging sediment blended cements: effect on cement hydration and properties, *Mater. Struct. Constr.*

- 50 (2017). <https://doi.org/10.1617/s11527-017-1108-5>.
- [150] R. Achour, R. Zentar, N.E. Abriak, P. Rivard, P. Gregoire, Durability study of concrete incorporating dredged sediments, *Case Stud. Constr. Mater.* 11 (2019) e00244. <https://doi.org/10.1016/J.CSCM.2019.E00244>.
- [151] R. Achour, N.E. Abriak, R. Zentar, P. Rivard, P. Gregoire, Valorization of unauthorized sea disposal dredged sediments as a road foundation material, *Http://Dx.Doi.Org/10.1080/09593330.2014.889758*. 35 (2014) 1997–2007. <https://doi.org/10.1080/09593330.2014.889758>.
- [152] V. Mymrin, J.C. Stella, C.B. Scremim, R.C.Y. Pan, F.G. Sanches, K. Alekseev, D.E. Pedroso, A. Molinetti, O.M. Fortini, Utilization of sediments dredged from marine ports as a principal component of composite material, *J. Clean. Prod.* 142 (2017) 4041–4049. <https://doi.org/10.1016/J.JCLEPRO.2016.10.035>.
- [153] M. Benzerzour, M. Amar, N.E. Abriak, New experimental approach of the reuse of dredged sediments in a cement matrix by physical and heat treatment, *Constr. Build. Mater.* 140 (2017) 432–444. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.02.142>.
- [154] H. Slimanou, K. Bouguermouh, N. Bouzidi, Synthesis of geopolymers based on dredged sediment in calcined and uncalcined states, *Mater. Lett.* 251 (2019) 188–191. <https://doi.org/10.1016/J.MATLET.2019.05.070>.
- [155] R. Zentar, H. Wang, D. Wang, Comparative study of stabilization/solidification of dredged sediments with ordinary Portland cement and calcium sulfo-aluminate cement in the framework of valorization in road construction material, *Constr. Build. Mater.* 279 (2021) 122447. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.122447>.
- [156] L.G. Li, B.F. Xiao, Z.Q. Fang, Z. Xiong, S.H. Chu, A.K.H. Kwan, Feasibility of glass/basalt fiber reinforced seawater coral sand mortar for 3D printing, *Addit. Manuf.* 37 (2021) 101684. <https://doi.org/10.1016/J.ADDMA.2020.101684>.
- [157] S.B. Kim, N.H. Yi, H.Y. Kim, J.H.J. Kim, Y.C. Song, Material and structural performance evaluation of recycled PET fiber reinforced concrete, *Cem. Concr. Compos.* 32 (2010) 232–240. <https://doi.org/10.1016/J.CEMCONCOMP.2009.11.002>.
- [158] Y. Wang, H.C. Wu, V.C. Li, Concrete Reinforcement with Recycled Fibers, *J. Mater. Civ. Eng.* 12 (2000) 314–319. [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)0899-1561\(2000\)12:4\(314\)](https://doi.org/10.1061/(ASCE)0899-1561(2000)12:4(314)).
- [159] R.F. Zollo, Fiber-reinforced concrete: An overview after 30 years of development, *Cem. Concr. Compos.* 19 (1997) 107–122. [https://doi.org/10.1016/s0958-9465\(96\)00046-7](https://doi.org/10.1016/s0958-9465(96)00046-7).
- [160] D. Foti, Use of recycled waste pet bottles fibers for the reinforcement of concrete, *Compos. Struct.* 96 (2013) 396–404. <https://doi.org/10.1016/J.COMPSTRUCT.2012.09.019>.
- [161] P. Kaur, M. Talwar, Different types of Fibres used in FRC, *Int. J. Adv. Res. Comput. Sci.* 8 (2017) 2015–2018.
- [162] P. Zhang, S. Han, S. Ng, X.H. Wang, Fiber-Reinforced Concrete with Application in Civil Engineering, *Adv. Civ. Eng.* 2018 (2018). <https://doi.org/10.1155/2018/1698905>.
- [163] A. Anandamurthy, V. Guna, M. Ilangovan, N. Reddy, A review of fibrous reinforcements of concrete, *J. Reinf. Plast. Compos.* 36 (2017) 519–552. <https://doi.org/10.1177/0731684416685168>.
- [164] E. Mello, C. Ribellato, E. Mohamedelhasan, Improving Concrete Properties with Fibers Addition, *Int. J. Civ. Environ. Eng.* 8 (2014) 249–254. <https://doi.org/10.5281/ZENODO.1091168>.
- [165] R. Merli, M. Preziosi, A. Acampora, M.C. Lucchetti, E. Petrucci, Recycled fibers in reinforced concrete: A systematic literature review, *J. Clean. Prod.* 248 (2020). <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.119207>.
- [166] M. Jawaid, H.P.S. Abdul Khalil, Cellulosic/synthetic fibre reinforced polymer hybrid composites: A review, *Carbohydr. Polym.* 86 (2011) 1–18. <https://doi.org/10.1016/J.CARBPOL.2011.04.043>.
- [167] Preferred Fiber & Materials Market Report Foreword, (2022).
- [168] S.J. Pickering, Recycling technologies for thermoset composite materials—current status, *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* 37 (2006) 1206–1215.

- <https://doi.org/10.1016/J.COMPOSITESA.2005.05.030>.
- [169] N. SEBAIBI, Valorisation Des Composites Thermodurcissables Issus Du Recyclage Dans Une Matrice Cimentaire : Application Aux Betons a Ultra-Haute Performance, (2010) 189.
- [170] F. Pelisser, A.B.D.S.S. Neto, H.L. La Rovere, R.C.D.A. Pinto, Effect of the addition of synthetic fibers to concrete thin slabs on plastic shrinkage cracking, *Constr. Build. Mater.* 24 (2010) 2171–2176. <https://doi.org/10.1016/J.CONBUILDMAT.2010.04.041>.
- [171] P. Pujadas, A. Blanco, S. Cavalaro, A. Aguado, Plastic fibres as the only reinforcement for flat suspended slabs: Experimental investigation and numerical simulation, *Constr. Build. Mater.* 57 (2014) 92–104. <https://doi.org/10.1016/J.CONBUILDMAT.2014.01.082>.
- [172] C. Shi, K. Zheng, A review on the use of waste glasses in the production of cement and concrete, *Resour. Conserv. Recycl.* 52 (2007) 234–247. <https://doi.org/10.1016/J.RESCONREC.2007.01.013>.
- [173] V. Sodhi, S. Salhotra, A. Professor, UTILISING WASTES AS PARTIAL REPLACEMENT IN CONCRETE- A REVIEW Performance of Concrete with Partial Replacement of Cement by Ground Granulated Blast Furnace Slag Scope Database, *Int. J. Adv. Eng. Res. Stud.* 8 (2017) 636–641.
- [174] N. Sebaibi, M. Benzerzour, N.E. Abriak, C. Binetruy, Mechanical properties of concrete-reinforced fibres and powders with crushed thermoset composites: The influence of fibre/matrix interaction, *Constr. Build. Mater.* 29 (2012) 332–338. <https://doi.org/10.1016/J.CONBUILDMAT.2011.10.026>.
- [175] P. Shakor, S. Nejadi, G. Paul, A study into the effect of different nozzles shapes and fibre-reinforcement in 3D printed mortar, *Materials (Basel)*. 12 (2019). <https://doi.org/10.3390/MA12101708>.
- [176] P. Shakor, S. Nejadi, S. Sutjipto, G. Paul, N. Gowripalan, Effects of deposition velocity in the presence/absence of E6-glass fibre on extrusion-based 3D printed mortar, *Addit. Manuf.* 32 (2020). <https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101069>.
- [177] F.P. Bos, E. Bosco, T.A.M. Salet, Ductility of 3D printed concrete reinforced with short straight steel fibers, *Virtual Phys. Prototyp.* 14 (2019) 160–174. <https://doi.org/10.1080/17452759.2018.1548069>.
- [178] J. Xiao, S. Zou, T. Ding, Z. Duan, Q. Liu, Fiber-reinforced mortar with 100% recycled fine aggregates: A cleaner perspective on 3D printing, *J. Clean. Prod.* 319 (2021) 128720. <https://doi.org/10.1016/J.JCLEPRO.2021.128720>.
- [179] S. Luhar, T. Suntharalingam, S. Navaratnam, I. Luhar, J. Thamboo, K. Poologanathan, P. Gatheeshgar, Sustainable and Renewable Bio-Based Natural Fibres and Its Application for 3D Printed Concrete: A Review, *Sustain.* 2020, Vol. 12, Page 10485. 12 (2020) 10485. <https://doi.org/10.3390/SU122410485>.
- [180] K. Korniejenko, M. Łach, S.Y. Chou, W.T. Lin, A. Cheng, M. Hebdowska-Krupa, S. Gadek, J. Mikula, Mechanical Properties of Short Fiber-Reinforced Geopolymers Made by Casted and 3D Printing Methods: A Comparative Study, *Mater.* 2020, Vol. 13, Page 579. 13 (2020) 579. <https://doi.org/10.3390/MA13030579>.
- [181] G. Ma, Z. Li, L. Wang, F. Wang, J. Sanjayan, Mechanical anisotropy of aligned fiber reinforced composite for extrusion-based 3D printing, *Constr. Build. Mater.* 202 (2019) 770–783. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.01.008>.
- [182] B. Nematollahi, M. Xia, J. Sanjayan, P. Vijay, Effect of type of fiber on inter-layer bond and flexural strengths of extrusion-based 3D printed geopolymer, *Mater. Sci. Forum.* 939 (2018) 155–162. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.939.155>.
- [183] S. Al-Qutaifi, A. Nazari, A. Bagheri, Mechanical properties of layered geopolymer structures applicable in concrete 3D-printing, *Constr. Build. Mater.* 176 (2018) 690–699. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.04.195>.
- [184] I. Farina, F. Fabbrocino, G. Carpentieri, M. Modano, A. Amendola, R. Goodall, L. Feo, F. Fraternali, On the reinforcement of cement mortars through 3D printed polymeric and metallic fibers, *Compos. Part B Eng.* 90 (2016) 76–85. <https://doi.org/10.1016/J.COMPOSITESB.2015.12.006>.

- [185] R.S. Teixeira, S.F. Santos, A.L. Christoforo, H. Savastano, F.A.R. Lahr, Extrudability of cement-based composites reinforced with curauá (*Ananas erectifolius*) or polypropylene fibers, *Constr. Build. Mater.* 205 (2019) 97–110. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.02.010>.
- [186] R.S. Teixeira, S.F. Santos, A.L. Christoforo, J. Payá, H. Savastano, F.A.R. Lahr, Impact of content and length of curauá fibers on mechanical behavior of extruded cementitious composites: Analysis of variance, *Cem. Concr. Compos.* 102 (2019) 134–144. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2019.04.022>.
- [187] J. PAULUS, CONSTRUCTION EN TERRE CRUE: DISPOSITIONS QUALITATIVES, CONSTRUCTIVES ET ARCHITECTURALES-Application à un cas pratique : Ouagadougou, n.d.
- [188] CRAterre :: Accueil, (n.d.). <http://craterre.org/> (accessed January 20, 2023).
- [189] CRAterre :: Galerie des images, (n.d.). http://craterre.org/accueil:galerie-des-images/default/gallery/38/gallery_view/Gallery (accessed January 20, 2023).
- [190] R. Anger, Granular and colloidal approach of earthen building material, (2011).
- [191] Excavated soils: The biggest source of waste you've never heard of – EURACTIV.com, (n.d.). <https://www.euractiv.com/section/circular-economy/news/excavated-soils-the-biggest-source-of-waste-youve-never-heard-of/> (accessed January 20, 2023).
- [192] Valorisation des terres excavées issues de sites et sols potentiellement pollués | BRGM, (n.d.). <https://www.brgm.fr/fr/solutions/valorisation-terres-excavees-issues-sites-sols-potentiellement-pollues> (accessed January 19, 2023).
- [193] Traiter les 47 millions de tonnes de déchets de chantier du Grand, (n.d.). <https://www.batirama.com/article/50563-traiter-les-47-millions-de-tonnes-de-dechets-de-chantier-du-grand-paris-express.html> (accessed January 19, 2023).
- [194] TRAÇABILITÉ, ÉVACUATION ET VALORISATION : SUR LES TRACES DES TERRES DU GRAND PARIS EXPRESS, 2022.
- [195] La sortie du status de déchets des terres excavées, *Modos Ver.* 21 (2020) 1–9. <https://doi.org/10.1016/j.solener.2019.02.027>.
- [196] S.E. Hale, A.J. Roque, G. Okkenhaug, E. Sørmo, T. Lenoir, C. Carlsson, D. Kupryianchyk, P. Flyhammar, B. Žlender, The reuse of excavated soils from construction and demolition projects: Limitations and possibilities, *Sustain.* 13 (2021) 6083. <https://doi.org/10.3390/SU13116083/S1>.
- [197] D. Walsh, I. McRae, R. Zirngibl, S. Chawla, H. Zhang, A. Alfieri, H. Moore, C. Bailey, A. Brooks, T. Ostock, S. Pong, T. Hard, C. Sullivan, J. Wilding, Generation rate and fate of surplus soil extracted in New York City, *Sci. Total Environ.* 650 (2019) 3093–3100. <https://doi.org/10.1016/J.SCITOTENV.2018.09.284>.
- [198] S. Magnusson, K. Lundberg, B. Svedberg, S. Knutsson, Sustainable management of excavated soil and rock in urban areas – A literature review, *J. Clean. Prod.* 93 (2015) 18–25. <https://doi.org/10.1016/J.JCLEPRO.2015.01.010>.
- [199] G.A. Blengini, E. Garbarino, Resources and waste management in Turin (Italy): the role of recycled aggregates in the sustainable supply mix, *J. Clean. Prod.* 18 (2010) 1021–1030. <https://doi.org/10.1016/J.JCLEPRO.2010.01.027>.
- [200] A. Laborel-Préneron, J.E. Aubert, C. Magniont, C. Tribout, A. Bertron, Plant aggregates and fibers in earth construction materials: A review, *Constr. Build. Mater.* 111 (2016) 719–734. <https://doi.org/10.1016/J.CONBUILDMAT.2016.02.119>.
- [201] I. Capasso, B. Liguori, C. Ferone, D. Caputo, R. Cioffi, Strategies for the valorization of soil waste by geopolymer production: An overview, *J. Clean. Prod.* 288 (2021) 125646. <https://doi.org/10.1016/J.JCLEPRO.2020.125646>.
- [202] P. Priyadarshini, K. Ramamurthy, R.G. Robinson, Sustainable reuse of excavation soil in cementitious composites, *J. Clean. Prod.* 176 (2018) 999–1011. <https://doi.org/10.1016/J.JCLEPRO.2017.11.256>.
- [203] W. Luo, S. Liu, Y. Hu, D. Hu, K.W. Kow, C. Pang, B. Li, Sustainable reuse of excavated soil and recycled concrete aggregate in manufacturing concrete blocks, *Constr. Build. Mater.* 342 (2022) 127917. <https://doi.org/10.1016/J.CONBUILDMAT.2022.127917>.
- [204] D. Maskell, A. Heath, P. Walker, Laboratory scale testing of extruded earth masonry units,

- Mater. Des. 45 (2013) 359–364. <https://doi.org/10.1016/J.MATDES.2012.09.008>.
- [205] H. Khelifi, A. Perrot, T. Lecompte, G. Ausias, Design of clay/cement mixtures for extruded building products, *Mater. Struct. Constr.* 46 (2013) 999–1010. <https://doi.org/10.1617/S11527-012-9949-4/FIGURES/14>.
- [206] H. Khelifi, T. Lecompte, A. Perrot, G. Ausias, Mechanical enhancement of cement-stabilized soil by flax fibre reinforcement and extrusion processing, *Mater. Struct. Constr.* 49 (2016) 1143–1156. <https://doi.org/10.1617/S11527-015-0564-Z/METRICS>.
- [207] M. Temimi, K. Ben Amor, J.P. Camps, Making building products by extrusion and cement stabilization: limits of the process with montmorillonite clay, *Appl. Clay Sci.* 13 (1998) 245–253. [https://doi.org/10.1016/S0169-1317\(98\)00025-8](https://doi.org/10.1016/S0169-1317(98)00025-8).
- [208] J.P. Molard, J.P. Camps, M. Laquerbe, Etude de l’extrusion et de la stabilisation par le ciment d’argiles monominérales, *Mater. Struct.* 20 (1987) 44–50. <https://doi.org/10.1007/BF02472726/METRICS>.
- [209] R. D’Haese, O. Carpentier, V. Dubois, S. Chafei, E. Wirquin, 3D-Printable Materials Made with Industrial By-Products: Formulation, Fresh and Hardened Properties, *Sustainability.* 14 (2022) 14236. <https://doi.org/10.3390/su142114236>.
- [210] A. Perrot, D. Rangeard, E. Courteille, 3D printing of earth-based materials: Processing aspects, *Constr. Build. Mater.* 172 (2018) 670–676. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.04.017>.
- [211] M. Gomaa, W. Jabi, A. Veliz Reyes, V. Soebarto, 3D printing system for earth-based construction: Case study of cob, *Autom. Constr.* 124 (2021). <https://doi.org/10.1016/J.AUTCON.2021.103577>.
- [212] D.C. Chu, Valorization of dredged sediments in the cement industry, (2021).
- [213] A. Teklay, C. Yin, L. Rosendahl, L.L. K hler, Experimental and modeling study of flash calcination of kaolinite rich clay particles in a gas suspension calciner, *Appl. Clay Sci.* 103 (2015) 10–19. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2014.11.003>.
- [214] D.C. Chu, M. Amar, J. Kleib, M. Benzerzour, D. Betrancourt, N.E. Abriak, J. Nadah, The Pozzolanic Activity of Sediments Treated by the Flash Calcination Method, *Waste and Biomass Valorization.* (2022). <https://doi.org/10.1007/s12649-022-01789-8>.
- [215] B. Baz, Influence of the fresh state properties of 3D printable concrete on the steel-concrete bonding and durability, 2020.
- [216] A. Inozemtcev, E. Korolev, D.T. Qui, Study of mineral additives for cement materials for 3D-printing in construction, *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.* 365 (2018) 032009. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/365/3/032009>.
- [217] Y. Qian, Effect of polycarboxylate ether (PCE) superplasticizer on thixotropic structural build-up of fresh cement pastes over time, *Constr. Build. Mater.* 291 (2021) 123241. <https://doi.org/10.1016/J.CONBUILDMAT.2021.123241>.
- [218] Y. Chen, Z. Li, S.C. Figueiredo, O.  opuro lu, F. Veer, E. Schlangen, Limestone and Calcined Clay-Based Sustainable Cementitious Materials for 3D Concrete Printing: A Fundamental Study of Extrudability and Early-Age Strength Development, *Appl. Sci.* 2019, Vol. 9, Page 1809. 9 (2019) 1809. <https://doi.org/10.3390/APP9091809>.
- [219] Y. Qian, G. De Schutter, Enhancing thixotropy of fresh cement pastes with nanoclay in presence of polycarboxylate ether superplasticizer (PCE), *Cem. Concr. Res.* 111 (2018) 15–22. <https://doi.org/10.1016/J.CEMCONRES.2018.06.013>.
- [220] P. Wedding, D. Kantro, Influence of Water-Reducing Admixtures on Properties of Cement Paste—A Miniature Slump Test, *Cem. Concr. Aggregates.* 2 (1980) 95–102. <https://doi.org/10.1520/CCA10190J>.
- [221] S. Chaves Figueiredo, C. Romero Rodr guez, Z.Y. Ahmed, D.H. Bos, Y. Xu, T.M. Salet, O.  opuro lu, E. Schlangen, F.P. Bos, An approach to develop printable strain hardening cementitious composites, *Mater. Des.* 169 (2019) 107651. <https://doi.org/10.1016/J.MATDES.2019.107651>.
- [222] G. Ma, L. Wang, A critical review of preparation design and workability measurement of concrete material for largescale 3D printing, *Front. Struct. Civ. Eng.* 2017 123. 12 (2017) 382–

400. <https://doi.org/10.1007/S11709-017-0430-X>.
- [223] M. Bohuchval, M. Sonebi, S. Amziane, A. Perrot, Rheological Properties of 3D Printing Concrete Containing Sisal Fibres, 3rd International Conf. Bio-Based Build. Mater. June. 37 (2019) 249–255.
- [224] B. Baz, G. Aouad, J. Kleib, D. Bulteel, S. Remond, Durability assessment and microstructural analysis of 3D printed concrete exposed to sulfuric acid environments, *Constr. Build. Mater.* 290 (2021) 123220. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.123220>.
- [225] P. Estellé, C. Michon, C. Lanos, J.L. Grossiord, Chapitre 7 : De l'intérêt d'une caractérisation rhéologique empirique et relative, *La Mes. En Rhéologie.* (2021) 205–248. <https://doi.org/10.1051/978-2-7598-1150-2.c011>.
- [226] *Constructions-3D - L'imprimante 3D de bâtiments*, (n.d.). <https://www.constructions-3d.com/> (accessed January 20, 2023).
- [227] J. Kleib, G. Aouad, N. Khalil, M. Zakhour, Incorporation of zinc in calcium sulfoaluminate cement clinker, *Adv. Cem. Res.* 33 (2021) 311–317. <https://doi.org/10.1680/jadcr.19.00125>.
- [228] J. Kleib, G. Aouad, N.E. Abriak, M. Benzerzour, Production of Portland cement clinker from French Municipal Solid Waste Incineration Bottom Ash, *Case Stud. Constr. Mater.* 15 (2021) e00629. <https://doi.org/10.1016/j.cscm.2021.e00629>.
- [229] R. Fernandez, K. Scrivener, Calcined clayey soils as a potential replacement for cement in developing countries. Ph.D Thesis, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, 4302 (2009) 178.
- [230] SETRA, *Acceptabilité de matériaux alternatifs en technique routière - Evaluation environnementale*, 2011.
- [231] A.U. Rehman, S.M. Lee, J.H. Kim, Use of municipal solid waste incineration ash in 3D printable concrete, *Process Saf. Environ. Prot.* 142 (2020) 219–228. <https://doi.org/10.1016/j.psep.2020.06.018>.
- [232] J.J. Brooks, M.A. Megat Johari, M. Mazloom, Effect of admixtures on the setting times of high-strength concrete, *Cem. Concr. Compos.* 22 (2000) 293–301. [https://doi.org/10.1016/S0958-9465\(00\)00025-1](https://doi.org/10.1016/S0958-9465(00)00025-1).
- [233] B. Panda, S. Ruan, C. Unluer, M.J. Tan, Improving the 3D printability of high volume fly ash mixtures via the use of nano attapulgite clay, *Compos. Part B Eng.* 165 (2019) 75–83. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2018.11.109>.
- [234] S. Kaushik, M. Sonebi, G. Amato, A. Perrot, U.K. Das, Influence of nanoclay on the fresh and rheological behaviour of 3D printing mortar, *Mater. Today Proc.* 58 (2022) 1063–1068. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2022.01.108>.
- [235] D. Jansen, F. Goetz-Neunhoffer, C. Stabler, J. Neubauer, A remastered external standard method applied to the quantification of early OPC hydration, *Cem. Concr. Res.* 41 (2011) 602–608. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2011.03.004>.
- [236] P. Fierens, J.P. Verhaegen, Hydration of tricalcium silicate in paste - Kinetics of calcium ions dissolution in the aqueous phase, *Cem. Concr. Res.* 6 (1976) 337–342. [https://doi.org/10.1016/0008-8846\(76\)90095-8](https://doi.org/10.1016/0008-8846(76)90095-8).
- [237] P.D. Tennis, H.M. Jennings, Model for two types of calcium silicate hydrate in the microstructure of Portland cement pastes, *Cem. Concr. Res.* 30 (2000) 855–863. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(00\)00257-X](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(00)00257-X).
- [238] M. Zajac, A. Rossberg, G. Le Saout, B. Lothenbach, Influence of limestone and anhydrite on the hydration of Portland cements, *Cem. Concr. Compos.* 46 (2014) 99–108. <https://doi.org/10.1016/J.CEMCONCOMP.2013.11.007>.
- [239] M. Chen, L. Yang, Y. Zheng, Y. Huang, L. Li, P. Zhao, S. Wang, L. Lu, X. Cheng, Yield stress and thixotropy control of 3D-printed calcium sulfoaluminate cement composites with metakaolin related to structural build-up, *Constr. Build. Mater.* 252 (2020) 119090. <https://doi.org/10.1016/J.CONBUILDMAT.2020.119090>.
- [240] K. Diallo, mandaté par AFNOR Certification Centre d'Études et de Recherches de l'Industrie du Béton Pour tout renseignement-CERIB : Pour le CERIB 50N001 Code interne : A-G34, n.d.
- [241] R.D.' Haese, V. Dubois, O. Carpentier, T. Chartier, S. Chafei, E. Wirquin, Composite for additive manufacturing including flax byproducts and quarry fines, (2018).

Annexe 1 – Fiche technique de CHRYSO®Fluid Optima 100

FICHE TECHNIQUE



CHRYSO
SOLUTIONS
BÉTON

24/06/2022

CHRYSO®Fluid Optima 100

Plastifiant Réducteur d'eau

DESCRIPTIF

CHRYSO®Fluid Optima 100 est un plastifiant - réducteur d'eau à fonction superplastifiant de nouvelle génération à base de phosphonate modifié. Sa structure moléculaire spécialement mise au point lui confère des propriétés exceptionnelles dans le domaine de l'adjuvantation des bétons. CHRYSO®Fluid Optima 100 permet de très longs maintiens d'ouvrabilité à tous niveaux de consistance, par rapport aux adjuvants classiques. CHRYSO®Fluid Optima 100 est ainsi particulièrement adapté aux pompages sur de longues distances.

CHRYSO®Fluid Optima 100 offre une grande compatibilité avec la plupart des ciments. Il est dans la majorité des cas la solution aux problèmes d'incompatibilité ciment/adjuvant. De par ses caractéristiques, CHRYSO®Fluid Optima 100 apparaît comme un superplastifiant très approprié pour les chantiers de génie civil et l'industrie du BPE.

DOMAINES D'APPLICATION

- Bétons pompés
- BHP - BTHP
- Bétons pour ouvrages très ferraiillés
- Bétons précontraints
- Tous types de ciments
- Bétonnage par temps chaud
- Long maintien d'ouvrabilité

INFORMATIONS INDICATIVES

Nature du produit	liquide
Couleur	Jaune translucide
Durée de vie	12 mois
Point de congélation	-3 °C

SPÉCIFICATIONS

Extrait sec halogène	30,20 % ± 1,50
Teneur en ions Cl ⁻	≤ 0,100 %
Teneur en Na ₂ O équivalent	≤ 0,30 %
Densité (20°C)	1,061 ± 0,020
pH (20°C)	4,70 ± 1,00
Extrait sec (EN 480-8)	31,00 % ± 1,500
Extrait sec (SYNAD - IFSTAR)	30,00 % ± 1,50

MODE D'EMPLOI

- Il est courant de doser ce produit à 1,0 % du poids du ciment.
- Ce produit est totalement miscible à l'eau.
- Ce produit doit être introduit dans le malaxeur en même temps que l'eau de gâchage.
- Il est possible d'employer ce produit en adjuvantation différée.
- L'efficacité maximale de ce produit doit être déterminée après des essais satisfaisant les caractéristiques rhéologiques et performances mécaniques souhaitées pour le béton.
- Selon les applications prévues, il est possible d'utiliser ce produit en synergie avec d'autres adjuvants CHRYSO®.

Dosage :

0.3 à 5.0 kg pour 100 kg de ciment.

PRÉCAUTIONS

- Stocker à l'abri du gel.
- Eviter l'exposition prolongée à de fortes chaleurs.
- En cas de gel, ce produit conserve ses propriétés. Après dégel, une agitation efficace est nécessaire jusqu'à l'obtention d'un produit totalement homogène.

RÉFÉRENCES CHANTIER

Béton désactivé. Pont de Rion-Antirion, Grèce. Puits d'exploitation de la mine d'or de Moab Khotsong, Afrique du Sud : béton projeté et béton pompé sur longues distances. Parc aquatique d'uSkaha à Durban, Afrique du Sud : piliers et de structures retenant l'eau. Route des Tamarins, Ile de la Réunion : nombreux ouvrages d'art le long de la route. Viaducs sur l'Autoroute A85



Les informations contenues dans la présente fiche technique sont l'expression de nos connaissances et de résultats d'essais effectués dans un souci constant d'objectivité. Elles ne peuvent cependant, en aucun cas, être considérées comme apportant une garantie ni comme engageant notre responsabilité en cas d'application défectueuse ou d'utilisation de nos produits en dehors des stipulations du paragraphe "Applications" de la fiche technique. Des essais préalables à chaque utilisation devront être effectués par les utilisateurs et permettront ainsi de vérifier que les modes d'emploi et les conditions d'application donnent satisfaction. Consultez la version la plus récente de la fiche technique, disponible sur www.chryso.fr

CHRYSO 19 place de la Résistance - 92445 ISSY LES MOULINEAUX France Tél.:+33 (0)1 41 17 18 19 Fax:+33 (0)1 41 17 18 80 e-mail:contact@chryso.com

P.1/2



FICHE TECHNIQUE

CHRYSO® Fluid Optima 100

Plastifiant Réducteur d'eau



CHRYSO
SOLUTIONS
BÉTON

24/06/2022

INFORMATIONS NORMATIVES ET RÉGLEMENTAIRES

- Ce produit satisfait aux exigences réglementaires du marquage CE. La déclaration correspondante est disponible sur notre site Internet.
- Ce produit est conforme au référentiel de certification NF 085 dont les spécifications techniques sont celles de la partie non harmonisée de la norme NF EN 934-2.

ESSAI TERRAIN

Maintien de rhéologie

(Ingrandes ou "La Perrée" et Roumer), France. Port 2000 Le Havre - 1ère et 2ème tranches, France : parois moulées et masques d'accostage. Pont Nelson Mandela, Afrique du Sud : 4 formulations béton pour les différents éléments du pont. Ecluse du Brault, France : béton pompé sous l'eau. Tunnel de Marseille (TGV Med), France : record du Monde de pompage sur longues distances = 2 719,65 m. Observatoire du Pic du Midi, France : Record européen de pompage de béton en altitude (2 850 m). Viaduc des Barrails, France : voussoirs en béton précontraint.

SÉCURITÉ

Avant toute utilisation, consulter la fiche de données de sécurité.



Les informations contenues dans la présente fiche technique sont l'expression de nos connaissances et de résultats d'essais effectués dans un souci constant d'objectivité. Elles ne peuvent cependant, en aucun cas, être considérées comme apportant une garantie ni comme engageant notre responsabilité en cas d'application défectueuse ou d'utilisation de nos produits en dehors des stipulations du paragraphe "Applications" de la fiche technique. Des essais préalables à chaque utilisation devront être effectués par les utilisateurs et permettront ainsi de vérifier que les modes d'emploi et les conditions d'application donnent satisfaction. Consultez la version la plus récente de la fiche technique, disponible sur www.chryso.fr

CHRYSO 19 place de la Résistance - 92445 ISSY LES MOULINEAUX France Tél.:+33 (0)1 41 17 18 19 Fax:+33 (0)1 41 17 18 80 e-mail:contact@chryso.com

P.2/2



Annexe 2 – Fiche technique de MasterSuna SBS 4131



MasterSuna SBS 4131



EN 934.2

Marque NF
cf. Rp NF 085

Plastifiant Réducteur d'Eau pour bétons intégrant des sables difficiles. Concept Sand Blocker Solutions.

Description

MasterSuna SBS 4131 est un adjuvant liquide prêt à l'emploi issu des derniers travaux de la R & D de Master Builders Solutions.

MasterSuna SBS 4131 est la nouvelle génération de produits du concept Sand Blocker Solutions spécialement développé dans le but de faciliter la production de bétons contenant des sables argileux.

Il peut être utilisé seul. Sa robustesse et son efficacité sont accrues grâce à une architecture polymère nouvellement développée.

Les sables difficiles pour béton

Les granulats pour béton sont définis dans la norme NF EN-206/CN et plus particulièrement dans les normes NF EN 12620 et NF P18-545. Parmi les caractéristiques essentielles des sables, les facteurs suivants ont une influence sur la maniabilité des bétons :

- Forme des grains, minéralogie
- Absorption
- Granulométrie
- Propreté
- Teneur et nature des fines (argiles)
- Teneur en sulfates

Certains sables présentent des caractéristiques plus difficiles à maîtriser dans le cadre de leur utilisation dans le béton : ils seront qualifiés de sables difficiles.

La présence de certains types d'argiles (argiles gonflantes ou non) peut entraîner des pertes de fluidité des bétons. D'une manière générale l'emploi d'un sable difficile se caractérise sur béton par une forte demande en eau et en adjuvant (réducteur d'eau) sans pouvoir atteindre l'affaissement initial et le maintien de consistance désiré.

L'innovation Sand Blocker Solutions

Le système Sand Blocker Solutions est applicable aux sables difficiles conformes aux normes NF EN 12620 et NF P 18-545, ceux-ci devront, entre autres, satisfaire aux valeurs spécifiées sur la propreté en Equivalent Sable SE (10) ou sur la valeur au Bleu de Méthylène MB.

La chimie unique du MasterSuna SBS 4131 se caractérise par une puissante affinité avec le ciment même en présence d'argiles à valeurs au bleu élevées (> 1g/kg). Il en résulte une efficacité indépendante de la présence de ce type d'argiles donc des effets néfastes sur béton.

Ainsi, ce réducteur d'eau de la gamme Master Builders Solutions est efficace et performant à des dosages standards.

Les bétons courants ainsi confectionnés auront un très bel aspect à l'état frais et un long maintien de maniabilité.

Domaines d'application

MasterSuna SBS 4131 est recommandé pour la fabrication de béton plastique à fluide. Il est principalement adapté à l'industrie du béton prêt à l'emploi.

Les industriels du béton pourront exploiter pleinement les avantages du système en optimisant leur source de granulats.

- Béton conforme à la norme NF EN 206-1/CN
- Béton prêt à l'emploi
- Béton fabriqué en centrale de chantier

Notre produit MasterSuna SBS 4131 est un adjuvant « Plastifiant-Réducteur d'Eau » au sens de la norme EN 934-2.

Propriétés

L'action inédite du MasterSuna SBS 4131 permet de régler sur mesure une consistance et un maintien de maniabilité, sans retard de prise.

MasterSuna SBS 4131 permet de valoriser les sables de carrière et offre les avantages suivants dans le cadre de la fabrication de béton avec des sables conformes à la norme NF P 18-545 :

- Robustesse et efficacité accrues grâce à la nouvelle architecture de polymère
- Contient des groupes fonctionnels spécifiques qui contrôlent l'adsorption préférentiellement du polymère sur le ciment malgré la présence d'argile
- Combine une réduction fiable de l'eau avec une meilleure rétention du slump
- Confection de bétons avec des sables à valeurs au bleu variables (différentes natures d'argiles)



MasterSuna SBS 4131



EN 934.2
Marque NF
cf. Rp NF 085

- Robustesse à la variation de la valeur au bleu sans modification du dosage en réducteur d'eau
- Amélioration de l'aspect du béton frais
- Évite les traitements de sables en carrières
- Selon les ciments, il peut également être utilisé en synergie avec d'autres plastifiants ou superplastifiants de la gamme Master Builders Solutions

Mode d'emploi

Pour un effet optimal, MasterSuna SBS 4131 doit être incorporé dans l'eau de gâchage.

Pour d'autres modes d'introduction, veuillez consulter votre Agent local Master Builders Solutions France.

Dosage

Plage normale d'utilisation :

0,05 à 1,50 % du poids du ciment soit 0,04 à 1,07 L pour 100 kg de ciment. Ce dosage sera modulé en fonction de la valeur au bleu des sables.

Compatibilité

Pour une utilisation en synergie avec un autre adjuvant de la gamme Master Builders Solutions, consultez votre Agent local Master Builders Solutions.

Conditionnement

MasterSuna SBS 4131 est conditionné en bidon de 10 L, fût de 210 L, container de 1000 L et vrac.

Stockage

Il est recommandé de stocker MasterSuna SBS 4131 dans des conditions de températures supérieures à + 5° C.

Durée de vie

MasterSuna SBS 4131 a une durée de vie de 12 mois à compter de sa date de fabrication.



MasterSuna SBS 4131



EN 934.2
Marque NF
cf. Rp NF 085

Caractéristiques	
Aspect	Liquide
Couleur	Jaune à brun
Masse volumique à + 20° C	1,09 ± 0,02 g/cm ³
pH	4,5 ± 1,5
Teneur en chlore	< 0,1 %
Extrait sec	28,5 % ± 1,4 %
Na ₂ O eq	≤ 4,5 %
Transport	non classé
Etiquetage	

Master Builders Solutions France SAS a couvert sa responsabilité civile tant en exploitation qu'après livraison de ses produits par une police d'assurance souscrite auprès de la Compagnie HDI Gerling France. Les garanties de cette police sont complétées par la police "parapluie" responsabilité civile du Groupe souscrite auprès de la société d'assurances HDI Gerling Allemagne.

Master Builders Solutions France SAS

Z.I. Petite Montagne Sud - 10, Rue des Cévennes - 91090 LISSES
Tél. : 01 69 47 50 00 Fax : 01 60 86 06 32 www.master-builders-solutions-fr.fr.com

Nos fiches techniques ont pour objectif de vous conseiller d'après nos connaissances les plus récentes, nous nous réservons donc le droit de modifier à tout moment le contenu de celles-ci. L'emploi des produits doit être adapté aux conditions spécifiques à chaque situation. Pour toute précision complémentaire, nous vous conseillons de prendre contact avec l'une de nos agences Master Builders Solutions France SAS

Conformément à la réglementation en vigueur, nos Fiches de Données de Sécurité (FDS) sont transmises automatiquement (par courrier postal ou électronique) aux clients livrés. En dehors de cette situation, contacter votre chargé de Clientèle pour tout autre besoin de FDS.

Annexe 3 – Fiche technique de MasterGlenium ACE 456



MasterGlenium ACE 456



Superplastifiant pour bétons préfabriqués hautes performances base sur une nouvelle génération de polycarboxylates.

Description

Le MasterGlenium ACE 456 est un adjuvant non chloré issu des nouvelles générations de polycarboxylates.

Le MasterGlenium ACE 456 est un superplastifiant haut réducteur d'eau particulièrement recommandé pour l'industrie de la préfabrication dans le cadre du Zero Energy System.

La nouvelle chimie des MasterGlenium ACE

La configuration particulière des molécules des MasterGlenium ACE accélère les processus d'hydratation à jeune âge. Les nouveaux principes d'adsorption du polymère combiné à un effet puissant de dispersion permettent d'obtenir une défloculation forte des grains de ciment et une surface de contact avec l'eau plus grande pour chaque grain.

Cette nouvelle action permet ainsi d'obtenir des réactions "ciment/eau" et une exothermie rapides, donc des développements de performances mécaniques à jeune âge. La structure du polymère constituant le MasterGlenium ACE 456 a été spécialement conçue pour améliorer le comportement dynamique et la mise en oeuvre des bétons préfabriqués : ceux-ci présentent une faible viscosité, une excellente robustesse et une grande stabilité.

Zero Energy System

Le concept du Zero Energy System est basé sur la combinaison des technologies de pointe en terme d'adjuvantation des bétons de l'industrie de la préfabrication. Les performances du MasterGlenium ACE 456 dans des bétons fluides ou autoplaçants permettent à l'industriel de la préfabrication d'optimiser la formule et les énergies nécessaires à la fabrication des éléments en béton : vibration et étuvage.

Domaines d'applications

Le MasterGlenium ACE 456 est recommandé dans des bétons préfabriqués, armés ou précontraints, où des performances mécaniques élevées à très court et long terme sont recherchées.

Le MasterGlenium ACE 456 est particulièrement adapté à la fabrication des BAP pour lesquels faible viscosité, vitesse d'écoulement, stabilité, hautes résistances et qualité de parement sont des paramètres clés.

Propriétés

Le MasterGlenium ACE 456 offre les avantages suivants, au niveau de la mise en place, des performances et de la durabilité du béton :

- Fabrication de bétons fermes à fluides à faibles E/C
- Bétons à caractéristiques rhéologiques optimales : faible-seuil de cisaillement et faible viscosité
- Bétons très souples, faciles à mettre en oeuvre
- Excellente stabilité et grande résistance des bétons vis à vis du ressuage et de la ségrégation
- Fabrication de BAP et élimination de la vibration
- Optimisation des cycles d'étuvage par réduction du temps ou de l'énergie de chauffe
- Elimination possible de l'étuvage
- Elimination possible de l'énergie nécessaire à la mise en place et à l'étuvage (Zero Energy System)
- Augmentation de la productivité
- Amélioration de la durabilité liée au faible E/C et à la diminution, voire la suppression de l'étuvage
- Amélioration des parements

Mode d'emploi

Le MasterGlenium ACE 456 est un adjuvant pour béton qui doit être incorporé isolément.

L'effet optimal est généralement obtenu par incorporation du MasterGlenium ACE 456 dans le béton en différé, c'est à dire après l'addition de 70% de l'eau de gâchage dans le malaxeur.

Toutefois, il est possible d'incorporer le MasterGlenium ACE 456 dans l'eau de gâchage.

Eviter d'ajouter le MasterGlenium ACE 456 sur les granulats.

Compatibilité

Consultez votre Agent local Master Builders Solutions France pour toute synergie.

Dosage

Plage normale d'utilisation :

0,2 à 2,0% du poids de ciment, soit 0,19 à 1,9 L pour 100 kg de ciment.

Pour d'autres utilisations, consulter votre Agent local Master Builders Solutions France.



MasterGlenium ACE 456



Superplastifiant pour bétons préfabriqués hautes performances base sur une nouvelle génération de polycarboxylates.

Conditionnement

Le MasterGlenium ACE 456 est conditionné en bidon de 10 L, fût de 210 L, container de 1.000 L et vrac.

Stockage

Le MasterGlenium ACE 456 doit être stocké à une température supérieure à + 5° C.

Durée de vie

Le MasterGlenium ACE 456 a une durée de vie de 12 mois, à compter de la date de fabrication.

Caractéristiques

Aspect	Liquide
Couleur	Brun
Masse volumique à + 20° C	1,07 ± 0,02 g/cm ³
pH	6,5 ± 1,5
Teneur en chlore	< 0,1 %
Na ₂ O eq	≤ 2 %
Extrait sec	30,0 ± 1,5 %
Transport	Non classé
Etiquetage	Pas de symbole exigé

Master Builders Solutions France SAS a couvert sa responsabilité civile tant en exploitation qu'après livraison de ses produits par une police d'assurance souscrite auprès de la Compagnie HDI Gerling France. Les garanties de cette police sont complétées par la police "parapluie" responsabilité civile du Groupe souscrite auprès de la société d'assurances HDI Gerling Allemagne.

Master Builders Solutions France SAS

Z.I. Petite Montagne Sud - 10, Rue des Cévennes - 91090 LISSES
Tél. : 01 69 47 50 00 Fax : 01 60 86 06 32 www.master-builders-solutions-fr.fr

Nos fiches techniques ont pour objectif de vous conseiller d'après nos connaissances les plus récentes, nous nous réservons donc le droit de modifier à tout moment le contenu de celles-ci. L'emploi des produits doit être adapté aux conditions spécifiques à chaque situation. Pour toute précision complémentaire, nous vous conseillons de prendre contact avec l'une de nos agences Master Builders Solutions France SAS

Conformément à la réglementation en vigueur, nos Fiches de Données de Sécurité (FDS) sont transmises automatiquement (par courrier postal ou électronique) aux clients livrés. En dehors de cette situation, contacter votre chargé de Clientèle pour tout autre besoin de FDS.

A brand of
MBCC GROUP

Annexe 4 – Fiche technique de BELITEX® ADDICHAP

FICHE TECHNIQUE

BELITEX® ADDICHAP

Additif spécifique
pour la chape BELITEX® TA

CHRYSO
SOLUTIONS
BÉTON

06/04/2022

DESRIPTIF

BELITEX® ADDICHAP est un additif spécifique entrant dans la composition de la chape BELITEX® TA à base de liant BELITEX® LT.

BELITEX® ADDICHAP évite la ségrégation. BELITEX® ADDICHAP empêche le ressuage du mortier à l'état frais.

DOMAINES D'APPLICATION

- Chapes ciment

INFORMATIONS INDICATIVES

Nature du produit	poudre
Durée de vie	6 mois
Densité (20°C)	0,950 ± 0,100

MODE D'EMPLOI

BELITEX® ADDICHAP est introduit :- soit directement dans le malaxeur de la centrale à béton, après l'introduction du sable et du liant BELITEX® LT et avant l'ajout de l'eau.- soit directement sur le tapis avec le sable. BELITEX® ADDICHAP est introduit en même temps que BELITEX® ACC-10 (pour températures <10°C) et si besoin que BELITEX® RET+20 (pour températures >20°C).

Dosage :

BELITEX® ADDICHAP est conditionné en doses de 1,25 Kg et 2,5 Kg permettant la fabrication de 0,5 m³ et 1 m³ de chape, respectivement. Ces doses sont disponibles en sacs polyéthylène ou hydrosolubles.

PRÉCAUTIONS

- Stocker à l'abri de l'humidité.
- Température de stockage recommandée : 5-25°C.

SÉCURITÉ

Avant toute utilisation, consulter la fiche de données de sécurité.



Les informations contenues dans la présente fiche technique sont l'expression de nos connaissances et de résultats d'essais effectués dans un souci constant d'objectivité. Elles ne peuvent cependant, en aucun cas, être considérées comme apportant une garantie ni comme engageant notre responsabilité en cas d'application défectueuse ou d'utilisation de nos produits en dehors des stipulations du paragraphe "Applications" de la fiche technique. Des essais préalables à chaque utilisation devront être effectués par les utilisateurs et permettront ainsi de vérifier que les modes d'emploi et les conditions d'application donnent satisfaction. Consultez la version la plus récente de la fiche technique, disponible sur www.chryso.fr

CHRYSO 19 place de la Résistance - 92445 ISSY LES MOULINEAUX France Tél.:+33 (0)1 41 17 18 19 Fax:+33 (0)1 41 17 18 80 e-mail:contact@chryso.com

P.1/1

