

https://lib.uliege.be



https://matheo.uliege.be

Composition des bétons imprimés en 3D - Substitution de composants issus des matières premières par des fines de briques

Auteur : Saelen, Lucas
Promoteur(s) : Courard, Luc
Faculté : Faculté des Sciences appliquées
Diplôme : Master en ingénieur civil architecte, à finalité spécialisée en ingénierie architecturale et urbaine
Année académique : 2019-2020
URI/URL : http://hdl.handle.net/2268.2/9095

Avertissement à l'attention des usagers :

Tous les documents placés en accès ouvert sur le site le site MatheO sont protégés par le droit d'auteur. Conformément aux principes énoncés par la "Budapest Open Access Initiative" (BOAI, 2002), l'utilisateur du site peut lire, télécharger, copier, transmettre, imprimer, chercher ou faire un lien vers le texte intégral de ces documents, les disséquer pour les indexer, s'en servir de données pour un logiciel, ou s'en servir à toute autre fin légale (ou prévue par la réglementation relative au droit d'auteur). Toute utilisation du document à des fins commerciales est strictement interdite.

Par ailleurs, l'utilisateur s'engage à respecter les droits moraux de l'auteur, principalement le droit à l'intégrité de l'oeuvre et le droit de paternité et ce dans toute utilisation que l'utilisateur entreprend. Ainsi, à titre d'exemple, lorsqu'il reproduira un document par extrait ou dans son intégralité, l'utilisateur citera de manière complète les sources telles que mentionnées ci-dessus. Toute utilisation non explicitement autorisée ci-avant (telle que par exemple, la modification du document ou son résumé) nécessite l'autorisation préalable et expresse des auteurs ou de leurs ayants droit.



Université de Liège - Faculté des Sciences Appliquées

Composition des bétons imprimés en 3D

Substitution de composants issus des matières premières par des fines de briques

Travail de fin d'études réalisé en vue de l'obtention du grade de master Ingénieur Civil Architecte par Lucas Saelen

> **Promoteur** Luc Courard

Jury David Bulteel Catherine Elsen Julien Hubert Zengfeng Zhao

Année académique 2019-2020

Résumé

A l'heure actuelle, les technologies d'impression 3D commencent à se démocratiser dans notre société. L'un des domaines où ce procédé se développe de manière continue est celui de la construction. Déjà de nombreux projets ont été réalisés grâce à l'impression 3D, notamment l'impression 3D des matériaux cimentaires. Cette technologie de rupture permet de faire de grandes économies de matière et pourrait, grâce à sa démocratisation, permettre de réduire considérablement les coûts des chantiers de construction.

D'un autre côté, le milieu de la construction utilise toujours plus de ressources et de matières premières. Face aux enjeux environnementaux actuels, il est nécessaire d'agir pour préserver celles-ci. Encore aujourd'hui, l'exploitation des ressources et des matériaux reste sur un modèle "linéaire" (Extraction - Fabrication - Utilisation - Mise en décharge). Les pratiques tendent pourtant à évoluer vers des boucles d'économies circulaires où les matériaux issus des décharges sont mis à profit.

On a donc deux problématiques, l'une concernant une technologie en devenir, l'autre propre à la pérennité de notre planète et de nos ressources. L'objet du travail est la combinaison de l'impression 3D et de la valorisation de ressources secondaires provenant du recyclage des déchets de construction et de démolition. Ici, la substitution du ciment contenu dans les compositions de mortiers imprimables par de la poudre de brique sera étudiée. Une composition témoin imprimable sera déterminée, puis des substitutions seront effectuées jusqu'à 35% en masse.

L'étude a été réalisée dans un premier temps sur des mortiers coulés. A l'état frais, des essais de temps de prise et d'étalement ont été réalisés, cela dans le but de caractériser la rhéologie du mortier. En effet, celui-ci doit être suffisamment fluide pour être mis en œuvre dans l'imprimante, mais suffisamment ferme pour tenir en place une fois imprimé. A l'état durci, des mesures de flexion/compression et d'absorption par immersion ont également été menées.

Les essais montrent que l'incorporation des fines de briques ne modifie que très légèrement le comportement rhéologique du mortier, celui-ci ayant tendance à devenir plus maniable. Le temps de prise est faiblement impacté, devenant plus important lorsque le taux de substitution augmente.

A l'état durci, cette substitution tend à diminuer de manière importante les résistances en flexion/compression. Néanmoins, le mortier présente des performances de base élevées et cette diminution ne met pas en péril la solidité du matériau imprimé. L'absorption d'eau augmente lorsque le taux de substitution augmente. Cela veut dire que l'intégration des fines implique une plus grande porosité du matériau.

Tous les essais permettant de déterminer si le mortier dispose des caractéristiques rhéologiques pour être imprimable n'ont pas été réalisés. On peut néanmoins estimer que, si la composition témoin respecte les critères d'imprimabilité, l'ajout de fines de briques, au vu des résultats mentionnés, pourrait être possible.

Abstract

Nowadays, 3D printing technologies are becoming more and more common in our society. This process is continuously developing in construction field. Many projects have been realized thanks to 3D printing, especially 3D printing of cement-based materials. This disruptive technology allows great savings in materials and could, thanks to its development, involve a great decrease in the cost of constructions.

On the other hand, the construction industry is using more and more resources and raw materials. Considering today's environmental challenges, it is necessary to act in order to preserve earth's resources. Today, the exploitation of resources and materials remains on a "linear" model (Extraction - Manufacture - Use - Landfill). However, practices are tending to evolve towards circular savings loops where materials from landfills are re-valued.

Consequently, we have two issues, one about a growing technology, and another dealing with the sustainability and the management of global resources. The aim of the work is to combine 3D printing with the valuation of secondary resources from the recycling of construction and demolition waste. Here, the substitution of cement contained in printable mortar compositions by brick powder will be studied. A printable control composition will be determined and then substitutions will be made up to 35% (by mass).

The study was initially carried out on cast mortars. In the fresh state, setting time and spreading tests were realised out in order to characterise the rheology of the mortar. Indeed, the mortar must be fluid enough to be applied in the printer, but firm enough to hold in place once printed. In the hardened state, bending/compression and water absorption measurements were also carried out.

The tests show that the incorporation of brick powder only slightly modifies the rheological behaviour of the mortar, as it tends to become smoother. The setting time is only slightly affected, becoming more important as the substitution rate increases.

Regarding the hardened state, this substitution tends to significantly reduce the flexural/compression strength. Nevertheless, the mortar has a high initial performance and this decrease does not compromise the strength of the printed material. Water absorption increases as the rate of substitution increases. This means that the integration of the brick powder implies a higher porosity of the mortar.

All the tests required to determine whether the mortar has the rheological characteristics to be printable haven't been carried out. Nevertheless, it can be assumed that, if the control composition meets the printability criteria, the addition of brick powder, regarding the results previously mentioned, could be possible.

Remerciements

Dans un premier temps, je tiens à remercier Luc Courard pour le temps et l'aide qu'il m'a consacrés durant cette année de travail. Ses conseils m'ont été précieux dans la réalisation de ce mémoire.

Ensuite, je remercie David Bulteel & Sébastien Remond, spécialistes de l'impression 3D des mortiers pour l'intérêt porté à ce travail. Leurs indications m'ont permis de pouvoir appréhender de la meilleure façon possible les différentes problématiques relatives à ce domaine.

Je remercie aussi l'ensemble du personnel du laboratoire des matériaux de construction pour leur disponibilité et leur aide. Je remercie tout particulièrement Monique Denotte et Amaury Daras qui m'ont guidé à travers la réalisation de mes essais.

Également un grand merci à Zengfeng Zhao pour les conseils donnés pour la rédaction de ce mémoire.

Enfin, j'adresse mes remerciements à Julien Hubert et Catherine Elsen pour la lecture de ce travail.

Table des matières

Résumé	2
Abstract	3
Remerciements	4
Table des matières	5
Liste des figures	7
Liste des tableaux	9
Introduction Générale	
État de l'Art	
I.1 Fabrication additive et Impression 3D	
I.1.1 Genèse de la notion de « fabrication additive »	
I.1.2 Processus d'impression 3D	
I.1.3 Différentes technologies	15
I.1.4 Applications de l'impression 3D aux matériaux cimentaires	16
I.1.5 Potentiel de l'usage de l'impression 3D béton	21
I.2 Rhéologie des matériaux cimentaires	23
I.2.1 Variables rhéologiques fondamentales	23
I.2.2 Types de comportements	24
I.2.3 Lois de comportement et notion de contrainte seuil	25
I.2.4 Notion de thixotropie	27
I.2.5 Méthodes d'essais empiriques sur béton frais	29
I.2.6 Méthodes d'essai au rhéomètre	32
I.3.7 Détermination des variables intrinsèques rhéologiques	33
I.3.8 Corrélations entre variables empiriques et variables intrinsèques	
I.3 Comportement des matériaux cimentaires imprimés par la technique d'extrusion/	dépôt.38
I.3.1 Problématiques rhéologiques	
1.3.2 Principes physiques de pompage et d'extrusion	
1.3.3 Formulation de mortiers imprimables	
1.3.4 Notion d'anisotropie	
I.3.5 l'est d'extrudabilité et de constructibilité	
I.3.6 Modes de rupture des structures cimentaires imprimees	
I.S.7 Comportement mecanique des mortiers imprimables à retat dui cr	47 E0
I.4 Decilets de collsti dello	
I.4.1 Contexte Global	
I.4.2 Dechets et l'etyclage d'éléments de maçonnene.	
I.5 Integration de mies de briques dans les formulations de mortiers	JZ
I.5.1 Propriétée à l'état durci	
Programme de recherches expérimentales	
II 1 Choix & Caractárication dos matáriaux	
II.1 Choix & Calacterisation des materiaux.	
II.1.1 CHINERIL	
II.1.2 Filles de Diques	
II 1 4 Adjuvants	
II 2 Méthode de formulation et de composition	
II 2 1 Détermination de la composition témoin	61
IL2.2 Compositions pour tests normalisés	01 62
IL2.3 Compositions de substitution	
II.2.4 Réalisation des mortiers	
II.3 Essais à l'état frais	

II.3.1 Mesure de l'étalement à la table à secousses	
II.3.2 Mesure du temps de prise	
II.4 Essais à l'état durci	71
II.4.1 Essais en flexion et compression à 7 et 28 jours	71
II.4.2 Essais d'absorption par immersion totale	72
Analyse des résultats	73
III.1 Résultats à l'état frais	74
III.1.1 Mesure de l'étalement à la table à secousses	74
III.1.2 Mesure du temps de prise	77
III.2 Résultats à l'état durci	
III.2.1 Mesure de la masse volumique	
III.2.2 Mesure de l'absorption d'eau par immersion	
III.2.3 Mesure de la résistance en flexion	
III.2.4 Mesure de la résistance en compression	
Conclusions & Recommandations	
Références	90
Annexes	95
Annexe A : Fiche technique Ciment CEM I 52,5 N	96
Annexe B : Fiche Superplastifiant Ultibat (anciennement DeltaPro)	
Annexe C : Résultats de calcul du seuil de cisaillement	
Annexe D : Enfoncements mesurés en fonction du temps (Vicatronic)	
Annexe E : Estimation du seuil de cisaillement en fonction de l'enfoncement	
Annexe F : Valeurs de masse volumique	
Annexe G : Masses saturées et sèches pour mesure d'absorption	
Annexe H : Résultats des tests en flexion	102
Annexe I : Résultats des tests en compression	102
Timere i i resultats des tests en compression annumentation	100

Liste des figures

Figure 1 : Premier dispositif de fabrication additive proposé par Jean-claude André, Olivier de	į
Witte et Alain le Méhauté, destiné à la réalisation d'un modèle industriel [2][3]	13
Figure 2 : Les différentes phases du processus d'impression 3D.	14
Figure 3 : Résultat d'une impression 3D avant et après la phase de finition	15
Figure 4 : Illustrations du principe de la photopolymérisation	15
Figure 5 : Illustration du procédé par extrusion/dépôt	16
Figure 6 : Mobilier urbain imprimé par l'entreprise "Construction 3D"	17
Figure 7 : En haut le premier pont imprimé en 3D à Madrid, en bas le plus long pont imprimé	du
monde en Chine	18
Figure 8 : Habitat imprimé par l'entreprise Apis Cor en Russie. En haut pendant le chantier, er	n
bas lors de la livraison	19
Figure 9 : Le plus grand ouvrage imprimé au monde construit par l'entreprise Apis Cor	20
Figure 10 : Pavillon imprimé par l'entreprise Xtreee à Dubaï	21
Figure 11 : Élément de matière soumis à du cisaillement	23
Figure 12 : Courbes d'écoulement des fluides exclusivement visqueux	24
Figure 13 : Courbes d'écoulement des fluides à seuil	25
Figure 14 : Courbes d'écoulements associées aux modèles rhéologiques courants	26
Figure 15 : Variation de la viscosité en fonction des contraintes appliquées à un matériau	
cimentaire	27
Figure 16 : Évolution du seuil de cisaillement en fonction du temps de repos	29
Figure 17 : Dimensions du cône utilisé et classes de consistances	30
Figure 18 : Matériel utilisé pour l'essai d'étalement et classes de consistances	31
Figure 19 : Illustration d'un rhéomètre et des différentes géométries utilisées	32
Figure 20 : Application d'un modèle rhéologique à une courbe d'écoulement pour déterminer	le
seuil d'écoulement dynamique [15]	33
Figure 21 : Mesure du seuil d'écoulement statique avec plusieurs vitesses de cisaillement [21]].34
Figure 22 : Corrélations déterminées entre les grandeurs mesurées des différents tests de	
pénétrométrie et les valeurs de seuil de cisaillement [23]	35
Figure 23 : Évolution de la contrainte de cisaillement mesurée en fonction de la géométrie du	
rhéomètre [14]	35
Figure 24 : Schéma de lu principe d'écoulement et gradient des vitesses	39
Figure 25 : Schéma du principe d'écoulement en sortie de l'extrudeuse et graphique présentat	nt
l'évolution de la force nécessaire à l'écoulement du matériau cimentaire [34]	40
Figure 26 : Représentation schématique d'une couche imprimée et de ses axes de symétrie	42
Figure 27 : Illustration du pistolet utilisé et du test réalisé	43
Figure 28 : Tests négatifs montrant un matériau cimentaire bouchant le pistolet et un autre	
s'écoulant de lui-même	43
Figure 29 : Illustration de deux phases de tests au chargement incrémental.	44
Figure 30 : Détection du temps de rupture de la structure imprimée pour différentes vitesses	
d'impression verticales (R) [41]	45
Figure 31 : Représentation schématique d'une impression rectiligne couche par couche	48
Figure 32 : Comparaison des résistances mécaniques à l'état durci en fonction de la localisation	n
de la couche au sein de la structure imprimée [46]	49
Figure 33 : Principe de l'économie circulaire comparé au principe d'économie linéaire	50

Figure 34 : Comparaison de la masse volumique (état frais) de matériaux cimentaires pour	
différents pourcentages de substitution [52]	52
Figure 35 : Comparaison de la quantité d'eau ajoutée dans la formulation de matériaux	
cimentaire pour différents pourcentages de substitution [52].	53
Figure 36 : Comparaison des performances mécaniques en compression de matériaux	
cimentaires pour différents pourcentages de substitution [52].	54
Figure 37 : Comparaison des performances mécaniques en flexion de matériaux cimentaires	
pour différents pourcentages de substitution [52]	54
Figure 38 : Fines de brique utilisées dans les compositions	58
Figure 39 : Répartition granulométrique des fines de brique et du ciment	58
Figure 40 : Courbe granulométrique du sable normalisé [55]	60
Figure 41 : Photos des moules utilisés et de la table à secousses	65
Figure 42 : Table à secousses et dimensions du dispositif tronconique	67
Figure 43 : Photos du dispositif utilisé	69
Figure 44 : Photo des barrettes réalisées pour une composition	71
Figure 45 : Résultats de l'essai d'étalement en fonction du degré de substitution	74
Figure 46 : Estimations de valeurs de seuil de cisaillement	75
Figure 47 : Temps de prise	78
Figure 48 : Estimation du seuil de cisaillement des compositions en fonction du temps	78
Figure 49 : Masse volumique à 7 et 28 jours.	81
Figure 50 : Résultats des essais d'absorption d'eau par immersion	83
Figure 51 : Essais en flexion à 7 et 28 jours.	84
Figure 52 : Résultats des essais en compression à 7 et 28 jours	86

Liste des tableaux

Tableau 1 : Comparaison des résistances mécaniques à l'état durci en fonction de l'intervalle	de
temps entre deux dépôts	46
Tableau 2 : Comparaison des performances mécaniques à l'état durci (à 28 jours) entre des	
mortiers coulés et des mortiers imprimés [8].	48
Tableau 3 : Part des déchets issus du domaine de la construction/démolition en Europe [50].	51
Tableau 4 : Caractéristiques du CEM I 52,5 N	57
Tableau 5 : Caractéristiques des fines de briques [54]	58
Tableau 6 : Composition chimique des fines de briques [54]	59
Tableau 7 : Composition minéralogique des fines de brique [54]	59
Tableau 8 : Dosage utilisé pour la composition témoin.	61
Tableau 9 : Quantités massiques utilisées dans la composition témoin.	62
Tableau 10 : Aperçu des quantités massiques et grandeurs gardées constantes au cours des t	ests.
	63
Tableau 11 : Compositions de substitution	64
Tableau 12 : Étapes suivies pendant la réalisation des mortiers	64
Tableau 13 : Étapes suivies lors de la mise en place du mortier dans les moules	64
Tableau 14 : Étapes suivies lors de la réalisation de l'essai d'étalement [NBN EN 1015-3]	66
Tableau 15 : Étapes suivies durant l'essai de prise et paramètres de mesure utilisés	68
Tableau 16 : Masse volumique des compositions à l'état frais.	75
Tableau 17 : Variation de la valeur de la masse volumique entre 7 et 28 jours	81
Tableau 18 : Variation des valeurs de flexion par rapport à la composition témoin	84
Tableau 19 : Variation des valeurs de flexion entre 7 et 28 jours	84
Tableau 20 : Variation des valeurs de compression par rapport à la composition témoin	86
Tableau 21 : Variation des valeurs en compression entre 7 et 28 jours	86

Introduction Générale

Une nouvelle technologie fait aujourd'hui son apparition sur quelques chantiers de construction : l'impression 3D. Cette technologie, née dans les années 1980, commence à se démocratiser et à être accessible au grand public. Elle permet l'utilisation de plus en plus de matériaux différents et trouve sans cesse de nouveaux domaines où s'appliquer. Sur chantier, l'impression 3D du béton voit peu à peu le jour, et son marché est actuellement en pleine croissance (+15%/an). On peut envisager le fait que cette technologie, si son usage et son développement continuent à croitre de la sorte, puisse être utilisée de manière plus fréquente. Dans les prochaines décennies, cela pourrait potentiellement révolutionner la manière de construire les ouvrages.

Un autre facteur est à prendre en compte, et pas des moindres. Le milieu de la construction utilise actuellement énormément de ressources et de matières premières. Cela implique un constat plus général et bien connu depuis des décennies : notre consommation des ressources est en train de mettre à mal notre planète. Ce n'est pas simplement le fait de consommer, c'est aussi notre manière de consommer qui pose problème. A l'heure actuelle, on utilise les ressources d'une manière encore trop linéaire. Cela mène malheureusement à une production de déchets colossale à l'échelle du globe. Il est nécessaire de repenser le cycle de vie de ce que l'on produit afin de développer une gestion des ressources qui soit circulaire et durable. L'un des meilleurs moyens reste le recyclage qui permet de favoriser cette économie circulaire et de donner une nouvelle vie à des matériaux autrefois laissés en décharge.

Le but de ce travail de fin d'études est de concilier ces deux problématiques : l'une concernant une technologie en devenir, l'autre propre à la pérennité de notre planète et de nos ressources. Ce mémoire s'intéressera plus particulièrement à la composition des mortiers et bétons destinés à être imprimés en 3D.

Le processus d'impression 3D implique l'incorporation d'une haute teneur de ciment dans les formulations de mortiers imprimables. Or, la production de ciment nécessite l'utilisation matières premières et participe au dégagement d'importantes quantités de CO₂ dans l'atmosphère. On essaiera alors de voir s'il est possible de substituer ce ciment par des matériaux issus des déchets du domaine de la construction. Ce rapport traitera de l'incorporation d'un type de matériau : la poudre de brique.

Dans une première partie, ce travail s'articulera autour des connaissances théoriques existant dans plusieurs domaines. Le principe de l'impression 3D sera présenté avec un descriptif rapide des différentes techniques d'impression existantes. Un aperçu des constructions réalisées grâce à l'impression 3D sera également présenté. Ensuite, une analyse plus approfondie sera établie sur le comportement rhéologique des matériaux cimentaires. Un chapitre présentera notamment les implications que le processus d'impression 3D a sur les exigences relatives aux propriétés physico-chimiques des mortiers imprimés. La problématique de la gestion des déchets de construction et de démolition sera ensuite abordée avant de finir sur l'influence de l'intégration de poudre de brique dans les matériaux cimentaires. La deuxième partie du mémoire présentera les matériaux qui seront utilisés ainsi que la manière dont les compositions ont été formulées. Les tests réalisés ainsi que leurs protocoles seront également abordés.

La troisième partie s'intéressera aux résultats des expériences menées. Ceux-ci seront traités, décris et analysés. Des interprétations seront ensuite formulées à partir de ces analyses.

Pour finir, la conclusion permettra d'affirmer, ou non, si la substitution du ciment par la poudre de brique est réalisable sur des matériaux cimentaires destinés à être imprimés en 3D. Des pistes de réflexion seront apportées afin d'ouvrir des axes de recherches plus approfondis sur le sujet.

Partie 1 État de l'Art

I.1 Fabrication additive et Impression 3D

I.1.1 Genèse de la notion de « fabrication additive »

L'impression de formes tridimensionnelles est un concept qui a commencé à émerger dans les années cinquante. A l'époque, l'idée de pouvoir ériger et répliquer des formes dans les trois directions de l'espace à partir de robots relevait plus de la fiction que de la réalité. Néanmoins, plusieurs groupes de chercheurs et d'ingénieurs vont s'emparer du sujet, ce qui mènera aux premières demandes de brevets.

En 1984, trois ingénieurs français Jean-Claude André, Olivier de Witte et Alain le Méhauté déposeront le premier brevet sur la technologie d'impression 3D, initialement appelée « fabrication additive » (Figure 1). Faute de moyens financiers, le brevet ne sera pas maintenu [1].



Le dispositif comporte un système de mémoires 1 contenant des informations sur la forme de la pièce, un générateur laser 2 relié au système de mémoires 1 par un circuit de traitement 3, une fibre optique 4 couplée à la sortie du générateur laser 2, et des moyens 6, 7, 11 pour déplacer l'extrémité libre de la fibre 4 dans une cuve 9 remplie d'un liquide monomère polymérisable 8, ces moyens étant commandés par les signaux de sortie de circuit de traitement 3.

Application à la réalisation d'un modèle de bielle.

Figure 1 : Premier dispositif de fabrication additive proposé par Jean-claude André, Olivier de Witte et Alain le Méhauté, destiné à la réalisation d'un modèle industriel [2][3].

La paternité de l'invention reviendra à Charles Hull, à travers une demande de brevet réalisée également en 1984. Il y propose une machine permettant la réalisation de premiers prototypes, en utilisant un procédé nommé « stéréolithographie apparatus » qui sera détaillé par la suite [4].

Si l'on devait donner une définition générale du procédé de fabrication additive, elle pourrait être énoncée de la manière suivante : la fabrication additive est « un processus d'assemblage de matériaux pour fabriquer des objets ou structures à partir d'un modèle de données 3D, généralement couche par couche, par opposition aux méthodes traditionnelles de fabrication » [5].

I.1.2 Processus d'impression 3D

Même si les technologies de fabrication additives deviennent de plus en plus nombreuses et diversifiées, un processus type de fabrication de pièces peut être mis en évidence. Celui-ci se décline en cinq étapes (Figure 2) :

Dans un premier temps, il y a la phase de modélisation numérique. De plus en plus de logiciels permettent de créer virtuellement des pièces tridimensionnelles. Cette diversité permet de modéliser des formes de plus en plus complexes, notamment à l'aide de la conception paramétrique.

Dans le domaine de l'architecture, les suites Autodesk, Revit et SketchUp permettent la création et l'export de fichiers au format STL. Cet export représente la deuxième phase du processus, celle-ci servant à géométriser la forme créée et à faire en sorte que le fichier soit lisible par le système de l'imprimante 3D.

La troisième étape consiste à découper le modèle 3D en différentes couches. On appelle cela le processus de « stratification ». Un fichier sera créé regroupant toutes les informations concernant chaque couche de matériau déposé. Une liste d'instructions est aussi renseignée gérant les paramètres d'impression (e.g. : dimension de la couche imprimée, compacité du modèle).

Vient ensuite le processus de préparation et d'impression du modèle généré selon les commandes et instructions indiquées.

La dernière étape réside dans le processus de finition du modèle. En effet, pour réaliser certains modèles, l'impression peut nécessiter la création de supports pour certaines parties de la pièce (e.g. : éléments en porte-à-faux). Ces supports sont alors retirés manuellement à l'aide d'outils adaptés à la découpe du matériau d'impression (Figure 3).



Figure 2 : Les différentes phases du processus d'impression 3D.



Figure 3 : Résultat d'une impression 3D avant et après la phase de finition.

I.1.3 Différentes technologies

Les processus d'impression 3D se sont depuis démultipliés, impliquant des formats logiciels, des méthodes de fabrication et une utilisation de matériaux différents. On peut néanmoins classifier les technologies selon six catégories. Deux seront décrites : la technologie fondatrice ainsi que celle qui servira dans notre étude.

La première technologie qui a été développée est la photopolymérisation. Celle-ci inclut la notion de stéréolithographie vue précédemment. Le principe repose sur une réaction de polymérisation. Une résine photopolymère est placée dans un bac, un axe robotisé permet de maintenir le support de l'objet à imprimer et de le déplacer suivant l'axe vertical. Le faisceau laser UV projeté sur la surface a pour effet de solidifier la résine selon les prescriptions géométriques du modèle 3D. Lorsque la première couche de résine est solidifiée, le support baisse d'une épaisseur de couche et le faisceau laser balaie de nouveau les zones devant être solidifiées (Figure 4). Il y a autant de cycles d'impression que de couches nécessaires à l'obtention du volume complet de la pièce. Le nombre de cycles d'impression de ce type est égal au nombre de couches nécessaires pour obtenir le modèle désiré [6].



Figure 4 : Illustrations du principe de la photopolymérisation.

La deuxième technologie présentée utilise la technique d'extrusion-dépôt. Celle-ci utilise, pour former les modèles 3D, le principe d'extrusion. Sur les imprimantes de ce type, le matériau imprimable est envoyé à travers une tête d'extrusion qui dirige et dépose le filament de matière en plusieurs couches. Dans le cas des matériaux plastiques, la technologie utilisée se prénomme FDM : « Fused Deposition Modeling ». La tête d'extrusion de l'imprimante sert à chauffer la matière et la fait fondre pour former un filament plastique (Figure 5).



Figure 5 : Illustration du procédé par extrusion/dépôt.

I.1.4 Applications de l'impression 3D aux matériaux cimentaires

La méthode d'impression la plus utilisée et la plus développée est celle reposant sur le principe d'extrusion/dépôt de la matière. Pionnière dans l'impression des matériaux à base cimentaire, c'est autour de cette méthode que se basera la méthodologie entreprise dans ce rapport [7].

Le procédé d'impression se déroule comme suit : le matériau cimentaire est tout d'abord préparé dans un malaxeur, puis acheminé à l'aide d'une pompe jusqu'à la machine d'impression 3D. Le béton ou le mortier transite au sein de celle-ci jusqu'à la tête d'impression, aussi appelée buse, et est déposé couche par couche sur le support de l'imprimante [8].

La phase de transport de la matière peut différer. Certains chercheurs ont développé l'utilisation d'un réservoir muni d'une vis sans fin placé directement sur la tête d'impression. Cela limite le volume de gâchée possible par rapport à la technique préconisant le pompage [9]. Plusieurs échelles de réalisation sont aujourd'hui possibles, allant de l'échelle laboratoire pour la construction d'éléments de quelques mètres cubes à l'échelle du chantier pour l'édification de constructions de plusieurs étages.

On peut prendre l'exemple de l'entreprise « Construction 3D » basée à Valenciennes, dans le Nord de la France. Celle-ci propose des réalisations relatives au mobilier urbain tels que des bancs imprimés ou des sièges (Figure 6). Les modèles imprimés ont été réalisés en un temps record : un quart d'heure pour un siège et un peu moins d'une heure pour le banc [56]. A cette échelle, on préfère utiliser des bras télescopiques robotisés, auquel est reliée la buse d'impression ainsi que le système d'acheminement du mortier imprimable.



Figure 6 : Mobilier urbain imprimé par l'entreprise "Construction 3D".

L'impression 3D de mobilier urbain de petite taille est en plein développement. Concernant les éléments urbains de plus grande taille, on peut mentionner la construction du premier pont imprimé en 3D dans le monde. Celui-ci a été réalisé début 2017 à Madrid et mesure 12 mètres de long pour 1,75 mètres de large. Celui-ci a été imprimé en huit parties, qui ont ensuite été assemblées entre elles [57]. Depuis, d'autres ouvrages du même type ont vu le jour, notamment en Chine où demeure actuellement le plus grand pont imprimé au monde. Celui-ci a été réalisé en 2019, à partir de 132 blocs imprimés assemblés les uns aux autres, pour une longueur totale de plus de 26 mètres (Figure 7) [58].



Figure 7 : En haut le premier pont imprimé en 3D à Madrid, en bas le plus long pont imprimé du monde en Chine.

Des entreprises ont également utilisé la technologie d'impression 3D pour construire de petites habitations. Un exemple parmi d'autres se tient en Russie. L'ouvrage, modeste, de 37m² a été érigé en 24 heures par la start-up américaine Apis Cor. Les murs et cloisons ont été réalisés en béton par l'imprimante 3D. Les seules interventions humaines consistaient à mettre en place les câblages, l'isolation et la peinture extérieure (Figure 8) [59].



Figure 8 : Habitat imprimé par l'entreprise Apis Cor en Russie. En haut pendant le chantier, en bas lors de la livraison.

Cette construction a coûté à peine plus de 10 000\$ à l'entreprise. Celle-ci estime que l'utilisation de cette technologie d'impression 3D lui a permis d'économiser 70% de coûts par rapport à une construction réalisée de manière traditionnelle. D'autres habitats de ce type ont été construits ou sont en cours de construction. On peut citer le projet Yhnova réalisé par les chercheurs de l'université de Nantes [60], ou encore le projet « Milestone » lancé par l'université technique d'Eindhoven visant à construire cinq habitations aux formes futuristes [61].

Pour finir, il existe certaines structures imprimées qui ont une échelle encore supérieure. La Chine possède des entreprises qui excellent dans ce domaine, comme WinSun par exemple. Celle-ci a notamment construit un immeuble de 4 étages à l'aide d'une imprimante 3D aux dimensions gigantesques : 40 mètres de long pour 10 mètres de large et 6,6 mètres de haut. Les murs de béton ont été imprimés en usine puis acheminés et assemblés sur chantier. L'entreprise a également renforcé la structure en plaçant des barres d'acier au sein des murs imprimés [62]. Enfin, un ouvrage de 640m² a été construit à Dubaï fin 2019 par l'entreprise Apis Cor. Celui-ci représente aujourd'hui le bâtiment le plus imposant construit au monde, tous ses murs ont été imprimés en béton directement sur site, sans étapes d'assemblage (Figure 9) [63].



Figure 9 : Le plus grand ouvrage imprimé au monde construit par l'entreprise Apis Cor.

I.1.5 Potentiel de l'usage de l'impression 3D béton

La technologie d'impression 3D, ou fabrication additive, peut être qualifiée de technologie de rupture. En effet, celle-ci vient à l'encontre des techniques traditionnelles de fabrication. Concernant les matériaux cimentaires, plusieurs bouleversements pourraient être provoqués par l'adoption de la technologie d'impression 3D [12].

Premièrement dans notre manière de concevoir et de construire les bâtiments. Cela nécessiterait un panel de compétences totalement différentes de celles utilisées aujourd'hui. Beaucoup plus de compétences en modélisation numérique et une grande maitrise des machines/robots d'impression seront nécessaires. Les tâches physiques seraient aussi fortement réduites, permettant potentiellement de réduire la pénibilité liée au travail sur chantier.

Ensuite, l'utilisation des logiciels de CAO peut permettre de guider les concepteurs vers un principe structurel « intelligent » permettant des optimisations des formes construites. Associé au processus d'impression, cela permettra des économies de matière et ainsi la limitation de l'utilisation des ressources naturelles.

Par ailleurs, sur chantier, les coffrages utiles à la mise en place du béton coulé pourraient ne plus être nécessaires. Des économies financières conséquentes pourraient être réalisées. En effet, la part financière moyenne des coffrages représente entre 50 et 75% du coût du gros œuvre [8]. De plus, le processus d'impression permettrait de gagner énormément de temps. Pour rappel, des éléments de mobilier urbain ont été construits en un quart d'heure, une habitation de 37 m² en 24 heures.



Figure 10 : Pavillon imprimé par l'entreprise Xtreee à Dubaï.

Enfin, cette technologie peut avoir le potentiel d'ouvrir de nouvelles portes en termes de conception architecturale. Il est dans un premier temps possible d'élaborer des formes complexes sans avoir recours à l'utilisation couteuse de moules ou des coffrages spéciaux. On peut prendre l'exemple d'un pavillon conçu par l'entreprise XTreee à Dubaï (Figure 10). Il reste néanmoins un grand nombre d'obstacles techniques à franchir liés aux techniques d'impression. A titre d'exemple, la technique d'impression par extrusion ne permet pas encore d'imprimer en porte à faux ce qui limite la liberté des formes architecturales.

I.2 Rhéologie des matériaux cimentaires

Après une description des grandeurs de base relatives à la théorie de la rhéologie, la rhéologie des matériaux cimentaires sera abordée en détail.

I.2.1 Variables rhéologiques fondamentales

Dans ce paragraphe seront définies les variables fondamentales utilisées dans l'étude de la rhéologie des matériaux. On prend l'exemple d'un élément de matière soumis à du cisaillement (Figure 11). Les variables citées ne forment pas une liste exhaustive. Les principales grandeurs utilisées en rhéologie détaillées ici sont : la viscosité, la contrainte de cisaillement ainsi que le taux de cisaillement.

Pour un fluide Newtonien, la viscosité dynamique μ [Pa.s] est définie comme le rapport entre la contrainte de cisaillement τ et le taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ (Eq. 1).

$$\mu = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \tag{Eq. 1}$$

La contrainte de cisaillement [Pa] est quantifiée par le rapport d'une force F par une surface S. Lorsque l'on parle de cisaillement, la force est ici définie comme parallèle à la surface S (Eq. 2).

$$\tau = \frac{F}{S}$$
(Eq. 2)

Le taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ [s⁻¹] est quant à lui défini par le rapport entre la vélocité x [m.s⁻¹] et la hauteur cisaillée de l'échantillon y [m] (Eq. 3). Il représente le mouvement relatif des couches du fluides les unes par rapport aux autres.

$$\dot{\gamma} = \frac{\partial x}{\partial y} \tag{Eq. 3}$$



Figure 11 : Élément de matière soumis à du cisaillement.

I.2.2 Types de comportements

Le comportement d'un fluide peut être défini par l'expression de sa contrainte de cisaillement en fonction du taux de cisaillement appliqué. Sur la figure 12, les courbes de différents types de fluides sont représentées.



Figure 12 : Courbes d'écoulement des fluides exclusivement visqueux.

> Fluide *newtonien* : sa viscosité est constante et ne dépend pas des forces extérieures qui s'exercent sur lui (e.g. : l'eau).

> Fluide *rhéofluidifiant*: sa viscosité dépend des forces extérieures. Si la force appliquée augmente, la viscosité diminue, on tend vers la fluidification du matériau (e.g. : la lave).
 > Fluide *rhéoépaississant*: on est dans le cas inverse de celui cité précédemment. Ici, si la force appliquée augmente, la viscosité augmente et implique un épaississement du fluide (e.g. : mortiers fortement chargés en sable).

Pour ces trois premiers exemples, dès qu'une contrainte est appliquée, quelle que soit sa valeur, la valeur du taux de cisaillement est non-nulle. $\dot{\gamma}$ augmente, linéairement ou non si la contrainte augmente. Ces types de fluides sont appelés « fluides exclusivement visqueux ».

Ce type de comportement n'inclut pas les matériaux cimentaires qui eux sont qualifiés de « fluides à seuil » ou encore « fluides viscoplastiques ». Ceux-ci ont besoin d'une contrainte minimale pour pouvoir s'écouler (Figure 13). Cette contrainte est appelée « seuil d'écoulement » ou « seuil de cisaillement », (« yield stress » en anglais). Celle-ci est notée τ_0 et exprimée en Pascals [13]. A l'état frais, les particules de ciment des mortiers et bétons floculent en quelques secondes grâce aux forces d'attractions colloïdales. Cela a pour effet la formation d'un réseau de particules capables de résister à une certaine valeur de contrainte et d'afficher un module d'élasticité. Cette résistance est aussi due à la nucléation du CSH. Ce phénomène participe localement à la transformation des interactions colloïdales existant entre les particules de ciment en ponts CSH [14].

Si la contrainte appliquée est inférieure à cette résistance : $\tau < \tau_0$ > La microstructure reste en place et le matériau ne s'écoule pas : $\dot{\gamma} = 0$. On se situe alors dans un domaine où le béton se comporte comme un solide élastique.

Si la contrainte appliquée dépasse la valeur du seuil de cisaillement : $\tau > \tau_0$ > La microstructure se brise et l'écoulement se produit : $\dot{\gamma} > 0$. On passe dans un domaine où le matériau devient fluide est peut-être qualifié de quasi-newtonien [14].



Figure 13 : Courbes d'écoulement des fluides à seuil.

I.2.3 Lois de comportement et notion de contrainte seuil

En dessous de la contrainte seuil τ_0 , il est admis que les matériaux cimentaires agissent comme un solide élastique linéaire. Ce type de comportement est important à analyser, notamment dans l'application des matériaux cimentaires à la technologie d'impression 3D. La limite du domaine élastique est quantifiée par la déformation élastique critique notée ε_c en compression ou en traction et γ_c en cisaillement. Le rapport entre les contraintes seuils et les déformations donne les modules élastiques de rigidité E = σ_0/ε_c (compression ou traction) et G = τ_0/γ_c (cisaillement) [8].

Au-delà de la contrainte seuil, le matériau cimentaire voit ses propriétés rhéologiques modifiées et commence à s'écouler. Plusieurs modèles ont été réalisés pour caractériser le comportement de ces fluides dits « viscoplastiques ». Un des modèles les plus répandus est celui de Bingham (1922) (Eq. 4).

$$\tau = \tau_0 + \mu \dot{\gamma} \tag{Eq. 4}$$

Dans cette équation τ représente la contrainte de cisaillement [Pa], τ_0 le seuil de cisaillement [Pa], μ la viscosité [Pa.s] et $\dot{\gamma}$ le taux de cisaillement [s⁻¹]. On vérifie bien que lorsque l'écoulement à lieu, donc lorsque $\dot{\gamma} > 0$, la contrainte de cisaillement est supérieure au seuil de cisaillement : $\tau > \tau_0$. De plus, le comportement d'un fluide newtonien est un cas particulier de la loi de Bingham pour lequel $\tau_0 = 0$.

La loi de Bingham est utilisée pour décrire un fluide se comportant comme un matériau élastique pour des contraintes appliquées inférieures à la valeur du seuil de cisaillement. Il se trouve que la mesure de ce seuil est complexe dans la mesure où la détermination de sa valeur provient de l'extrapolation de la courbe d'écoulement. Le modèle de Bingham modifié, donné dans l'équation ci-dessous (Eq. 5), vient exprimer le fait que le matériau cimentaire n'a pas un comportement totalement linéaire [15][16].

$$\tau = \tau_0 + \mu \dot{\gamma} + d \dot{\gamma}^2 \tag{Eq. 5}$$

Les grandeurs sont identiques à celles de la Loi de Bingham, un facteur au second degré comprenant le taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ est pondéré par une constante d [Pa.s⁻²].

Pour finir, le modèle de Herschel-Bulkley (1926) est aussi grandement utilisé pour caractériser les matériaux cimentaires. Il énonce également l'hypothèse que le comportement d'un matériau cimentaire n'est pas forcement linéaire.



$$\tau = \tau_0 + K \dot{\gamma}^n \tag{Eq. 6}$$

Figure 14 : Courbes d'écoulements associées aux modèles rhéologiques courants.

Dans ce modèle, K est l'indice de consistance que l'on peut aussi appeler viscosité de Herschel-Bulkley [Pa.s] et n représente l'indice de cisaillement (Figure 14).

> Lorsque n=1, on revient sur un modèle de type Bingham.
> Pour n>1, le fluide aura un comportement de type rhéoépaississant (rare).
> Pour n<1, le fluide aura un comportement de type rhéofluidifiant.

Il convient aussi de définir deux types de seuils d'écoulement. En effet, différentes valeurs de seuil d'écoulement peuvent être obtenues en fonction de la structuration du matériau cimentaire. En premier lieu, il y a le seuil d'écoulement statique. Celui-ci correspond au seuil mesuré pour un matériau ayant eu un temps de repos pour se structurer. Ensuite, le seuil d'écoulement dynamique qui est mesuré lorsque le fluide est en mouvement, n'ayant donc pas de temps de repos [15][17]. Lorsque le matériau cimentaire est disposé puis laissé en place, il est (à t=0) caractérisé par son seuil d'écoulement dynamique (à t>0) sera égal à son seuil d'écoulement dynamique auquel sera ajouté la résistance mécanique gagnée pendant le temps de repos [15].

I.2.4 Notion de thixotropie

Un fluide est dit « thixotrope » si, sous contrainte constante, sa viscosité apparente diminue au cours du temps. Ce phénomène est la conséquence d'une déstructuration du matériau lors de son écoulement. Cette déstructuration implique une baisse provisoire de l'énergie des interactions existant entre les particules du mélange, ce qui implique une baisse de la viscosité apparente. Après arrêt de la sollicitation, si le fluide est parfaitement thixotrope, celui-ci retrouvera sa viscosité initiale (Figure 15) [14].



Figure 15 : Variation de la viscosité en fonction des contraintes appliquées à un matériau cimentaire.

Les comportements rhéologiques transitoires des pâtes de ciment, mortiers et bétons sont similaires car c'est la pâte de ciment qui est vraisemblablement la seule source de thixotropie. A l'état frais, les matériaux cimentaires sont régis par une évolution chimique ce qui influence leur caractéristiques physico-chimiques et rhéologiques. Celles-ci, telles que la viscosité et le seuil d'écoulement, voient leur valeur augmenter lorsque le temps de repos augmente. Ceci est dû au fait que le matériau se structure. Plusieurs modèles ont été proposés afin de caractériser ce que l'on va appeler la « vitesse de structuration » du matériau cimentaire [8][18].

L'augmentation du seuil d'écoulement τ_0 est considérée comme linéaire pour une période de repos pouvant aller jusqu'à une heure. On définit la grandeur A_{thix} correspondant au « taux de structuration » ou à la « vitesse de structuration » [Pa.s] (Eq. 7) [8][19].

$$\tau_0(t) = \tau_{0,0} + A_{thix} * t$$
 (Eq. 7)

t représente la durée de la période de repos du matériau et $\tau_{0,0}$ correspond au seuil de cisaillement à l'état déstructuré, en t=0.

On définit un temps de structuration caractéristique t_{2x} représentatif du temps nécessaire au doublement du seuil d'écoulement τ_0 du matériau (Eq. 8).

$$t_{2x} = \frac{\tau_{0,0}}{A_{thix}}$$
 (Eq. 8)

Lorsque la cinétique de structuration du matériau s'accélère, le modèle linéaire n'est plus valable. Une loi de croissance exponentielle du seuil d'écoulement en fonction du temps a été proposée (Eq. 9). Celle-ci tient compte de l'équation précédente (Eq. 8) en tendant vers un modèle linéaire pour les petites périodes de repos [20]. Pour les plus longues périodes, la composante exponentielle sera dominante. Ceci caractérise l'accélération de la vitesse de la réaction d'hydratation au sein du matériau cimentaire.

$$\tau_0(t) = \tau_{0,0} + A_{thix} * t_c * (e^{\frac{t}{t_c}} - 1)$$
 (Eq. 9)

t représente la durée de la période de repos du matériau, $\tau_{0,0}$ correspond au seuil de cisaillement à l'état déstructuré, en t=0 et t_c est un temps caractéristique. Une comparaison entre le modèle linéaire, le modèle exponentiel et des mesures rhéométriques est présentée (Figure 16).



Figure 16 : Évolution du seuil de cisaillement en fonction du temps de repos.

I.2.5 Méthodes d'essais empiriques sur béton frais

De nombreuses méthodes d'essai ont été créées et développées afin de pouvoir fournir une analyse et une description rhéologique du béton frais. Les essais présentés dans la partie suivante ne forment pas une liste exhaustive. On se concentre sur ceux les plus utilisés de nos jours.

Essai d'affaissement au Cône d'Abrams

Cet essai normé [NF EN 12350-2] est l'un des plus courants afin d'évaluer la consistance des bétons. Le but de l'essai est de mesurer l'affaissement d'un échantillon de béton. Un faible affaissement correspond à un béton ferme, un affaissement important correspond à un béton fluide.

Le mode opératoire est le suivant :

> Le cône d'Abrams est placé sur une plaque en acier galvanisé

 > Le cône est rempli de béton frais en trois phases. À chaque fois, chaque couche est piquée à 25 reprises à l'aide d'une tige d'acier lisse de diamètre 16mm à extrémité arrondie
 > Le cône est ensuite arasé à l'aide d'une tige ;

> Immédiatement après, le cône est soulevé verticalement et doucement en le tournant un peu pour le démouler ;

> L'affaissement, qui est la distance entre le sommet du cône et le sommet du béton frais, est mesuré.

Le cône a les dimensions représentées sur la figure 17. Si le béton présente un affaissement supérieur à 220mm, il est judicieux de s'orienter vers un test mesurant l'étalement du béton. C'est en général l'essai utilisé pour les bétons autoplaçants. A partir de l'affaissement mesuré, la classe de consistance du béton peut être déterminée (Figure 17).



Consistance	Classe	Affaissement (mm)
Très ferme	S1	10-40
Ferme	S2	50-90
Plastique	S3	100-150
Fluide	S4	160-210
Très Fluide	S5	>220

Figure 17 : Dimensions du cône utilisé et classes de consistances.

Essai d'étalement au Cône d'Abrams

Comme dit précédemment, cet essai normé [NF EN 12350-8] est dérivé de l'essai d'affaissement au cône d'Abrams. Il est utilisé pour caractériser la rhéologie des bétons autoplaçants. Le cône utilisé est identique, le mode opératoire et les valeurs mesurées sont différentes.

Le protocole est le suivant :

> Le cône d'Abrams est maintenu sur une plaque en acier galvanisé.

> Le cône est rempli de béton frais et ensuite arasé avec une tige.

> Immédiatement après, celui-ci est doucement soulevé de 4cm selon l'axe vertical, en le tournant un peu pour faciliter le démoulage.

> Le béton fluide s'affaisse et s'étale sur la plaque

> Le diamètre le plus grand ainsi que son diamètre perpendiculaire sont mesurés.

L'étalement est la moyenne des deux diamètres mesurés, ces deux diamètres ne devant pas être différents de plus de 5 centimètres. Notons que les deux essais mentionnés ici sont utilisés pour des matériaux cimentaires ayant des comportements rhéologiques différents. D'un côté, on caractérise un régime d'affaissement pour des bétons relativement fermes et visqueux. D'un autre côté, on s'oriente plus vers un régime d'étalement pour des matériaux plus fluides.

Essai d'étalement à la table à chocs

Cet essai normé [NF EN 12350-5] mesure aussi un étalement mais mis en œuvre cette fois par vibration. Un cône est utilisé comme contenant pour le béton mais aura des dimensions différentes du cône d'Abrams.

Le protocole est le suivant :

> La table à secousses est humidifiée avec l'eau de gâchage

> Le cône est alors placé au centre et est rempli de béton frais en deux fois. Chaque couche est tapotée dix fois.

> Après trente secondes d'attente, le cône est soulevé et le béton s'étale sur la table.

> La table à secousses est levée à une hauteur de quarante millimètres puis laissée tombée quinze fois au rythme d'une secousse par seconde.

> Le diamètre le plus grand ainsi que son diamètre perpendiculaire sont mesurés.

L'étalement est la moyenne des deux diamètres mesurés et celui-ci est assimilé à une classe de consistance décrite dans le tableau ci-dessous (Figure 18) [NF EN 206].

	Consistance	Classe	Étalement (mm)
	Ferme	F1	<340
	Plastique	F2	350-410
	Mou	F3	420-480
	Très Mou	F4	490-550
	Fluide	F5	560-620
	Très Fluide	F6	630-700

Figure 18 : Matériel utilisé pour l'essai d'étalement et classes de consistances.

Les paragraphes précédents ont présenté des essais impliquant des analyses de type géométriques sur des échantillons de matériaux cimentaires. Néanmoins, ceux-ci ne fournissent pas de grandeurs intrinsèques au comportement du matériau (viscosité, seuil de cisaillement, taux de cisaillement). Il existe des procédés utilisant des techniques beaucoup plus poussées qui peuvent servir à déterminer ces variables rhéologiques. Les tests présentés ci-dessous ne forment pas une liste exhaustive mais sont abordés afin de savoir ce qu'il est techniquement possible de faire aujourd'hui.

I.2.6 Méthodes d'essai au rhéomètre

Afin de caractériser la viscosité, la courbe d'écoulement et des grandeurs comme le seuil d'écoulement, il est possible d'avoir recours à l'usage de rhéomètres.

Les rhéomètres utilisés dans les laboratoires sont en majorité des rhéomètres que l'on qualifiera de « rotatifs ». Dans ce cas, le fluide est disposé entre deux pièces coaxiales (le rotor et le stator). Les grandeurs mesurées sont le couple transmis M(t) d'une pièce à l'autre par le fluide cisaillé et la vitesse angulaire du rotor $\Omega(t)$. Le rotor et le stator peuvent présenter des caractéristiques géométriques diverses. On distingue les rhéomètres à cylindres coaxiaux, des rhéomètres à plateaux parallèles (plan-plan) et des rhéomètres cône-plan (Figure 19) [17].



Figure 19 : Illustration d'un rhéomètre et des différentes géométries utilisées.

La géométrie utilisée implique des conditions d'utilisation différentes. Concernant les rhéomètres à cylindres coaxiaux, ceux-ci nécessitent un volume d'échantillon important. La vitesse de rotation du rotor étant limitée en raison de l'inertie importante du matériau, ces appareils ne sont pas en capacité de tester des fluides à haut taux de cisaillement. Les rhéomètres de type plan-plan et de type cône-plan requièrent une quantité de matériau beaucoup moins importante. L'inertie étant moins importante, ces appareils peuvent mesurer les paramètres de fluides sous des vitesses de rotation élevées.

Concernant la mesure de la viscosité, leur utilisation peut être adaptée. Dans le cas de matériau à faible viscosité, augmenter la surface de contact des plans/cônes peut servir à obtenir des données plus précises. Dans le cas de matériaux à viscosité élevée, il est recommandé de réduire ces surfaces. Cette adaptabilité n'est pas possible avec les rhéomètres à cylindres. La surface de contact avec le matériau étant importante, il n'est pas possible de tester des fluides fortement visqueux.

I.3.7 Détermination des variables intrinsèques rhéologiques

Les tests permettent de déterminer, à partir des valeurs de couple M et de vitesse angulaire Ω , les valeurs de contraintes de cisaillement τ et de vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}$ (Eq. 10 & 11).

$$\tau = A * M \tag{Eq. 10}$$

$$\dot{\gamma} = \mathbf{B} * \ \Omega \tag{Eq. 11}$$

A et B représentent deux constantes liées aux caractéristiques géométriques de l'appareil utilisé. Ces deux relations permettent de déterminer la viscosité apparente η (Eq. 12) :

$$\eta = K * \frac{M}{\Omega}$$
 (Eq. 12)

Toutes ces données permettent ensuite de déterminer la courbe de viscosité $(\eta - \dot{\gamma})$ et la courbe d'écoulement $(\tau - \dot{\gamma})$. A partir de ces courbes d'écoulement, le seuil d'écoulement dynamique peut être déterminé en appliquant aux données un modèle rhéologique. Une étude a appliqué le modèle de Bingham à une courbe d'écoulement réalisée à l'aide d'un rhéomètre concentrique (Figure 20). L'ordonnée à l'origine est ici considérée comme le seuil d'écoulement dynamique [15][17].



Figure 20 : Application d'un modèle rhéologique à une courbe d'écoulement pour déterminer le seuil d'écoulement dynamique [15].

Il est aussi possible de mesurer le seuil d'écoulement statique à l'aide de rhéomètres en appliquant des vitesses de rotations très faibles et constantes au niveau du rotor. Cela s'applique néanmoins qu'aux pâtes de ciment ou aux coulis. La littérature indique que les tests effectués durant les divers travaux de recherche étaient comprises entre 0,001 rad.s⁻¹ et 0,02 rad.s⁻¹. Le protocole reste relativement simple : l'échantillon est soumis à un taux de cisaillement très faible. Il va commencer par se déformer de manière élastique et va voir sa contrainte de cisaillement augmenter. Une fois la limite élastique atteinte, la microstructure du matériau cimentaire se brise. A ce moment la contrainte de cisaillement atteint un pic puis entame une phase décroissante jusqu'à atteindre un palier d'équilibre. Il est intéressant de noter que le seuil d'écoulement statique peut dépendre de la vitesse de cisaillement (Figure 21) [21][22].



Figure 21 : Mesure du seuil d'écoulement statique avec plusieurs vitesses de cisaillement [21].

Des tests spécifiques ont aussi été créés afin de pouvoir mesurer directement le seuil d'écoulement statique. On peut prendre l'exemple du test de mesure de seuil par pénétrométrie. Celui-ci repose sur l'analyse de la pénétration d'un mobile dans un échantillon de béton.

De nombreux protocoles existent pour ce type de test. Certains mesurent une profondeur d'enfoncement h du mobile sous l'action d'un poids fixé. D'autres mesurent la force F nécessaire pour maintenir une vitesse de pénétration dans l'échantillon constante. De plus, la forme et la taille du mobile utilisé diffère en fonction du protocole étudié. Des corrélations, en fonction du type de protocole, ont été mis au jour afin de relier les valeurs d'enfoncement h et les valeurs de force F à la valeur du seuil d'écoulement statique du matériau (Figure 22) [23].

Test	Measurement type	Correlation with yield stress or compressive strength
Vicat with a needle of radius <i>R</i>	Measurement of penetration depth h in mm for an imposed load of 300 g.	$ au_0=rac{3}{2\pi Rh}$
Hemispherical penetrometer of radius <i>R</i>	Measurement of a force <i>F</i> to maintain a given speed.	$ au_0 = rac{F}{3\pi R^2}$
Hemispherical penetrometer of radius <i>R</i> and connected cylinder of height <i>h</i>	Measurement of a force <i>F</i> to maintain a given speed.	$\tau_0 = \frac{F}{3\pi R^2 + 2\pi Rh}$
Conical penetrometer of radius <i>R</i> and cone height of <i>h</i> 2 and connected cylinder of height <i>h</i>	Measurement of a force <i>F</i> to maintain a given speed.	$\tau_0 = \frac{F}{nR\sqrt{R^2 + h_2^2} + 2nRh}$
Hilti needle	Measurement of penetration depth <i>h</i> in mm.	$C_S = \frac{18,000}{h^2}$

Figure 22 : Corrélations déterminées entre les grandeurs mesurées des différents tests de pénétrométrie et les valeurs de seuil de cisaillement [23].

On a vu précédemment que des paramètres comme la vitesse de cisaillement pouvaient avoir une influence sur la valeur mesurée du seuil d'écoulement des matériaux cimentaires. Il se trouve que la géométrie des rhéomètres peut également influencer cette variable ainsi que la détermination de la courbe d'écoulement [14][21]. Sur la figure 23, trois types de rhéomètres ont été utilisés pour réaliser la courbe d'étalement d'un même matériau cimentaire. Un rhéomètre à cylindre (vu-précédemment) et deux géométries présentant des rotors « à pâles », quatre pour le « vane test » et six lames pour le dernier. Le rhéomètre à forme cylindrique a besoin de moins de force pour se mettre rotation en raison de la formation d'une couche de glissement de l'ordre du micron entre le matériau et la géométrie. Pour les rhéomètres comportant une géométrie à pâles, les contraintes nécessaires pour faire tourner le rotor s'avèrent plus élevées. Plus le nombre de lames augmente, plus le moment de torsion nécessaire pour mettre en mouvement le matériau est important [24][25].



Figure 23 : Évolution de la contrainte de cisaillement mesurée en fonction de la géométrie du rhéomètre [14].
Ainsi les variables mesurées, telles que le seuil d'écoulement, dépendent à la fois du fluide mais aussi du matériel et du protocole opératoire. Il s'agit, afin d'avoir des résultats comparables lors des recherches, d'employer une méthodologie de test identique pour chaque échantillon et facilement reproductible.

Différents essais sur les matériaux cimentaires ont pu être présentés ci-dessus. Les essais empiriques tels que la détermination de l'affaissement ou l'étalement des échantillons donnent une bonne indication sur leur consistance. Néanmoins, ceux-ci ne permettent pas de déterminer les valeurs intrinsèques relatives à la rhéologie des fluides testés. Des appareils plus sophistiqués tels que les rhéomètres permettent ces mesures. Néanmoins, ceux-ci restent relativement couteux et les modes opératoires associés à la préparation de tels essais s'avèrent plus complexes et plus chronophages. Le but va être maintenant de présenter d'éventuelles corrélations existant entre les mesures effectuées sur des essais rhéologiques simples (essais « géométriques » : cône d'Abrams, étalement) et les variables intrinsèques telles que la viscosité ou le seuil d'écoulement. Ceci afin de pouvoir dégager un ou plusieurs modèles permettant d'interpréter rapidement les données issues des tests de consistance précédemment cités et de déterminer un ordre de grandeur des variables recherchées.

I.3.8 Corrélations entre variables empiriques et variables intrinsèques

Si l'on prend en compte les essais empiriques de type affaissement et étalement, la seule contrainte qui s'exerce sur les échantillons est la gravité. Cette contrainte dépend de la hauteur de la colonne de matériau située au-dessus du point choisi. Ainsi, on peut déduire que la contrainte la plus élevée due à la gravité se situe à la base de l'échantillon testé et décroit avec l'altitude. Dans le cas où la contrainte liée à la gravité est supérieure au seuil de cisaillement du matériau, l'écoulement peut alors se produire. Cela n'est pas forcement valable en tout point du volume testé. Cela implique qu'il peut exister une zone déformée à la base de l'échantillon et une zone supérieure non déformée [26].

C'est à partir de ce postulat que les premières corrélations entre l'affaissement et le seuil du matériau ont été mises en évidence. Principalement basées sur les mesures d'affaissement, ces corrélations ne peuvent s'appliquer aux bétons fluides voire autoplaçants. Il faut donc distinguer deux types de régimes d'écoulement : le régime d'affaissement et le régime d'étalement. Le régime d'affaissement est relié à l'essai d'affaissement au cône d'Abrams, dans le cas où la hauteur H de l'échantillon est grande devant son rayon R : H > R. Ce régime concerne donc les échantillons présentant un affaissement faible, révélateur d'une certaine fermeté du matériau cimentaire [26][27] [29].

Le régime d'étalement est relié à l'essai d'étalement au cône d'Abrams, utilisé pour les bétons fluides présentant un étalement, et donc un affaissement très important. Pour ce régime, on considère que la hauteur H est cette fois très petite devant le rayon R de l'échantillon : H<<R.

Lorsque H>R, les travaux les plus récents traitant de ce type de corrélation présentent la relation suivante (Eq. 13) [17][26][28] :

$$\tau_0 = \frac{\rho g h}{\sqrt{3}} \tag{Eq. 13}$$

 τ_0 représente le seuil d'écoulement [Pa], ρ la masse volumique du matériau [kg/m³] et h sa hauteur obtenue en fin de test d'affaissement [m].

Lorsque H<<R, on passe en régime d'étalement. On trouve dans la littérature la relation suivante (Eq. 14) [17][28].

$$\tau_0 = \frac{225\rho g \Omega^2}{128\pi^2 R^5}$$
(Eq. 14)

Un nombre plus important de paramètres géométriques entrent en jeu comme le volume de l'échantillon Ω [m³] et son rayon R[m] une fois l'étalement terminé.

Concernant la situation intermédiaire où H est équivalent à R : H~R, il a été montré que l'équation 13 pouvait aussi être utilisée pour déterminer le seuil de cisaillement, en remplaçant le $\sqrt{3}$ du dénominateur par 2 [27]. Cela donne la formule suivante (Eq. 15)

$$\tau_0 = \frac{\rho g h}{2} \tag{Eq. 15}$$

I.3 Comportement des matériaux cimentaires imprimés par la technique d'extrusion/dépôt.

I.3.1 Problématiques rhéologiques

Cette étude poussée de la rhéologie des matériaux cimentaires est fondamentale dans la mesure où le comportement rhéologique du béton ou du mortier est déterminant lors du processus d'impression 3D par extrusion/dépôt.

En effet, lorsque l'on imprime avec cette technique, il est nécessaire que le matériau présente des caractéristiques particulières. D'une part, il doit être suffisamment fluide et maniable pour pouvoir être acheminé jusqu'à l'imprimante, tout en gardant sa cohésion et ne pas ségréguer. D'autre part, il doit être suffisamment ferme pour pouvoir soutenir son propre poids, celui des autres couches lors de l'impression et rester peu déformable. Deux critères sont alors nommés et identifiés : l'extrudabilité et la constructibilité [30][31].

Ces exigences font appel à des propriétés du béton qui demeurent antagonistes. Plus un béton sera fluide, plus il sera pompable. En revanche, celui-ci risque de ne pas supporter le poids des couches imprimées en raison de sa haute capacité d'affaissement ou d'étalement. Un béton ferme lui, résistera davantage aux charges mentionnées précédemment, mais présentera une bien moins bonne maniabilité et risque d'être difficilement pompable.

Cela met en lumière toute la problématique de la composition et la formulation de tels matériaux. Il est nécessaire de trouver un juste équilibre dans les performances du matériau afin que les deux propriétés d'extrudabilité et de constructibilité soient simultanément satisfaites.

I.3.2 Principes physiques de pompage et d'extrusion

La phase de pompage du matériau implique que celui doit avoir une consistance relativement fluide. Pour quantifier ceci en termes de variables physiques, on peut utiliser les grandeurs telles que la viscosité du matériau ou son seuil de cisaillement. Plus ces variables présentent une valeur élevée, plus le matériau est ferme et difficilement pompable. Il s'agit donc d'adapter la puissance de la machine de pompage en fonction des propriétés de la formulation à l'état frais et inversement.

De plus, la dimension des matériaux utilisés dans la composition des matériaux cimentaires à son importance. Ceci concerne notamment les composants comportant des éléments de grande taille (sables/granulats). Ils ne doivent en effet pas dépasser un diamètre fixé en fonction des caractéristiques dimensionnelles de l'organe de pompage, de la conduite mais aussi de l'imprimante 3D elle-même [8].

Physiquement, lors du transit du matériau dans la conduite, il a été démontré que son écoulement était rendu plus facile par la formation d'une couche lubrifiante se trouvant à l'interface entre la paroi de la conduite et le matériau lui-même. Cette couche est constituée des matériaux de la pâte de ciment présentant un seuil de cisaillement plus faible que l'ensemble du matériau cimentaire. Le reste du matériau fait l'objet d'un écoulement de type « bouchon » (Figure 24) [32].



Couche lubrifiante

Figure 24 : Schéma de lu principe d'écoulement et gradient des vitesses.

La phase d'extrusion concerne l'acheminement du matériau dans sa phase finale, juste avant son dépôt sur le support d'impression. L'écoulement est étudié non plus dans la conduite dans laquelle est transporté le béton mais dans la tête d'impression, aussi appelée buse. Le régime d'écoulement est sensiblement le même que décrit précédemment avec la formation d'une couche lubrifiante à l'interface avec la paroi de « l'extrudeur ». C'est dans cette zone que le cisaillement est concentré tandis que dans la zone bouchon la contrainte de cisaillement est quasi-nulle [8].

En sortie de l'extrudeuse, si on prend l'exemple d'une géométrie simple (Figure 25), on peut distinguer trois zones où le comportement du matériau sera différent.

> La zone 1 concerne ce qui a été mentionné précédemment, elle représente un écoulement de type « bouchon » dans le corps de l'extrudeuse.

> La zone 2 représente la zone de mise en forme, où la section de la conduite diminue jusqu'à la valeur de section finale de mise en forme.

> La zone 3 peut être assimilée à une zone « morte » où le matériau reste bloqué. Celle-ci peut-être plus ou moins importante en fonction de la géométrie donnée au rétrécissement de section.



Figure 25 : Schéma du principe d'écoulement en sortie de l'extrudeuse et graphique présentant l'évolution de la force nécessaire à l'écoulement du matériau cimentaire [34].

Il est admis de diviser en deux composantes l'effort d'extrusion. Une première composante caractérisant l'effort nécessaire pour mettre en forme le matériau et une deuxième prenant en compte les efforts de frictions à l'interface entre le matériau et la paroi de l'extrudeur.

L'effort de mise en forme, noté F_{pl} est associé à la contrainte nécessaire à appliquer lorsque la zone en écoulement bouchon se vide ($L_b=0$). Lorsque L_b est différent de zéro, l'effort de friction F_{fr} est non nul et s'ajoute à l'effort de mise en forme. Plus la longueur de matériau à extruder est importante, plus l'effort de friction sera élevé, augmentant ainsi la valeur de l'effort total d'extrusion à fournir.

Certaines études ont suggéré que la pression de mise en écoulement pouvait être liée au seuil d'écoulement du matériau, à sa vitesse d'écoulement ainsi qu'aux dimensions géométriques de l'extrudeur [35].

Il est recommandé, afin de garder une bonne extrusion, d'avoir un écoulement non frottant et donc d'avoir une composition favorisant la formation d'une couche lubrifiante. Pour satisfaire cette exigence, il est recommandé lors de la formulation de limiter la fraction volumique solide à 80% du volume total. Des impressions de matériaux avec des seuils d'écoulement de plus de 1 kPa ont ainsi pu être réalisées. Concernant l'étape d'extrusion, les contraintes peuvent atteindre ces valeurs [8].

Un autre aspect auquel il faut prêter attention est lié au drainage du fluide interstitiel du matériau cimentaire. Dans certains cas, la contraction de l'écoulement peut provoquer l'apparition d'une perte de charge entrainant ce type de drainage. Celui-ci peut à terme entrainer une baisse de la maniabilité, le matériau devenant plus frottant, cela pouvant conduire à l'apparition de défauts en surface des couches imprimées. [33].

I.3.3 Formulation de mortiers imprimables.

Il existe aujourd'hui quelques règles de bonnes pratiques concernant l'élaboration des mortiers imprimables. La première a été citée précédemment et concerne la fraction volumique solide, qui ne doit pas dépasser 80% de l'ensemble du volume total. Les compositions présentées dans la littérature utilisent en général du sable ayant une granulométrie comprise entre 0 et 3mm, suffisamment fin pour éviter les problèmes d'obstruction dans les buses d'imprimantes [8].

Le rapport eau/ciment dans ce type de mortier est en général relativement faible (entre 0,2 et 0,45) [8][15][36]. Cela a des conséquences sur la rhéologie du mortier étant donné que de tels rapports impliquent une certaine fermeté du matériau. Celui-ci est donc peu maniable mais possède une viscosité et un seuil de cisaillement élevé. Dans le cas de l'impression par extrusion/dépôt, cela est un atout car le matériau doit pouvoir présenter une bonne résistance mécanique afin de supporter son propre poids et celui des couches supérieures. En revanche, ce critère ne favorise pas la bonne maniabilité du mortier ou du béton.

Le rapport sable/liant est également une donnée ressortant souvent dans les études réalisées sur la composition des mortiers imprimables. Celui-ci est en général compris entre 1 et 2,3. Un ratio se situant autour de 1,5 a été considéré comme optimal [37].

Il est nécessaire d'optimiser la rhéologie d'un tel matériau, de le rendre plus ouvrable afin qu'il puisse être pompable dans le mécanisme de l'imprimante 3D. Pour cela, les superplastifiants sont souvent utilisés dans des proportions comprises entre 0,05 et 2% de la masse de ciment [38][39]. D'autres études ont utilisé des adjuvants modificateurs de viscosité. Ceux-ci servent à augmenter la viscosité et le seuil d'écoulement des matériaux cimentaires et peuvent ainsi participer à leur stabilité à l'état frais. [15]

I.3.4 Notion d'anisotropie

Avant d'évoquer les performances mécaniques des matériaux cimentaires, une notion importante est à mettre en lumière : l'anisotropie des éléments imprimés en 3D.

Alors que l'on considère que le béton coulé en place possède un comportement relativement « isotrope », dans le cas de l'impression par extrusion/dépôt, il s'avère que les échantillons imprimés couche par couche possèdent trois axes de symétrie. Cela signifie que l'on a un matériau au comportement « orthotrope ». C'est-à-dire que son comportement à l'état durci peut être théoriquement différent dans les trois directions de l'espace (Figure 26) [8].



Figure 26 : Représentation schématique d'une couche imprimée et de ses axes de symétrie.

I.3.5 Test d'extrudabilité et de constructibilité

Le comportement des mortiers imprimés à l'état frais rejoint les lois de comportement présentées en I.2.3. Lorsque le matériau est en écoulement dans une conduite, comme lors de l'opération de pompage ou d'extrusion, celui-ci est sollicité en cisaillement à son interface. Il sera donc caractérisé par son seuil d'écoulement pour une sollicitation de cisaillement. Celui-ci est noté τ_0 .

Lorsque le matériau est déposé couches par couches sur un plan horizontal, il sera caractérisé par son seuil d'écoulement pour une sollicitation de compression. Celui-ci est noté σ_0 .

La technologie d'impression 3D des matériaux cimentaires est relativement récente, si bien qu'il n'existe pas encore de tests normalisés permettant de caractériser l'imprimabilité des matériaux formulés. Plusieurs laboratoires ont néanmoins développé des protocoles et des instruments afin d'en savoir plus sur le caractère extrudable et constructible des mortiers.

Le premier essai présenté est le test au pistolet (Figure 27). Ce test empirique a pour but de simuler le processus d'impression. Il été créé par le laboratoire de l'IMT Mines Douai.

Ce type d'essai présente l'avantage logistique de ne pas avoir à utiliser une imprimante 3D. Cela permet de gagner du temps car le protocole d'utilisation de l'imprimante 3D s'avère bien plus chronophage. L'économie des matériaux est aussi un avantage car l'utilisation de l'imprimante 3D nécessite l'utilisation d'un volume de gâchée minimum. Celui-ci est bien plus important que le volume requis pour le test au pistolet. D'autre part, cela limite le risque d'incidents machine. On peut citer l'exemple d'une prise trop rapide d'un béton qui durcirait dans le mécanisme de pompage ou d'extrusion de l'imprimante. Un tel incident aura des répercutions bien moins importantes s'il se produit à plus petit échelle, dans un mécanisme moins couteux.

Le protocole est le suivant : le matériau est tout d'abord inséré dans le pistolet à l'aide d'une spatule. Il est ensuite compacté manuellement par l'application de quelques secousses sur la paroi du pistolet, ceci afin d'être certain d'éliminer tous les vides présents dans l'échantillon. Le pistolet est ensuite fermé. Une pression manuelle, lente et monotone est alors appliquée sur le piston pour extruder le mortier à travers la buse. La buse du pistolet est dimensionnée en fonction de la taille de la buse utilisée sur l'imprimante, l'objectif étant d'avoir une dimension d'ouverture comparable pour les tests à petite échelle et les impressions à échelle réelle. L'objectif du test est de vérifier l'extrudabilité mais aussi la constructibilité du mortier. Il faut alors faire attention à empiler le mortier selon des cordons les plus réguliers et droits possibles, afin d'éviter l'apparition d'excentricités dans la structure « imprimée ».



Figure 27 : Illustration du pistolet utilisé et du test réalisé.

Lors de ce test, trois critères doivent être satisfaits.

> Le matériau ne doit pas s'écouler seul, une pression est toujours nécessaire à son extrusion (Figure 28).

> Si la pression nécessaire à l'extrusion devient trop importante, le matériau est considéré comme potentiellement bloquant et non-extrudable (Figure 28).

> Aucun drainage ou ségrégation ne doit apparaitre. Un tel phénomène se traduit par l'écoulement d'un fluide dépourvu de particules grossières. Cela entraine des frottements de la matière sur les parois du pistolet qui mènent souvent à un blocage du matériau dans le dispositif [40].



Figure 28 : Tests négatifs montrant un matériau cimentaire bouchant le pistolet et un autre s'écoulant de lui-même.

Le second test présenté est le test de chargement incrémental (Figure 29). Ce test a été élaboré par Perrot, et al. [41]. Le but est de disposer le matériau testé dans un moule cylindrique, de le démouler directement et de lui appliquer une charge verticale croissante et uniforme sur sa face supérieure. L'augmentation de la charge se fait par incréments de 1,5N, ce qui a pour but de simuler la technique d'impression couche par couche. Ce taux de chargement est modifiable.

Le moule cylindrique utilisé mesure 60mm de diamètre et 35mm de hauteur. Dans ce test, le but est d'observer le comportement de l'échantillon et de détecter l'apparition de fissures. A partir du moment où ces fissures apparaissent, on suppose que la charge appliquée mène à l'effondrement de la structure. Des capteurs optiques sont installés afin de déterminer le moment précis à partir duquel les déformations deviennent plastiques. Cela correspond théoriquement au moment où la contrainte appliquée dépasse le seuil de plasticité du matériau cimentaire [15].

Ce test a été utilisé au sein d'autres études avec des dimensions de moules cylindriques différentes mais n'a pas fait l'objet d'une normalisation [38].



Figure 29 : Illustration de deux phases de tests au chargement incrémental.

I.3.6 Modes de rupture des structures cimentaires imprimées

Le premier mode de rupture est caractérisé par l'écrasement de la couche inférieure. Ce type de rupture survient lorsque la contrainte due au poids des couches supérieures dépasse la valeur du seuil d'écoulement du matériau cimentaire. Cette charge est fonction de la hauteur d'impression h(t) et de la vitesse de construction verticale notée R.

La contrainte verticale $\sigma_v(t)$ est exprimée de la manière suivante (Eq. 16) en fonction de ces variables, de la masse volumique ρ du matériau et du temps t [41] :

$$\sigma_{\nu}(t) = \rho g h(t) = \rho g R t \tag{Eq. 16}$$

En comparant cette contrainte à la résistance en compression $\sigma_c(t)$ de la première couche, il semble possible d'évaluer la stabilité de celle-ci (Eq. 17) [41] :

$$\sigma_c(t) = \alpha_{geom} * \tau_0(t)$$
 (Eq. 17)

 α_{geom} désigne un facteur géométrique fonction de la forme des couches extrudées.

On utilise le terme A_{thix} afin de prendre en compte le phénomène de structuration du mortier imprimé. En considérant cette évolution linéaire, le temps t_f au bout duquel l'écrasement de la première couche intervient est défini par la relation suivante (Eq. 18) [40][41] :

$$t_f = \frac{\tau_{0,0}}{\frac{\rho g R}{\alpha_{geom}} - A_{thix}}$$
(Eq. 18)

Cette relation donne de bonnes approximations pour les temps « courts » prenant place durant l'augmentation linéaire du seuil d'écoulement. Pour les temps plus longs, cette relation ne fonctionne pas et il s'agit d'appliquer le modèle de vitesse de structuration exponentiel, le seuil d'écoulement voyant son augmentation s'accélérer pour cette période (Figure 30).



Figure 30 : Détection du temps de rupture de la structure imprimée pour différentes vitesses d'impression verticales (R) [41].

Le deuxième mode de rupture concerne le phénomène de flambement. Dans ce mode de rupture, le design et l'alignement des éléments imprimés seront d'une grande importance. En effet, le moindre défaut ou manque de précision durant l'impression peut mener à la formation d'excentricités, qui seront sources d'instabilité de flambement. Physiquement, la variable qui est déterminante dans l'analyse de la rupture par flambement est le module élastique et son évolution avec le temps [42].

En considérant un élément vertical, on définit une hauteur limite de flambement h_c (Eq. 19) :

$$h_c = \sqrt[3]{\frac{8EI}{\rho g A}}$$
(Eq. 19)

 h_c varie en fonction du module d'élasticité E, du moment quadratique de la couche I et de sa section dans un plan horizontal A.

Lors du processus d'impression par extrusion/dépôt, une autre problématique importante à prendre en considération est la liaison entre les différentes couches. Cette zone représente ce qu'on pourrait appeler le « point faible » de la structure, car la cohésion du matériau cimentaire n'y est pas optimale. Le temps existant entre chaque dépôt est essentiel dans la mesure où c'est cette durée qui influencera la qualité de l'interface entre les couches.

Une durée trop courte ne laissera pas le temps au matériau de se solidifier et de développer un seuil d'écoulement suffisant pour pouvoir résister à la charge des couches supérieures. Une durée trop longue entrainera une cohésion réduite des couches entre elles et verra l'apparition de « joints froids », ceci en raison du caractère thixotropique du matériau [53]. L'apparition de ceux-ci viendront affaiblir la cohésion ainsi que les performances mécaniques du matériau cimentaire à l'état durci [8].

Des expériences ont été réalisées sur un mortier présentant un seuil de cisaillement initial de 2kPa. Différentes éprouvettes ont été fabriquées avec des temps de dépôt variant entre une et dix minutes et ont ensuite été testées en compression et en flexion (Tableau 1).

	1 minute	2 minutes	5 minutes	10 minutes
Compression	43,5 MPa	34,5 MPa	32,2 MPa	23,1 MPa
Flexion	4,3 MPa	4,3 MPa	4,0 MPa	3,7 MPa

Tableau 1 : Comparaison des résistances mécaniques à l'état durci en fonction de l'intervalle de temps entre deux dépôts.

On peut bien voir que le temps d'impression entre les couches influence les performances mécaniques à l'état durci. Plus ce temps est élevé, plus les résistances sont altérées.

Il est ainsi nécessaire de développer une « fenêtre d'opération » déterminant un temps minimum, au-dessus duquel la résistance des couches est suffisante, et un temps maximum, en dessous duquel la cohésion du matériau avec la couche inférieure est encore satisfaisante [43]. Cette fenêtre d'opération dépend d'un facteur vu précédemment représentant le taux de structuration du matériau noté A_{thix}.

On définit le temps minimal afin de produire une couche de hauteur h, de masse volumique ρ (Eq. 20) [43] :

$$t_{h,min} = \frac{\rho g h}{\sqrt{3} A_{thix}} \tag{Eq. 20}$$

Cela a amené à une relation (Eq. 21) liant la vitesse horizontale d'impression V en fonction de la longueur de la couche déposée L.

$$V < \frac{\sqrt{3}LA_{thix}}{\rho gh} \tag{Eq. 21}$$

Ensuite, la formation de joints froids peut se produire pour le dépassement d'un temps maximal $t_{h,min}$ défini par la formule suivante (Eq. 22) [44] :

$$t_{h,max} = \frac{\sqrt{\frac{(\rho g h)^2}{12} + (\frac{2\mu_p V}{h})^2}}{A_{thix}}$$
(Eq. 22)

 μ_p représente la viscosité plastique. Cette formule (Eq. 23) mène à une expression de la vitesse d'impression horizontale minimale afin de réduire la probabilité de former des joints froids à l'interface des couches imprimées [43].

$$V > \frac{\rho g h^2}{4\mu_p} \tag{Eq. 23}$$

I.3.7 Comportement mécanique des mortiers imprimables à l'état durci

Les essais réalisés dans la littérature montrent que les éléments cimentaires imprimés en 3D présentent des caractéristiques mécaniques supérieures à celles des mortiers coulés. Cela est valable pour les essais de flexion et de compression [45]. Les tests mécaniques sont réalisés parallèlement et perpendiculairement aux couches, afin de déceler des éventuelles différences de comportement. Pour la compression, la résistance mesurée parallèlement aux couches est inférieure de 15% à la résistance mesurée perpendiculairement aux couches. Cette différence peut varier en fonction de la qualité de la liaison entre les couches. Des chercheurs ont montré que plus la qualité d'adhérence est élevée, plus on peut se rapprocher d'un comportement du matériau quasi-isotrope. Un exemple de comparaison entre les performances à l'état durci de mortiers coulés [EN 196-1] et de mortiers imprimés présentant la même composition est présenté (Tableau 2) [8][45].

	Mortier coulé	Mortier Imprimé
Résistance en compression (28j)	23,1 MPa	24,9 MPa (+7,7%)
Résistance en flexion (28j)	5,8 MPa	8,0 MPa (+37%)

Tableau 2 : Comparaison des performances mécaniques à l'état durci (à 28 jours) entre des mortiers coulés et des mortiers imprimés [8].

Il est aussi nécessaire de mentionner un effet qui s'avère bénéfique sur la résistance des mortiers imprimés. Celui-ci réside dans la consolidation des couches inférieures des éléments fabriqués grâce au phénomène d'empilement directement lié à la technologie d'extrusion/dépôt. Cela génère une certaine hétérogénéité des performances du matériau selon sa hauteur en termes de masse volumique, de résistances à la compression et à la flexion [8].

Si l'on différencie les couches à la base de la structure (C0), les couches intermédiaires (C1) et les couches supérieures (C2), celles-ci peuvent donc potentiellement présenter les variations de performances citées précédemment. Cela a été démontré par plusieurs expérimentations dont les données sont présentées cidessous (Figures 31 & 32) [46].



Figure 31 : Représentation schématique d'une impression rectiligne couche par couche.



Figure 32 : Comparaison des résistances mécaniques à l'état durci en fonction de la localisation de la couche au sein de la structure imprimée [46].

La mise en œuvre des mortiers imprimables regroupe une quantité d'exigences parfois contradictoires. La rhéologie des matériaux produits doit respecter de nombreuses contraintes. Ceux-ci doivent être maniables et suffisamment fermes afin que les modèles imprimés ne s'écroulent pas. De plus, des paramètres comme la vitesse d'impression aussi bien horizontale que verticale, ont aussi leur importance si l'on veut arriver à imprimer une structure stable.

Ensuite, les éléments imprimés présentent un comportement non-isotrope, dû à la fabrication couche par couche. Le procédé d'extrusion/dépôt semble quant à lui avoir un effet bénéfique sur les performances des mortiers, notamment à l'état durci.

La composition des formulations imprimables présente une teneur importante en ciment. Cette quantité importante implique un coût élevé pour la production du mortier mais aussi des conséquences environnementales indirectes. En effet, la production de ciment est une source non négligeable d'émissions de CO₂ et nécessite l'extraction et l'usage de matières premières.

Dans ce travail, l'idée est de substituer ce ciment par l'intégration de déchets issus des domaines du recyclage et de la revalorisation. Le prochain chapitre aborde cette thématique et on s'intéressera plus particulièrement aux cas des déchets de brique. On cherchera aussi à savoir dans quelle mesure ce type de substitution impacte les caractéristiques des mortiers et bétons produits.

I.4 Déchets de construction

I.4.1 Contexte Global

La population mondiale produit en moyenne 2 milliards de tonnes de déchets par an, ce qui revient à 70 tonnes générées chaque seconde. Ces chiffres sont difficiles à évaluer et d'autres estiment que cette production pourrait même atteindre le double soit près de 4 milliards de tonnes. Le milieu de la construction est un des domaines qui a le plus impact sur cette production. En Europe, celui-ci consomme entre 40 et 50% des matières premières, et produit près de 35% des déchets du continent. De plus, l'impact environnemental est important dans la mesure où ce milieu produit près de 40% des émissions de CO₂ [47].

Rien qu'en France, le secteur du bâtiment représente l'équivalent d'une production de plus de 45 millions de tonnes de déchets sur une année. Près de la moitié proviennent de la démolition tandis que 38% viennent de la réhabilitation. Le reste est issu des chantiers concernant les constructions neuves [48].

En ce qui concerne la Belgique, plus de 10 millions de tonnes de déchets sont issus du domaine de la construction et de la démolition [49].

Comme précisé dans l'introduction, un des meilleurs moyens pour réduire cette production est de recycler un maximum de ces déchets. Au-delà de ça, c'est tout un modèle économique qui doit être revu. La majorité de notre production de biens suit un schéma linéaire. Il est nécessaire de s'orienter aujourd'hui vers des formes d'économies circulaires, qui favorisent la réutilisation et le recyclage de matériaux autrefois mis en décharge (Figure 33).



Figure 33 : Principe de l'économie circulaire comparé au principe d'économie linéaire.

Type de déchet	Part minimum et maximum
Béton & Maçonnerie	40-84
Béton	12-40
Maçonnerie	8-54
Asphalte	4-26
Minéraux	2-9
Bois	2-4
Métal	0.2-4
Gypse	0.2-0.4
Plastique	0.1-2
Autres	2-36

Dans le domaine de la construction, de nombreux matériaux différents sont utilisés, ce qui rend leur traitement parfois délicat.

Tableau 3 : Part des déchets issus du domaine de la construction/démolition en Europe [50].

On peut voir que les matériaux de type maçonnerie représentent une part nonnégligeable des déchets issus de la construction et de la démolition (Tableau 3). Ce mémoire se concentrera sur ce type de matériaux.

I.4.2 Déchets et recyclage d'éléments de maçonnerie

Il se trouve que dans les régions du Nord de la France et de la Belgique, les éléments de maçonnerie tels que les briques et le tuiles sont très utilisés dans le milieu de la construction. Cela implique donc une production de déchets importante et équivalente à 3 millions de tonnes dont seulement 0,7 tonnes sont recyclées à l'heure actuelle. Il y a donc l'équivalent de 2,3 millions de tonnes de déchets de maçonnerie potentiellement valorisables [36].

Les déchets de maçonneries peuvent être réutilisés pour de nombreuses applications. Leur broyage et tamisage peuvent permettre d'obtenir des granulats, des sables de briques et même des fines de briques. Les granulats et les sables trouvent plusieurs voies de valorisation. On retrouve leur utilisation principalement dans les travaux de voirie en tant que matériau de remblayage. Ce type de déchet est également utilisé dans les revêtements des courts de tennis, apportant un meilleur drainage dans la composition de la terre battue.

En revanche, les fines de briques ne connaissent pas le même succès dans leur réutilisation et manquent de domaines d'application. C'est donc sur cette fraction granulométrique que l'on va se concentrer. La formulation de liants alternatifs dans la composition de mortier peut représenter une voie de valorisation pertinente de ce type de déchet. En effet, les déchets de maçonnerie contiennent des éléments silicatés. Ceux-ci leur confèrent des propriétés minéralogiques et physico-chimiques potentiellement intéressantes dans la composition de liants et de mortiers. De plus, des études ont montré qu'en remplaçant une partie du ciment par de la poudre de brique d'une granulométrie similaire, des performances encourageantes étaient obtenues [51].

I.5 Intégration de fines de briques dans les formulations de mortiers

De nombreux travaux ont été réalisés afin d'intégrer des particules de briques dans la composition des bétons et mortiers. On se concentre dans cette recherche sur les formulations mettant en place une substitution du ciment par des fines de briques.

I.5.1 Propriétés à l'état frais

L'intégration de déchets de briques impacte la densité du mélange. Plusieurs types de substitutions présentent les mêmes conclusions [50]. Parmi celle-ci, la substitution du ciment par de la poudre de brique de la même granulométrie a pour effet de diminuer la masse volumique du matériau cimentaire à l'état frais (Figure 34) [52].



Figure 34 : Comparaison de la masse volumique (état frais) de matériaux cimentaires pour différents pourcentages de substitution [52].

Ensuite, les différentes études menées sur la maniabilité des formulations cimentaires contenant des fines de briques n'arrivent pas toujours aux mêmes résultats. Cela est dû au fait que les fines de briques peuvent présenter, en fonction des échantillons, des valeurs de demande en eau différentes.

Concernant l'étude de la substitution de ciment par de la poudre de brique dans les mortiers, il a été montré qu'un ajout d'eau pouvait être nécessaire afin d'arriver à une même maniabilité lorsque le taux de substitution augmente (Figure 35) [52].



Figure 35 : Comparaison de la quantité d'eau ajoutée dans la formulation de matériaux cimentaire pour différents pourcentages de substitution [52].

D'autres recherches ont montré que cette substitution ne nécessitait pas d'ajout d'eau supplémentaire pour atteindre une maniabilité équivalente. Pour une substitution de 30% de la masse de ciment, l'essai de maniabilité [NF EN 12350-8] donnait un étalement qui passait de 163 à 169mm, ce qui représente une maniabilité identique entre les deux échantillons [36].

La composition chimique, la provenance et les propriétés mécaniques des briques n'étant pas tout le temps similaire, ces variations peuvent en effet avoir un impact sur la demande en eau de la poudre constituée. Une fois celle-ci intégrée dans les formulations cimentaires, cela peut mener à une absorption d'eau plus importante que celle initialement prévue et mener à une possible détérioration de la maniabilité du mélange. Il s'agit donc d'analyser les caractéristiques des briques utilisées. Cela permettra de voir quelles études ont pu mettre en place l'utilisation d'échantillons similaires. Cette démarche pourrait permettre d'avoir un premier ordre d'idée du comportement et de l'influence de l'intégration de poudre de brique sur les mélanges cimentaires.

I.5.2 Propriétés à l'état durci

De manière générale, l'incorporation de particules de briques dans les mélanges cimentaires à tendance à entrainer une diminution des propriétés mécaniques à l'état durci [50][53]. C'est aussi le cas lorsque l'on substitue une fraction du ciment par de la poudre de brique : la résistance à la compression et à la flexion à 7 jours diminue (Figures 36 & 37) [36][52].



Figure 36 : Comparaison des performances mécaniques en compression de matériaux cimentaires pour différents pourcentages de substitution [52].



Figure 37 : Comparaison des performances mécaniques en flexion de matériaux cimentaires pour différents pourcentages de substitution [52].

A plus long terme, l'écart entre les performances des mortiers de référence et les mortiers avec substitution ont tendance à légèrement s'amenuiser. Cela est possiblement dû au fait que les poudres de brique peuvent avoir un caractère pouzzolanique. Cela peut ainsi permettre la création de C-S-H, permettant un développement plus important de la résistance mécanique des échantillons à long terme [50].

L'ajout de poudre de brique à la place du ciment dans la formulation de matériaux cimentaires semble aussi avoir pour effet d'augmenter la porosité du mortier. Cela semble logique étant donné que la brique est un matériau principalement composé d'argile, qui s'avère être un élément très poreux.

Cette incorporation a également un effet sur le temps de prise puisque la quantité de ciment dans le mélange diminue. Cela a pour conséquence une légère augmentation du temps de début de prise. La fin de prise n'est, quant à elle, pas forcement impactée pour une substitution inférieure à 30%. A titre d'exemple, des travaux ont été menés pour une formulation ayant une substitution du ciment par de la poudre de brique à hauteur de 30% en masse. Le temps de début de prise est de 5 heures pour l'échantillon « référence ». Pour le matériau substitué, ce temps passe à 5 heures et 40 minutes. Cela représente une augmentation de 13% par rapport à l'échantillon « référence ». Le temps de fin de prise est identique et égal à 10 heures pour les deux tests [36].

L'incorporation de fines de briques a donc, comme attendu, un effet sur les performances de mortiers et bétons aussi bien à l'état frais qu'à l'état durci. L'inconnue principale va être la possible absorption d'eau supplémentaire qu'occasionne l'intégration des fines. Cela aura un impact sur la rhéologie du mortier qui est paramètre très important vis-à-vis du processus d'impression 3D. Les essais réalisés par la suite permettront de voir si les fines utilisées dans le cadre de ce travail semblent absorber, ou non, un surplus d'eau dans les compositions proposées.

Les performances à l'état durci sont aussi altérées. Néanmoins si les performances de la composition de base sont élevées, cela pourrait faire en sorte que cette diminution ne soit pas préjudiciable pour le matériau cimentaire une fois qu'il sera imprimé.

Les études réalisées sur le sujet ont globalement montré que l'incorporation de fines de brique dans les formulations de mortiers et béton étaient satisfaisantes, parfois même bénéfiques pour le matériau. Dans ce travail, le but sera de déterminer si les mêmes conclusions peuvent être tirées dans le cas des mortiers imprimables. Partie 2

Programme de recherches expérimentales

II.1 Choix & Caractérisation des matériaux.

Les matériaux ont été choisis selon plusieurs critères.

On s'appuie principalement sur la littérature pour orienter le choix des matériaux et de leur dosage. Comme il a été vu récemment, le processus d'impression 3D requiert un usage ainsi qu'un dosage en matériaux bien spécifique, ceci afin de pouvoir fabriquer un mortier suffisamment fluide pour être pompable, mais suffisamment ferme pour qu'il puisse tenir en place lors de son dépôt couche par couche [8][15][36].

Dans un deuxième temps, l'objectif de ce travail est de proposer une méthodologie facilement reproductible. On s'attache donc à choisir des matériaux accessibles et, lorsque c'est possible, normalisés. Ceci permettra, dans l'hypothèse où ce travail servirait de base à des expériences futures, de limiter les variations dues aux possibles hétérogénéités des matériaux sélectionnés.

La description et la caractérisation des matériaux utilisés est détaillée ci-dessous.

II.1.1 Ciment

Le ciment utilisé dans le cadre des tests est un ciment Portland de type CEM I 52,5 N. Ce type de ciment est composé presque exclusivement de clinker. L'utilisation de ce type de ciment permettra de développer dans le mortier imprimable des résistances élevées au jeune âge mais aussi à plus long terme. C'est un de ceux qui restent les plus répandus et ont été également utilisés au cours de nombreux essais sur mortiers imprimables dans la littérature [10][36][40]. Les caractéristiques de ce ciment sont présentées dans le tableau 4 et la fiche technique est disponible dans l'annexe A.

Masse volumique absolue (kg/m^3)	3100
Résistance minimale à 2 jours (MPa)	18
Résistance minimale à 28 jours (MPa)	50

Tableau 4 : Caractéristiques du CEM I 52,5 N.

II.1.2 Fines de briques

Dans le cadre de ce mémoire, le but est de tester une substitution ciment-brique au sein des formulations de mortiers imprimables. Les briques ont donc été transformées en fines et mises en œuvre de sorte qu'elles soient identiques au ciment d'un point de vue granulométrique (Figure 38). Les briques ont tout d'abord été transférées dans un concasseur à mâchoires. Après ce traitement, les granulats ont été broyés pendant 40 minutes dans un broyeur à boules en acier [36].



Figure 38 : Fines de brique utilisées dans les compositions.

Quelques caractéristiques de ces fines de briques sont présentées dans le tableau 5.

Masse volumique absolue (kg/m ³)	2860
Surface spécifique (m^2/g)	0,81

Tableau 5 : Caractéristiques des fines de briques [54].

Ci-dessous, la figure 39 permet d'avoir un comparatif entre les courbes granulométriques du CEM I 52,5 N et des fines de briques. On remarque un léger décalage qui indique que le ciment semble plus fin que les fines de briques. On observe aussi une plus grande concentration de fines et d'ultrafines pour la poudre de brique (20% de la part granulométrique est inférieure à 5μ m).



Figure 39 : Répartition granulométrique des fines de brique et du ciment.

Les briques ont également été caractérisées par une analyse en fluorescence X, cela dans le but de connaître leur composition chimique (Tableau 6). On remarque la forte présence d'oxydes de silicium, d'aluminium et de fer. Ceci confirme la présence logique de minéraux alumino-silicatés, issus de l'argile utilisée pour la fabrication des briques.

Éléments	Briques (% Oxydes)
SiO ₂	65,7
Al ₂ O ₃	13,8
Fe ₂ O ₃	8,5
K ₂ O	2,5
MgO	2,3
CaO	2,1
TiO ₂	1,5
Na ₂ O	1,4
SO ₃	0,8
Total	98,6

Tableau 6 : Composition chimique des fines de briques [54].

Une autre analyse, par diffraction de rayons X, a été réalisée afin de connaitre la composition minéralogique des briques utilisées (Tableau 7). Cette caractérisation permet d'affirmer ce qui a été vu précédemment avec le test par fluorescence X. On observe une teneur majoritaire en minéraux de type quartz et hématite, cela confirme le fait que la composition de ces briques suit une composition standard [36].

Minéraux	Teneur (%)		
Quartz SiO ₂	54,9		
Hématite Fe ₂ O ₃	12,8		
Albite NaAISi ₃ O ₈	6,0		
Microcline KAISi ₃ O ₈	3,9		
Cristobalite SiO ₂	2,8		
Rutile TiO ₂	2,0		
Dolomite CaMg(CO ₃) ₂	1,7		
Amorphe	15,9		

Tableau 7 : Composition minéralogique des fines de brique [54].

II.1.3 Sable

Le sable utilisé dans les formulations est un sable normalisé de granulométrie 0/2mm [EN 196-1] (Figure 40). Ce choix a été fait pour plusieurs raisons. D'une part, la normalisation du sable implique que les échantillons préparés sont homogènes. Ceci est aussi bien valable pour leur granulométrie que pour leur taux d'humidité et leurs résistances mécaniques. De cette façon, les incertitudes concernant ces variables sont minimisées.

D'autre part, ce matériau est facilement accessible, ce qui ajoute une dimension de reproductibilité au protocole dans le cas où d'autres expériences de type seraient engagées dans le futur. Enfin, ce type de sable présente des dimensions et une granulométrie idéale pour les formulations de mortiers imprimables, car le diamètre maximal des grains présente une marge confortable par rapport au diamètre des buses des imprimantes 3D.



Figure 40 : Courbe granulométrique du sable normalisé [55].

La masse volumique de ce sable normalisé est équivalente à 2640 kg/m³.

II.1.4 Adjuvants

Le dosage en eau des formulations de mortiers imprimable est généralement très faible. Par conséquent, le recours à l'usage d'adjuvants pour ce type de mortier est courant. Dans ce travail, on utilise un adjuvant de type superplastifiant appartenant à la famille des éthers polycarboxyliques modifiés. Celui-ci a l'avantage d'être fourni en petite dose (300 mL), à l'échelle des tests laboratoires effectués. Il est actuellement fabriqué par l'entreprise Ultibat et sa fiche technique est fourni en annexe B.

II.2 Méthode de formulation et de composition.

II.2.1 Détermination de la composition témoin

La technologie d'impression 3D étant relativement récente, la manière de composer les mortiers associés à ce processus n'est pas encore fixée. De nombreuses propositions ont été réalisées, dont l'imprimabilité a été testée. Les dosages des constituants restent parfois très différents [15]. De plus, les essais permettant de caractériser les matériaux cimentaires imprimables, à l'état frais ainsi qu'à l'état durci, ne sont pas encore normalisés. Il est donc aujourd'hui difficile de fixer une méthode de formulation qui puisse satisfaire des exigences liées à des essais non-normalisés.

Ainsi, on choisit dans ce travail de prendre pour base une formulation « standard » qui présente des dosages massiques respectant totalement les grands principes énoncés en I.3.3. Cette formulation standard a fait l'objet de tests d'imprimabilité concluants, et des mesures des performances mécaniques à l'état durci ont été réalisées [8]. Les composants utilisés ne seront néanmoins pas tous identiques, la formulation « standard » utilise un sable roulé 0/2mm non normalisé, et le ciment est un CEM II dont la performance n'a pas été précisée.

C'est donc une formulation aux dosages reposant sur des tests réalisés dans la littérature qui est proposée dans ce mémoire. Le choix des matériaux a été fait de manière à ce que ceux-ci présentent les caractéristiques les plus homogènes possible. Cela dans le but de pouvoir comparer les résultats qui seront obtenus avec de futures études présentant la même base de formulation. Celle-ci a été réalisée suivant le dosage massique suivant :

Élément	Dosage en proportion massique
Ciment CEM I 52,5 N	1
Sable normalisé 0/2 [EN 196-1]	1,4
Superplastifiant Ultibat	0,3% en masse du ciment
Eau	0,35

Tableau 8 : Dosage utilisé pour la composition témoin.

A partir de cette formulation de base (Tableau 8), on définit une composition témoin notée *S00* (substitution 00%). Cette composition est essentielle dans la mesure où elle permettra de statuer sur les performances de base du mortier, sans substitution. Cela permettra d'établir de futures comparaisons avec les mortiers présentant une substitution non-nulle.

Les tests réalisés dans la littérature sur mortiers traditionnels mentionnent le fait qu'une substitution de ciment par des fines de briques permet de garder de bonnes performances jusqu'à un taux de substitution de l'ordre de 30% [36]. Pour cela, on choisit dans ce travail d'aller légèrement au-delà et de se pencher sur des substitutions allant jusqu'à 35%.

Afin d'appréhender de manière précise l'évolution des performances en fonction du degré de substitution, on réalisera des substitutions par incréments de 5%. On aura ainsi 8 formulations différentes à réaliser allant de la formulation *S00* à la formulation *S35* (substitution 35%).

Les différentes compositions sont, dans un premier temps, testées sur des mortiers coulés et fabriqués de manière normalisée. D'une part, cela permettra d'avoir une première idée du comportement de telles formulations à l'état frais et à l'état durci, et, d'autre part, d'appréhender l'influence de l'incorporation de fines de briques sur les performances du mortier coulé.

II.2.2 Compositions pour tests normalisés

Les compositions des mortiers imprimables sont faites en fonction du dosage définit précédemment. Les quantités de matériau nécessaires dépendent du nombre d'échantillons à réaliser. On choisit dans ce mémoire de réaliser 9 barrettes de 4*4*16cm par formulations. Un tel nombre a été choisi afin de s'assurer d'avoir suffisamment de données pour fournir des résultats représentatifs lors de la réalisation des tests qui seront décrits par après.

Un élément important à prendre en compte lors de la réalisation des compositions est le dosage en sable normalisé. Celui ne peut se faire qu'en intégrant l'intégralité du contenu des sachets présents (sachets normalisés de 1350g). En effet, cela est nécessaire dans le but d'avoir une courbe granulométrique du sable qui soit en cohérence avec les spécifications données. Par conséquent, les quantités de matériaux seront calibrées en fonction de la quantité de sable normalisé présente dans la formulation.

L'incorporation d'un unique sachet de sable ne permet pas d'obtenir un volume de mortier suffisant pour la réalisation des 9 barrettes normalisées. Pour toutes les compositions, deux sachets de sable normalisé sont utilisés, soit l'équivalent de 2,7 kg.

A partir de ces données, on obtient la formulation « témoin » *S00* présentée dans le tableau 9.

Formulation	CEM I (kg)	Sable (kg)	Fines de brique <i>(kg)</i>	Eau (L)	Superplastifiant (<i>mL</i>) (0,3%C)	E/C	E/S	% FS
<i>S00</i>	1,92	2,7	0	0,68	5,7	0,35	0,15	71,2

Tableau 9 : Quantités massiques utilisées dans la composition témoin.

Le rapport E/S désigne le rapport massique entre la quantité d'eau ajoutée et la quantité de solide (ciment, sable et fines de brique) présent dans la composition. La dernière colonne présente la fraction volumique solide (%FS). Les prescriptions indiquent qu'il est préférable de ne pas dépasser une valeur de 80%, ce qui est le cas pour cette formulation « témoin » [8].

II.2.3 Compositions de substitution

Les substitutions du ciment par les fines de briques seront des substitutions massiques réalisées par incréments de 5%. Plusieurs hypothèses vont être prises en compte pour l'élaboration de ces compositions.

Dans un premier temps, on choisit de négliger l'éventuel phénomène d'absorption d'eau par les fines de briques. La raison principale de ce choix réside dans le fait que les briques utilisés ont la même origine et quasiment la même caractérisation que celle utilisés dans une précédente étude [36]. Celle-ci ne montrait pas spécifiquement que l'incorporation de fines de briques nécessitait un apport d'eau supplémentaire, la maniabilité se trouvant inchangée. Par conséquent, aucun ajout d'eau supplémentaire ne sera réalisé dans les formulations présentant des substitutions.

On choisit également de fixer le rapport E/S à 0,15. Ceci permettra de garder une fraction volumique solide quasiment constante égale à 71%.

On prend donc la décision de fixer cette variable qu'est la quantité d'eau : la dose ajoutée sera identique pour tous les mélanges. Ces décisions impliquent le fait que le rapport E/C ne sera pas constant. La substitution du ciment par les fines impliquera une baisse de la teneur en ciment pour une même quantité d'eau, ce qui entrainera une hausse du rapport E/C.

Néanmoins, cette hausse du rapport E/C sera corrélée avec une baisse de la quantité de superplastifiant. En effet, le dosage en adjuvant sera aussi fixé à 0,3% de la masse du ciment. Cette masse diminuant avec l'incorporation de fines de briques, la quantité d'adjuvant diminuera donc également.

Ci-dessous (Tableau 10), la composition témoin est présentée, avec en fond rouge les variables qui seront constantes lors des essais de substitution.

Formulation	CEM I (kg)	Sable (kg)	Fines de brique <i>(kg)</i>	Eau (L)	Superplastifiant (<i>mL</i>) (0,3%C)	E/C	E/S	%FS
<i>S00</i>	1,92	2,7	0	0,68	5,7	0,35	0,15	71,2

Tableau 10 : Aperçu des quantités massiques et grandeurs gardées constantes au cours des tests.

A partir de ces hypothèses et variables fixées, les sept formulations présentant des substitutions allant de 5 à 35% de la masse de ciment sont déterminées et présentées dans le tableau 11.

Formulation	CEM I (kg)	Sable (kg)	Fines de brique <i>(kg)</i>	Eau (L)	Superplastifiant (mL) (0,3%C)	E/C	E/S	%FS
<i>S05</i>	1,83	2,7	0,10	0,68	5,5	0,35	0,15	71,2
<i>S10</i>	1,73	2,7	0,19	0,68	5,2	0,39	0,15	71,2
<i>S15</i>	1,63	2,7	0,28	0,68	4,9	0,41	0,15	71,2
<i>S20</i>	1,53	2,7	0,38	0,68	4,6	0,44	0,15	71,2
<i>S25</i>	1,44	2,7	0,47	0,68	4,3	0,47	0,15	71,3
<i>S30</i>	1,34	2,7	0,58	0,68	4,0	0,50	0,15	71,3
<i>S35</i>	1,25	2,7	0,68	0,68	3,7	0,54	0,15	71,3

Tableau 11 : Compositions de substitution.

II.2.4 Réalisation des mortiers

Les mortiers ont été réalisés selon un procédé normalisé. Un malaxeur permettant les mélanges de compositions allant jusqu'à 5kg a été utilisé. Une fois tous les éléments pesés le protocole décrit dans le tableau 12 a été suivi :

Étapes	Actions	Vitesse de malaxage	Temps de malaxage	Temps Total
1	Introduction : Eau & Adjuvant	1	30"	30"
2	Introduction : Ciment & Fines	1	30"	1'00''
3	Introduction progressive : Sable	1	30"	1'30"
4		2	30"	2'00''
5	Durant les premières 30" : Racler les parois et le fond du malaxeur.	Arrêt	1'30"	3'30"
6		2	1'00	4'30''

Tableau 12 : Étapes suivies pendant la réalisation des mortiers.

Un fois le mortier réalisé, celui-ci a été disposé dans des moules normalisés (Figure 41) selon le protocole décrit dans le tableau 13 :

Étapes	Actions	
1	Huiler et fixer les moules sur la table à chocs.	
2	Introduire le mortier de sorte à ce qu'il remplisse la moitié des 3 barrettes.	
3	Niveler la couche déposée.	
4	Mettre en marche la table à secousses pour la réalisation de 60 chocs.	
5	Introduire le mortier de sorte à remplir le moule, avec un léger surplus.	
6	Niveler la couche déposée.	
7	Mettre de nouveau en marche la table à secousses pour 60 chocs.	
8	Retirer le moule de la table à secousses.	
9	Enlever l'excès de mortier à l'aide d'une règle métallique.	
10	Enlever les éventuels restes de mortier sur la surface du moule.	

Tableau 13 : Étapes suivies lors de la mise en place du mortier dans les moules.



Figure 41 : Photos des moules utilisés et de la table à secousses.

Les moules sont placés en chambre humide durant 24 heures ($20\pm2^{\circ}C$; 95%HR). Ils sont ensuite démoulés et les moules nettoyés. Après cela, les barrettes sont immergées dans l'eau pour une durée variant en fonction des tests à réaliser.

II.3 Essais à l'état frais.

Cette partie décrit la manière dont ont été effectués les tests sur mortiers frais. En plus des deux tests présentés, une mesure de la masse des moules, avant et après remplissage, a permis de mesurer la masse volumique à l'état frais.

La quantité de matière produite lors de la préparation du mortier présente un léger surplus par rapport à la quantité nécessaire pour réaliser 9 barrettes. Cette quantité supplémentaire a pu être utilisée occasionnellement afin de faire des mesures de temps de prise sur mortier.

II.3.1 Mesure de l'étalement à la table à secousses

But de l'essai

Le but de cet essai est de donner une première caractérisation du mortier en termes rhéologiques. La comparaison des étalements de la composition témoin et des compositions substituées serviront à montrer si les substitutions ont tendance à modifier le comportement rhéologique du matériau.

Mode opératoire

Les essais ont été réalisés directement après la mise en œuvre du mortier, afin d'appréhender au mieux le comportement rhéologique du matériau en sortie du malaxeur. En effet, lors du processus d'impression 3D, le matériau est malaxé puis envoyé directement vers la machine d'impression.

L'essai réalisé est un essai d'étalement à la table à secousses [NBN EN 1015-3] (Figure 42) permettant de statuer sur le comportement rhéologique du mortier. Chaque formulation a fait l'objet d'un test d'étalement décrit ci-dessous (Tableau 14).

Étapes	Actions		
1	Nettoyer et humidifier le disque de la table à secousses ainsi que le moule		
	tronconique à l'aide d'une serviette humide.		
2	Placer le moule au centre de la table à secousses et insérer le mortier afin de		
	remplir la moitié du moule. Durant ce remplissage, maintenir fermement		
	d'une main le moule sur le disque.		
3	Compacter la couche de mortier à l'aide de 10 coups brefs de dame.		
4	Insérer une seconde couche de mortier afin de remplir le moule et		
	recompacter l'ensemble par 10 nouveaux coups de dame.		
5	Éliminer l'éventuel excédent de mortier à l'aide d'un couteau à araser.		
6	Soulever lentement et verticalement le moule.		
7	Réaliser 15 secousses sur la table à fréquence constante (1 par seconde).		
8	Mesurer le diamètre de l'échantillon dans deux directions perpendiculaires.		
9	Calculer la moyenne des deux diamètres.		

Tableau 14 : Étapes suivies lors de la réalisation de l'essai d'étalement [NBN EN 1015-3].



Figure 42 : Table à secousses et dimensions du dispositif tronconique.

Néanmoins, concernant cet essai, les valeurs d'étalement ne sont pas associées à diverses classes de consistances comme c'est le cas pour des essais sur le cône d'Abrams. Ici, le cône a des dimensions et des proportions bien différentes (Figure 42).

La valeur de l'étalement seule ne permet pas de décrire le comportement rhéologique du mortier. Seules des comparaisons sont possibles entre les valeurs d'étalement pour analyser l'influence de la substitution des fines de briques par le ciment.

En revanche, des corrélations ont été réalisées permettant de lier des valeurs géométriques comme l'affaissement et l'étalement à des variables intrinsèques du matériau. Dans le cas de l'essai au mini-cône, deux types de corrélations ont été effectuées (une en régime d'affaissement, une en régime d'étalement). Celles-ci ont été décrites dans le premier chapitre (Partie I.3.8). Ici, il faudrait donc utiliser la corrélation liant l'étalement au seuil de cisaillement. Cela n'est pas possible pour deux raisons. D'une part, cette corrélation est valable pour un protocole d'essai pendant lequel on retire le cône, sans appliquer les quinze secousses. D'autre part, dans le cas des mortiers imprimables, on ne se situe pas dans un régime d'étalement mais plutôt dans un régime d'affaissement, car le matériau est sensé rester en place une fois démoulé et ne pas s'écouler. On utilisera donc la relation suivante (Eq. 15) [27] liant la hauteur h finale de l'échantillon, sa masse volumique ρ à l'état frais au seuil de cisaillement τ_0 .

$$\tau_0 = \frac{\rho g h}{2} \tag{Eq. 15}$$

Le seul moyen d'obtenir une valeur crédible de seuil de cisaillement est d'utiliser cette corrélation en régime d'affaissement. Cela implique qu'il est nécessaire de connaître cette valeur d'affaissement, ce qui n'est pas le cas. Néanmoins, l'observation du comportement du mortier une fois le moule retiré, avant l'application des quinze secousses, permet d'avoir un ordre d'idée de l'affaissement de celui-ci. Les valeurs prises seront données avec une incertitude, et permettront un calcul du seuil. Ce calcul est plutôt indicatif, tant les incertitudes liées aux corrélations et au protocole employé sont grandes.

But de l'essai

La mesure du temps de prise des mortiers destinés à être imprimés en 3D est primordiale dans la mesure où cela donnera un indicateur de la durée pendant laquelle le matériau pourra rester maniable et imprimable.

Un matériau ayant un temps de prise rapide devra être mis en œuvre avec une vitesse d'impression horizontale et verticale élevée. On peut aussi l'utiliser pour des éléments imprimés demandant un faible volume, pouvant être imprimés sur une échelle de temps réduite. Ce type de matériau aura l'avantage de présenter de bonnes résistances mécaniques à court terme, ainsi qu'une augmentation du seuil d'écoulement lui permettant éventuellement de supporter un nombre important de couches d'impression.

Un matériau avec un temps de prise lent aura l'avantage d'être maniable et imprimable sur une période plus importante. Cela peut permettre d'imprimer des éléments demandant de plus grands volumes de mortiers et donc un temps d'impression plus long.

Mode Opératoire

Le temps de prise a été mesuré sur un appareil de Vicat automatique [NF EN 196-3]. Ce type de test peut être réalisé pour une formulation à la fois. Étant donné la durée de l'essai (14-15h), chaque formulation n'a pas pu être testée à ce stade. Deux compositions ont été testées, présentant une différence importante au niveau des taux de substitution. La figure 43 montre l'allure du dispositif utilisé et le mode opératoire est présenté dans le tableau 15 :

Étapes	Actions		
1	Nettoyer et huiler le moule cylindrique ainsi que le disque de support.		
2	Placer le moule au centre du disq	ue et insérer le mortier. Durant ce	
	remplissage, maintenir fermement d'u	ne main le moule sur le disque.	
3	Compacter la couche de mortier à l'aide de 10 coups brefs de dame.		
4	Éliminer l'éventuel excédent de mortier à l'aide d'un couteau à araser.		
5	Placer l'ensemble disque + moule sur la plateforme de l'appareil de Vicat.		
6	Entrer les paramètres de mesure et lancer le test		
Paramètres de mesure			
Type de chute		Libre	
Type d'intervalle de temps entre les mesures		Fixe	
Intervalle de temps entre les mesures		10 minutes	

Tableau 15 : Étapes suivies durant l'essai de prise et paramètres de mesure utilisés.



Figure 43 : Photos du dispositif utilisé.

Ce test automatisé reprend le principe du test de Vicat où l'on mesure l'enfoncement d'une aiguille dans un matériau cimentaire en fonction du temps. Le diamètre de l'aiguille est égal à 1mm. Le mortier frais est quant à lui placé dans un moule cylindrique d'une hauteur de 40mm pour un diamètre intérieur de 60mm.

Les résultats prennent donc le temps passé depuis la réalisation du mortier et l'associent à une mesure d'enfoncement précise au dixième de millimètre près. Le début de prise est constaté à partir du moment où l'enfoncement diminue de manière significative. Le temps de fin de prise est déterminé au moment où l'enfoncement n'évolue plus.

Cet essai peut aussi permettre, dans une certaine mesure, de caractériser le mortier en termes rhéologiques. La littérature fournit quelques corrélations existant entre les mesures par pénétrométrie et les variables intrinsèques telles que le seuil de cisaillement. Concernant l'essai de Vicat, une relation permet de faire le lien entre le rayon R de l'aiguille, son enfoncement h et le seuil de cisaillement du matériau. Cette équation n'est valable que pour un appareil dont la masse appliquée à l'aiguille est égale à 300g (Eq. 24)[23].

$$\tau_0 = \frac{3}{2\pi Rh} \tag{Eq. 24}$$

Le seuil de cisaillement est calculé pour chaque valeur d'enfoncement. Ces données vont permettre d'établir son évolution au cours du temps. Néanmoins, ce calcul n'a de sens que pour les valeurs d'enfoncement inférieures à 40mm. En effet, lorsque l'aiguille traverse tout le matériau (enfoncement égal à 40mm), celle-ci entre ensuite en contact avec le support de l'échantillon. On n'a donc pas de mesure de l'enfoncement qui pourrait être réellement atteint dans l'échantillon. De même, lorsque le mortier est en fin de prise, l'enfoncement tend vers une valeur nulle, ce qui fait tendre la valeur du seuil calculé vers l'infini.

Ainsi, pour toute la période précédant le début de prise du mortier, les valeurs d'enfoncement ne pourront pas être utilisées pour donner une estimation du seuil de cisaillement. Néanmoins, les calculs réalisés grâce aux précédents tests d'étalement et d'affaissement permettront d'avoir un ordre d'idée de la valeur de ce seuil avant la prise du mortier. Pour la période suivant la fin de prise du mortier, les valeurs du seuil de cisaillement ne seront pas déterminées.

II.4 Essais à l'état durci

Concernant les essais effectués à l'état durci, on a choisi de réaliser neuf barrettes par composition soit 72 barrettes au total. Parmi les neuf barrettes (Figure 44), six sont utilisées pour les essais en compression/flexion et trois pour les mesures d'absorption par immersion.



Figure 44 : Photo des barrettes réalisées pour une composition.

II.4.1 Essais en flexion et compression à 7 et 28 jours

But de l'essai

A travers les essais mécaniques réalisés, plusieurs problématiques seront intéressantes à analyser. Premièrement, les mesures réalisées sur la composition témoin donneront une idée du niveau de performance du mortier, à 7 jours puis 28 jours. Ensuite, une analyse pourra être réalisée quant à l'impact de la substitution du ciment par les fines de briques. Enfin, la littérature fournit des comparaisons entre les performances des mortiers coulés et celles des mortiers imprimés. Il sera donc possible d'extrapoler les résultats pour avoir un ordre d'idée des performances que présenterait ce mortier s'il était mis en œuvre au sein d'un procédé d'impression.

Mode Opératoire

Chaque composition comporte six barrettes qui sont immergées directement après leur démoulage dans une eau maintenue à température ambiante. Trois d'entre elles sont utilisées pour les tests à 7 jours, le reste pour les tests à 28 jours.

Pour les deux périodes mentionnées ci-dessus, les barrettes sont tout d'abord testées en flexion jusqu'à la rupture. Les six pièces résiduelles sont ensuite mises en forme pour être testées à la compression. Les essais mécaniques sont normalisés [EN 196-1] (Machine INSTRON 5585). Pour résumer, chaque composition a trois mesures de résistance en flexion et six mesures de résistance en compression, pour des durées d'immersion de 7 et 28 jours. Ce nombre de données permettra, comme il a été mentionné
précédemment, d'avoir des valeurs de performances représentatives des compositions proposées.

Enfin, le protocole de test des essais de flexion permet aussi de fournir la masse volumique des échantillons testés. Ceci permettra d'appréhender l'influence que pourrait avoir l'incorporation des fines sur la densité du matériau cimentaire.

II.4.2 Essais d'absorption par immersion totale

But de l'essai

L'essai d'absorption d'eau par immersion est un test permettant de déterminer de manière quantitative la capacité qu'aura un mortier à absorber l'eau. Plus l'absorption est élevée, plus le mortier sera jugé comme étant poreux. La littérature montre que l'intégration de fines de brique dans les mortiers à généralement tendance à augmenter leur porosité. Cet essai normalisé [NBN B15-215] permettra de voir si cette tendance se vérifie pour les compositions de mortiers imprimables proposées. Ce test consiste en une comparaison massique entre des échantillons à l'état saturé et d'autres à l'état sec.

Mode Opératoire

Cet essai sera réalisé sur les trois barrettes restantes par composition. Les barrettes ont été immergées dans des bacs d'eau à température constante. Elles ont été maintenues immergées jusqu'à ce que celles-ci soient saturées en eau, c'est-à-dire que leur rapport de masse entre deux pesées (faites à 24 heures d'intervalle) soit inférieur à 0,1%. Une fois les barrettes saturées, celles-ci sont pesées puis placées dans une étuve à une température de 105°C pour séchage. Les barrettes sont ensuite pesées tous les jours et sont considérées comme sèches lorsque le rapport de masse entre deux pesées est inférieur à 0,1%. L'absorption d'eau notée A est ensuite définie par l'équation suivante :

$$A = \frac{M_{sat} - M_{sec}}{M_{sec}} * 100$$
(Eq. 25)

Avec M_{sat} la masse de l'échantillon saturé en eau et M_{sec} la masse de l'échantillon sec.

Partie 3 Analyse des résultats

III.1 Résultats à l'état frais

III.1.1 Mesure de l'étalement à la table à secousses

Comme indiqué précédemment, cet essai permet de caractériser le comportement rhéologique du mortier frais. Les valeurs d'étalement obtenues sont présentées sur le graphique ci-dessous (Figure 45).



Figure 45 : Résultats de l'essai d'étalement en fonction du degré de substitution.

Les valeurs d'étalement de cet essai ne sont pas directement reliées à des classes de consistances. Afin de pouvoir donner un ordre d'idée de la consistance de ce matériau, le protocole décrit en II.3.1 va être appliqué.

Chaque échantillon, une fois démoulé et avant les secousses, reste bien en place et garde la forme du moule tronconique. L'affaissement observé est très faible, de l'ordre de quelques millimètres. On choisit d'estimer la valeur de l'affaissement à travers un encadrement de type [valeur minimale ; valeur maximale], cela afin de mettre en avant l'incertitude liée à cette estimation.

Dans le cadre des expériences, l'affaissement observé était en général quasiment identique pour toutes les compositions. On détermine l'encadrement de valeurs d'affaissement h suivant : $h = [4; 8 mm] = 6 \pm 2mm$.

Cette détermination, associée à la mesure de la masse volumique du mortier à l'état frais, permet d'appliquer la formule de corrélation entre l'affaissement h et le seuil de cisaillement τ_0 .

Les masses volumiques des différentes compositions sont présentées dans le tableau 16 ci-dessous.

Composition	S00	S05	S10	S15	S20	S25	S30	S35
ρ (kg/m ³)	2269	2255	2229	2214	2228	2243	2204	2208

Tableau 16 : Masse volumique des compositions à l'état frais.

A partir de ces données, une estimation indicative du seuil de cisaillement du matériau, pour chaque composition, peut être réalisée. La valeur moyenne calculée, pour une hauteur d'affaissement de 6mm est présentée ci-dessous (Figure 46). Les tableaux de ces valeurs sont disponibles en annexe C.



Figure 46 : Estimations de valeurs de seuil de cisaillement.

Observations

<u>Observation 1</u> : l'augmentation du taux de substitution de fines de briques semble avoir tendance à augmenter la valeur de l'étalement (Figure 45). Les trois mesures d'étalement les plus élevées sont atteintes pour les trois taux de substitution les plus importants. Néanmoins, cette augmentation observée de l'étalement est à relativiser.

Certaines valeurs mesurées vont à l'encontre de cette dynamique d'augmentation (S10-S20-S35). Il est ainsi difficile d'établir une loi de comportement traitant de

l'influence de l'incorporation des fines de briques. En effet, si une régression linéaire est effectuée, celle-ci présenterait un coefficient de détermination entre les valeurs très faible ($R^2=0,398$). Ainsi, l'apport des fines de briques en termes de maniabilité semble bénéfique, mais ce constat est à prendre avec précautions.

<u>Observation 2</u> : la masse volumique du mortier mesurée à l'état frais diminue avec l'augmentation du taux de substitution (Tableau 16). Un constat général concernant la masse volumique sera détaillé dans la partie III.2.1. Selon la corrélation en régime d'affaissement, le seuil de cisaillement est proportionnel aux valeurs d'affaissement et de masse volumique. Par conséquent, celui-ci a donc également tendance à diminuer lorsque le taux de fines de briques augmente (Figure 46).

Interprétations

On a choisi, dans ce travail, de travailler de sorte à de garder un rapport eau/poudre constant, et plus généralement un rapport eau/solide constant. Ajouté à cela, le dosage en superplastifiant est aussi fixé (0,3% de la masse de ciment). Cela implique que sa quantité brute introduite diminue lorsque le taux de substitution augmente. Ainsi, ces choix impliquent le fait que le rapport eau/ciment augmente lorsque la teneur en fines augmente. L'augmentation du rapport eau/ciment entraine en théorie une fluidification et une amélioration de la consistance du béton frais. Cette augmentation de la mesure d'étalement peut en être la conséquence.

On a également choisi au cours de ce travail de négliger une éventuelle absorption d'eau supplémentaire par les fines de briques. Les mesures réalisées permettent d'émettre l'hypothèse que le remplacement du ciment par de la poudre de brique ne semble pas générer un besoin d'eau supplémentaire. En effet, on observe même une amélioration de la maniabilité pour une même quantité d'eau incorporée. Cette hypothèse n'est pas généralisable dans tous les cas de figure. Cela est dû au fait que les propriétés physico-chimiques et minéralogiques de la poudre de brique peuvent varier en fonction de l'origine des briques. L'intégration de ce matériau potentiellement hétérogène dans les formulations cimentaires peut conduire celles-ci à présenter des comportements rhéologiques différents [52]. Des résultats suivant cette dynamique, ont été obtenus sur pâte de ciment, lors d'une étude utilisant des briques ayant la même caractérisation [36].

L'estimation de la valeur d'affaissement des échantillons testées permet d'avoir une première estimation du seuil de cisaillement du matériau. Celui-ci est théoriquement compris entre 692 et 712 Pa. Ces valeurs comprennent les incertitudes liées à la corrélation et à l'estimation de l'affaissement. Le calcul du seuil de cisaillement est, selon la corrélation, proportionnel à la masse volumique et la hauteur d'affaissement. La hauteur d'affaissement ayant été déterminée selon un encadrement arbitraire, l'élément influençant la variation de ce seuil est donc la masse volumique. Celle-ci a tendance à diminuer avec l'incorporation de fines de brique, le matériau est donc moins dense et donc plus propice à la déformation. Ce résultat semble cohérence vis-à-vis de l'étude de l'étalement du mortier où celui-ci présente aussi une dynamique d'amélioration de la maniabilité. Des matériaux cimentaires avec un seuil de cisaillement de l'ordre de 1kPa ont déjà pu être mis en œuvre par le procédé d'impression 3D [8]. Les valeurs obtenues ici, si elles s'avèrent correctes, se rapprochent de cette valeur de seuil. On pourrait alors émettre l'hypothèse que ce matériau soit, en termes rhéologiques, apte à être exploité dans un procédé de pompage/extrusion utilisé dans l'impression 3D des mortiers.

Même si les estimations semblent favorables quant à l'imprimabilité du matériau, il est nécessaire de prendre ces résultats avec du recul. Les conclusions suivantes ont pu être réalisées à partir d'un unique essai d'étalement réalisé à l'échelle « labo ». Cet essai a été réalisé en prenant une seule valeur d'étalement par composition, ce qui n'est pas idéal en termes de représentativité des données. Néanmoins, la comparaison des différents résultats d'étalement semble mettre au jour le fait que les fines de briques participent à une légère amélioration de la maniabilité du matériau. Concernant la détermination du seuil de cisaillement, de nombreuses hypothèses, aussi bien qualitatives que quantitatives ont été avancées. Des corrélations théoriques ont également été utilisées. Tout ce protocole tend à rendre les résultats très incertains.

Afin de vérifier si le matériau vérifie les critères d'extrudabilité et de constructibilité (Partie I.3.5), il est donc nécessaire de procéder à d'autres essais expérimentaux. On peut citer l'usage de rhéomètres pour avoir une idée précise des variables telles que la viscosité ou le seuil d'écoulement du mortier. Des essais au pistolet peuvent également être envisagés. Ceux-ci permettront de vérifier l'imprimabilité du matériau de base (composition *S00*) et de voir dans quelle mesure l'incorporation de fines de briques est possible.

III.1.2 Mesure du temps de prise

On estime que le début de prise du mortier équivaut au moment où l'enfoncement de la tige métallique, noté E, débute sa décroissance de manière significative. Quantitativement, on fixe l'exigence suivante : E<38mm. Quant au temps de fin de prise, celui-ci correspondra au moment à partir duquel l'enfoncement devient négligeable devant la hauteur de l'échantillon. On choisit de fixer l'exigence suivante : E<2mm.

Deux échantillons de mortier frais ont pu être testés. Afin de déceler une éventuelle influence de l'incorporation des fines de briques, on a choisi de comparer la composition témoin (S00) à une composition présentant un taux de substitution modéré (S20). Ainsi, la figure 47 présente le résultat graphique de l'essai automatique de Vicat sur ces deux formulations. Les tableaux complets présentant les différentes valeurs d'enfoncement sont disponibles en annexe D. On ajoute arbitrairement 10 minutes au valeurs mesurées pour prendre en compte le temps de préparation du test et de l'échantillon.



Figure 47 : Temps de prise.

Les valeurs d'enfoncement mesurées permettent, sous quelques hypothèses vues précédemment (II.3.1) de déterminer l'évolution du seuil de cisaillement. Cette évolution est présentée sur l'intervalle de temps entre le début et la fin de prise (Figure 48). Les valeurs d'enfoncement associées au seuil de cisaillement sont fournies en annexe E.



Figure 48 : Estimation du seuil de cisaillement des compositions en fonction du temps.

Observations

<u>Observation 1</u> : Le temps de début de prise est de 2h40 pour la composition *S00* et de 2h50 pour la *S20*. Le début de prise intervient donc légèrement plus tôt pour la formulation ne présentant pas de fines de briques. Les temps de fin de prise sont respectivement de 3h30 et 4h00 pour les compositions *S00* et *S20*. Encore une fois, la fin de prise intervient plus tôt pour la formulation *S00*.

<u>Observation 2</u> : L'intervalle de temps entre le début et la fin de prise est plus restreint pour la composition non substituée (50 minutes contre 1h10). Cela est visible sur la figure 48 où la valeur de l'enfoncement pour *S00* décroit de manière plus significative que pour *S20*.

<u>Observation 3</u> : Les valeurs théoriques de seuil de cisaillement avant le début de prise du mortier sont respectivement de 36,3 kPa et 37,5 kPa pour les compositions *S00* et *S20*. Ces valeurs sont très élevées et caractérisent un matériau très visqueux, pas assez maniable pour être mis en œuvre dans le processus d'impression 3D.

Interprétations

La composition *SOO* présente une concentration plus importante en ciment, ce qui impliquerait logiquement une prise plus rapide que la composition substituée. Néanmoins, la différence de temps de début de prise n'est pas quantitativement élevée. En effet, seulement 10 minutes les séparent, soit une augmentation de 6%. A noter que cela représente l'intervalle de temps utilisé pour les mesures d'enfoncement avec l'appareil de Vicat automatique.

La vitesse de prise semble être elle aussi impactée par différence de teneur en ciment. Théoriquement, plus cette teneur est élevée, plus la cinétique des réactions d'hydratation s'accélère. Cela a pour effet de décaler le temps de fin de prise. L'écart constaté entre les deux est de 30 minutes ce qui représente cette fois une augmentation du temps de fin de prise de 14%.

Ainsi, l'incorporation de fines de briques semble avoir un impact sur le temps de début de prise et la vitesse de prise. Néanmoins celui-ci semble relativement limité.

Les valeurs de seuil de cisaillement déterminées par la corrélation avec la hauteur d'enfoncement sont nettement supérieures à celles évaluées à l'état frais. Pour rappel, celles-ci sont estimées entre 770 et 850 Pa. Cela est probablement dû au fait qu'on se situe dans la période dormante au moment où la mesure d'enfoncement est réalisée. Le matériau se structure, mais reste durant un temps suffisamment maniable car l'hydratation des grains de ciment reste lente, entrainant une augmentation du seuil limitée. A partir du début de prise, les réactions d'hydratation s'accélèrent. La viscosité ainsi que le seuil de cisaillement augmentent de manière beaucoup plus marquée, le matériau devenant de plus en plus rigide. Pour conclure, il serait intéressant d'avoir une idée plus précise du temps début de prise. Le protocole prévoyait une mesure toute les dix minutes. Il se trouve que c'est par cet intervalle de temps que le début de prise des compositions testées est séparé. Afin de déterminer cet écart de manière plus précise, imposer un intervalle de temps plus réduit (5 minutes) pourrait être judicieux dans le cadre d'expérience futures.

Il serait par ailleurs intéressant de tester la formulation la plus substituée : S35. Cela permettrait de confirmer, ou non, le fait que l'intégration de fines de brique n'a qu'une faible influence sur le temps de prise.

III.2 Résultats à l'état durci

Cette section a pour but de présenter les résultats des mesures concernant la masse volumique, la résistance en compression/flexion à 7 et 28 jours ainsi que l'absorption d'eau par immersion.

III.2.1 Mesure de la masse volumique

La masse volumique a été mesurée à trois reprises : à l'état frais (III.1.1), au bout de 7 jours et au bout de 28 jours. Les résultats concernant les deux dernières mesures sont fournis simultanément dans le graphe suivant. Cela permet d'appréhender l'évolution de la masse volumique du matériau à travers le temps, mais aussi de constater l'influence de la substitution du ciment par les fines de briques. Les tableaux avec toutes les mesures de masse volumiques sont fournis en annexe F.



Figure 49 : Masse volumique à 7 et 28 jours.

Composition	S00	S05	S10	S15	S20	S25	S30	S35
Variation (%)	+1,58	-0,96	-0,04	+1,08	+0,58	+0,45	+0,54	+0,63

Tableau 17 : Variation de la valeur de la masse volumique entre 7 et 28 jours.

Observations

<u>Observation 1</u> : Les valeurs de masse volumiques mesurées à 7 et 28 jours présentent des valeurs comprises entre 2220 et 2320 kg/m³. On observe une tendance claire de diminution de la masse volumique avec l'augmentation du taux de substitution en fines de briques (Figure 49). A titre d'exemple, la composition *S00* présente une valeur mesurée 2308 kg/m³ contre 2243 kg/m³ pour la composition *S35* à 28 jours, ce qui représente une augmentation de l'ordre de 3%.

<u>Observation 2</u> : Pour la majorité des échantillons, on observe une augmentation de la densité entre les mesures faites à 7 jours et celles réalisées à 28 jours (Tableau 17). Seule la composition *S05* va à l'encontre de cette dynamique avec une diminution de l'ordre de 1%.

Interprétations

L'intégration des fines de briques dans le mortier semble avoir pour effet de diminuer sa densité. Une première explication à cela peut résider dans le fait que les fines de briques sont moins denses que le ciment (2860 kg/m³ contre 3100 kg/m³). Une plus grande quantité de matériau d'une densité moindre pourrait expliquer la diminution de la densité globale.

Ensuite, le rapport eau/poudre reste le même dans les compositions, mais le rapport eau/ciment varie. La plus grande teneur en eau par rapport au liant principal pourrait aussi avoir pour effet cette diminution de la masse volumique. En effet la réaction d'hydratation ne suit plus la même cinétique ni la même intensité. Une baisse la teneur en ciment génèrerait moins de sites de nucléations propices au développement des mécanismes de formation des hydrates. Cela impliquerait alors une baisse du nombre de liaisons entre les différentes particules du mélange et donc une densité moins élevée.

Enfin, l'intégration de fines de briques pourrait aussi avoir modifié la répartition granulométrique de l'ensemble du mélange, la rendant plus hétérogène et augmentant la quantité d'air entre les particules. Une mesure de la teneur en air pourrait aider à confirmer cette hypothèse.

Concernant l'augmentation de la masse volumique au cours du temps, peu de conclusions peuvent être tirées quant à une influence du taux de substitution. En effet, on peut voir que la masse volumique évolue dans un rapport en général équivalent (entre 0,5 et 1,5% si l'on excepte les compositions *S05* et *S10*).

Une légère baisse de la proportion de l'augmentation peut néanmoins être constatée pour les substitutions les plus importantes. Cette diminution de la variation de masse peut potentiellement être due à la cinétique de réaction d'hydratation se trouvant plus limitée. Cela reste toutefois une interprétation à prendre avec précaution.

III.2.2 Mesure de l'absorption d'eau par immersion

Les essais d'absorptions ont été réalisés sur 3 barrettes par composition. Celles-ci ont été immergées puis séchées jusqu'à obtention d'une masse constante. Cette masse jugée constante (variation inférieure à 0,1% en 24 heures) a été atteinte au bout d'une semaine de séchage. Le résultat des valeurs d'absorption est une moyenne des trois valeurs mesurées. Les tableaux complets des résultats sont fournis en annexe G.



Figure 50 : Résultats des essais d'absorption d'eau par immersion.

Observations

<u>Observation 1</u>: On remarque que le taux d'absorption a tendance à augmenter lorsque la quantité de fines de brique de la composition augmente (Figure 50). On se situe sur des valeurs oscillant entre 8,45% et 9,57% d'absorption, ce qui représente une augmentation non négligeable de 13,2%.

<u>Observation 2</u> : Cette tendance ne se confirme pas pour toutes les valeurs mesurées, notamment pour les compositions S15 et S30. Celles-ci ont une valeur inférieure à celles des compositions S10 et S25.

Interprétations

Le fait que l'absorption d'eau augmente semble logique étant donné que plus le taux de substitution croît, moins la densité du matériau est élevée. En effet, les résultats des mesures concernant la masse volumique des échantillons (III.2.1) montrent tous que plus le taux de substitution est élevé, plus la masse volumique diminue. Cela pourrait signifier qu'il y a potentiellement plus de vides « intergranulaires » dans le matériau susceptibles d'être remplis par de l'eau.

De plus, les fines de brique s'avèrent être un matériau particulièrement poreux. La brique est en effet produite à partir d'argile qui est un composé poreux. Leur intégration dans les formulations pourrait avoir influé sur la porosité générale du matériau proportionnellement avec leur dosage.

Enfin, le fait que la tendance ne soit pas respectée pour tous les échantillons pourrait être expliquée par un manque de représentativité. En effet, les barrettes testées ne sont qu'au nombre de trois, ce qui n'est pas forcément suffisant pour donner une valeur représentative. Les écarts entre les valeurs mesurées sont parfois relativement importants, ce qui peut mener à des valeurs moyennes légèrement faussées.

III.2.3 Mesure de la résistance en flexion

Les essais ont été réalisés avec 3 barrettes par composition et par période (7 et 28 jours). Les valeurs finales de résistance en flexion sont le résultat de la moyenne des trois valeurs mesurées à l'issue des essais. Toutes ces valeurs sont regroupées dans l'annexe H.



Figure 51 : Essais en flexion à 7 et 28 jours.

On évalue la variation des performances en flexion entre la composition de référence et les compositions substituées dans le tableau 18 :

Composition	S00	S05	S10	S15	S20	S25	S30	S35
Variation Performances(%)	Х	+0,09	-0,89	-11,8	-11,1	-12,8	-12,9	-22,7

Tableau 18 : Variation des valeurs de flexion par rapport à la composition témoin.

On détermine également la variation de performance entre les résultats à 7 jours et les résultats à 28 jours pour chaque composition (Tableau 19).

Composition	S00	S05	S10	S15	S20	S25	S30	S35
Variation Temporelle (%)	-0,88	0,27	-4,14	-5,45	-0,40	+9,40	+9,54	+7,04

Tableau 19 : Variation des valeurs de flexion entre 7 et 28 jours.

Observations

<u>Observation 1</u> : On note une nette diminution des performances avec l'augmentation du taux de fines de briques (Figure 51). La composition témoin *S00* présente une résistance de 11,21 MPa à 28 jours tandis que celle de la composition *S35* est de 8,67 MPa. Cela représente une diminution non négligeable de près de 23% (Tableau 18). On remarque néanmoins que les performances restent équivalentes jusqu'à un taux de substitution de 10%.

<u>Observation 2</u>: Pour les compositions faiblement substituées, on observe une stagnation des performances voire une diminution de celles-ci au cours du temps (*SOO* à *S2O*). En revanche, concernant les compositions présentant un taux de substitution plus élevé, on remarque une augmentation des performances en flexion sur le long terme (*S25* à *S35*) (Tableau 19). Les courbes de tendances appuient ce propos (Figure 51). En effet pour les compositions à 7 jours, la diminution des performances en fonction du degré de substitution est plus importante que celle pour les compositions à 28 jours. Cela indique bien un gain de performance plus tardif pour les compositions plus fortement substituées.

Interprétations

La composition témoin proposée comporte un faible dosage en eau et un type de ciment CEM I 52,5N, ce qui lui confère des bonnes propriétés mécaniques. L'incorporation de fines de briques a pour effet de réduire la quantité de ciment, ce qui produit une réaction d'hydratation moindre. Cela entraine de manière logique une baisse des propriétés mécaniques significative. Des modèles de corrélation ont été générés permettant de lier la résistance en flexion au taux de substitution. Ceux-ci s'avèrent être relativement fiables étant donné leur coefficient de détermination (supérieur à 0,87). Des études pourraient être menées afin d'affiner les modèles mais aussi afin de voir jusqu'à quel taux de substitution ce type d'équation est valable.

L'augmentation de la résistance en flexion à long terme pour les compositions fortement substituées pourrait être due aux réactions d'hydratations qui continuent à opérer. Cela n'étant pas le cas pour les formulations non substituées, on pourrait penser que d'éventuelles réactions pouzzolaniques entre les constituants des fines de briques et la chaux se seraient mises en place. En effet, ces fines contiennent des silicates et des alumines qui pourraient potentiellement réagir avec la chaux. La cinétique de ce type de réaction étant lente, il est possible qu'elle ait participé au développement tardif de la résistance en flexion concernant les compositions fortement substituées [64].

Il est néanmoins nécessaire de prendre ces observations et ces interprétations avec du recul. En effet, les valeurs mesurées sont issues du calcul d'une moyenne des performances de 3 barrettes. La dispersion de résultats est relativement importante (Annexe H). Il serait nécessaire, afin de conforter ou de réfuter les hypothèses avancées, de réaliser plus d'essais afin d'avoir des données qui soient plus représentatives.

III.2.4 Mesure de la résistance en compression

Les essais ont été réalisés avec 6 échantillons par composition et par période (7 ou 28 jours). Les valeurs finales de résistance en compression sont le résultat de la moyenne des six valeurs mesurées. Toutes les valeurs mesurées sont disponibles en annexe I.



Figure 52 : Résultats des essais en compression à 7 et 28 jours.

On évalue la variation des performances en compression entre la composition de référence et les compositions substituées dans le tableau 20 :

Composition	S00	S05	S10	S15	S20	S25	S30	S35
Variation Performances(%)	Х	-8,13	+5,03	-9,04	-13,3	-16,1	-18,7	-25,5

Tableau 20 : Variation des valeurs de compression par rapport à la composition témoin.

On détermine également la variation de performance (en pourcentage) entre les résultats à 7 jours et les résultats à 28 jours.

Composition	S00	S05	S10	S15	S20	S25	S30	S35
Variation (%)	+8,04	+3,53	+14,3	+15,1	+10,4	+15,7	+19,4	+25,9

Tableau 21 : Variation des valeurs en compression entre 7 et 28 jours.

Observations

<u>Observation 1</u> : On remarque une diminution des performances avec l'augmentation du taux de fines de briques (Figure 52). La composition témoin *S00* présente une résistance de 86,5 MPa à 28 jours tandis que celle de la composition *S35* est de 64,5 MPa. Cela représente une diminution de plus de 25% (Tableau 20).

<u>Observation 2</u>: On remarque également une tendance générale qui réside dans l'augmentation des performances en compression au cours du temps (entre 3 et 26% de gain de performance) (Tableau 21). De plus, le taux de substitution semble avoir une influence sur ce phénomène étant donné que plus celui-ci augmente, plus le gain de performance entre 7 et 28 jours augmente. On le voit notamment grâce aux équations d'évolution générées et indiquées en figure 52. La pente des performances à 28 jours est moins importante que celle des performances à 7 jours.

Interprétations

L'interprétation des résultats est relativement similaire à celle fournie pour les essais en flexion. Les résultats en compression montrent une fois de plus que la formulation proposée atteint de très bonnes performances à l'état durci. On se situe avec ces valeurs dans la gamme des bétons à hautes performances (> 60 MPa à 28 jours pour toutes les compositions). Le faible dosage en eau, l'important taux de fines ainsi que le type de ciment sont des facteurs qui participent à ces très bonnes valeurs de résistance.

L'incorporation des fines de briques tend à diminuer les performances en compression, pour les mêmes raisons que celles évoquées concernant les essais de flexion.

Néanmoins, concernant l'augmentation de la résistance à long terme, celle-ci semble beaucoup plus marquée que pour les essais en flexion. Toutes les compositions témoignent d'une augmentation de la performance entre 7 et 28 jours. Cette tendance peut être due au processus d'hydratation qui continue de s'effectuer, participant au gain de résistance du matériau.

De plus, à partir des données récoltées, un modèle de corrélation a été généré présentant l'expression de la résistance en fonction du taux de substitution. Celui-ci s'avère relativement fiable puisque les coefficients de détermination sont supérieurs à 0,93. Ce type de modèle pourrait permettre d'estimer des résistances en compression pour des substitutions plus importantes. Il sera tout de même nécessaire de vérifier expérimentalement que ce modèle est effectivement applicable pour des substitutions supérieures à 35%.

Une fois encore, étant donné que le taux de fines semble être lié à une augmentation plus nette des performances entre 7 et 28 jours, l'hypothèse concernant la mise en place de réactions pouzzolaniques peut être clairement envisagée. De plus, les valeurs encodées sont plus représentatives car issue d'une moyenne de six valeurs mesurées. Cela permet de renforcer les hypothèses formulées une première fois au cours de l'interprétation des résultats des essais de flexion.

Conclusions & Recommandations

Depuis une dizaine d'années, la technologie d'impression 3D du béton connait un développement spectaculaire. Le marché de l'impression 3D du béton affiche une croissance de près de 15% et les constructions imprimées commencent à voir le jour dans de nombreux endroits du globe. Parallèlement à cela, le domaine de la construction utilise énormément de matières premières et en recycle encore trop peu. Notre consommation des ressources doit s'orienter autour d'une économie circulaire afin de limiter notre impact sur l'environnement.

De ces deux problématiques sont nées le sujet de ce mémoire. Le but est d'intégrer des matériaux issus du recyclage dans la composition des bétons destinés à être imprimés en 3D. Ce travail se concentre sur un matériau en particulier : la brique. En effet, celle-ci est grandement utilisée pour la construction en Belgique et dans le Nord de la France. Par conséquent, elle se retrouve aussi en quantité importante en tant que déchet à revaloriser.

L'objectif est de substituer le ciment, dont la production nécessite des matières premières et dégage de grandes quantités de CO₂, par de la poudre de brique. Celle-ci a été mise en œuvre de sorte à avoir des propriétés granulométriques similaires à celles du ciment. Les compositions proposées vont de 5 à 35% de substitution en masse.

Les résultats à l'état frais semblent prometteurs. En effet, l'intégration de fines de brique semblent impacter très légèrement la maniabilité de la composition témoin. Des corrélations et hypothèses ont été mises en place afin de déterminer le seuil de cisaillement du matériau, variable essentielle concernant la rhéologie des mortiers imprimables. Les estimations fournissent des valeurs de seuil qui sont cohérentes avec celles des matériaux imprimables. Néanmoins, il reste de nombreux tests à réaliser afin de confirmer le fait que le matériau proposé soit effectivement imprimable.

En ce qui concerne le temps de prise, celui-ci s'est aussi retrouvé impacté par la substitution, de manière également réduite. A titre d'exemple, la substitution de 20% de la masse du ciment provoque un rallongement du début de prise de 6%. Néanmoins, les tests réalisés ne permettent pas d'être assez précis sur les durées exactes de début de prise. Si d'autres essais étaient menés par la suite, il faudrait sans doute diminuer l'intervalle de temps entre les mesures d'enfoncement à l'appareil de Vicat. Les essais sont tout de même positifs car on montre qu'à l'état frais, l'intégration de ce type de fines de brique n'influence pas de manière flagrante le comportement rhéologique des compositions.

Par conséquent, dans le cas où la composition témoin proposée passe effectivement les tests d'imprimabilité, on peut alors imaginer que les compositions substituées soient également imprimables, étant donné le faible impact de l'intégration des fines sur la rhéologie des mélanges. A l'état durci, les mesures effectuées ont permis d'affirmer ce que montraient d'autres études sur l'incorporation des fines de briques dans les matériaux cimentaires. Globalement, on observe une baisse des performances à l'état durci. Entre la composition témoin et la composition la plus fortement substituée, on observe jusqu'à 28% de perte sur les valeurs mesurées en flexion/compression. Cette baisse est importante mais ne remet pas en cause la solidité du matériau proposé. En effet, les résistances mesurées restent satisfaisantes puisque la composition substituée à 35% présente des valeurs de résistance en compression et en flexion de respectivement 64,5 et 8,7MPa. Ainsi, à partir de la formulation témoin proposée, des substitutions importantes pourraient être réalisées sans pour autant remettre en cause la solidité du matériau. De plus, la littérature montre que l'usage de l'impression 3D à tendance, par l'utilisation du procédé d'extrusion/dépôt, à améliorer les performances mécaniques à l'état durci par rapport à une mise en œuvre traditionnelle. On peut donc supposer que si le matériau venait à être imprimable, celui-ci pourrait voir ses propriétés mécaniques encore améliorées.

De plus, le gain de résistance en fonction du temps semble plus marqué pour les compositions à haut taux de substitution. L'hypothèse d'une éventuelle réaction pouzzolanique entre les silicates, les alumines contenus dans les fines de briques et la chaux a été avancée mais doit être vérifiée. La réalisation d'un essai Chapelle pourrait permettre d'affirmer ou d'infirmer cette hypothèse.

Les tests réalisés pendant ce travail montrent que la substitution du ciment par des fines de briques à une influence sur le comportement des compositions de mortiers imprimables. Celle-ci reste néanmoins limitée à l'état frais et les performances atteintes à l'état durci sont très satisfaisantes. On peut donc émettre l'hypothèse que l'intégration de matériaux recyclés tels que les fines de brique est possible, jusqu'à une proportion donnée, dans les mortiers imprimables.

Malheureusement, cette hypothèse ne peut pas être totalement confirmée dans ce travail. En effet, le contexte actuel n'a pas permis de réaliser les expériences nécessaires (constructibilité et extrudabilité) pour déterminer si le matériau est effectivement imprimable.

Le travail réalisé donc peut servir de base pour de futures études sur les mortiers imprimables, et sur la manière dont ses constituants peuvent être substitués. Dans le cas des fines de briques, tester l'imprimabilité des formulations proposées permettrait de valider les hypothèses avancées. Par la suite, des taux de substitutions plus importants pourraient également être envisagés afin de voir jusqu'à quel point ce type de substitution est envisageable.

Références

[1] Fabulous. (2017). Impression 3D - Son histoire. Consulté à l'adresse http://www.fabulous.com.co/guide-impression-3d/en-bref/histoire/

[2] Moussion, A. (2019). Rencontre avec Alain Le Méhauté, l'un des pères de l'impression 3D. Consulté à l'adresse http://www.primante3d.com/inventeur/

[3] André, J. C., Le Méhauté, A., & De Witte, O. (1984). *2567668*. Paris : Institut National de la Propriété Industrielle.

[4] Ghilassene, F. (2014). *L'impression 3D : Impacts économiques et enjeux juridiques* (2014-04). Consulté à l'adresse https://www.inpi.fr/sites/default/files/l_impression_3d_sept_2014.pdf

[5] Gardner, J. (2011). *Exploring the emerging design territory of construction 3D printingproject led architectural research.*

[6] Restrepo, S. S. (2018). L'impression 3D par Stéréolithographie. Consulté à l'adresse https://www.3dnatives.com/limpression-3d-par-stereolithographie/

[7] Khoshnevis, B. (2004). Automated construction by contour crafting—related robotics and information technologies. *Automation in Construction*, *13*(1), 5-19.

[8] Perrot, A. (2019). *Impression 3D du béton - Etat de l'art et challenges de la révolution de la construction digitale*. Londres, Royaume-Uni : ISTE Editions.

[9] Asprone, D., Auricchio, F., Menna, C., & Mercuri, V. (2018). 3D printing of reinforced concrete elements : Technology and design approach. *Construction and Building Materials*, *165*, 218-231.

[10] : Remond, S., Grellier, A., Khoury, E., Khalil, N., Karam, R., & Bulteel, D. (2019). *Formulation de mortiers imprimables incorporant des matériaux recyclés*. Consulté à l'adresse https://hal-enpc.archives-ouvertes.fr/hal-02119203/document

[11] Apis Cor. (2018). 3D Printed Homes | Apis Cor | United States. Consulté à l'adresse https://www.apis-cor.com

[12] McKinsey France. (2013). *Industrie 2.0 : Jouer la rupture pour une Renaissance de l'industrie française*. Consulté à l'adresse

https://www.mckinsey.com/fr/~/media/McKinsey/Locations/Europe%20and%20Middle%20 East/France/Our%20Insights/Industrie%2020/Industrie_two_point_zero_Jouer_la_rupture_pou r_une_Renaissance_de_l_industrie_francaise.ashx

[13] Hu, C. (2010). *Rhéologie des bétons fluides*. Consulté à l'adresse https://pastel.archivesouvertes.fr/tel-00523283

[14] Chuta Caceres, E. (2019). *Impact de la rhéologie des matériaux cimentaires sur l'aspect des parements et les procédés de mise en place*. Consulté à l'adresse https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01982159

[15] Charrier, M. (2019). Étude et prédiction des propriétés de matériaux cimentaires à l'état frais pour la fabrication additive à l'aide de réseaux de neurones (Mémoire). Consulté à l'adresse https://espace.etsmtl.ca/id/eprint/2374/1/CHARRIER_Malo.pdf

[16] Yahia, A., & Khayat, K. H. (2001). Analytical models for estimating yield stress of highperformance pseudoplastic grout. *Cement and Concrete Research*, *31*(5), 731-738. https://doi.org/10.1016/s0008-8846(01)00476-8

[17] Estellé, P., Michon, C., Lanos, C., & Grossiord, J. L. (2012). *De l'intérêt d'une caractérisation rhéologique empirique et relative*. Consulté à l'adresse https://www.researchgate.net/publication/258514789

[18] Roussel, N. (2008). *Thixotropie des bétons modernes : Modélisation et application*. Consulté à l'adresse https://www.researchgate.net/publication/267787261

[19] Roussel, N. (2006a). A thixotropy model for fresh fluid concretes: Theory, validation and applications. *Cement and Concrete Research*, *36*(10), 1797-1806. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2006.05.025

[20] Perrot, A., Pierre, A., Vitaloni, S., & Picandet, V. (2014). Prediction of lateral form pressure exerted by concrete at low casting rates. *Materials and Structures, 48*(7), 2315-2322. https://doi.org/10.1617/s11527-014-0313-8

[21] Yuan, Q., Zhou, D., Khayat, K., Feys, D., & Shi, C. (2017). On the measurement of evolution of structural build-up of cement paste with time by static yield stress test vs. small amplitude oscillatory shear test. *Cement and Concrete Research*, *99*, 183-189. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2017.05.014

[22] Saak, A. W., Jennings, H. M., & Shah, S. P. (2004). A generalized approach for the determination of yield stress by slump and slump flow. *Cement and Concrete Research*, *34*(3), 363-371. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2003.08.005

[23] Lootens, D., Jousset, P., Martinie, L., Roussel, N., & Flatt, R. J. (2009). Yield stress during setting of cement pastes from penetration tests. *Cement and Concrete Research*, *39*(5), 401-408. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2009.01.012

[24] Saak, A. W., Jennings, H. M., & Shah, S. P. (2001). The influence of wall slip on yield stress and viscoelastic measurements of cement paste. *Cement and Concrete Research*, *31*(2), 205-212. https://doi.org/10.1016/s0008-8846(00)00440-3

[25] Barnes, H. A., & Nguyen, Q. D. (2001). Rotating vane rheometry — a review. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, *98*(1), 1-14. https://doi.org/10.1016/s0377-0257(01)00095-7

[26] Roussel, N. (2006b). Correlation between Yield Stress and Slump: Comparison between Numerical Simulations and Concrete Rheometers Results. *Materials and Structures, 39*(4), 501-509. https://doi.org/10.1617/s11527-005-9035-2

[27] Roussel, N., & Coussot, P. (2005). "Fifty-cent rheometer" for yield stress measurements: From slump to spreading flow. *Journal of Rheology*, *49*(3), 705-718. https://doi.org/10.1122/1.1879041

[28] Pierre, A., Lanos, C., & Estellé, P. (2011). *Entre étalement et affaissement : vers une nouvelle mesure de seuil*. Consulté à l'adresse https://www.researchgate.net/publication/281566703

[29] Murata, J. (1984). Flow and deformation of fresh concrete. *Matériaux et Constructions*, *17*(2), 117-129. https://doi.org/10.1007/bf02473663

[30] Hameed, R., & Papon, A. (2019). *Etude numérique du comportement d'un élément en béton imprimé en 3D*. Consulté à l'adresse https://hal-enpc.archives-ouvertes.fr/hal-02119257

[31] Baz, B., Aouad, G., & Remond, S. (2020). Effect of the printing method and mortar's workability on pull-out strength of 3D printed elements. *Construction and Building Materials*, *230*, 117002. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.117002

[32] De Schutter, G., & Feys, D. (2016). Pumping of Fresh Concrete: Insights and Challenges. *RILEM Technical Letters*, *1*, 76. https://doi.org/10.21809/rilemtechlett.2016.15

[33] Perrot, A., Rangeard, D., Amziane, S., & Sonebi, M. (2019). Défis à relever en termes de rhéologie des matériaux cimentaires pour une impression 3D par extrusion/dépôt. *Academic Journal of Civil Engineering*, *36*(1), 175-179. https://doi.org/10.26168/ajce.36.1.43

[34] Perrot, A., Mélinge, Y., Rangeard, D., Micaelli, F., Estellé, P., & Lanos, C. (2012). Use of ram extruder as a combined rheo-tribometer to study the behaviour of high yield stress fluids at low strain rate. *Rheologica Acta*, *51*, 743-754. https://doi.org/10.1007/s00397-012-0638-6

[35] Zhou, X., Li, Z., Fan, M., & Chen, H. (2013). Rheology of semi-solid fresh cement pastes and mortars in orifice extrusion. *Cement and Concrete Composites*, *37*, 304-311. https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2013.01.004

[36] Grellier, A., Zhao, Z., Remond, S., Courard, L., & Bulteel, D. (2018). Caractérisation de briques pour l'élaboration de liants hydrauliques. Consulté à l'adresse https://pdfs.semanticscholar.org/29a3/e92f007602be3528ed948b5b2543d67a34d8.pdf

[37] Le, T. T., Austin, S. A., Lim, S., Buswell, R. A., Gibb, A. G. F., & Thorpe, T. (2012). Mix design and fresh properties for high-performance printing concrete. *Materials and Structures*, *45*(8), 1221-1232. https://doi.org/10.1617/s11527-012-9828-z

[38] Kazemian, A., Yuan, X., Cochran, E., & Khoshnevis, B. (2017). Cementitious materials for construction-scale 3D printing : Laboratory testing of fresh printing mixture. *Construction and Building Materials*, *145*, 639-647. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.04.015

[39] Weng, Y., Li, M., Tan, M., & Qian, S. (2018). Design 3D printing cementitious materials via Fuller Thompson theory and Marson-Percy model. *Construction and Building Materials*, *163*, 600-610. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.12.112

[40] Khalil, N. (2018). *Formulation et caractérisation chimique et rhéologique des mortiers imprimables en 3D à base de mélanges de ciments portland et sulfoalumineux* (Thèse).

[41] Perrot, A., Rangeard, D., & Pierre, A. (2015). Structural built-up of cement-based materials used for 3D-printing extrusion techniques. *Materials and Structures*, *49*(4), 1213-1220. https://doi.org/10.1617/s11527-015-0571-0

[42] Wolfs, R. J. M., Bos, F. P., & Salet, T. A. M. (2018). Early age mechanical behaviour of 3D printed concrete: Numerical modelling and experimental testing. *Cement and Concrete Research, 106*, 103-116. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2018.02.001

[43] Wangler, T., Lloret, E., Reiter, L., Hack, N., Gramazio, F., Kohler, M., ... Flatt, R. (2016). Digital Concrete: Opportunities and Challenges. *RILEM Technical Letters*, *1*, 67. https://doi.org/10.21809/rilemtechlett.2016.16

[44] Roussel, N., & Cussigh, F. (2008). Distinct-layer casting of SCC : The mechanical consequences of thixotropy. *Cement and Concrete Research, 38*(5), 624-632. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2007.09.023 [45] Nerella, V. N. (2016). 3D-Printing Technology for on-site Construction. *Concrete Plant International, 42*(4), 36-39. Consulté à l'adresse

https://www.researchgate.net/publication/316634307_3D-Printing_Technology_for_onsite_Construction

[46] Amziane, S., Perrot, A., & Sonebi, M. (2018). *On some challenges to design printed formwork*. Présenté à 1st International Conference on Concrete and Digital Fabrication, ETH Zurich. Consulté à l'adresse

https://www.researchgate.net/publication/338126702_On_Some_Challenges_to_Design_Printe d_Formwork

[47] Courard, L. (2018). Transforming wastes into secondary resources : challenges for construction industry [Diapositives].

[48] Ministère de la cohésion des territoires et des relations avec les collectivités territoriales. (2020). Déchets du bâtiment. Consulté à l'adresse https://www.cohesionterritoires.gouv.fr/dechets-du-batiment

[49] CSTC. (2020). Mieux gérer les déchets de construction et de démolition. Consulté à l'adresse https://www.cstc.be/homepage/index.cfm?cat=publications&sub=bbricontact&pag=Contact13&art=201&lang=fr

[50] Wintgens, M. (2019). *Durabilité des liants fabriqués à partir de fines provenant du recyclage de brique* (Mémoire). Consulté à l'adresse https://matheo.uliege.be/bitstream/2268.2/8633/20/Résumé_TFE_Wintgens_Martin.pdf

[51] Puertas, F., García-Díaz, I., Barba, A., Gazulla, M. F., Palacios, M., Gómez, M. P., & Martínez-Ramírez, S. (2008). Ceramic wastes as alternative raw materials for Portland cement clinker production. *Cement and Concrete Composites, 30*(9), 798-805. https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2008.06.003

[52] Amar, L., & Tahar, T. (2019). *Etude du comportement d'un béton à hautes performances à base de déchets de brique* (Mémoire). Consulté à l'adresse http://dspace.univ-msila.dz:8080//xmlui/handle/123456789/16077

[53] Roussel, N. (2018). Rheological requirements for printable concretes. *Cement and Concrete Research*, *112*, 76-85. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2018.04.005

[54] Grellier, A. (2020). Données des briques références [Diapositives].

[55] SNL. (2020). Sable CEN EN 196-1. Consulté à l'adresse https://www.standard-sand.com/sables-cen-en-196-1/

[56] Constructions 3D. (2020). RÉALISATIONS MAXI PRINTER. Consulté à l'adresse https://www.constructions-3d.com/nos-realisations-maxi-printer

[57] Joussellin, S. (2017). Le premier pont en 3D inauguré à Madrid. Consulté à l'adresse https://www.rtl.fr/actu/futur/le6premier-pont-en-3d-inaugure-a-madrid-7787180935

[58] 3Dnatives. (2019). La Chine imprime en 3D le pont en béton le plus long du monde. Consulté à l'adresse https://www.3dnatives.com/pont-imprime-en-3d-chine-25012019/

[59] Lesage, N. (2017). En Russie, une startup imprime en un jour une maison en 3D. Consulté à l'adresse https://www.numerama.com/tech/238578-en-russie-une-startup-imprime-en-un-jour-une-maison-en-3d.html

[60] 3Dnatives. (2018). Le logement social imprimé en 3D est enfin habité. Consulté à l'adresse https://www.3dnatives.com/logement-social-imprime-en-3d-110720183/

[61] Deluzarche, C. (2018). Des maisons imprimées en 3D accueillent leurs habitants aux Pays-Bas. Consulté à l'adresse https://www.futura-sciences.com/tech/actualites/impression-3dmaisons-imprimees-3d-accueillent-leurs-habitants-pays-bas-71565/

[62] Hitek. (2019). Voici le tout premier immeuble à être construit grâce à une imprimante 3D. Consulté à l'adresse https://hitek.fr/actualite/tout-premier-immeuble-construit-imprimante-3d_4765

[63] 3Dnatives. (2019a). Apis Cor participe à la construction du plus grand bâtiment imprimé en 3D à Dubaï. Consulté à l'adresse https://www.3dnatives.com/batiment-imprime-en-3d-apis-cor-29102019/

[64] De Larrard, F. (2002). *Construire en béton: l'essentiel sur les matériaux* (Vol. 1). Marne-la-Vallée, France : Presses de l'École Nationale des Ponts et Chaussées.

Annexes

Annexe A : Fiche technique Ciment CEM I 52,5 N

Ce ciment est produit dans nos usines de Rochefort (39) et Montoir de Bretagne (44).

Définition

Le ciment CEM I 52,5 N CE PM CP2 NF est composé de :

- 95 % à 100 % de clinker
- 0 % à 5 % de constituants secondaires

La présence d'une faible quantité de sulfate de calcium assure la régularité de la prise.

Domaines d'utilisation

Le ciment CEM I 52,5 N CE PM CP2 NF est destiné aux bétons d'ouvrages soumis à un environnement faiblement ou moyennement agressif (eau de mer, faible teneur en sulfates, se référer aux normes en vigueur...)

Ce clment est adapté aux :

- Béton de classe de résistance > C35/40 MPa
- Béton préfabriqué
- Béton armé ou précontraint (par pré ou post-tension)
- Béton en élévation
- Dallage

Caractéristiques physiques et mécaniques garanties

- Début de prise à 20 °C mesuré sur pâte pure ≥ 40 min
- Stabilité mesurée sur pâte pure ≤ 5 mm selon la norme NF EN 196-3
- Résistances mécaniques à la compression déterminées sur mortier normalisé conformément à la norme NE EN 196-1

Résistance à la compression sur mortier en MPa (valeurs limites inférieures)					
Résistance à court terme	Résistance courante				
2 J	28 J				
18,0	50,0				

Caractéristiques chimiques garanties

- Teneur en SO₃ ≤ 3,0 % sl C3A ≤ 8 %
- Teneur en SO_x ≤ 2,5 % sl 8 % < C3A ≤ 10 %
- Teneur en Al₂O₃ ≤ 8,0 %
- Teneur en Mg0 ≤ 3,0 %
- Teneur en Cl- ≤ 0,10 %
- Teneur en C3A + 0,27 C3S ≤ 23,5 %
- Teneur en C3A ≤ 10 %
- Teneur en S⁻ ≤ 0,2 %

EQIOM

49, avenue Georges Pompidou 92593 Levaliois-Perret Cedex

www.eqiom.com

Emplois particuliers

Caractéristiques complémentaires nécessaires					
Environnements moyennement	PM (norme NF P 15-317)				
agressifs et travaux à la mer	marque NF				
Bétons précontraints	CP (norme NF P 15-318)				
par pré ou post-tension	marque NF				

PM : Prise Mer

CP2 : Ciments à teneur en sulfures limitée pour béton précontraint ST< 0,2 %

Précautions d'emploi

Les bétons de grande masse nécessitent une évaluation de la chaleur atteinte dans le béton selon les recommandations pour la prévention des désordres dus à la Réaction Sulfatique Interne (RSI).

Ce ciment ne convient pas pour :

- Les travaux routiers
- Les enduits
- La pose de carrelage
- Les travaux en milieux fortement agressifs

Recommandations spécifiques et générales

- Utiliser des granulats propres, exempts de matières organiques
- Respecter les dosages et les règles de l'art pour la mise en œuvre
- Viser un rapport Eau / Ciment de préférence le plus faible possible, compatible avec la mise en œuvre du béton frais
- Utiliser des adjuvants normalisés et vérifier leur compatibilité avec ce ciment
- Eviter une dessication précoce par temps chaud ou venteux en réalisant une cure du béton (eau pulvérisée, bâche humide, produits de cure...)
- Adapter la vibration du béton à sa consistance pour obtenir une compacité optimale sans ségrégation
- Eviter tout contact avec la peau et les yeux
- Utiliser des équipements adaptés : gants, chaussures Imperméables, lunettes...
- EGIOM ne peut être tenu responsable d'une mauvaise application ou interprétation des informations contenues dans le présent document. En cas de question ne pas hésiter à nous consulter.

ullet 2018

Direction des ventes Nord T 01 41 06 11 38 Direction des ventes Atlantique T 02 51 73 78 70 Direction des ventes Est T 03 90 29 55 40

Annexe B : Fiche Superplastifiant Ultibat (anciennement DeltaPro)

DELIAPH
29 V1
ettant l'identification du
ment à la spécification leneur en eau d'un béton l'étalement, ou qui produit + A1 : 2012
ricant :
ormances du produit de
n couvert par une norme roduction on upino
uction pour lequel une
Spécification technique harmonisée
EN 934 - 1 : 2008
Spécification technique harmonisée

		DELTAPRO
Teneur en air (air entraîné)	Non requis	
Caractéristique des vides d'air	Non requis]
Réduction d'eau	BA ≥ 12 % par rapport au BT]
Ressuage	Non requis	
Temps de prise	Performance non déterminée	EN 934 - 2 : 2009
Temps de durcissement/ Développement de la résistance	Performance non déterminée	+ A1 : 2012
Absorption capillaire	Non requis	
Consistance : Augmentation de la consistance Maintien de la consistance	≥ 120 mm par rapport aux (30 ± 10) mm initaux Affaissement BA ≥ BT 30 min après l'ajout	
Substances dangereuses	Voir FDS]
Durabilité	Performance non déterminée	

10 Les performances du produit identifié aux points 1 et 2 sont conformes aux performances déclarées indiquées au point 9.

La présente déclaration des performances est établie sous la seule responsabilité du fabricant identifié au point 4.

Signé pour le fabricant et en son nom par :

placef JC Mével, Responsable Règlementations Le: 23/04/144 à: Tous

Annexe C : Résultats de calcul du seuil de cisaillement

Composition	Masse Volumique (kg/m ³)	Seuil de cisaillement minimal (Pa)	Seuil de cisaillement maximal (Pa)	Moyenne (Pa)
S00	2269	690	735	712
S05	2255	686	730	708
S10	2229	678	722	700
S15	2214	673	717	695
S20	2228	678	721	699
S25	2243	682	726	704
S30	2204	670	713	692
S35	2208	671	715	693

Hauteur après affaissement maximal : 0,062 m Hauteur après affaissement minimal : 0,066 m Gravité : 9,81 m.s⁻²

Temps écoulé (h)	Enfoncement S20 (mm)	Enfoncement S00 (mm)
Oh	40	40
	40	40
	40	40
0h30	40	40
	40	40
	39,9	40
1h	40	39,9
	40	39,9
	39,9	40
1h30	40	39,9
	40	40
	39,9	39,5
2h	39,9	40
	39,9	39,9
	39	39,9
2h30	40	26,3
	25,5	18,6
	15,5	9,4
3h	11,8	7,6
	9,9	5,5
	4,6	1,6
3h30	5,7	1,1
	4,7	0,7
	2,1	0,5
4h	0,5	0,1
	0,5	0
	0,4	0
4h30	0,2	0
	0	0
	0	0
5h	0	0
	0	0
	0	0
5h30	0	0
	0	0
	0	0
6h	0	0

Annexe D : Enfoncements mesurés en fonction du temps (Vicatronic)

Annexe E : Estimation du seuil de cisaillement en fonction de l'enfoncement

Temps écoulé (h)	Seuil de cisaillement S00 (Pa)	Seuil de cisaillement S20 (Pa)
2h30	36328	23885
2h40	51366	37467
2h50	101640	61640
3h00	125712	80967
3h10	173712	96506
3h20	597134	207699
3h30	868558	167616
3h40	1364877	203280
3h50		454959
4h00		1910828

Diamètre de l'aiguille : 1mm

Annexe F : Valeurs de masse volumique.

7 jours

Numéro	S00	S05	S10	S15	S20	S25	S30	S35
1 (kg/m ³)	2260	2278	2257	2228	2248	2224	2221	2219
2 (kg/m ³)	2273	2296	2274	2224	2233	2245	2218	2246
3 (kg/m ³)	2284	2277	2261	2221	2238	2266	2245	2224
Moyenne	2272	2284	2264	2224	2240	2245	2228	2229
Écart-type	11,9	10,9	9,1	3,1	8,0	20,7	15,1	15,6

28 jours

Numéro	S00	S05	S10	S15	S20	S25	S30	S35
1 (kg/m ³)	2314	2266	2264	2274	2239	2244	2237	2235
2 (kg/m ³)	2303	2280	2272	2240	2264	2281	2244	2232
3 (kg/m ³)	2308	2262	2263	2248	2253	2255	2240	2243
Moyenne	2308	2262	2263	2248	2253	2255	2240	2243
Écart-type	5,4	21,1	9,8	22,4	12,7	22,9	3,4	15,7

Composition	S00	S05	S10	S15	S20	S25	S30	S35
MSAT1 (g)	590,20	586,91	557,00	591,75	566,90	579,68	569,98	561,70
MSAT2 (g)	604,91	584,85	582,64	583,58	568,45	579,14	570,79	564,63
MSAT3 (g)			558,24			578,90	571,59	566,91
MSEC1 (g)	544,18	540,25	511,02	545,75	520,52	530,51	521,07	512,96
MSEC2 (g)	557,85	539,24	534,79	536,36	521,21	529,91	522,09	515,22
MSEC3 (g)			513,05			525,51	522,90	517,65
VAR1 (g)	8,46	8,64	9,00	8,43	8,91	9,27	9,39	9,50
VAR2 (g)	8,44	8,46	8,95	8,80	9,06	9,29	9,33	9,59
VAR3 (g)			8,81			10,16	9,31	9,52
Absorption								
moyenne	8,45	8,55	8,92	8,62	8,99	9,57	9,34	9,54
(%)								

Annexe G : Masses saturées et sèches pour mesure d'absorption

Annexe H : Résultats des tests en flexion

7 jours

Numéro	S00	S05	S10	S15	S20	S25	S30	S35
1 (MPa)	11,21	10,62	12,41	9,67	9,43	8,65	8,26	8,50
2 (MPa)	11,06	10,78	11,96	11,32	10,76	8,87	9,15	7,07
3 (MPa)	10,65	12,17	10,40	10,38	9,85	9,30	9,31	8,73
Moyenne	11,31	11,19	11,59	10,46	10,01	8,94	8,91	8,10
Écart-type	0,30	0,90	1,10	0,80	0,70	0,30	0,60	0,90

28 jours

Numéro	S00	S05	S10	S15	S20	S25	S30	S35
1	10,79	12,26	11,94	9,61	10,68	10,22	10,20	9,92
2	12,32	11,40	10,38	10,11	9,84	9,22	9,04	7,48
3	10,51	10,01	11,01	9,94	9,38	9,91	10,04	8,60
Moyenne	11,21	11,22	11,11	9,89	9,97	9,78	9,76	8,67
Écart-type	1,00	1,10	0,80	0,30	0,70	0,50	0,60	1,20

Annexe I : Résultats des tests en compression

Numéro	S00	S05	S10	S15	S20	S25	S30	S35
1 (MPa)	80,62	79,47	74,61	67,38	65,69	61,33	56,96	54,60
2 (MPa)	73,50	74,74	74,97	69,05	69,92	33,28	58,73	51,43
3 (MPa)	81,75	74,60	77,71	68,24	66,85	63,49	58,30	50,55
4 (MPa)	79,92	59,18	70,40	65,35	67,91	61,01	57,08	47,02
5 (MPa)	83,44	78,56	65,65	71,07	63,23	64,36	59,65	53,46
6 (MPa)	81,40	76,64	68,22	69,39	74,24	63,37	62,89	50,41
Moyenne	80,11	76,80	71,93	68,41	67,97	62,71	58,94	51,24
Écart-type	3,45	7,46	4,59	1,94	3,81	12,09	2,19	2,66

7 jours

28 jours

Numéro	S00	S05	S10	S15	S20	S25	S30	S35
1 (MPa)	88,84	85,24	74,90	79,07	71,38	74,14	69,67	61,15
2 (MPa)	84,25	83,47	88,35	81,53	78,91	59,65	73,00	64,09
3 (MPa)	89,16	70,70	75,47	77,57	70,63	72,26	69,88	64,73
4 (MPa)	81,70	90,76	87,90	74,99	76,07	78,24	69,70	67,10
5 (MPa)	89,68	75,37	81,29	80,26	78,22	74,04	68,72	65,24
6 (MPa)	85,65	71,55	85,30	78,99	75,06	77,14	71,44	64,61
Moyenne	86,55	79,51	82,20	78,73	75,04	72,58	70,40	64,49
Écart-type	3,21	8,16	5,99	2,27	3,44	6,70	1,55	1,94