

Mise au point d'un process échelle 1 d'impression 3D de béton avec fibres longues

Léo Demont

▶ **To cite this version:**

Léo Demont. Mise au point d'un process échelle 1 d'impression 3D de béton avec fibres longues. Matériaux et structures en mécanique [physics.class-ph]. École des Ponts ParisTech, 2023. Français. ⟨NNT : 2023ENPC0032⟩. ⟨tel-04597624⟩

HAL Id: tel-04597624

https://pastel.hal.science/tel-04597624v1

Submitted on 3 Jun 2024

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

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



HAL Authorization

École des Ponts ParisTech

THÈSE DE DOCTORAT

de l'École des Ponts ParisTech

Mise au point d'un process échelle 1 d'impression 3D de béton avec fibres longues

École doctorale SIE

Structures et Matériaux

Thèse préparée au Laboratoire Navier (UMR 8205), Ecole des Ponts ParisTech, Université Gustave-Eiffel, CNRS
Equipe Matériaux et Structures Architecturés

Thèse soutenue le 14 Novembre 2023, par Léo DEMONT

Composition du jury:

Arnaud, PERROT Professeur, Université Bretagne-Sud	*Rapporteur*
Sébastien, REMOND Professeur, Université d'Orléans	*Rapporteur*
Emmanuel, DUFRASNES Professeur, ENSA Strasbourg	*Examinateur* *Président du jury*
Maylis, UHART Docteure, CompositAdour	*Examinatrice*
Jean-François, MAIRE Expert composite, ONERA	*Examinateur*
Jean-François, CARON Professeur, Ecole des Ponts ParisTech, Laboratoire Navier	*Directeur de thèse*
Romain, MESNIL Maître de conférences, Ecole des Ponts ParisTech, Laboratoire Navier	*Co-encadrant de thèse*

Abstract

Les procédés d'impression 3D de béton par extrusion se sont fortement développés dans les dernières décennies. Cependant, d'un point de vue réglementaire on ne peut pas construire avec le béton imprimé sans le renforcer, ce qui limite fortement le champ d'application de cette technologie. Le laboratoire Navier a initié le développement et la mise au point d'un procédé d'impression 3D de béton fibré, désormais breveté, appelé Pultrusion interne ou Flow-Based Pultrusion, qui permettra de renforcer le matériau et d'obtenir la ductilité nécessaire pour construire avec le béton imprimé. Cette thèse s'inscrit dans ce développement et est focalisée sur la mise en œuvre du procédé « échelle 1 ». Cela implique plusieurs études pour mieux appréhender les mécanismes et phénomènes en jeu dans la tête d'extrusion et proposer des améliorations du dispositif. Concernant le matériau obtenu, une caractérisation mécanique à plusieurs échelles allant du boudin imprimé jusqu'à une poutre-prototype démonstratrice, a permis de mieux quantifier les effets et performances du renforcement. Enfin le développement d'une métrologie originale et adaptée pour la caractérisation du taux de structuration de la matrice cimentaire imprimée à l'état frais permet une meilleure maîtrise et répétabilité du procédé. Cette thèse s'appuie sur la plate-forme technologique de recherche et développement régionale Build'In de l'Ecole des Ponts ParisTech qui développe des solutions robotisées pour la construction.

Extrusion-based 3D concrete printing processes have seen significant development in the last decades. However, from a regulatory perspective, it is not possible to build with printed concrete without reinforcement, which severely limits the scope of this technology. The Navier laboratory has initiated the development and implementation of a printing process for fiber-reinforced concrete, now patented and known as Flow-Based Pultrusion, which will allow to reinforce the material and achieve the ductility necessary to build with printed concrete. This thesis follows this development and focuses on the implementation of the process on a "1 :1 scale". This requires several studies to better understand the mechanisms and phenomena at work inside the extrusion head and to propose improvements. Concerning the material obtained, mechanical characterization at different scales, from the printed lace to a demonstrative prototype beam, allowed to better quantify the reinforcement effects and performance. Finally, the development of an original metrology adapted to the characterization of the structuration rate of the freshly printed cementitious matrix allows a better control and repeatability of the process. This thesis builds on the work of the Navier laboratory and relies on the Build'In regional technological research and development platform of the Ecole des Ponts ParisTech, which develops robotic solutions for construction.

Remerciements

Je voudrais remercier vivement Arnaud Perrot et Sébastien Rémond pour leurs rapports très détaillés et constructifs. Emmanuel Dufrasnes, Maylis Uhart et Jean-François Maire, merci beaucoup d'avoir accepté de faire partie du jury de cette thèse et d'avoir examiné mes travaux.

Merci à toute l'équipe MSA du laboratoire Navier de m'avoir chaleureusement accueilli pour réaliser ce travail de thèse. Je remercie particulièrement mes audacieux et réalistes encadrants, Jean-François Caron et Romain Mesnil, pour leurs conseils, leur patience et leur gentillesse. J'ai appris beaucoup de choses très intéressantes auprès de vous. Je remercie également Marie-Françoise Kaspi, pour son indispensable soutien administratif. A Hocine Delmi et Gilles Moreau, merci pour votre aide et tous vos conseils qui m'ont beaucoup appris. Je remercie aussi spécialement Tristan Gobin, grâce à qui j'ai atterri dans cet univers stimulant et créatif à l'occasion de mon stage de Master. Merci Tristan de m'avoir tant appris sur la robotique et la programmation.

Merci à mes camarades *impressionnistes*, Nicolas Ducoulombier, Paul Carneau, Romain Duballet, Malo Charrier, Krittika Walia, Victor de Bono, avec qui j'ai beaucoup travaillé et rigolé durant cette période. Merci Nicolas pour tes nombreuses explications, merci de m'avoir partagé tes réflexions et ton énergie, cela a été un apport inestimable pour prendre la suite de tes travaux. Merci Malo pour ton soutien, tes initiatives et ton intelligence qui m'ont tant aidé dans des moments difficiles. Merci à Harsh Pratap Singh, Willy Jin, Sylvain Phetsinorath, Killian Soyez, Maxime Pierre, Mahan Motamedi, Sukumar Vedhachalam, Antoine Carrot, Thibaut Paty, merci à toutes les mains, et toutes les têtes qui se sont jointes à nos expériences. Merci à mes camarades doctorants pour leur bonne humeur et pour tous les bons moments que nous avons partagé.

Je remercie aussi des membres de l'équipe Rhéophysique et milieux poreux puis du Laboratoire CPDM, dont Nicolas Roussel, Emmanuel Keita, Laura Caneda Martinez pour les intéressantes discussions et les expériences conjointes à venir, ainsi que l'équipe Géotechnique (CERMES) pour m'avoir donné accès à plusieurs machines et prêté du matériel. Merci à XtreeE pour leur soutien technique.

Et enfin je voudrais remercier ma famille, mes parents et mes frères, pour leur amour et leur soutien durant toutes ces années. Merci à mes chers amis. Merci aux passionnants enseignants que j'ai pu rencontrer pendant ma scolarité et grâce à qui j'ai poursuivi mes études jusqu'ici. Merci à Camille, à qui j'envoie un énième bisou.

Table des matières

Abstract **2**

Acknowledgements **3**

1 Procédés de renforcement pour l'impression 3D béton par extrusion **7**
1.1 Impression 3D de béton par extrusion 9
1.1.1 Principes généraux et contraintes rhéologiques 9
1.1.2 Technologies 10
1.2 Comportement mécanique des matériaux cimentaires non renforcés et renforcés 14
1.2.1 Origine des défauts 14
1.2.2 Processus de fissuration 15
1.2.3 Mécanismes de renforcement des matériaux cimentaires 17
1.3 Echelles de renforcement pour l'impression 3D béton par extrusion 19
1.3.1 Renforcement par armatures 20
1.3.2 Renforcement à l'échelle du boudin (textiles, mailles de renfort, micro-câbles, clous, vis) 22
1.3.3 Renforcement par fibrage à l'échelle du matériau 26
1.4 Procédés de renforcement par fibrage continu 27
1.4.1 Famille de procédés MCF (Mineral-impregnated Carbon Fiber) . . 28
1.4.2 Procédé *Injection 3D Printing (I3DCP)* 29
1.4.3 Conclusion 30
1.5 Flow-Based Pultrusion 31
1.5.1 Phase d'imprégnation 32
1.5.2 Phase de tirage et de dépôt 34
1.5.3 Conclusion 37
1.6 Conclusion 38

2 Renforcement en ligne du béton imprimé en 3D par extrusion avec le procédé de pultrusion interne (*Flow-Based Pultrusion*) **41**
2.1 Premières contributions concernant le développement du système Flow-based pultrusion 43
2.1.1 Résumé 43
2.1.2 Flow-based pultrusion of continuous fibers for cement-based composite material and additive manufacturing : rheological and technological requirements - *Composite Structures - 2021* 46

2.2 Contributions additionnelles . . . 82
2.2.1 Evolution du seuil de cisaillement à l'intérieur du nez . . . 82
2.2.1.1 Mesure de l'évolution du seuil de cisaillement à l'intérieur de la buse via le Slug-Test . . . 84
2.2.1.2 Suivi de la puissance utilisée par un malaxeur de table lors de l'ajout d'additif . . . 88
2.2.1.3 Conclusion . . . 91
2.2.2 Mesures de la force de tirage . . . 93
2.2.2.1 Résultats . . . 95
2.2.2.2 Conclusion . . . 98
2.2.3 Amélioration du dispositif de pultrusion interne . . . 99
2.2.4 Modification du comportement au jeune âge du mortier renforcé . 101
2.2.4.1 Extrusion verticale du cordon . . . 102
2.2.4.2 Essais de mise en forme d'un câble de béton anisotrope . 103
2.3 Conclusion . . . 104

3 Comportement mécanique du béton anisotrope 107
3.1 Introduction . . . 107
3.2 Résumé des publications . . . 108
3.2.1 Résumé des expériences présentées dans l'article 3D printing of mortar with continuous fibres : Principle, properties and potential for application . . . 108
3.2.2 Deuxième publication : comportement à l'état durci du béton anisotrope à taux de renfort élevé et avec une matrice résistante . . . 111
3.2.3 Conclusion . . . 112
3.3 Articles . . . 113
3.4 Essais mécaniques échelle : 1 . . . 144
3.4.1 Design de la plaque et de la poutre . . . 144
3.4.2 Flexion de plaque renforcée . . . 149
3.4.3 Mesures sur la poutre . . . 150
3.4.4 Calcul de la résistance à l'effort tranchant . . . 157
3.4.5 Moment fléchissant dans la section . . . 164
3.4.6 Conclusion . . . 169
3.5 Conclusion . . . 170

4 Mesure du taux de structuration d'un boudin imprimé au très jeune âge 173
4.1 Introduction . . . 173
4.2 Retour sur les principaux phénomènes rhéologiques et étapes-clefs du procédé d'impression 3D bicomposant . . . 178
4.2.1 Introduction . . . 178
4.2.2 Origines du comportement de fluide à seuil . . . 178
4.2.3 Origines de la structuration . . . 181
4.2.4 Retour sur les étapes-clés de l'impression 3D bicomposant . . . 183
4.2.4.1 Etape 1 : pompage et seuil initial . . . 184
4.2.4.2 Etape 2 : Extrusion et accélération . . . 184
4.2.4.3 Etape 3 : Mise en place statique et chargement progressif 185
4.3 Méthodes de caractérisation du taux de structuration . . . 187

4.3.1 Mesure sérielle et continue . . . 188
4.3.2 Mesure de paillasse et in situ . . . 189
4.4 Déroulement d'un essai sériel de paillasse et fenêtre de mesure (Exemple au cône d'Abrams) . . . 190
4.4.1 Mesure unitaire du seuil d'arrêt de l'écoulement τ_s au cône d'Abrams 190
4.4.2 Déroulement de l'essai sériel et définition des bornes de la fenêtre de mesure . . . 192
4.4.2.1 Etapes préalables . . . 193
4.4.2.2 Délai de démarrage de la structuration . . . 194
4.4.2.3 Début de la phase d'essais et définition de la borne temporelle inférieure t_{min} de la fenêtre de mesure . . . 194
4.4.2.4 Définition de la borne de seuil inférieure τ_{min}, borne temporelle supérieure t_{max} et borne de seuil supérieure τ_{max} . 195
4.4.3 Délimitation de la fenêtre de mesure et conséquences sur le choix du type d'essai . . . 196
4.4.4 Dimensionnement du délai entre essais Δt_{test} et du nombre d'essais maximum n_{max} . . . 197
4.4.5 Faisabilité du test de paillasse au cône d'Abrams et minicône . . . 199
4.4.6 Vérification expérimentale de la faisabilité . . . 202
4.4.7 Dimensionnement d'un cône optimisé . . . 205
4.4.7.1 Dimensionnement de la hauteur h . . . 205
4.4.7.2 Dimensionnement du volume Ω . . . 205
4.4.7.3 Application numérique . . . 206
4.4.7.4 Limitations pratiques de l'allongement du cône . . . 207
4.4.8 Conclusion . . . 208
4.5 Déroulement d'un essai sériel in situ et fenêtre de mesure (Exemple au scissomètre) . . . 210
4.5.1 Mesure unitaire au scissomètre de poche . . . 210
4.5.1.1 Comparaison de mesures au scissomètre classique et de poche . . . 215
4.5.2 Qualification préalable de l'essai au scissomètre de poche sur paillasse 216
4.5.3 Déroulement d'un essai sériel in situ et bornes de la fenêtre de mesure 218
4.5.3.1 Etape d'impression . . . 219
4.5.3.2 Délai de refloculation et d'essai . . . 220
4.5.3.3 Phase d'essais . . . 220
4.5.3.4 Fenêtre de mesure . . . 220
4.5.3.5 Taille de la fenêtre de mesure $[t_{min}, t_{max}]$ . . . 221
4.5.3.6 Délai entre essais Δt_{test} . . . 222
4.5.3.7 Nombre de mesures maximal n_{max} . . . 224
4.5.3.8 Conclusion . . . 226
4.5.4 Résultats de mesures in situ lors d'impressions . . . 227
4.5.5 Conclusion . . . 230
4.6 Revue d'essais sériels existants . . . 231
4.6.1 Introduction . . . 231
4.6.2 Description des essais existants . . . 231
4.6.2.1 Essais gravitaires par écoulement libre . . . 231
4.6.2.2 Essais de compression . . . 234

4.6.2.3 Essais de traction . . . 239
4.6.2.4 Essais de cisaillement rotationnel . . . 241
4.6.2.5 Essais de cisaillement droit . . . 242
4.6.2.6 Essais de pénétrométrie . . . 243
4.6.3 Conclusion . . . 244
4.7 Mesure continue par pénétrométrie lente . . . 245
4.7.0.1 Matériaux et méthodes . . . 246
Matériaux . . . 246
Protocole . . . 246
Dispositif d'essai sur pâtes simples . . . 246
Dispositif d'essai sur mortiers d'impression 3D . . . 247
Protocole . . . 247
4.7.0.2 Résultats . . . 248
Essais sur pâtes simples . . . 248
Calcul du seuil de cisaillement et du taux de structuration A_{thix} . . . 248
Conclusion . . . 249
Essai sur mortier d'impression 3D, avec et sans accélérant . 249
Traitement des données sur mortier d'impression 3D . . . 250
4.8 Mesures comparatives scissomètre-pénétromètre . . . 251
4.8.1 Mesures comparatives sur des pâtes kaolin-sable . . . 252
4.8.2 Mesures comparatives de paillasse sur mortier imprimable . . . 253
4.8.3 Mesures comparatives in situ sur mortier imprimable . . . 254
4.8.4 Conclusion . . . 257
4.9 Conclusion . . . 258

5 Conclusion générale et perspectives **261**

Liste des Figures **267**

Liste des Tableaux **277**

Introduction générale

Abondants, bon marché et performants, les matériaux cimentaires sont aujourd'hui massivement utilisés pour construire ou rénover tout type d'édifices, allant de la simple habitation jusqu'aux grandes infrastructures. Cependant, leur utilisation massive entraîne des impacts environnementaux importants, notamment la fabrication du ciment qui contribue à environ 5% des émissions de CO2 dûes à l'activité humaine [1]. Selon une estimation de 1994, ces émissions étaient de 307 millions de tonnes de CO2, dont 160 provenant de la chimie du processus et 147 de l'énergie utilisée [2]. En 2016, l'estimation atteint 1450 millions de tonnes [3]. Il est donc crucial de réduire cette consommation malgré la tendance croissante de la demande en ciment, ce qui est un défi majeur pour l'industrie de la construction.

Le ciment s'apparente dans sa fonction à une colle minérale très performante. Si il est particulièrement rare à l'état naturel, il peut être synthétisé facilement par la cuisson d'espèces minérales abondantes à de nombreux endroits du monde. En l'associant à de l'eau et des granulats (sable, gravats), on forme un béton, matériau hétérogène à la fois dense et poreux, performant en compression et peu coûteux.

Ces particularités font que le béton est en bonne place pour répondre à un besoin global et croissant en matériaux de construction. En outre, c'est aussi sa mise en oeuvre par coulage, la plus répandue, qui explique son utilisation massive. Le principe est de remplir des volumes creux formés par des coffrages, ce qui est particulièrement commode pour réaliser les formes simples. Par souci de simplicité, cela mène souvent à une utilisation excessive du béton par rapport aux besoins réels, ce qui est accentué par son prix relativement bas et par la nature volumique des formes produites.

Afin d'en réduire la consommation et d'utiliser le béton de manière efficace, il est donc clair que le procédé représente une voie d'amélioration importante, sachant de plus que le faible coût d'un béton conventionnel ne sera certainement plus d'actualité dès lors qu'il reflétera son impact environnemental. Ici se trouve l'enjeu de notre étude, car depuis une vingtaine d'années de nouvelles technologies, dites de fabrication additive, ont émergé pour la construction en béton. Suite aux travaux fondateurs de *Khoshnevis* [4] et *Pegna*

[5], qui portaient respectivement sur un procédé d'extrusion et un procédé dit à lit de poudre, de nombreux démonstrateurs ont montré des alternatives potentiellement plus efficaces à la production d'éléments de structures en béton coulés. Ces technologies ont en commun un principe de déposition sélective de matière, et ce avec une plus grande finesse que les moyens traditionnels, et à l'aide de machines plus élaborées que celles employées pour le coulage. Il devient possible d'obtenir facilement des formes personnalisées comme pour les procédés d'impression "3D" polymères ou métalliques, d'où le terme d'impression 3D béton.

Notre travail porte sur l'une de ces technologies, celle initialement développée par *Khoshnevis* [4] et appelée fabrication additive par extrusion robotisée. Le "béton" utilisé ici est plutôt de l'ordre du mortier, c'est à dire à fine granulométrie de l'ordre de 1mm. Récemment, de premiers mélanges à granulats centimétriques qui caractérisent l'appelation "béton" ont été adaptés à ce procédé [6].

Le principe consiste à mettre en forme le matériau par extrusion, et de le déposer en couches successives à l'aide d'un robot. Grâce à cette technologie, le matériau peut être utilisé de manière plus ciblée, en déposant *le bon matériau au bon endroit*. De plus il supporte son propre poids et celui des couches successives durant la mise en forme, il n'est donc plus nécessaire d'utiliser de coûteux coffrages, qui sont d'ailleurs souvent réalisés sur mesure en raison de la grande variabilité des formes bâties, générant ainsi d'importants volumes de déchets [7] [8].

En termes plus généraux, il est remarquable que ce principe d'impression 3D par extrusion soit celui d'un tracé, souvent continu, qui se déploie dans l'espace et permet ainsi de décrire des surfaces. Il y a donc une nature surfacique des objets produits qui va de pair avec le procédé d'impression, à l'opposé du volumique induit par le coulage. En incluant au procédé d'impression des étapes d'assemblage de supports ou en imprimant dans un substrat pâteux, il est même possible de former des résilles tridimensionnelles [9]. Les formes imprimables constituent ainsi un vaste domaine d'étude qui révèle le potentiel de cette technique pour concevoir des structures efficaces telles que des coques, des voûtes ou des tubes. Les surfaces peuvent aussi être remplies par des résilles ce qui donne un type d'objet plus intermédiaire, similaire au panneau sandwich par exemple, où deux membrures planes sont reliées par un motif de remplissage qui améliore l'inertie de l'objet à la flexion sans trop l'alourdir.

Néanmoins, beaucoup de ces possibilités ne peuvent être appliquées à l'échelle de la construction que si le matériau est renforcé. Hormis dans les cas où une compression dominante est assurée, telles que les formes de structures maçonnées traditionnelles [5] [10] ou précontraintes [11], la majorité des applications (telles que les poutres ou planchers) imposent des efforts de traction auxquels les bétons sont très peu résistants. De

plus, leur comportement fragile est disqualifiant, la structure devant pouvoir garantir une certaine tolérance au dommage en cas de chargement accidentel. Pour les procédés de coulage, ce problème est généralement résolu en utilisant la technique du béton armé, qui consiste à placer des armatures métalliques dans le coffrage où le béton sera coulé. Celles-ci agissent comme un renfort qui améliore à la fois la résistance en traction et le comportement à rupture grâce à la ductilité de l'acier.

Pour l'impression 3D béton par extrusion, cette dernière solution a été l'objet de plusieurs études. Les premières applications portaient souvent sur l'impression de contours d'éléments structurels verticaux [12], qui servent ensuite de coffrage intégré dans lesquels on placera des armatures. L'assemblage étape par étape de renforts métalliques préfabriqués [4] durant le déroulement d'une l'impression a également été suggéré. D'un point de vue plus général, ces propositions consistent à renforcer le matériau avec des renforts de grande dimension, c'est à dire à l'échelle structurelle, ce qui a plusieurs inconvénients :

— Le renforcement à l'échelle structurelle se fait au prix d'une complexité importante. En effet, un mécanisme de positionnement secondaire sera nécessaire pour effectuer les opérations d'assemblage des renforts durant ou après l'impression. En outre ces renforts devront être manufacturés séparément de la structure imprimée à un degré de précision et de productivité compatible avec l'impression.
— Les grands éléments de renfort en acier nécessitent une épaisseur d'enrobage importante pour éviter la corrosion, un phénomène qui représente un risque important pour la durabilité des structures en béton armé. Cela limite l'économie de matériau permise par l'impression.

Une solution alternative est l'utilisation de fibres courtes qui renforcent le matériau à l'échelle microscopique. Ces matériaux appelés *Bétons de Fibres Métalliques* (BFM) ou *Ultra-High Performance Fibre Reinforced Concrete* (UHPFRC) ont été développés dans les années 60 et s'imposent aujourd'hui là où des obstacles technologiques rendent l'emploi du béton armé incertain ou trop coûteux, comme par exemple lors de la réalisation d'éléments fins ou de formes complexes. La ductilité est ici obtenue en empêchant la propagation des fissures qui sont « recousues » par des fibres réparties dans le béton. Cependant les propriétés peuvent varier considérablement en fonction du type de fibre, de leur quantité, de la qualité du béton et du mode de mise en oeuvre [13]. Dans le cas d'une extrusion, le matériau peut présenter une anisotropie en raison des fibres qui s'orientent préférentiellement dans la direction de l'extrusion [14]. Les taux de renfort atteignables sont aujourd'hui limités à quelques pourcents [15], car le matériau doit être suffisamment fluide pour être pompé dans tout le système d'impression. En effet, l'ajout de fibres courtes a un impact important sur la rhéologie du matériau qui doit tout d'abord être pompable, puis extrudable et enfin *constructible* (les couches doivent se supporter

les unes les autres). Nous reviendrons sur ce cahier des charges qui est d'une importance critique pour le bon déroulement du procédé.

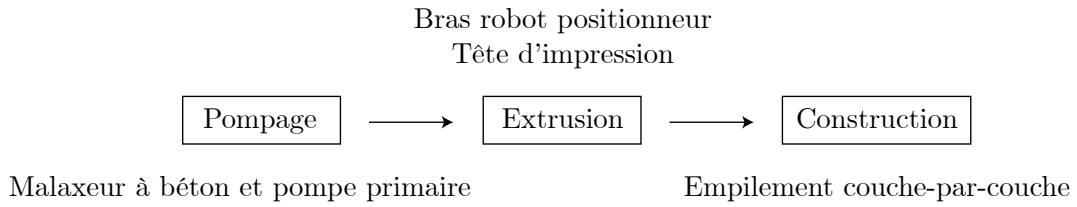


FIGURE 1 – Schéma illustrant les étapes générales et les objets associés à chaque étape d'un procédé d'impression 3D de béton par extrusion.

Il est donc clair que pour renforcer le béton imprimé, ce type d'approche qui part du matériau semble prometteuse mais difficile à mettre en oeuvre. La technologie d'impression par extrusion nous donne néanmoins l'occasion d'imaginer beaucoup d'autres manières de renforcer : au lieu d'ajouter le renfort dans le mélange, on peut par exemple l'ajouter à une autre étape du procédé (Figure 1), comme au niveau de la tête d'impression afin de ne pas avoir à gérer de problèmes de pompage. C'est pourquoi de nombreuses propositions d'ordre technologique, où des renforts sont ajoutés à l'instant de l'extrusion, ont vu le jour. Une idée intéressante consiste à entraîner à l'aide d'un moteur un câble de renfort dans le boudin imprimé durant l'impression [16]. Cette méthode donne des résultants encourageants, même si les propriétés d'interface entre le renfort et son béton doivent être améliorées et éviter des phénomènes de glissement limitant la ductilité [17]. De manière similaire, des méthodes inspirées des matériaux composites telles que l'entraînement motorisé d'un stratifil (aussi appelé roving) de fibre carbone imprégné en ligne [18] ont été proposées. Ces méthodes restent limitées, car elles ne permettent d'entraîner aujourd'hui qu'un seul élément de renfort. Si l'on veut aller plus loin, une motorisation et un contrôle dédié sera certainement nécessaire pour entraîner chaque renfort de manière homogène, en tenant compte des changements d'orientation et de courbure du tracé imprimé. Cela représente un gain de complexité non négligeable.

Ces considérations, qui couvrent à la fois le matériau et le procédé, ont amené le laboratoire Navier à mettre au point une méthode de renforcement adaptée à l'extrusion robotisée, baptisée *Flow-Based Pultrusion* [19]. Sans motorisation, elle fonctionne de manière passive et permet ainsi d'entraîner plusieurs éléments. Elle permet ainsi d'atteindre un taux de renfort potentiellement très élevé (10%) et une grande anisotropie. Le principe, inspiré du procédé de pultrusion bien connu de l'industrie des composites, est d'imprégner et de tirer des fibres de renfort continues à l'aide de l'écoulement du mortier dans la tête d'impression.

Les premiers résultats ont fourni une démonstration du concept, et un premier cahier des charges du procédé. Ce cahier impose des propriétés rhéologiques adéquates pour l'imprégnation et le routage des fibres. Un essai rhéométrique in-situ baptisé *slugs-test* [20] a été développé pour y répondre, en contrôlant les propriétés rhéologiques du béton en sortie de la tête d'impression. L'efficacité du renforcement a d'abord été vérifiée à l'échelle micromécanique sur des matériaux-modèles : Grâce à un phénomène de multifissuration, le matériau durci a un comportement ductile, et les paramètres-clefs (seuil de cisaillement du mortier et géométrie du renfort unidirectionnel) qui influencent le comportement mécanique d'interface et la ductilité du béton anisotrope [21] ont été identifiés. Cette nouvelle thèse s'inscrit dans la continuité de ces recherches. La motivation est d'ouvrir la voie vers la normalisation et l'industrialisation du procédé *Flow-Based Pultrusion* par l'amélioration du matériau, du procédé et de sa métrologie. Ces trois thèmes forment un tout ; par exemple, pour améliorer la qualité du matériau, le procédé peut être optimisé et permettre d'intégrer des renforts supplémentaires. La métrologie permet d'adapter les paramètres du procédé selon les variations de facteurs externes, comme la réactivité du mortier utilisé, qui peuvent avoir un impact sur la qualité finale du matériau.

Dans un premier Chapitre bibliographique, nous reviendrons tout d'abord sur les aspects techniques du procédé d'impression 3D par extrusion de béton sans renforcement. Les différents types de technologies, le cahier des charges et les paramètres rhéologiques du matériau à maîtriser lors de l'impression seront abordés. Nous l'avons déjà évoqué, le renforcement est indispensable et les méthodes appropriées seront ensuite abordées dans une bibliographie mise à jour. Nous ferons un focus sur les méthodes de renforcement par fibrage, en expliquant le fonctionnement mécanique du matériau durci et renforcé avec ce type de méthode. Nous conclurons ensuite sur le procédé *Flow-Based Pultrusion* qui nous intéresse, en détaillant ses particularités par rapport aux autres méthodes, à la fois du point de vue du procédé et du matériau obtenu.

Les chapitres suivants présenteront nos contributions. Le deuxième Chapitre portera sur la mise au point du procédé *Flow-Based Pultrusion*. Nous discuterons les améliorations successives apportées au dispositif de fibrage en détaillant plusieurs expériences qui visent à mieux comprendre les phénomènes à l'oeuvre dans la buse d'impression. Cela nous permettra d'étoffer le cahier des charges procédé initial.

Dans un troisième Chapitre nous présentons les impressions réalisées et nos expérimentations, en couvrant plusieurs échelles d'observation du matériau durci allant du boudin jusqu'à la structure imprimée. Nous vérifierons ainsi expérimentalement les critères qui garantissent une bonne performance.

Toujours dans l'optique de maîtriser le procédé et en particulier les propriétés de la matrice cimentaire à l'état frais, nous présenterons dans le chapitre 4 une méthode originale

de mesure en ligne du taux de structuration d'un boudin imprimé au très jeune âge. Cette méthode est particulièrement adaptée aux procédés d'impression 3D par extrusion à technologie dite 2K ou bicomposant, mettant en oeuvre des mortiers qui se structurent très vite et pour lesquels il n'existe pas de méthodes de mesures vraiment efficaces. Ce type de technologie correspond à notre procédé de renforcement *Flow-Based Pultrusion* mais peut également être appliquée à des matériaux non renforcés.

Enfin nous conclurons sur le travail réalisé et sur ce qu'il reste à faire pour intégrer ce procédé dans un cadre industriel et réglementaire, travail qui est déjà en cours et fait l'objet d'une autre thèse en collaboration avec la société XtreeE.

Chapitre 1

Procédés de renforcement pour l'impression 3D béton par extrusion



FIGURE 1.1 – Exemples d'objets réalisés en impression 3D béton par extrusion au Build'In Lab de l'Ecole des Ponts ParisTech, dont un dôme et une arche imprimées sans support [10].

L'impression 3D de béton désigne un ensemble de technologies permettant de fabriquer des objets en déposant sélectivement un matériau cimentaire dans une zone de travail, de manière robotisée. La différence essentielle avec les procédés traditionnels est la grande flexibilité offerte dans le positionnement du matériau déposé, grâce à la robotisation. De manière générale, cette flexibilité permet de produire une grande diversité de formes, qui seront définies plus précisément en fonction des propriétés du matériau et des contraintes qui lui seront appliquées. De plus, le système d'impression peut être reprogrammé facilement pour réaliser des pièces sur-mesure. Ces deux particularités font que l'on peut donc produire des formes variées et/ou complexes pour un coût peu supérieur à celui d'une série de pièces standard, ce qui est très différent d'une pièce coulée dont la forme est déterminée par celle de son coffrage, qui est réalisé séparément, qui n'est pas toujours réutilisable et dont le prix augmente avec la complexité de la forme.

Cette déposition sélective implique des procédés de mise en forme dits additifs, en opposition aux procédés soustractifs comme le fraisage ou formatifs comme le pliage de tôles. La solidification sélective et couche par couche d'une poudre de mortier sèche à l'aide d'un agent réactif dit procédé à lit de poutre [5], ainsi que le béton projeté [22], sont des exemples de procédés additifs utilisés dans l'impression 3D de béton.

Ici, nous nous intéressons à la mise en forme par extrusion, qui consiste à forcer le matériau dans une filière de forme spécifique à l'aide d'une pompe, d'un piston, d'une presse ou de tout autre moyen. En raison de sa plasticité à l'état frais, le béton se liquéfie lors de son passage dans la conduite et retrouve ensuite un état solide en sortie, il peut ainsi conserver la forme de la filière dans laquelle il a été forcé, voire être remis en forme par pressage au moment de l'extrusion. Cette capacité du béton à plastifier dépend d'une contrainte seuil appelée seuil de cisaillement du béton frais, une propriété rhéologique critique pour adapter le matériau aux contraintes du procédé. Lorsque la rhéologie est satisfaisante, l'extrusion de béton en général permet de réaliser facilement des objets évidés et ainsi d'utiliser le matériau de manière efficace. Les parpaings, voire à plus grande échelle des dalles alvéolées que l'on assemble pour former un plancher préfabriqué, sont des exemples d'éléments mis en forme par extrusion.

L'apparition de l'impression 3D béton par extrusion, ou *Contour Crafting* proposée par *Khoshnevis* [4] remonte au début des années 2000. Le matériau est extrudé en un boudin généralement cylindrique ou rectangulaire via un dispositif appelé tête d'impression, porté par un robot qui assure son positionnement et la déposition sélective du matériau qui caractérise le procédé. La description numérique de l'objet est traduite en un parcours d'outil, c'est à dire une série d'instructions qui déterminera les mouvements et vitesses adéquates du robot mais aussi les différents réglages de l'extrusion afin de mettre en forme des boudins continus et réguliers, empilés couche par couche pour former un objet. Notons que le matériau utilisé est aujourd'hui plutôt de l'ordre d'un mortier à fine granulométrie que du « béton » caractérisé par ses gros granulats, bien que de premiers matériaux imprimables à granulats centimétriques aient été formulés récemment [6]. Cela est dû aux contraintes spécifiques du procédé (pompabilité, extrudabilité et constructibilité) que nous détaillerons, et au faible diamètre des conduites dans lesquelles le matériau est transporté et extrudé.

Quelques exemples d'objets obtenus par impression 3D de béton par extrusion sont illustrés sur la Figure 1.1, mettant en évidence l'aspect strié du matériau obtenu, ainsi que la variété de formes réalisables, notamment grâce à la possibilité d'imprimer des pièces en porte-à-faux sans support [10] en suivant des méthodes inspirées des techniques de maçonnerie. L'application principale de l'impression 3D de béton par extrusion, qui permet de réaliser des pièces de plusieurs mètres, est en effet la construction. Néanmoins, dans

ce cadre la majorité des applications requièrent un renforcement du matériau. Diverses techniques ont émergé pour répondre à cette nécessité et parmi celles-ci, des techniques de fibrage similaires à celles déjà utilisées dans le champ des matériaux composites. Elles ont un grand potentiel car elles permettent un renforcement à une échelle très fine et homogène qui, en respectant certains critères (qualité d'imprégnation, rapport entre résistance de la matrice et résistance des fibres...) permet de formuler des matériaux composites à la fois plus ductiles et plus résistants, adaptés à un usage structurel. Le procédé *Flow-Based Pultrusion* que nous mettons au point dans cette thèse s'inscrit dans cette thématique.

Dans ce Chapitre nous allons tout d'abord faire quelques rappels sur le procédé en décrivant les principes généraux de l'impression 3D de béton par extrusion, et les différentes technologies (mono ou bicomposant). Nous reviendrons ensuite sur le comportement des matériaux cimentaires non renforcés, en traction comme en compression. C'est la faiblesse en traction de ces matériaux qui, selon l'application, peut rendre le renforcement nécessaire. Nous examinerons comment ce renforcement est classiquement réalisé, et quels en sont les mécanismes.

Par extension, nous examinerons alors les méthodes de renforcement proposées pour l'impression 3D par extrusion. Celles-ci peuvent être classées selon l'échelle des éléments de renfort : soit de dimension structurelle (armatures), à l'échelle du boudin (textiles, mailles, micro-câbles...) ou à l'échelle du matériau (fibres courtes et longues). Notre focus portera sur les procédés de fibrage, en décrivant d'abord les propriétés mécaniques des matériaux dits composites à matrice cimentaire que l'on obtient via ce type de procédé.

1.1 Impression 3D de béton par extrusion

Nous rappelons ici les aspects principaux du procédé d'impression 3D de béton par extrusion.

1.1.1 Principes généraux et contraintes rhéologiques

L'impression 3D de béton par extrusion consiste à extruder et déposer des boudins à l'aide d'une tête d'extrusion montée sur un bras robotisé. Tout d'abord le matériau doit être pompé jusqu'à la tête d'extrusion. On voit sur la Figure 1.2a le phénomène de dépôt de couche qui illustre les deux types de contraintes qui s'exercent sur le matériau en cours d'impression.

— Premièrement une contrainte dûe au poids des couches supérieures : pour pouvoir être empilées, les couches doivent pouvoir soutenir leur propre poids, puis le

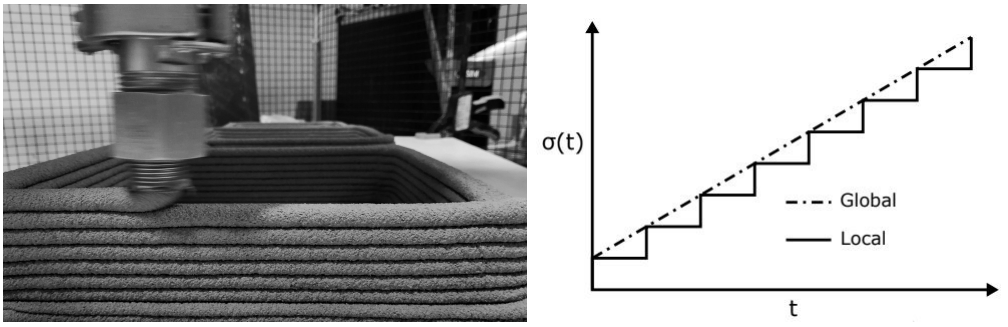


FIGURE 1.2 – Photographie du dépôt de boudin lors de l'impression et courbe de chargement associée au dépôt de plusieurs couches successives [19].

poids des couches successives. En admettant dans un premier temps que le temps d'impression par couche reste identique, l'évolution du chargement d'une couche en fonction du temps suit l'allure typique présentée en Figure 1.2b, c'est à dire du point de vue global de la couche une évolution linéaire du chargement et du point de vue plus local d'un élément de couche, une évolution en escalier liée à l'apparition d'un élément de couche supplémentaire au-dessus.

— Deuxièmement une contrainte qui n'est pas systématique, et qui dépendra du type de technologie, qu'on appelle effet de pressage. Cette contrainte varie selon les paramètres de l'impression dont le seuil de cisaillement du matériau imprimé et l'épaisseur de couche [23].

1.1.2 Technologies

Nous allons maintenant décrire les différents organes d'un système d'impression 3D béton par extrusion, puis les types de technologie. D'une manière générale, les systèmes d'impression 3D béton peuvent se découper en deux organes, un ensemble d'alimentation et un ensemble robot et tête d'impression.

L'ensemble d'alimentation est généralement formé d'une machine permettant de préparer le béton (généralement un malaxeur rotatif traditionnel, ou un dispositif plus spécifique de malaxage-pompage *inline* qui permet une production en continu) et d'une pompe primaire permettant d'alimenter l'extrusion, reliée à la tête d'impression qui sera portée et déplacée par le robot. Cet élément a une importance décisive sur les propriétés initiales du matériau et sa pompabilité : Les temps de mélange et les dosages doivent être bien contrôlés et le système doit idéalement permettre de prélever facilement du matériau pour effectuer des tests rhéologiques. Autrement, il est possible d'avoir un suivi de certaines propriétés rhéologiques du matériau malaxé à l'aide de sondes dynamiques intégrées au mélangeur [24], ou de manière plus qualitative en suivant l'évolution de l'énergie de malaxage, qui permet par exemple d'identifier le temps nécessaire pour atteindre un état

de malaxage homogène [25]. Il est en effet important que le matériau soit suffisamment fluide à cet instant pour être pompé jusqu'à la tête d'impression.

L'ensemble robot et tête d'impression est un système à commande numérique constitué d'un sous-système de positionnement, le robot, et d'un sous-système d'extrusion appelé tête d'impression, fonctionnant de manière synchronisée afin de former des boudins de matériau en suivant une trajectoire appelée parcours d'outil, programmée à partir de la géométrie de la pièce à fabriquer. Pour l'impression 3D béton, on en trouve généralement deux types de systèmes de positionnement : les robots 3 axes cartésiens ou 6 axes articulés.

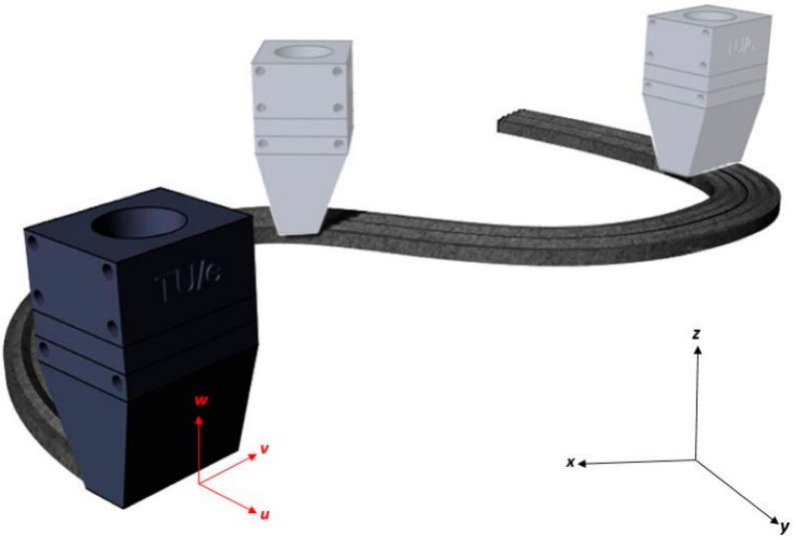


FIGURE 1.3 – Schéma illustrant la nécessité d'orienter le boudin imprimé dans le plan s'il est rectangulaire afin d'éviter toute torsion [26].

Les robots 3 axes dits « cartésiens » s'apparentent à des ponts roulants et ont une cinématique analogue à un repère cartésien 3D (le robot dispose d'un axe linéaire de déplacement pour chaque dimension x, y, et z). Ils ne permettent donc pas de contrôler l'orientation du boudin imprimé. Les bras robots articulés 6 axes offrent une flexibilité supplémentaire pour l'impression en porte-à-faux [10] [27], leur cinématique enrichie permettant de positionner et d'orienter la buse d'impression dans l'espace grâce aux trois derniers axes rotatifs concourants (le poignet) qui forment une rotule. Cette capacité est néanmoins contrainte par la cinématique particulière de ce type de robot. En effet le positionnement et l'orientation sont limités d'une part par les points de singularités que le robot ne peut atteindre de manière contrôlée, mais aussi par l'encombrement de la tête d'impression qui limite la plage de rotation réelle du poignet du robot. A cette unité mécanique de base peut s'ajouter un ou plusieurs axes additionnels pour agrandir l'espace de travail (par exemple en plaçant le robot sur un axe linéaire appelé track) ou rendre la buse du robot orientable (en ajoutant un axe rotatif au bout d'un robot 3 axes). On notera que

la capacité d'orienter la buse dans le plan est indispensable si l'on imprime des boudins rectangulaires, pour éviter toute torsion du filament comme on le voit sur la Figure 1.3.

La tête d'impression qui est alimentée et portée par le robot peut être plus ou moins sophistiquée. Elle peut être un simple tuyau d'extrusion ou un système plus complexe, comportant par exemple une pompe secondaire volumétrique qui permettra un contrôle plus fin du volume de béton extrudé, voire un système de dosage et de mélange d'additif en ligne qui sera caractéristique des procédés dits 2K ou bicomposant.

Maintenant que nous avons abordé de manière générale les organes technologiques d'un système d'impression 3D, décrivons deux exemples caractéristiques de deux archétypes technologiques : l'impression dite mono et bicomposant.

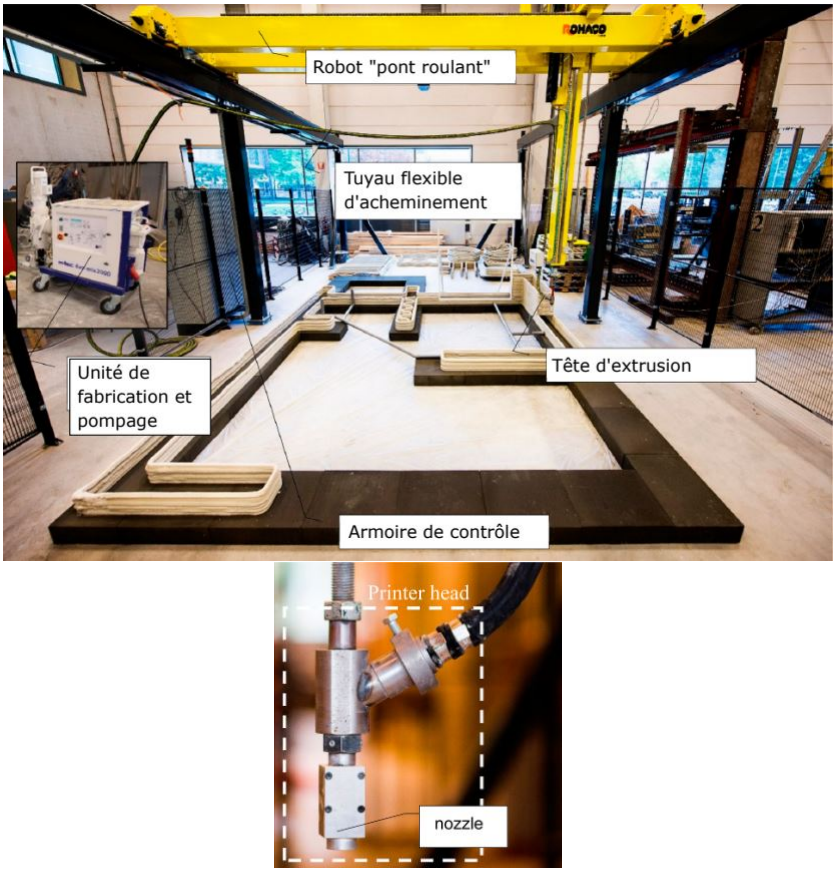


FIGURE 1.4 – Photographie du système d'impression monocomposant de l'université technique d'Eindhoven et détail de la buse d'impression.

La Figure 1.4 illustre l'installation monocomposant de la TU Eindhoven. Le robot est de type cartésien avec un axe supplémentaire permettant d'orienter la tête d'impression dans le plan, la tête d'impression est simple, il s'agit d'une buse rectangulaire reliée à un tuyau flexible par lequel le mortier est directement acheminé. La consistance du matériau extrudé est relativement ferme et il n'y a pas d'ajout d'additif en ligne, c'est donc un système monocomposant où la stabilité des couches repose sur la consistance initialement

élevée du matériau. Pour ce type de technologie le boudin n'est généralement pas pressé mais mis en forme par la buse rectangulaire et déposé en cordon continu. L'absence de pressage a l'avantage de limiter la fissuration du boudin, phénomène auquel il sera sensible lors du pressage en raison de sa forte consistance.

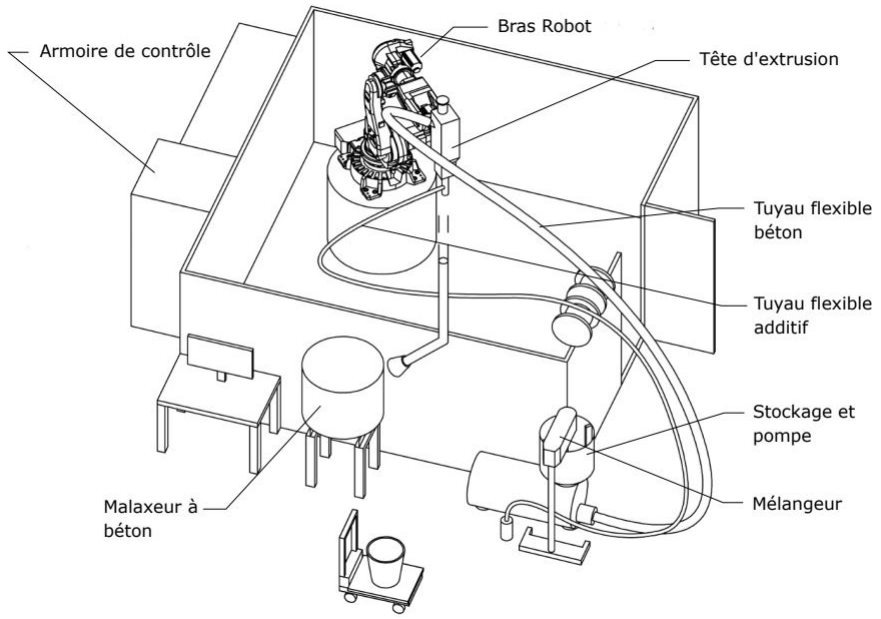


FIGURE 1.5 – Dessin général du système d'impression bicomposant du Build'In Lab (Ecole des Ponts ParisTech) fourni par la société XtreeE.

Abordons maintenant la technologie bicomposant. La Figure 1.5 illustre l'installation du Build'In Lab de l'Ecole des Ponts ParisTech équipée avec un système bicomposant XtreeE. Le système est équipé d'une tête d'extrusion très différente qui permet l'ajout et la dispersion d'un additif accélérant en ligne, lors du dépôt, qui modifie la structuration du matériau. Au contraire du monocomposant le matériau est ici pompé et extrudé avec une consistance suffisamment faible pour pouvoir être pressé facilement ce qui limite l'effort de pressage exercé sur les couches inférieures [23] et contribue donc à la stabilité de la structure, mais aussi facilite cette mise en forme par pressage sans fissuration du boudin qui pourra se déformer de manière plastique. La mise en forme par pressage a également l'avantage d'une meilleure précision. En effet, une légère perte de hauteur de la structure, par exemple à cause d'un affaissement dû au chargement couche par couche, sera compensé dans l'épaisseur de la prochaine couche déposée qui sera donc moins pressée. Un autre avantage majeur est que le batch de matériau préparé en amont puis pompé vers la tête à une durée en pot (pot-life) plus importante puisqu'il est accéléré seulement lors du dépôt.

Revenons vers quelques rappels concernant le comportement du matériau cimentaire durci.

1.2 Comportement mécanique des matériaux cimentaires non renforcés et renforcés

Dans cette Section nous décrivons le comportement mécanique des matériaux cimentaires non renforcés et renforcés. Ce sont des matériaux dits quasi-fragiles, dont le comportement macroscopique est fortement influencé par l'apparition, la propagation et l'ouverture de fissures. La structure interne, en particulier la présence de défauts, joue un rôle important dans le cours de cette dynamique complexe et fortement non linéaire qui mène à la rupture. Elle est aussi influencée par des paramètres extrinsèques au matériau, que sont les conditions aux limites [28], le type de chargement et la taille de l'échantillon testé [29].

Nous allons décrire dans une première Sous-Section l'origine des défauts dans la structure interne. Nous aborderons ensuite le processus de fissuration et le comportement mécanique associé en prenant comme exemple les essais de traction et la compression uniaxiale qui donnent des résultats très contrastés, la résistance obtenue à la traction étant généralement égale à environ 1/10ème de la résistance en compression. Enfin nous évoquerons les mécanismes liés au renforcement par des fibres.

1.2.1 Origine des défauts

Les défauts préexistants dans le matériau cimentaire vont donc avoir une importance critique dans la fissuration. Ils sont à priori répartis de manière homogène et lors du chargement, ces défauts occasionnent des concentrations de contrainte localisées qui favorisent la nucléation des fissures et en définitive la formation d'une macrofissure traversante qui aboutira à la ruine.

Ces défauts peuvent être des pores, c'est à dire des vides qui peuvent être remplis d'air ou d'eau. La compacité du squelette granulaire du matériau et le dosage en eau (ou rapport eau/solide) sont des paramètres importants vis à vis de la porosité, en effet un squelette plus dense et/ou une plus faible quantité d'eau réduisent la porosité et augmentent la résistance finale du matériau en traction comme en compression. Il peut également y avoir des fissures préexistantes qui ont pour origine principale un retrait, c'est à dire une perte de volume du matériau. Ce retrait a lieu au cours de la cure du ciment, c'est à dire durant un cycle d'événements (hydratation, séchage, réactions exothermiques) ayant lieu lors de son passage à l'état durci. Détaillons les origines de ce retrait :

— Une origine chimique causée par une perte de volume dûe aux réactions d'hydratation, c'est à dire à la formation d'hydrates de ciment et d'eau plus denses que les réactifs (l'eau et le ciment "sec") ayant servi à la précipitation de ces hydrates.

— Une origine thermique due à ces réactions, qui peut causer une différence de température entre le coeur de la masse de l'ouvrage et les bords refroidis par l'atmosphère extérieure, induisant un retrait. On notera que l'ajout d'additifs accélérants peut également influer le cours des réactions d'hydratation et ainsi jouer sur le retrait thermique. Ce type de retrait devrait être peu significatif pour notre application en raison du caractère peu massif des éléments imprimés, qui ont donc une faible inertie thermique.
— L'interaction avec une atmosphère sèche qui peut causer un retrait de séchage, en particulier pour les éléments imprimés qui sont généralement peu massifs : leur surface spécifique est élevée et cette caractéristique favorise les échanges avec l'environnement.

Le matériau se rétracte donc, mais la rétractation des différentes phases (ciment, grains, granulats...) est hétérogène, ce qui mène à des incompatibilités mécaniques générant des déformations et donc des contraintes dans le matériau. De plus, les conditions au limites de l'ouvrage créent également ici des incompatibilités mécaniques, par exemple pour notre application l'adhérence au plateau sur lequel la structure a été imprimée. Tous ces facteurs conduisent alors à l'apparition de microfissures dans le milieu, voire de macrofissures débouchantes et localisées en fonction de l'intensité des contraintes. La présence de granulats et de fibres limitera la déformation de retrait global puisque la contribution de l'hydratation (par le retrait chimique et les réactions exothermiques) et du séchage ne concernera principalement que la phase cimentaire du mélange.

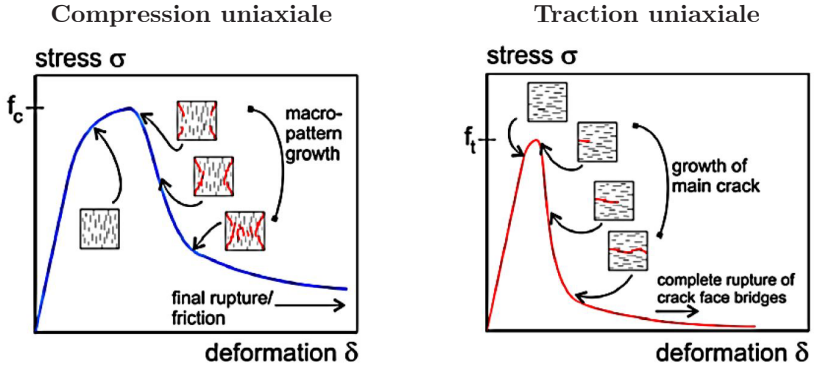
1.2.2 Processus de fissuration

Comme nous l'avons donc vu dans la Sous-Section précédente, les matériaux cimentaires sont des milieux où des défauts sont répartis de manière homogène à priori. Ces défauts vont être à d'abord à l'origine de la formation de microfissures. Celles-ci se caractérisent par leur petite taille par rapport à l'éprouvette examinée, et leur impact limité sur le comportement de cette dernière. Cependant, lorsqu'il y a un nombre important de microfissures, leur effet se cumule et a un impact visible sur le comportement macroscopique. Ensuite, une ou plusieurs macrofissures se formeront, et mèneront à la rupture finale. Ces fissures de grande dimension ont une influence considérable sur le comportement en raison de leur taille.

Quel que soit le mode de chargement, le comportement d'un matériau cimentaire peut, comme pour de nombreux matériaux quasi-fragiles (glaces, roches...) être divisé en 4 phases générales [30] : une phase réversible de chargement linéaire élastique, une phase de microfissuration, de macrofissuration et enfin une phase finale de propagation de la

macrofissure. Si rien n'empêche cette propagation, celle ci peut être très rapide et mener à une rupture brutale de type fragile. De nombreux mécanismes microstructuraux peuvent néanmoins la ralentir par dissipation et rendre la rupture plus progressive [31] [32] : le pontage de la fissure par un granulat permettant le transfert des contraintes de part et d'autres de la fissure limitant ainsi son ouverture, le frottement entre lèvres de la fissure, l'activation de microfissures voisines, la déviation de la trajectoire de la fissure autour d'un granulat ou encore un changement de milieu lorsque la fissure passe à travers.

Nous allons voir que ces mêmes phénomènes microstructuraux peuvent expliquer les différences de comportement que l'on observe entre traction et compression, que nous allons maintenant décrire.



(a) (b)

FIGURE 1.6 – Courbe contrainte-déformation typique lors d'essais de compression (a) ou de traction (b) uniaxiale et phases de fissuration associées. Figures reproduites d'après [30].

Le comportement typique d'un béton en compression uniaxiale lors d'un essai contrôlé en déplacement est illustré sur la Figure 1.6a. On retrouve les 4 phases générales que l'on a déjà évoqué : premièrement, une phase de chargement (quasi) élastique, éventuellement précédée d'une courte phase de raidissement dûe à la fermeture de microfissures existantes perpendiculaires à la direction du chargement [28]. De nouvelles microfissures se forment également dans la direction parallèle au chargement durant cette première phase. Leur propagation reste limitée du fait de leur orientation parallèle qui perturbe peu le cheminement des contraintes, et aussi parce que des mécanismes microstructuraux, comme le frottement entre les lèvres de la fissure permettent de continuer la transmission des charges malgré leur ouverture. Ce type de phénomène contribue à ce que les performances du béton en compression soient beaucoup plus élevées qu'en traction. Ensuite, la perte de linéarité correspond à une activation plus généralisée des microfissures, et elle coincide avec le début de déformations irréversibles. Elle est suivie de la localisation des déformations avec la formation d'une macrofissure à partir des microfissures existantes : on atteint un pic de résistance, qui va ensuite baisser jusqu'à la rupture.

En traction (Figure 1.6b), dès la première phase, les microfissures se forment dans le plan perpendiculaire au chargement. Cela favorise leur propagation car le chargement s'applique dans le sens d'ouverture de la fissure. Le développement de la macrofissure arrive donc plus tôt qu'en compression, il est généralement unique et brutal : la macrofissure se propage très rapidement et le matériau rompt de manière fragile. En effet, en traction il y a moins de mécanismes de frottement possibles entre grains ou entre fissures qui permettent de reprendre les charges et ainsi limiter la formation et la propagation d'une macrofissure.

1.2.3 Mécanismes de renforcement des matériaux cimentaires

La résistance à la traction constitue donc le point faible des matériaux cimentaires. Il est possible de renforcer à l'échelle structurelle à l'aide d'armatures, à l'échelle du boudin à l'aide de micro-câbles ou de textiles, et à l'échelle du matériau à l'aide de fibres ayant de faibles diamètres, couramment de quelques dizaines de microns.

Dans cette étude, nous nous intéresserons particulièrement à ce dernier type de renfort. Comme pour les composites polymères, on cherchera généralement à renforcer la matrice (le matériau cimentaire) à l'aide d'un renfort ayant une plus grande résistance à la traction et éventuellement une plus grande raideur. Le procédé d'extrusion pourra orienter préférentiellement les fibres (qu'elles soient courtes ou longues) dans la direction de l'extrusion, et le comportement mécanique résultant du composite sera bien souvent anisotrope, c'est à dire qu'il ne sera pas le même dans toutes les directions. L'amélioration du comportement mécanique en traction sera ainsi maximal dans la direction du renfort et plus faible dans les autres directions. Cette particularité doit être prise en compte dans la conception, nous y reviendrons. Dans cette Section nous nous concentrerons sur le comportement du matériau sollicité dans la direction du renfort.

D'une manière générale, dans le domaine élastique et dans la direction des renforts, la rigidification en traction c'est à dire l'augmentation moyenne de la raideur en traction peut être analysée au premier ordre d'après une loi des mélanges, c'est à dire qu'elle peut être estimée en proportion des raideurs du renfort et de sa fraction volumique ou taux de renfort V_f [33]. C'est moins évident en résistance car on l'a vu, la résistance à la traction de la matrice cimentaire fragile, est par nature très variable car influencée par la présence de défauts.

Les renforts peuvent cependant "coudre" par pontage une fissure naissante, permettant ainsi la circulation des contraintes de part et d'autre de la fissure. Ce phénomène est illustré sur la Figure 1.7. La concentration de contraintes en bout de fissure est donc limitée et la propagation ainsi contrôlée. La résistance apparente du composite à la traction

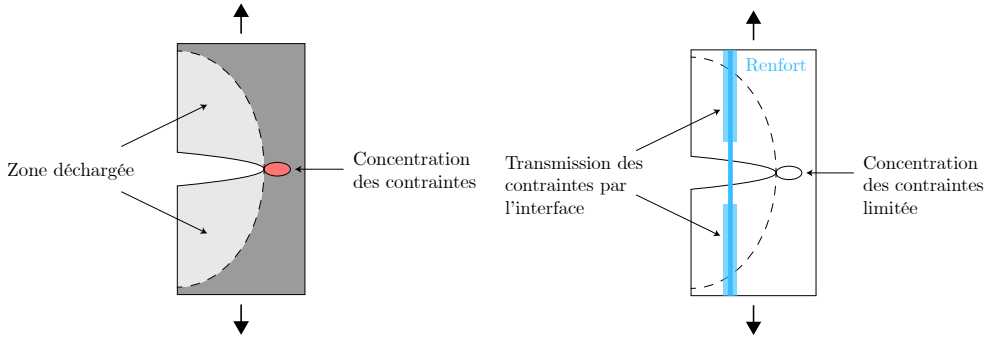


FIGURE 1.7 – Schéma de la distribution des contraintes lors d'une ouverture de fissure en traction (à gauche) et phénomène de pontage qui permet la transmission des contraintes et de limiter leur concentration à l'aide d'un renfort (à droite).

en régime élastique sera augmentée par rapport à la matrice seule et l'apparition d'une macrofissure traversante catastrophique se fera pour une contrainte plus importante.

Plusieurs fissures pourront ainsi s'initier puis se stabiliser, simultanément et progressivement. Ce phénomène d'endommagement appelé multifissuration est illustré sur la Figure 1.8. Il est non seulement à l'origine d'une pseudo-ductilité du matériau due à la déformation des fibres qui pontent les fissures, contribuant ainsi à la déformation apparente de l'échantillon, mais est aussi généralement accompagné d'une augmentation du chargement (Figure 1.8 droite) ce qui résulte en un comportement mécanique dit durcissant, jusqu'à la localisation de l'une des fissures qui aboutira à la ruine du matériau.

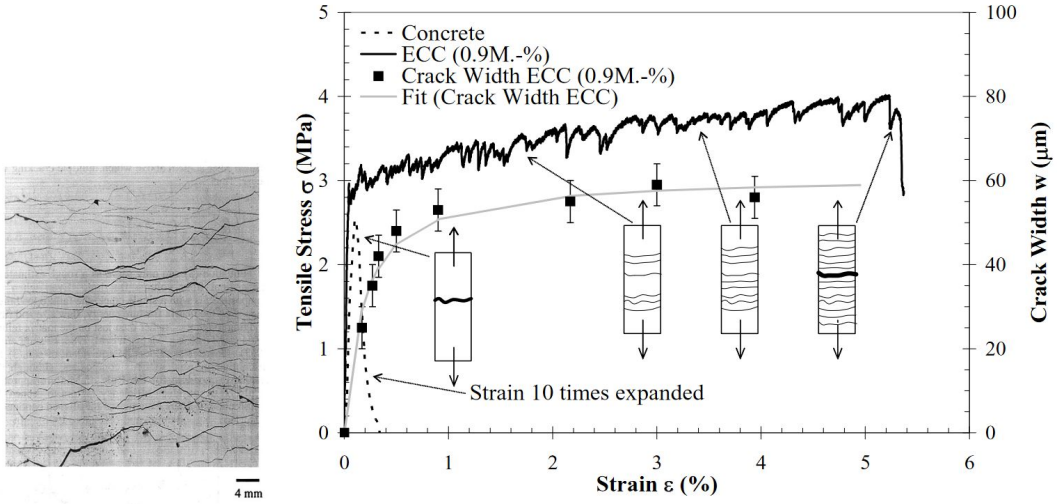


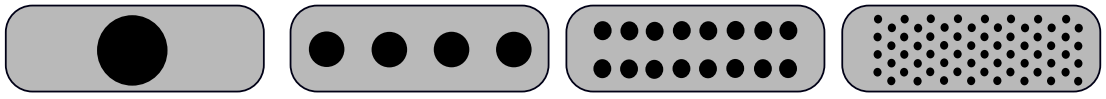
FIGURE 1.8 – Gauche : Multifissuration d'une pâte de ciment renforcée à l'aide de fibres de carbone (Figure reproduite d'après [13]), droite : Courbe contrainte-déformation d'un béton fibré multifissurant de type ECC et d'un béton non renforcé. La largeur de fissure est également indiquée pour le béton fibré (Figure reproduite d'après [34]).

L'apparition ou non de ce type de phénomène, très favorable du point de vue macroscopique dépendra à la fois des propriétés mécaniques du matériau cimentaire, du renfort, et de l'interface entre le renfort et le matériau cimentaire, qui pilotera à la fois sa capacité

d'ancrage et l'éventuelle résistance résiduelle une fois cette interface endommagée. En effet, un matériau cimentaire peu résistant sera plus facile à fissurer, néanmoins le taux de renfort, c'est à dire la quantité d'éléments de renforts devra être suffisant et ceux-ci devront avoir une résistance à la traction suffisante pour reprendre le chargement additionnel généré par la multifissuration. Dans le cas d'une matrice très raide et résistante par rapport à des renforts très bien ancrés, une propagation de fissure matricielle très énergétique ne pourra peut-être pas être stoppée par les fibres et on observera une rupture du type fragile. L'interface joue un rôle important, car selon sa qualité elle pourra ou non être endommagée, permettre de bons transferts de contrainte localement, ou à contrario, apporter de la ductilité en permettant de dissiper de l'énergie, et favoriser ainsi la multifissuration.
Ces rappels matériaux étant faits, voyons les conséquences sur la technologie d'impression.

1.3 Echelles de renforcement pour l'impression 3D béton par extrusion

Dans cette Section nous allons passer en revue les procédés de renforcement existants pour l'impression 3D de béton par extrusion. Ils consistent on l'aura compris à ajouter des renforts pour augmenter la résistance en traction et la ductilité des éléments imprimés. En effet comme nous l'avons déjà évoqué, beaucoup d'applications structurales du béton rendent cela nécessaire. Beaucoup de méthodes ont été développées et de nombreuses revues de l'état de l'art ont aujourd'hui été faites [35] donnant un aperçu de la grande variété de techniques existantes. Ces dernières se différencient sur beaucoup d'aspects : le moment où le renfort est ajouté dans le processus, la complexité de la mise en oeuvre, l'adaptation au processus d'impression, et la taille caractéristique qui, à taux de renfort égal, a un impact sur la performance.



$n = 1$	$n = 4$	$n = 16$	$n = 64$
$\phi = 1$	$\phi = 1/2$	$\phi = 1/4$	$\phi = 1/8$
$S = \pi L$	$S = 2\pi L$	$S = 4\pi L$	$S = 8\pi L$

FIGURE 1.9 – Vues en coupe de boudins avec le même taux de renfort, mais avec des éléments de renfort de diamètre ϕ différents. La surface spécifique du renfort, c'est à dire l'aire de contact S entre le renfort et le mortier augmente avec la baisse du diamètre. Tiré de [36]

.

En effet, l'efficacité de l'ensemble des renforts inclus dans le boudin est reliée à l'adhérence entre ses éléments et la matrice, et cette adhérence est inversement corrélée avec le diamètre du renfort. Pour illustrer cette relation considérons un boudin de diamètre D et d'une longueur L contenant n renforts de diamètre ϕ et de la même longueur L à taux de renfort (ou volume de renfort) V_f constant, et faisons varier le diamètre ϕ des renforts. Si on ne considère pas les effets de bords et d'ancrage mais qu'on suppose que toute la surface de la fibre participe à l'ancrage, on peut estimer que la force nécessaire pour extraire l'ensemble des renforts sera intimement liée à sa surface spécifique, c'est à dire la surface de contact S entre tous les renforts et la matrice. A taux de renfort constant, cette surface de contact est inversement proportionnelle au diamètre ϕ du renfort :

$$S = n\pi\phi L \tag{1.1}$$

Ainsi la différence entre une armature de renfort typique de diamètre $\phi \sim 1cm$ et un renfort de plus fine échelle où $\phi \sim 0.1mm$ est non négligeable, car la surface de contact entre les renforts et le boudin est multipliée par 100 pour un même taux de renfort, ce qui devrait améliorer significativement l'adhérence entre le renfort et la matrice, à une échelle matériau. Cela reste vrai si on considère une répartition des contraintes plus réaliste et non-uniforme le long de la fibre due à des effets de bords et d'ancrage aux extrémités : la surface ainsi réduite restera pour les mêmes raisons globalement plus importante pour de nombreuses petites fibres que pour une seule de fort diamètre. L'adhérence dépendra aussi d'autres phénomènes tels que l'hétérogénéité du mortier, les propriétés de surface et la nature du renfort, mais cette première approximation nous permet de comprendre l'influence de la taille des éléments de renfort sur la qualité mécanique du renforcement, dont l'adhérence est un paramètre clef.

1.3.1 Renforcement par armatures

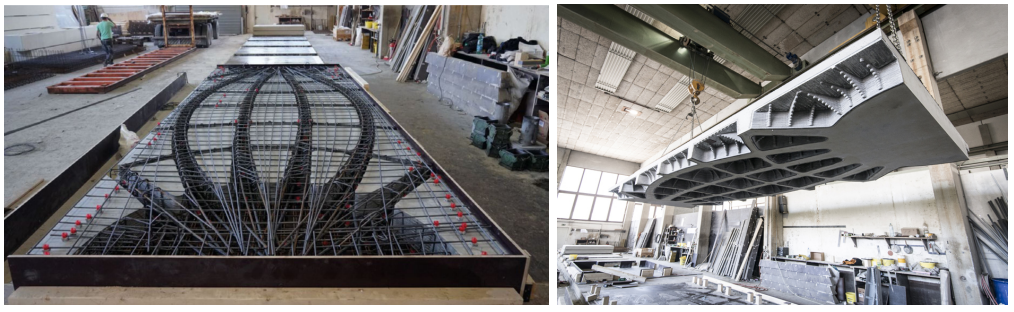


FIGURE 1.10 – Plancher en béton allégé grâce à l'impression de coffrages permanents en béton. Gauche : Vue de la face supérieure du plancher avant le coulage, mettant en évidence les armatures de renfort, Droite : vue de la sous-face du plancher et des évidements. [37]

Les méthodes de renforcement par armature constituent l'échelle où les éléments de renfort sont les plus grands. Une méthode pionnière [12] est de se servir de la structure imprimée comme une peau de coffrage pour couler des éléments en béton armé traditionnel [37] [38]. Le béton imprimé n'est donc pas directement renforcé mais on tire parti de la liberté géométrique offerte par l'impression, qui permet de réaliser facilement un coffrage de forme complexe qui pourra correspondre à des besoins architecturaux spécifiques et/ou à une utilisation efficiente du matériau. La Figure 1.10 illustre par exemple un plancher en béton armé à la géométrie optimisée selon le cheminement des contraintes, similaire aux dalles nervurées conçues par Pier Luigi Nervi dans les années 1950. Dans la même logique, il est possible de réaliser des poutres allégées et viables du point de vue des codes de calcul en vigueur pour les structures en béton armé (Eurocode) [38] (Figure 1.11).



FIGURE 1.11 – Prototype de poutre de 3m de long à coffrages imprimés en béton [38].

Ces besoins d'allègement, qui répondent à une utilisation plus efficace du matériau, nous amèneront généralement à réaliser des éléments fins et évidés par rapport à leurs équivalents traditionnels, et comme a pu le montrer *Maitenaz* [38] la rhéologie du béton coulé doit ici être adaptée à la taille des cavités et des espacements : l'utilisation d'un béton à consistance autoplaçante, très fluide, sera préférable pour remplir ces coffrages fins de manière homogène.

D'un point de vue structurel, la peau de coffrage imprimée en béton est permanente, elle pourra donc protéger le coeur de la structure et même reprendre une partie des charges, en particulier pour les poteaux comprimés. Cela ne sera cependant pas forcément pris en compte par les réglementations, en raison de l'absence de renfort dans la peau. De plus, la bonne collaboration du coeur coulé et de la peau imprimée dépendra des propriétés d'interface entre les deux. Le retrait autogène du béton coulé après l'impression pourra limiter cette adhésion. Une étude récente montre que pour ce type d'application, l'utilisation d'un béton autoplaçant formulé avec un agent expansif compensant le retrait maximise l'adhérence et est donc préférable [39].

Il est également envisageable de renforcer par l'extérieur les éléments imprimés, comme cela est illustré sur la Figure 1.12 : ils sont ici assemblés et renforcés à l'aide de barres métalliques afin de former une poutre allégée. Enfin, et de manière plus prospective, les technologies robotiques permettent d'imaginer des procédés plus complexes tels que

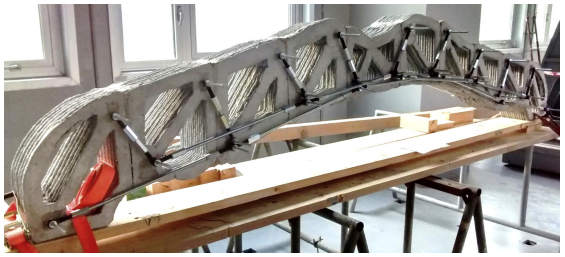


FIGURE 1.12 – Poutre renforcée extérieurement par des barres métalliques [40].

l'assemblage et la soudure d'armatures au fil de l'impression [41]. A la différence des propositions précédentes, ici le renforcement est bien intégré à la structure imprimée. Il tire également parti des bénéfices de la robotisation et peut potentiellement être réalisé avec la même précision que l'impression, et de manière facilement personnalisable. Mais pour assurer la performance mécanique et la durabilité, un bon enrobage est nécessaire et l'épaisseur des boudins devra être à l'échelle de ces armatures épaisses, ce qui limitera les économies de matière réalisables par rapport à un béton armé traditionnel.

1.3.2 Renforcement à l'échelle du boudin (textiles, mailles de renfort, micro-câbles, clous, vis)

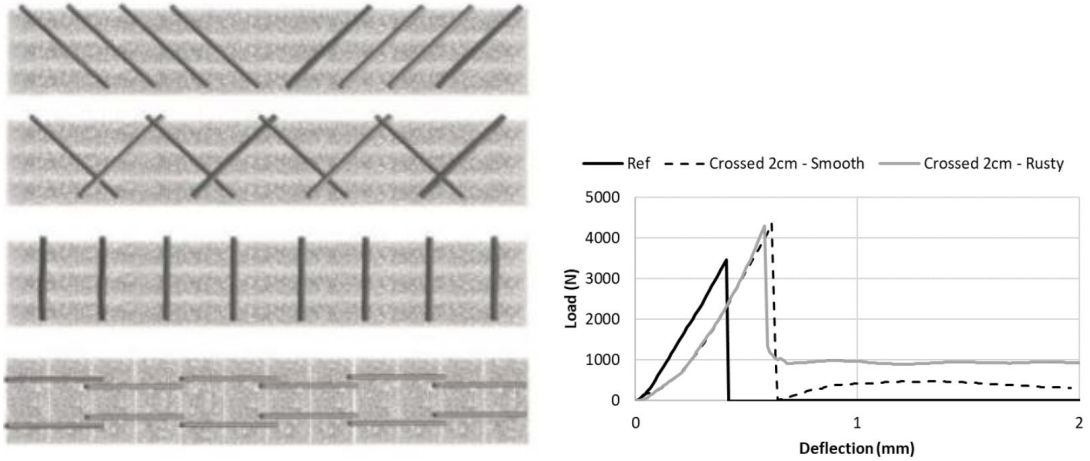


FIGURE 1.13 – Schéma de la stratégie de renforcement par ajout de vis entre les couches et courbes force-déplacement en essai de flexion multicouche mettant en évidence une amélioration de la ductilité par le renforcement.

Après avoir passé en revue le renforcement par armatures, examinons les méthodes de renforcement à l'échelle du boudin imprimé. Les éléments de renfort seront donc ici de l'ordre du centimètre ou de quelques millimètres : étant plus petits que les armatures traditionnelles, ils auront l'avantage de ne pas nécessiter d'enrobage épais et la structure imprimée pourra être affinée. Ce type de renforcement peut être réalisé à deux étapes du procédé, soit l'étape de l'extrusion ou à l'étape de la construction, c'est à dire de l'empilement couche par couche.

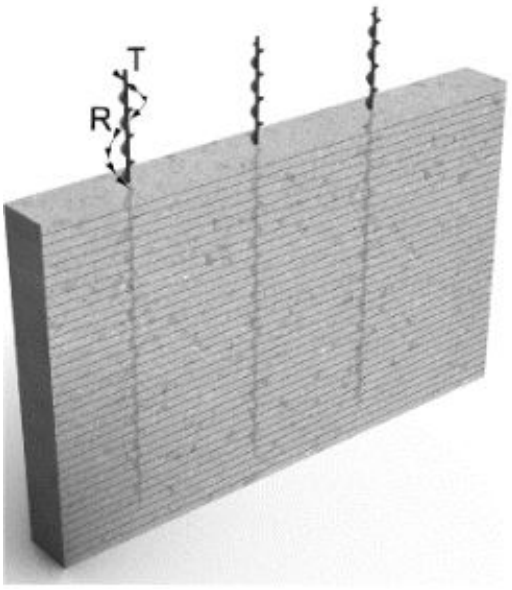


FIGURE 1.14 – Stratégies de renforcement par ajout de clous ou de vis entre les couches. [42]

Abordons d'abord les procédés ayant lieu durant ou peu après l'empilement couche par couche. Une idée intéressante illustrée sur la Figure 1.13 consiste à à injecter des clous après l'impression de quelques couches. Cela peut bien renforcer la structure imprimée : dans le cas d'un essai de flexion simple où les renforts sont insérés dans la direction transversale, la résistance limite est plus élevée et la rupture plus ductile que sans renfort. Comme pour les armatures en acier ici l'interface est meilleure lorsque le renfort est rouillé, ce qui améliore la ductilité.

Le gain de performance observé lors de l'essai de flexion est certainement dû à l'amélioration du comportement au cisaillement, vu l'orientation des renforts qui est ici transversale par rapport à la direction du boudin et de l'essai de flexion. Les clous peuvent également être insérés en diagonale et ainsi améliorer la résistance à la traction, voire certainement de manière longitudinale au boudin en modifiant la technologie. On peut donc personnaliser l'orientation du renfort.

On peut également visser de longues vis, à l'état frais [43] (condition indispensable pour ne pas dégrader la structure). Ce type de renfort peut également s'inscrire dans une vision plus large incluant le système constructif et servir d'assemblages pour des éléments extérieurs, par exemple des plaques isolantes. Cette méthode est également efficace du point de vue structurel et elle offre aussi un degré de liberté en ce qui concerne l'orientation du renfort, ce qui est là encore intéressant du point de vue de la personnalisation et de l'optimisation du renforcement.

En résumé, cette échelle est intéressante car elle permet de renforcer le matériau imprimé dans plusieurs directions, éventuellement dans la direction transverse du boudin comme avec les systèmes de clouage et de vissage. Comme on l'a vu cela permet de renforcer au cisaillement une poutre par exemple.

Néanmoins ce type de renfort ajoute de la complexité au procédé car les opérations doivent pouvoir être menées en parallèle de l'impression, elles doivent aussi être compatibles avec les propriétés rhéologiques du matériau lors de sa construction afin de ne pas l'endommager et d'assurer une bonne adhérence entre le renfort et le matériau imprimé. Selon le type de technologie (mono ou bicomposant), le nombre de couches traversées par le renfort et le temps par couche, le renforcement devra être réalisé assez rapidement pendant ou après l'impression, avant que le matériau ait atteint une consistance trop élevée sensible aux fissures.

D'autres types de procédé dits en ligne (ou in-line) qui consistent à renforcer à l'étape de l'extrusion ont été proposés. Ce type de méthode a l'intérêt d'être plus simple et plus rapide, en éliminant le besoin de réaliser le renfort comme une tâche additionnelle.

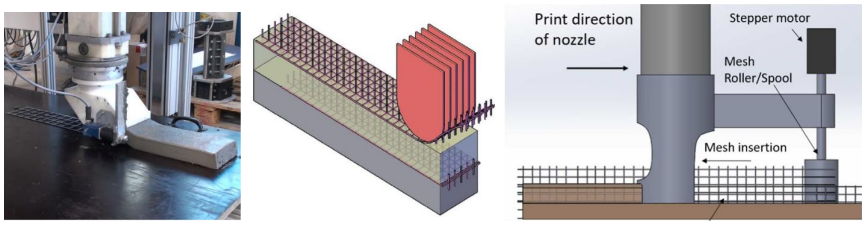


FIGURE 1.15 – Impression sur textile 2D (gauche), Esquisse d'un procédé de renforcement par dépôt d'un textile 3D entre les couches [44] (centre) et dépôt d'un grillage dans la direction transverse [45] (droite).

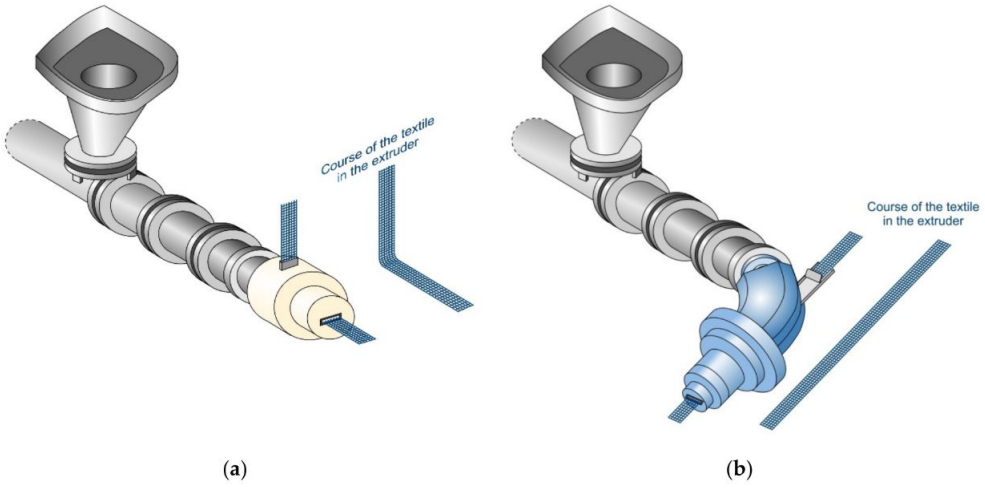


FIGURE 1.16 – Schéma du procédé LabMorTex.

Plusieurs propositions considèrent par exemple l'entraînement de renforts surfaciques dans le plan des boudins à l'aide d'un effecteur secondaire attaché à la tête d'extrusion, ou directement à l'aide du flux de mortier extrudé [46] [47] (Figure 1.16). Ces renforts, tels que des textiles entre les couches imprimées (Figure 1.15), posent un défi pratique qui est d'accomoder le textile à la courbure du boudin, car la flexibilité dans son plan d'une bande textile ne lui permet pas de prendre un virage sans sortir du plan, en particulier si elle est faite avec un matériau de renfort (verre,carbone,acier...) qui sera généralement beaucoup plus raide que le boudin de mortier frais. A ce titre le déroulement d'un textile ou d'un grillage *en ligne* dans le plan perpendiculaire au boudin, comme proposé par [45] (Figure 1.15 droite), semble plus commode.

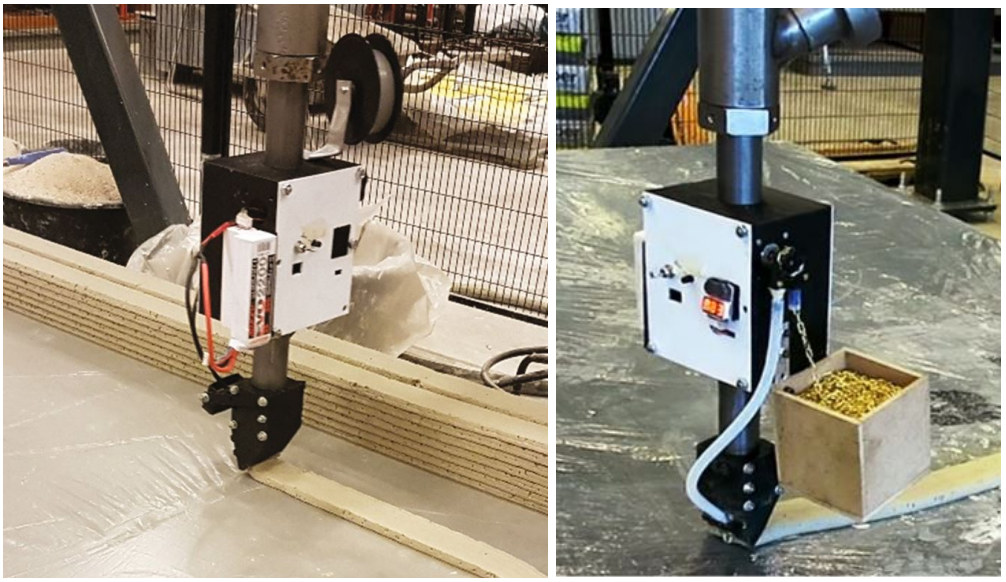


FIGURE 1.17 – Système d'entrainement de renfort motorisé développé à TU Eindhoven [16]

D'autres systèmes de co-extrusion en ligne consistent à dérouler des éléments de renfort linéiques, tels qu'un micro-câble ou une chaînette, en même temps que le boudin extrudé (Figure 1.17). L'avantage est que la raideur en flexion latérale sera bien moindre que le textile et la trajectoire d'impression moins contrainte. Le câble est déroulé mécaniquement à l'aide d'un moteur, donc à la même vitesse que l'extrusion. Néanmoins, si l'on veut ajouter plusieurs renforts, le déroulement de chaque câble doit idéalement être réalisé de manière autonome pour accomoder les changements de courbure du cordon imprimé. En effet, pour des trajectoires d'impression courbes, la vitesse d'extrusion du matériau n'est pas homogène dans toute la section du boudin. Si l'on multiplie les éléments de renfort, on peut répondre à ce besoin de manière technologique avec plusieurs moteurs contrôlés de manière précise et indépendante. Cela sera néanmoins impactant du point de vue du coût du procédé et aussi de sa fiabilité, c'est pourquoi il nous semble

plus judicieux de se tourner vers une solution « matériau » qui consiste à entraîner le renfort de manière passive par le flux de mortier.

1.3.3 Renforcement par fibrage à l'échelle du matériau

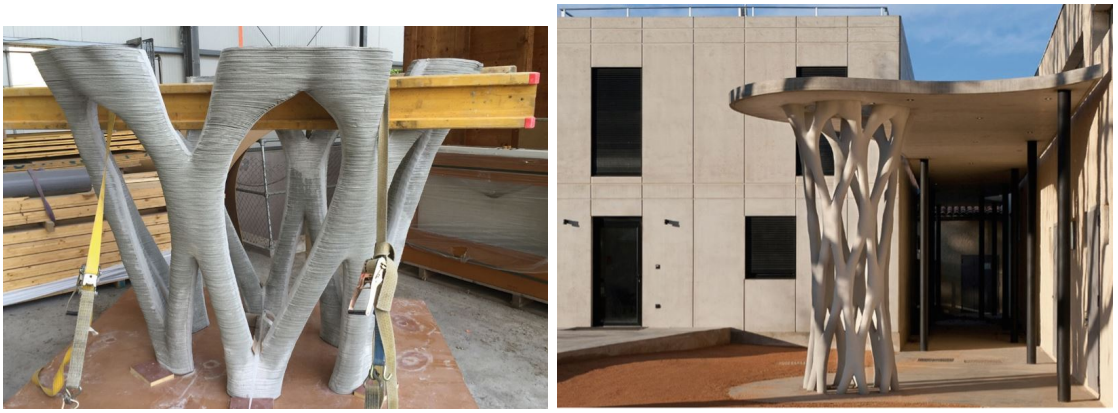


FIGURE 1.18 – Coulage de béton fibré dans un moule imprimé en 3D [48].

Nous allons maintenant aborder les procédés de renfort à l'échelle du matériau, en commençant par le fibrage du mortier à l'aide de fibres courtes. Bien sûr comme pour les armatures ce principe peut être mis en oeuvre de manière externe au procédé d'impression, en coulant un béton fibré dans une peau en béton imprimé qui sert de coffrage [48] (Figure 1.18), le renforcement à l'aide de fibres courtes étant déjà largement utilisé pour la formulation de bétons haute performance coulés.

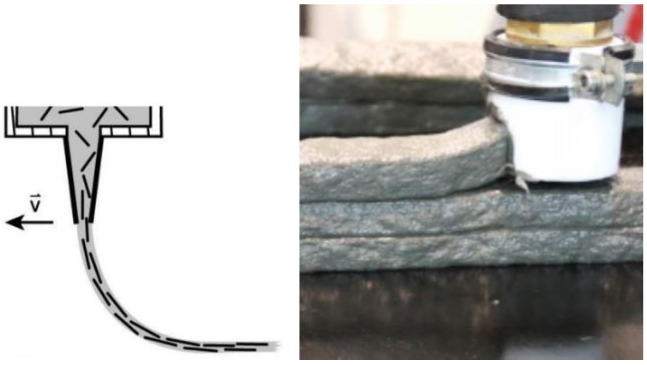


FIGURE 1.19 – Schéma de principe de l'extrusion d'un matériau renforcé avec des fibres courtes, mettant en évidence l'orientation préférentielle des fibres et photographie d'une impression d'un matériau fibré. [15]

Un défi important est de réussir à obtenir un matériau fibré de manière homogène et dont la consistance reste adaptée au pompage (phénomène de bouchons/pelotes), en particulier lorsque l'on vise un taux de renfort élevé. Pour le coulage, celui-ci se limite généralement à quelques pourcents en volume mais peut atteindre 11% de manière exceptionnelle [49]. Dans le cadre de l'impression 3D de béton, les taux de renforts sont de

1 à 2%, en raison des contraintes d'écoulement additionnelles dûes au procédé (pompage et extrusion, tailles de conduite réduites illustrés sur la Figure 1.19).

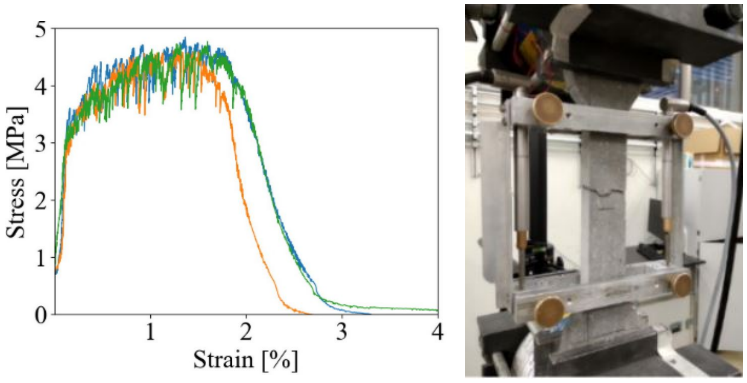


FIGURE 1.20 – Courbe contrainte-déformation lors d'un essai en traction directe de boudin imprimé renforcé à l'étape du batch de mortier à l'aide de fibres courtes [50] et photographie du dispositif d'essai, taux de renfort entre 1 et 1.5%, matériau renforcé avec des fibres polymères.

D'un point de vue des performances, il a été aujourd'hui montré qu'un composite à fibre courtes de ce type imprimé pouvait montrer une ductilité importante en traction directe à l'âge de 7 ou 28 jours c'est à dire que la matrice ait atteint sa résistance finale ou non [50] [51](Figure 1.20). Selon la formulation et le type de fibre utilisé, notamment PE (Polyéthylène), des niveaux de ductilité exceptionnels peuvent être atteints, allant selon le contenu en fibre jusqu'à 12% d'élongation [51] et en utilisant des mortiers conventionnels (classe environ 50 MPa). La résistance finale en traction reste à peu près constante selon le contenu en fibre et la résistance à la flexion est améliorée.

1.4 Procédés de renforcement par fibrage continu

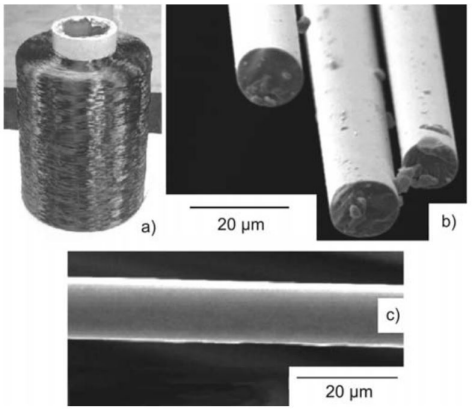


FIGURE 1.21 – Rouleau de stratifil de fibres de basalte (a) et image au microscope électronique des monofilaments (b, c) qui le composent. Figure reproduite d'après [52].

Dans cette Section, nous allons aborder les procédés de renforcement par fibrage continu. Le renforcement est ici réalisé à l'aide de fils multibrins, composés d'un ensemble de fibres microscopiques parallèles (aussi appelés stratifils ou *rovings*, voir Figure 1.21) ou torsadées. Comme pour l'impression plastique [53] il existe aujourd'hui un certain nombre de technologies qui permettent d'intégrer ce type de renfort continu au matériau imprimé. Elles diffèrent premièrement sur le mode d'imprégnation qui, nous l'avons vu, pourra beaucoup jouer sur le comportement d'interface du renfort et donc son efficacité. Pour certaines technologies le fil est préimprégné dans un bain, pour d'autres cette imprégnation est assurée lors du passage du matériau dans la buse et son contact avec le matériau imprimé. Ensuite, ces technologies diffèrent sur la manière dont le renfort est routé. Pour certaines cela est réalisé à l'aide d'une motorisation externe tandis que pour d'autres, ce peut être le flux du béton ou une force extérieure qui s'exerce sur le boudin déjà imprimé qui entraîne le fil.

1.4.1 Famille de procédés MCF (Mineral-impregnated Carbon Fiber)

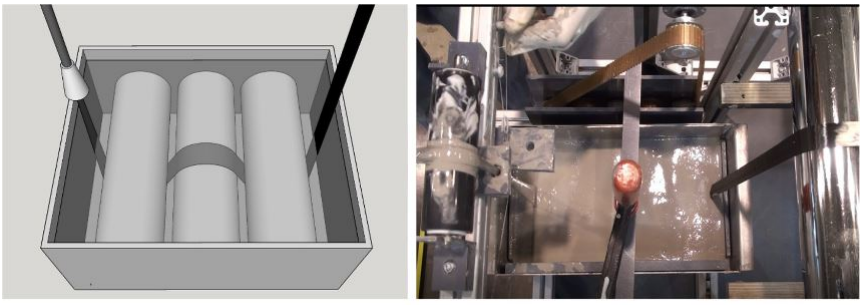


FIGURE 1.22 – Schéma du système de préimprégnation du procédé MCF (a) [18] et photographie d'une version motorisée (b) du système.

Plusieurs procédés basés sur l'utilisation de stratifils (ou rovings) de fibres de carbone préimprégnés baptisés *Mineral-Impregnated Carbon Fiber* (MCF), ont été développés à TU Dresden [54]. Comme on le voit sur la Figure 1.22 le fil est préimprégné dans un bain de microciment dont la très faible granulométrie permet une imprégnation maximale du fil multibrin en pénétrant dans les interstices entre fibres unitaires.

Une fois préimprégnés ces fils sont conduits dans une filière de routage mécanisée qui insère le renfort à l'interface entre les couches juste devant le boudin imprimé (Figure 1.23).

Le procédé peut également être mis en oeuvre plus simplement en reconditionnant les fils préimprégnés en bobines qui seront ensuite installées au niveau de l'effecteur, puis intégrés et entraînés directement par le flux d'un mortier monocomposant (Figure 1.24). Cette méthode baptisée *ProfiCarb* [56] permet d'obtenir un matériau multifissurant en

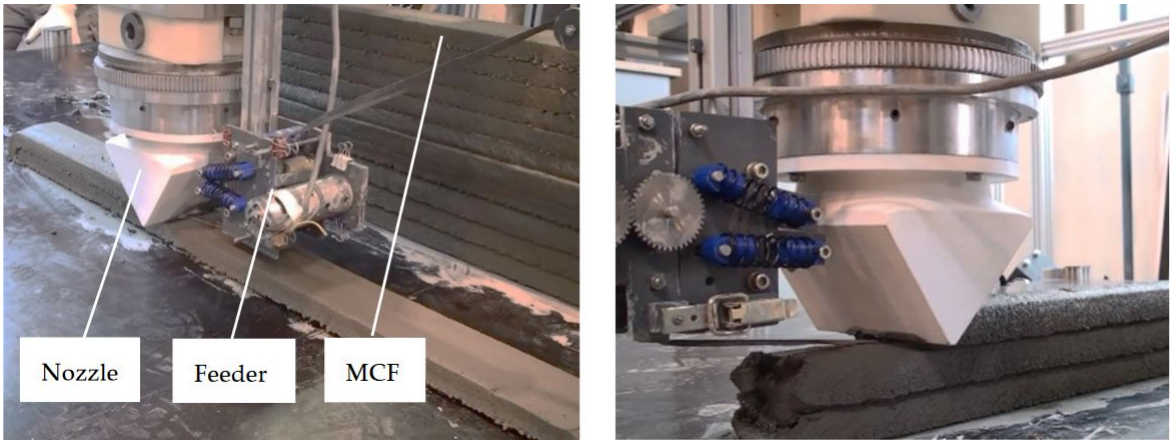


FIGURE 1.23 – Vue générale (a) et détaillée (gauche) de la buse MCF avec routage motorisé du renfort sous le boudin extrudé.

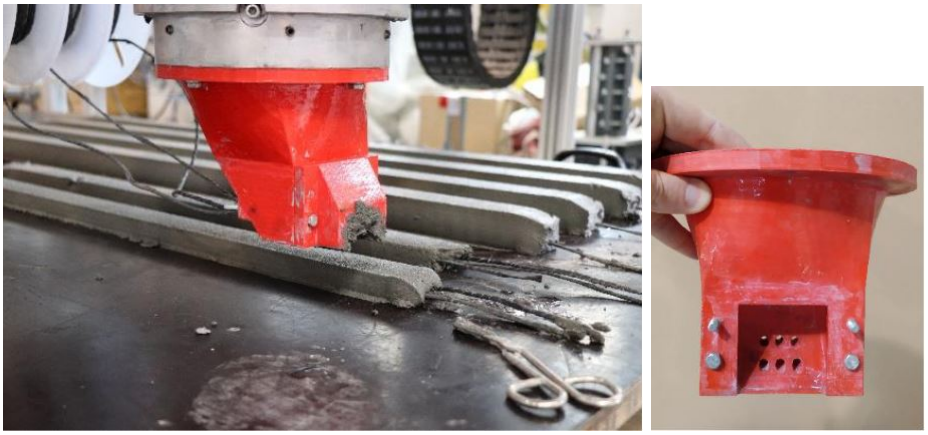


FIGURE 1.24 – Vue détaillée de la variante du procédé MCF baptisée *ProfiCarb* avec intégration du renfort dans la buse sans motorisation (gauche) et vue de la buse utilisée (droite) [55] [56]

traction et d'entraîner facilement plusieurs renforts, ici 6 yarns de fibres de carbone torsadées. Néanmoins la mise en oeuvre par préimprégnation est ici contraignante car les bobines ont un temps de stockage très limité, quatre heures maximum selon les auteurs. Ce procédé est proche du procédé *Flow-Based Pultrusion* que nous utilisons et détaillerons largement dans le paragraphe 1.5.

1.4.2 Procédé *Injection 3D Printing (I3DCP)*

Enfin, le procédé *Injection 3D Concrete Printing* (I3DCP) [57] illustré sur la Figure 1.25 permet également l'injection d'un ou plusieurs stratifils de renfort continu. A la différence de l'impression 3D béton par extrusion classique, ici le matériau n'est pas extrudé couche par couche mais dans un bain de fluide à seuil qui sert de support, et qui doit avoir une densité similaire au matériau extrudé afin de pouvoir le porter sans que celui-ci ne coule ou ne flotte. Le matériau n'a donc pas besoin de supporter son propre poids, il n'est

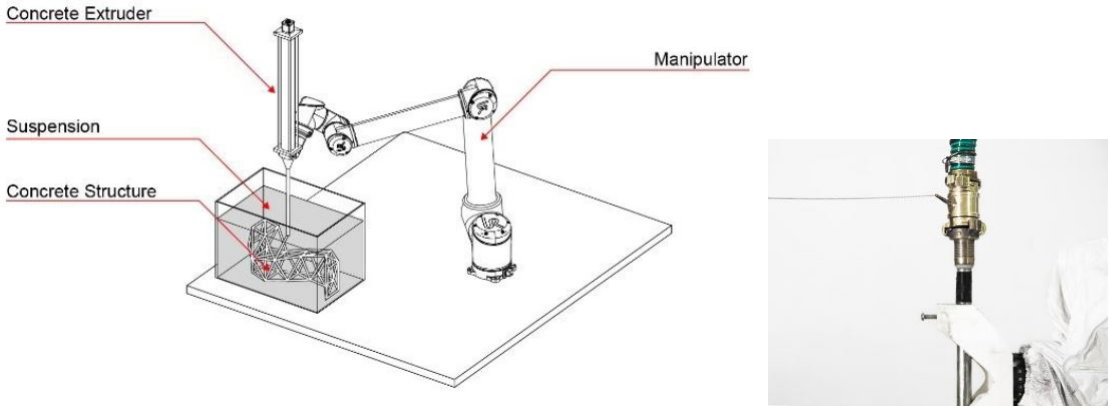


FIGURE 1.25 – Schéma du procédé I3DCP et système d'insertion de renfort

donc pas nécessaire d'avoir un taux de structuration élevé (stratégie bicomposant) ou une consistance importante en sortie (stratégie monocomposant). Des preuves de concept d'injection de renfort continu ont ainsi été présentées. La grande liberté cinématique offerte par le bras robot 6 axes utilisé permet d'orienter l'extrusion du cordon dans la direction normale de la trajectoire. Cela facilite le tirage des fibres, et ici on note qu'en plus de l'ancrage exercé sur le fluide à seuil sur le renfort, une pression hydrostatique et un frottement dûs au fluide interstitiel présent dans la suspension peut s'exercer sur le boudin et contribuer à l'ancrage des fibres. Cette contribution extérieure au tirage est analogue au procédé de pultrusion ou l'élément renforcé est tiré par l'extérieur (mais de manière motorisée).

1.4.3 Conclusion

Dans cette Section nous avons passé en revue les procédés existants de fibrage continu pour l'impression 3D béton par extrusion. Les procédés de la famille MCF reposent sur un principe d'imprégnation préalable des rovings qui peuvent ensuite être coextrudés avant le boudin à l'interface entre les couches, ou directement injectés et entraînés par le flux d'un mortier imprimable monocomposant. Le procédé I3DCP, tire certainement parti du flux de mortier pour entraîner le renfort mais aussi de l'ancrage du matériau extrudé causé par la pression hydrostatique exercé par le fluide support.

Le procédé *Flow-Based Pultrusion* que nous allons présenter maintenant appartient à cette classe de procédés de renforcement par fibrage en continu, et utilise un matériau bicomposant, ce qui nous le verrons permet une bonne imprégnation, car les fibres sont introduites dans un mortier fluide. Nous consacrons la section suivante à la description de ce procédé qui est au coeur de nos travaux.

1.5 Flow-Based Pultrusion

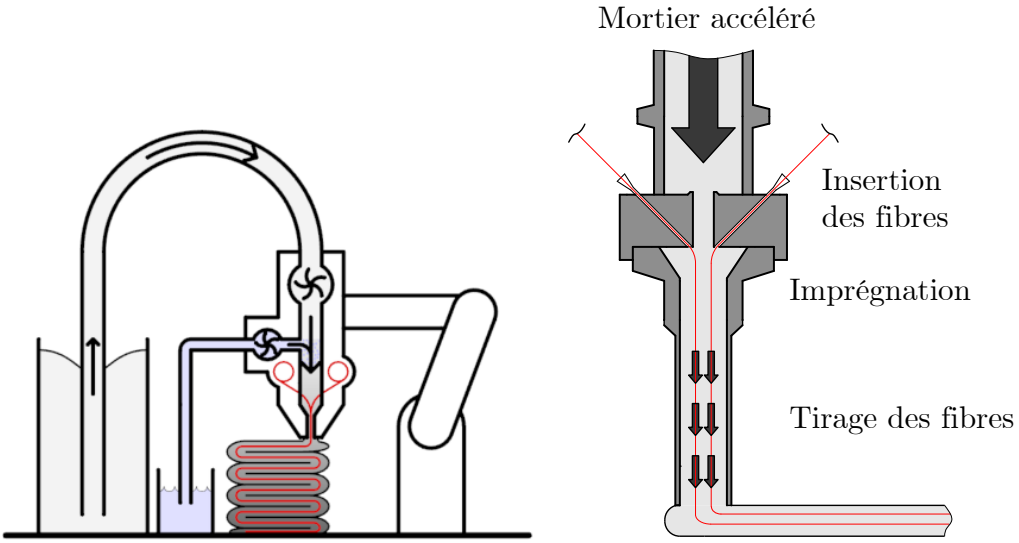


FIGURE 1.26 – A gauche : Schéma illustrant le procédé d'impression 3D par extrusion renforcée *Flow-Based Pultrusion* dans son ensemble. En gris clair : le mortier fluide pompé jusqu'à la tête d'impression, en bleu : l'additif accélérant ajouté en sortie de buse, et en rouge les fils de renfort. A droite : Illustration du principe du procédé avec les phases d'imprégnation et de tirage à l'intérieur de la tête d'impression.

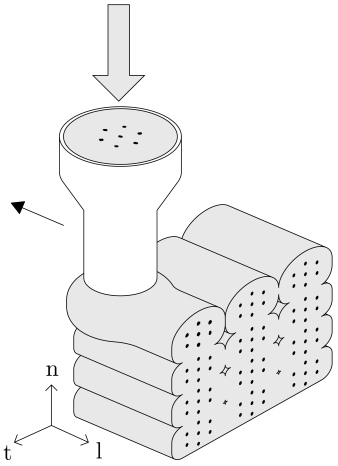


FIGURE 1.27 – Schéma des empilements de boudins du matériau isotrope transverse (béton anisotrope) obtenu.

Dans cette Section nous décrivons le procédé de pultrusion interne ou *Flow-Based Pultrusion* développé dans cette thèse et illustré sur la Figure 1.26. Il consiste à insérer de nombreux fils de renfort de faible diamètre dans la conduite d'extrusion d'un système d'impression bicomposant, qui seront imprégnés puis entraînés par le mortier imprimable à l'intérieur de la buse. La capacité du mortier à imprégner puis entraîner les fils est dûe à l'évolution rapide de son seuil de cisaillement à l'intérieur de la buse, qui passe d'un état très fluide (adapté à l'imprégnation) à un état très seuillé (adapté à l'entraînement)

dû à la réaction du mortier avec l'additif accélérant ajouté dans la buse. Cela permet de renforcer le matériau à une échelle très fine, et on obtient ainsi un matériau composite à matrice cimentaire dont les renforts sont orientés dans la direction du boudin, illustré sur la Figure 1.27. Nous appelons le matériau obtenu *béton anisotrope*. Le procédé a été proposé et détaillé au départ dans la thèse de Nicolas Ducoulombier (*Bétons anisotropes : Composites à matrices cimentaires renforcées par fibres continues pour la fabrication additive à grande échelle, procédé de fabrication, caractérisations et modélisations mécaniques*) qui démontre la faisabilité du principe.

Nous allons maintenant détailler le principe du procédé en décrivant ses deux principales phases, l'imprégnation et le tirage, ainsi que les contraintes qui en découlent.

1.5.1 Phase d'imprégnation

Dans cette Sous-Section nous décrivons plus en détail la première étape du procédé, la phase d'imprégnation. Cette étape est primordiale car elle aura une grande influence sur les propriétés d'interface entre le renfort et la matrice, qui joueront beaucoup sur la résistance et la ductilité du matériau composite obtenu (voir Section 1.2). Elle a lieu au moment de l'insertion des fibres dans la conduite, juste après l'addition et la dispersion de l'additif accélérant. Le point d'insertion des fibres dans la buse se situe donc à un endroit où le mortier qui s'y écoule est encore à un état relativement fluide, c'est à dire que le seuil de cisaillement est encore faible (quelques dizaines de Pa). Nous allons voir que cela permet d'améliorer l'imprégnation des renforts dits stratifils qui ont été retenus lors la mise au point du procédé.

En effet beaucoup de types de fils de renfort existent et la recherche d'un type de renfort pouvant être bien imprégné via notre procédé a été un thème important, abordé dans la thèse de Nicolas Ducoulombier. Plusieurs ont été testés, dont des monofilaments métalliques type corde à piano, et des stratifils en fibre de verre ou de basalte (tels que vus dans la Section 1.4).

Pour les monofilaments métalliques, des essais dits de pullout et de tension stiffening, destinés à mesurer la résistance de l'interface, ont montré que celle-ci était plutôt faible et s'accompagnait d'un mode de rupture de type décohésion [21].

Les mêmes essais réalisés avec des stratifils ont donné de meilleurs résultats, et une caractéristique intéressante est que le mode de rupture (et donc la qualité) de l'interface varie selon le seuil de cisaillement de la matrice lors de la phase d'imprégnation. Lorsque ce dernier est élevé, c'est à dire que le mortier est peu fluide, le mode de rupture favorise des phénomènes locaux de décohésion fibre-matrice où le microfil glisse sans rompre. Au

contraire lorsque le seuil est faible (mortier fluide), on observe plutôt des phénomènes de multifissuration ayant lieu dans la matrice autour du stratifil voire au coeur de celui ci [19], témoignant d'une interface forte entre la matrice et le renfort. Ce lien entre la qualité de l'interface et le seuil de cisaillement de la matrice est expliqué par la qualité d'imprégnation, qui est donc meilleure lorsque le seuil est faible et qui peut être observée visuellement au microscope électronique ou au tomographe.

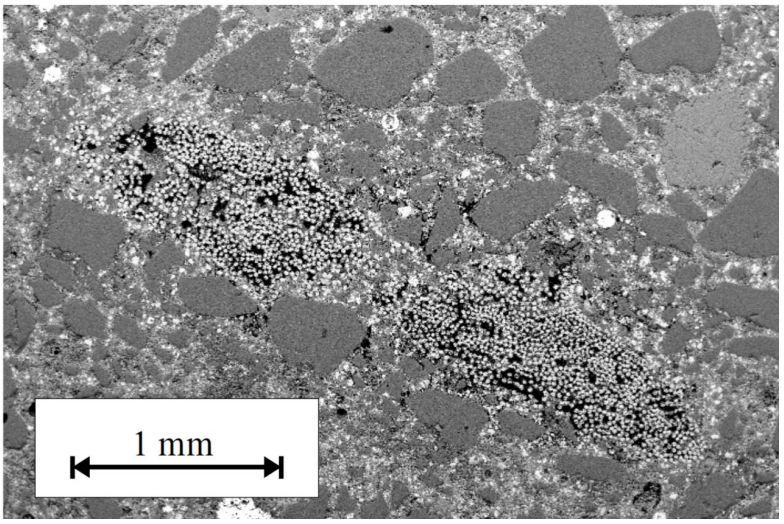


FIGURE 1.28 – Vue au microscope électronique à balayage d'un stratifil imprégné avec une matrice cimentaire, Figure reproduite d'après [58].

En effet comme on peut le constater sur la Figure 1.28 qui représente une vue au microscope électronique à balayage (MEB) d'un stratifil imprégné avec une matrice cimentaire, les stratifils (ou mèches, ou yarns) sont composés de plusieurs fibres élémentaires, de l'ordre d'un millier, et dont la taille individuelle est de l'ordre d'une dizaine de microns. Et en pratique l'imprégnation de ce type de renfort par une pâte cimentaire est rarement uniforme. Sur cet exemple, on constate qu'il y a des vides (zones noires) au coeur du stratifil, qu'on ne voit pas en périphérie où les micro fibres sont plus facilement imprégnées, le mortier n'ayant pas à circuler entre celles-ci. Comme cela a été démontré pour un milieu poreux de type empilement de sphère [59], un mortier au seuil plus faible pénétrera plus facilement au coeur d'un milieu poreux comme le stratifil, ce qui donnera une meilleure imprégnation. Enfin, en plus des propriétés d'interface, il est notable que l'efficacité du renfort que constitue l'ensemble du stratifil est aussi gouverné par l'imprégnation, car celle-ci est d'abord déterminée par la sollicitation des micro fibres périphériques bien imprégnées [58], qui reprendront une grande partie du chargement transmis par la matrice jusqu'à la rupture des premières fibres. Les micro fibres non imprégnées, n'étant pas en contact direct avec la matrice, limiteront l'efficacité du renfort : elles ne reprennent pas de chargement au départ et ne peuvent qu'être sollicitées par frottement.

En prenant en compte ces facteurs, il semble donc préférable d'imprégner un maximum les stratifils avec un mortier le plus fluide possible, car cela donne la meilleure qualité d'interface permettant on l'a vu d'enclencher une multifissuration locale de la matrice voire du stratifil, et du point de vue de la résistance, l'efficacité du composite est maximale car un maximum de microfils sont en contact direct avec la matrice et utilisés lors du chargement. En faisant l'hypothèse que le seuil d'imprégnation est similaire au seuil d'entrée du mortier non accéléré (ce qui dépendra, en pratique, du choix de l'additif accélérant, du mortier, et d'éventuels adjuvants limitant leur vitesse de réaction), cela est réalisable avec le procédé bicomposant que nous utilisons, car le mortier transitant dans la buse a un seuil d'entrée faible de l'ordre de 100 Pa, contre 1000 pour le monocomposant.

D'autres expériences de tension stiffening menées sur des couples stratifil-matrice présentées dans la thèse de Nicolas Ducoulombier suggèrent néanmoins qu'une interface trop résistante peut résulter en une rupture prématurée des fibres de renfort, en localisant trop les contraintes et en retardant les phénomènes de fissuration qui seront alors trop énergétiques pour être stoppés. Ceci provoque une baisse de la ductilité. Selon les qualités de résistance et de sensibilité à la rupture individuelles du renfort et du mortier, on pourra donc éventuellement préférer une interface moins parfaite, pour favoriser la ductilité par multifissuration. Il est notable que cela peut être dans une certaine mesure contrôlé en jouant sur le seuil d'entrée du mortier lors de sa formulation en ajustant les dosages en eau ou en superplastifiant.

1.5.2 Phase de tirage et de dépôt

Intéressons nous maintenant à l'entraînement de ces fibres. De premières expériences ont permis de constater que l'écoulement du mortier dans la conduite d'extrusion, alimenté par la pompe de la tête d'impression, permet de tirer les fils sans glissement relatif, c'est à dire que les stratifils sont entraînés à la même vitesse que l'extrusion du mortier. Une contrainte de cisaillement s'exerce donc le long des stratifils et permet leur entraînement.

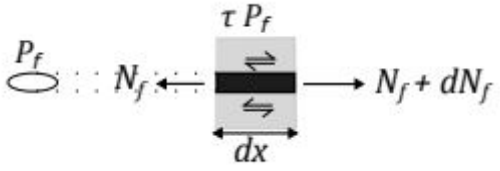


FIGURE 1.29 – Équilibre d'un élément de renfort continu, Figure tirée de [19].

La Figure 1.29 illustre l'équilibre d'un élément de stratifil (ou autre renfort continu) inséré dans le mortier, qui nous permet d'obtenir l'équation différentielle suivante :

$$dN_f = \tau P_f dx \tag{1.2}$$

où N_f est la force motrice, τ la contrainte de cisaillement exercée par le mortier et P_f le périmètre de l'élément de renfort.

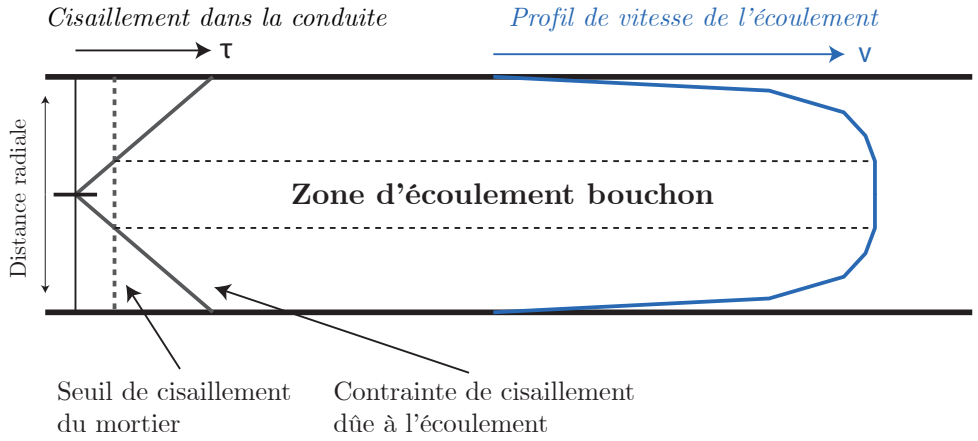


FIGURE 1.30 – Illustration de la zone d'écoulement bouchon lors de l'écoulement en conduite cylindrique fermée d'un mortier fluide. Figure modifiée d'après [60]

Cette force motrice peut s'exercer sans mouvement relatif lorsqu'il y a un écoulement bouchon dans la conduite : le mortier se déplace à l'état solide au coeur de la conduite, et son écoulement est localisé au voisinage des bords du tube où la contrainte de cisaillement effective dépasse la contrainte seuil du fluide. Ce type de profil d'écoulement est typique des fluides à seuil en général, et existe pour les bétons et mortiers, qu'ils soient très fluides (dits à consistance autoplaçante) ou non [60, 61]. Cela est illustré sur la Figure 1.30, qui représente une coupe longitudinale de la conduite, sur laquelle sont schématisés la distribution (supposée linéaire) du cisaillement en fonction de la distance par rapport au centre de la conduite (distance radiale), ainsi que le profil de vitesse typique de l'écoulement d'un mortier fluide dans la conduite. La zone d'écoulement bouchon est délimitée par la région dans laquelle la contrainte de cisaillement dûe à l'écoulement est inférieure au seuil de cisaillement du mortier. Dans cette zone le mortier se déplace donc à l'état solide ce qui permet d'entraîner les fibres sans glissement. Cela constitue un aspect-clef du procédé qui permet de contrôler en force le routage de multiples éléments de renfort dans la conduite, de manière passive. Notons que le seuil d'écoulement du mortier est croissant le long de la conduite en raison de la réaction de l'additif accélérant. En première hypothèse cette augmentation est linéaire et bornée par le seuil d'entrée du mortier dans le système τ_{c0} (identifié expérimentalement à partir d'un slump test [62] lors de sa formulation) et le seuil de sortie τ_{ce} (identifié par un test de goutte ou *slugs-test*

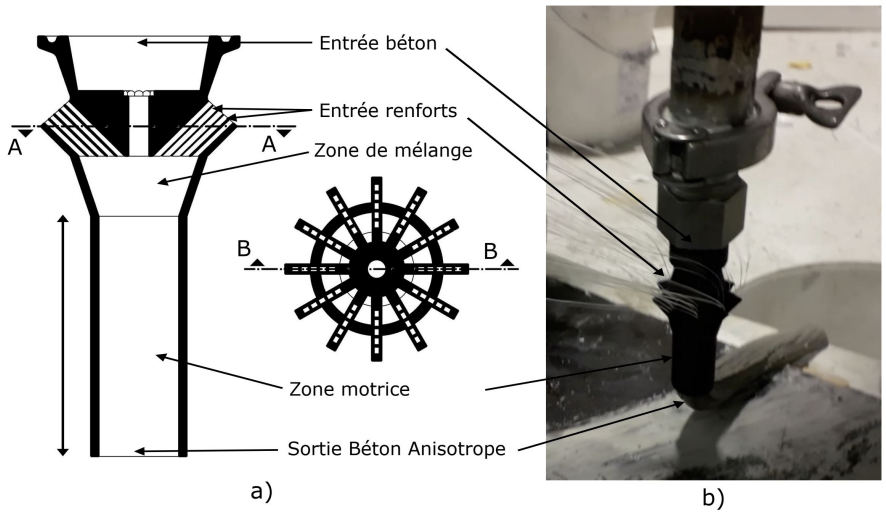


FIGURE 1.31 – Géométrie de la buse (brevetée) a) Coupe transversale et longitudinale b) Photographie d'une première expérience. Figure reproduite d'après [19].

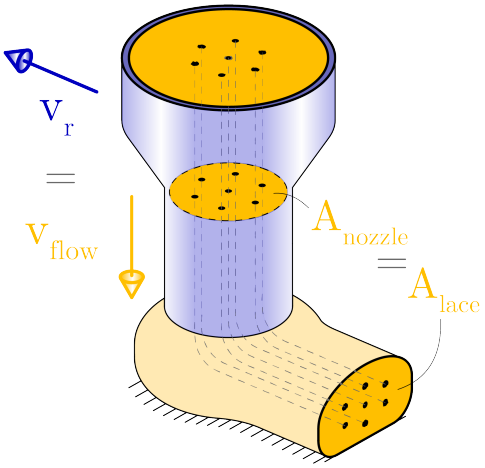


FIGURE 1.32 – Schéma de la buse de pultrusion interne (en bleu) et de l'écoulement de mortier (orange) durant l'impression, où l'aire en coupe du matériau extrudé dans la buse A_{nozzle} est égale à celle du boudin déposé A_{lace} en raison de l'inextensibilité des fibres (en trait pointillé). Pour que cette condition soit garantie les vitesses V_r et V_{flow} doivent être égales.

[63] en sortie de buse). Pour calculer la force de tirage maximale pouvant être développée par le fluide sur une fibre (Eq.1.5.2), on définit donc un seuil d'écoulement « moyen » à partir de τ_{c0} et τ_{ce}.

De premières expériences, illustrées sur la Figure 1.31, ont démontré la faisabilité du procédé avec des monofilaments métalliques et des stratifils de verre et de basalte. Comme pour l'imprégnation vue dans la Sous-Section précédente, cette étape du procédé a aussi amené à privilégier les renforts de type stratifil, qui ont une raideur en flexion négligeable ce qui perturbe moins la mise en forme du boudin en couches fines et la réalisation de tracés courbes.

Ensuite, une fois le renforcement entraîné, il est déposé conjointement avec le boudin ce qui ajoute une contrainte cinématique au procédé car contrairement au mortier, les renforts sont relativement indéformables et on doit alors déposer le boudin à la même vitesse que celle de son extrusion. Pour expliquer cette contrainte, décrivons d'abord le comportement du boudin dans le cas d'une impression sans renfort, sujet ayant été étudié en détail par *Carneau* [64]. Lors du dépôt, la grande déformabilité du mortier rend possible d'imprimer le boudin en l'étirant si nécessaire, cela peut être utile lorsque l'on souhaite réduire la largeur des couches. Pour ce faire, on paramétrera une vitesse de dépose du boudin (ou vitesse d'avance du robot) plus élevée que celle de son extrusion (la vitesse de la pompe).

Or, lorsque l'on imprime avec un renfort, les fibres longues qui s'ajoutent au boudin lors de son renforcement sont quasiment inextensibles. On ne doit donc pas étirer le cordon imprimé, car sinon les renforts se tendent et se séparent du mortier (décohésion). Idéalement, comme illustré sur la Figure 1.32, le boudin ne doit donc pas être déformé (ce qui équivaut à ce que l'aire en coupe du matériau extrudé dans la buse A_{lace} soit égale à celle du boudin déposé A_{lace}) : la vitesse d'avance de la buse V_r doit être égale à la vitesse d'extrusion V_{flow}. Cette dernière vitesse peut être calculée à partir des paramètres procédé (débit massique de la pompe Q, diamètre d'extrusion d et le taux de renfort ϕ_f) comme suit :

$$V_{flow} = \frac{4Q}{\rho\pi d^2(1-\phi_f)} \tag{1.3}$$

En pratique on paramétrera une vitesse d'avance V_r légèrement plus faible que V_{flow} pour garantir la robustesse du procédé, ce qui conduira à une légère ondulation des fibres déposées à l'intérieur du boudin dû à un excès de leur longueur par rapport au boudin. Cette ondulation ne doit bien sûr pas être excessive, sous peine d'avoir un impact sur le comportement mécanique du matériau durci.

1.5.3 Conclusion

Dans cette Section nous avons décrit l'état de l'art en ce qui concerne le procédé de pultrusion interne ou *Flow-Based Pultrusion*. Après avoir introduit le principe ainsi que le matériau obtenu, nous avons décrit les 2 étapes-clefs du procédé, à savoir la première phase d'imprégnation, puis la seconde phase de tirage et de dépôt. Les principales conclusions sont les suivantes :

— Lors des essais d'imprégnation, des renforts de type stratifils ont donné les meilleurs résultats de performance mécanique, et leur niveau d'imprégnation peut être modulé avec le seuil de cisaillement du mortier. Afin d'obtenir les meilleures performances, nous avons expliqué qu'il était généralement préférable de maximiser le niveau d'imprégnation avec un mortier dont le seuil de cisaillement est faible. Les propriétés mécaniques du composite obtenu dépendront néanmoins aussi des propriétés du renfort en lui-même, de la matrice et de l'interface. Il peut être préférable de limiter la qualité de cette interface ou la raideur de la matrice dans certains cas pour favoriser la multifissuration du composite. Cette contrainte est compatible avec le procédé bicomposant sur lequel repose la pultrusion interne car le seuil de cisaillement du mortier avant réaction est faible par principe (de l'ordre de 100 Pa) et peut être adapté avec la formulation.
— Lors des phases de tirage et de dépôt, de même les renforts stratifils ont donné des résultats satisfaisants en raison de leur faible raideur en flexion qui facilite leur mise en forme avec le boudin. La mécanique du tirage des fils à l'intérieur de la buse, dûe au comportement du fluide à seuil du mortier, a été décrite, ainsi que la cinématique du dépôt qui impose de paramétrer une vitesse d'avance du robot inférieure ou égale à celle de l'extrusion en raison de l'inextensibilité des renforts.

Enfin, un problème technique majeur observé durant les premières expériences était le blocage occasionnel des fils dans leur conduite d'entraînement, mettant en défaut le procédé et constituant donc un obstacle majeur à sa faisabilité. Ce problème a nécessité de fiabiliser une phase préalable à celles que nous avons évoquées, l'acheminement du fil jusqu'à la buse. Cela passe par la mise au point d'un nouveau prototype présenté dans le chapitre suivant de cette thèse.

1.6 Conclusion

Dans ce Chapitre nous avons présenté les procédés de renforcement pour l'impression 3D de béton par extrusion. Ce type de procédé permet de fabriquer des structures par dépôts successifs de boudins de béton, généralement couche par couche. Nous avons d'abord introduit les principes généraux, les contraintes et les types de technologie d'impression 3D de béton par extrusion, puis décrit le comportement mécanique des matériaux cimentaires et les mécanismes de son renforcement. Ces rappels étant faits, nous avons passé en revue les technologies existantes de renforcement pour l'impression 3D de béton par extrusion. Nous les avons classées selon l'échelle du renforcement, un facteur majeur de leur efficacité mécanique, et qui détermine aussi la finesse des éléments de structure qui pourront être produits. Nous avons donc abordé le renforcement par armatures, à

l'échelle de la structure, le renforcement à l'échelle du boudin imprimé (textiles, mailles de renfort, micro-câbles,...) puis le renforcement par fibrage qui s'opère à l'échelle la plus fine, celle du matériau. Enfin, nous avons concentré notre attention sur les technologies de renforcement par fibrage continu, caractérisées par l'utilisation de fibres longues. La technologie *Flow-Based Pultrusion*, qui fait partie de cette catégorie, constitue le point de départ de notre travail. Nous allons, dans le prochain Chapitre, présenter notre contribution à la mise au point d'un appareil prototype de *Flow-Based Pultrusion*.

Chapitre 2

Renforcement en ligne du béton imprimé en 3D par extrusion avec le procédé de pultrusion interne (*Flow-Based Pultrusion*)

Dans ce Chapitre je présente mes contributions à la mise au point du procédé de pultrusion interne ou *Flow-Based Pultrusion*. J'ai pu participer au développement du premier appareil de pultrusion interne échelle 1 (thèse Nicolas Ducoulombier), qui s'ajoute à la tête d'impression 3D de béton par extrusion bicomposant équipant notre cellule robotique et fournie par l'entreprise *XtreeE*. J'ai alors été en charge de faire évoluer le prototype qui a aujourd'hui la capacité de produire jusqu'à 100m de *béton anisotrope* renforcé avec 10 bobines de fils multibrins de fibres continues. Il a servi de base au co-développement d'un premier prototype industriel réalisé en collaboration avec *XtreeE* et Victor de Bono qui a démarré sa thèse en novembre 2021. Les versions académiques et industrielles ont permis d'imprimer des objets structurels de grande échelle, tels que des plaques et des poutres, sur lesquels nous reviendrons dans le prochain Chapitre en détaillant les performances mécaniques obtenues.

La mise au point pas à pas de ce dispositif a permis de mettre en évidence les paramètres qui gouvernent son bon fonctionnement. En effet, le procédé repose sur un phénomène très particulier d'imprégnation et d'entraînement des fils de renfort par le mortier dont la rhéologie, et en particulier le seuil d'écoulement τ_{cr}, évolue à l'intérieur de la buse. Un strict contrôle des propriétés rhéologiques du mortier est donc indispensable. De plus, le fonctionnement du procédé est aussi influencé par la pression d'extrusion, qui augmente en fonction de la quantité ou de l'épaisseur des renforts ajoutés. Cette pression joue sur

l'effort d'extrusion, elle est donc limitée par le système de pompage. Une hausse de la pression peut aussi occasionner une consolidation du mortier extrudé dans la conduite, c'est à dire sa compaction et l'expulsion de son eau interstitielle, ce qui a tendeance à le solidifier. Ce phénomène s'ajoute à l'effet de l'additif accélérant et mène généralement à un bouchage de la conduite qui met le système en défaut. La rhéologie mais aussi la pression d'extrusion sont donc des paramètres importants.

Les éléments du cahier des charges que nous avons présentés dans le Chapitre précédent, et plus largement décrits dans la thèse de Nicolas Ducoulombier [19] ont été étoffés afin de délimiter le régime de fonctionnement du procédé, d'une part par rapport à des paramètres physiques intrinsèques (densité maximale des renforts dans le boudin extrudé...), et d'autre part par rapport aux limitations technologiques du prototype comme le nombre de fils de renfort qu'on peut y installer. Cela permet au bout du compte d'identifier le taux de renfort maximal théoriquement atteignable avec le procédé, et pratiquement atteignable avec notre prototype limité technologiquement. L'idée derrière ce cahier des charges est aussi d'identifier les axes d'un futur développement technologique, pour atteindre des taux de renforts plus élevés et donc certainement de meilleures performances. En effet le taux de renfort, c'est à dire le dosage en fibres, est un paramètre critique qui a en général une grande influence sur la résistance et le comportement des matériaux composites, dont ceux à matrice cimentaire qui nous intéressent. Nous verrons néanmoins dans le prochain Chapitre que le prototype permet déjà d'obtenir des matériaux au comportement satisfaisant.

Afin de décrire tous ces aspects qui relèvent de la mise au point du procédé, ce Chapitre est divisé en trois Sections et s'articule autour du cahier des charges et d'un premier prototype académique du dispositif de pultrusion interne, présentés dans un article rédigé en langue anglaise nommé *Flow-based pultrusion of continuous fibers for cement-based composite material and additive manufacturing : rheological and technological requirements.* Cet article a été publié dans la revue *Composite Structures.*

La première partie du Chapitre résume en français les contributions décrites dans l'article en question, qui est ensuite présenté tel quel. La seconde partie présente des contributions additionnelles postérieures à la publication de l'article : des mesures indirectes de l'évolution du seuil de cisaillement à l'intérieur de la conduite d'extrusion, des mesures de la force de tirage qui s'exerce sur les fils et du comportement mécanique du cordon extrudé.

2.1 Premières contributions concernant le développement du système Flow-based pultrusion

2.1.1 Résumé

Dans cette Section nous résumons le contenu de l'article *Flow-based pultrusion of continuous fibers for cement-based composite material and additive manufacturing : rheological and technological requirements*, qui sera présenté tel quel dans la prochaine Section. On y trouve les principes fonctionnels du procédé, la présentation d'un premier prototype qui fait office de preuve de concept, ainsi que l'investigation des paramètres-clefs (nombre et type de renforts, diamètre d'extrusion) qui limitent le taux de renfort atteignable. On l'a dit ce paramètre matériau est important car il joue beaucoup sur les propriétés mécaniques obtenues. Ces paramètres-clefs sont mis en relation avec les paramètres procédé afin d'identifier ses limitations techniques et donner de premières spécifications pour le procédé Flow-Based Pultrusion.

L'article est organisé en 5 parties. L'introduction porte sur l'impression 3D de béton en général, les stratégies de renforcement existantes que nous avons déjà évoqué en situant la proposition Flow-Based Pultrusion par rapport à ces dernières (Chapitre 1). Le potentiel du procédé est illustré par des résultats d'essais mécaniques préliminaires en traction ayant été menés sur un matériau modèle et montrant un comportement renforcé et multifissurant, sur lesquels nous reviendrons en détail dans le prochain Chapitre de cette thèse. La deuxième partie décrit les principes du procédé, la troisième la technologie, la quatrième présente la preuve de concept, et la cinquième entre plus en détail dans les spécifications du procédé Flow-Based Pultrusion, notamment le taux de renfort atteignable du composite obtenu au vu des nécessités de la technologie et du process.

Pour simplifier ce résumé nous ne revenons pas sur l'introduction, qui est essentiellement bibliographique et dont les aspects-clefs sont déjà décrits dans le Chapitre 1 de cette thèse. Résumons brièvement la deuxième partie de l'article. Comme nous l'avons déjà évoqué dans le Chapitre 1, notre procédé permet de renforcer le matériau avec des fibres continues. Il repose sur la technologie d'impression 3D bicomposant qui se caractérise par l'ajout d'un additif accélérant à l'intérieur de la tête d'impression. Cet additif augmente le seuil de cisaillement du mortier : cette propriété notée ici τ_c (ou τ_{cr}) est le seuil de contrainte au delà duquel le mortier passe d'un état solide à un état liquide. Après l'ajout d'additif, le matériau change donc rapidement d'état durant son trajet à l'intérieur de la tête d'impression, il passe d'un état fluide facilement pompable à un état plus pâteux adapté à l'extrusion et à la mise en forme couche par couche. Le procédé Flow-Based Pultrusion tire parti de ce phénomène : les fibres sont injectées à l'intérieur de la tête

d'impression où le changement de seuil permet à la fois d'imprégner (lorsque le seuil est encore faible, que le mortier est liquide) et de tirer (lorsque le seuil est devenu assez élevé et que le mortier est pâteux) les fibres. Selon l'épaisseur, la longueur de la buse et la force de frottement qu'il est nécessaire de dépasser pour dérouler et entraîner la fibre, le seuil minimum de la pâte τ_c nécessaire pour tirer les fibres varie. Par rapport à l'impression 3D par extrusion bicomposant sans renfort, l'ajout de fibres impose de nouvelles contraintes. En effet l'inextensibilité de ces renforts, qui sont entraînés par l'extrusion, impose que la tête d'impression se déplace à la même vitesse que les renforts, et donc à la même vitesse que l'écoulement d'extrusion du boudin renforcé.

Résumons maintenant la troisième partie qui décrit le prototype technologique. Celui-ci s'ajoute au système d'impression bicomposant XtreeE utilisé dans la cellule robotique Build'In de l'Ecole des Ponts ParisTech que nous avons décrit dans le Chapitre 1. Il est composé de trois éléments, des bobines de renfort réalisées sur-mesure, un système de routage des fibres et une buse d'impression spécifique qui permet l'imprégnation et le tirage des fibres. Les bobines, qui sont d'une petite dimension non standard, sont préparées à l'aide d'une bobineuse numérique que j'ai conçue et construite au laboratoire. Le système de routage des fibres se compose de deux plateformes fixées sur la tête d'impression, qui supportent les bobines de fibres qui sont déroulées et guidées avec une friction minimale jusqu'à la buse sur laquelle des entrées disposées radialement permettent l'insertion des fibres. Nous décrivons ensuite le protocole et la mise en route du procédé. Nous effectuons tout d'abord une série de mesures pour valider les exigences identifiées dans la première partie. Premièrement, afin d'assurer le tirage des fibres sans mouvement relatif, on vérifie la force nécessaire pour dérouler chaque fil, puis on contrôle les seuils d'entrée et de sortie du mortier dans le système d'impression, en ajustant éventuellement ce dernier avec le dosage d'accélérant. Enfin après avoir réglé le débit d'extrusion, la vitesse d'avance du robot est réglée pour être égale à la vitesse d'extrusion qui est contrainte par le tirage des fibres et qui dépend du diamètre de la buse. La mise en route du procédé est effectuée suite à ces mesures en montant la buse d'impression où les fibres sont insérées, puis l'extrusion du béton et l'ajout d'additif sont démarrés pour entraîner les fibres. Ce protocole a permis d'obtenir de premiers résultats expérimentaux positifs, où le taux de renfort du matériau est de 0.2%.

Nous étudions ensuite les spécifications du procédé afin d'estimer le taux de renfort maximal atteignable avec le procédé et notre prototype. Le taux de renfort, c'est à dire la fraction volumique occupée par les fibres à l'intérieur du boudin imprimé, est le quotient de l'aire cumulée des renforts par rapport à l'aire de la conduite d'extrusion. Cela montre que le taux de renfort peut être augmenté de plusieurs manières : premièrement en utilisant des stratifils de plus grand volume, c'est à dire, pour un même matériau, plus épais et ayant un plus grand titrage ou Tex. Le tex est l'unité de mesure du titrage (masse

linéique) des fils : un kilomètre de fil titrant 1 tex pèse 1 gramme. Deuxièmement, en augmentant le nombre de bobines de renfort, et troisièmement en réduisant le diamètre de sortie du nez, qui doit néanmoins rester à l'échelle de l'impression d'éléments de construction et sera donc typiquement comprise entre 10 et 18mm voire plus. Afin de pouvoir adapter ces paramètres à un taux de renfort voulu, une abaque du taux de renfort en fonction du nombre de bobines, et ce pour plusieurs types de stratifils plus ou moins épais et différents diamètres de sortie allant de 10 à 18mm, est présentée (Figure 12). Nous étudions ensuite l'effet d'une augmentation du taux de renfort sur le seuil de cisaillement qui sera nécessaire pour tirer les fibres. Comme nous l'avons vu le taux de renfort peut être augmenté en utilisant des stratifils plus épais, en augmentant leur nombre ou en réduisant la taille de la buse d'extrusion. Ces deux derniers moyens n'ont pas d'effet sur le seuil de tirage requis car le critère en question s'applique, en première hypothèse, sur un seul fil de renfort. En effet, pour calculer ce seuil minimum, on considère que la force tangentielle résultante s'applique à la surface des stratifils que l'on modélise individuellement comme des cylindres homogènes. Nous voyons ainsi qu'augmenter le taux de renfort en utilisant de plus gros stratifils augmente l'aire de contact entre le mortier et le stratifil, ce qui permet de développer une plus grande force tangentielle et abaisse le seuil minimum nécessaire pour tirer les fibres. Nous présentons alors une abaque (Figure 13) pour calculer ce seuil, en fonction du type de fibres utilisé et de la friction du système.

Nous avons donc vu que l'augmentation du nombre de stratifils pour augmenter le taux de renfort n'a pas d'impact sur le seuil de cisaillement nécessaire, au premier ordre, car nous faisons l'hypothèse que ces renforts sont présents en régime dit dilué dans le mortier extrudé. Lorsque ceux ci atteignent une concentration critique, la rhéologie peut en être modifiée et le seuil apparent augmenté en raison de la présence des fibres. Néanmoins chaque fibre doit être entourée d'un volume de mortier suffisant pour lui fournir l'imprégnation et le transferts d'effort qui est nécessaire au tirage. On doit aussi limiter le rapprochement des fibres pour permettre aux plus larges grains qui composent le mortier de passer à travers la section extrudée : Un critère d'espacement absolu peut donc être défini en fonction de la granulométrie maximale de la pâte utilisée pour l'extrusion. Nous illustrons ces différentes exigences en réalisant une étude géométrique. On considère que les stratifils ont une aire parfaitement cylindrique et un diamètre de 0.46mm, qui est une valeur typique correspondant aux stratifils de Basalt 400 tex que nous utilisons dans cette étude et qui ont montré une bonne affinité avec le procédé. Avec un renforcement à hauteur de 20%, la section renforcée approche un pic de densité au-delà duquel on ne peut plus ajouter de stratifils. En effet on ne peut alors plus garantir un espacement suffisant entre stratifils permettant le passage d'un nouveau stratifil ou d'un grain fin typique de mortier imprimable (0.24mm).

Enfin dans une dernière partie, nous étudions l'effet du taux de renfort et des autres paramètres du système sur les pertes de charge, c'est à dire l'augmentation de l'effort d'extrusion qui doit être fourni par la pompe. On l'a dit, ce paramètre est d'une importance critique car on ne doit pas dépasser les capacités de la pompe sous peine de mettre en défaut le procédé. En outre l'augmentation de la pression interne et la réduction de diamètre rendue nécessaire par l'insertion des fibres peut favoriser la consolidation du matériau dans la conduite et la formation d'un bouchon. Il existe trois contributions à cette perte de charge, lors du procédé de fibrage : la pression, due à la mise en forme du matériau dans le nez de la buse, aux frottements, et à la somme des forces de frottement imposées par le tirage des fils (Eq.18). Ces contributions sont estimées via un modèle de type Benbow-Bridgwater qui permet ainsi une estimation de la perte de charge en fonction du débit. On voit ainsi qu'en reprenant des valeurs de paramètres typiques d'un mortier imprimable issues de la littérature, le modèle permet par exemple d'estimer une augmentation drastique de la pression (jusqu'à 1 bar) lorsque le diamètre de la conduite est très petit (10mm) et que le débit massique Q de la pompe d'extrusion est élevé (50 g/s). Cette influence du débit n'est donc certainement pas négligeable et doit être gardée à l'esprit pour de futurs développements technologiques. Le développement d'essais in situ améliorés, comme l'analyse par imagerie numérique de la forme des gouttes proposée par *Ducoulombier* peut permettre d'obtenir une estimation de la viscosité de la pâte en plus du seuil. Ces informations permettront de mettre en oeuvre des modèles liés au matériau, plus simples et plus explicatifs des conditions de pression dans la buse.

Nous décrivons donc dans cet article, présenté tel quel dans la prochaine Section, les principes fonctionnels du procédé, un premier prototype, le taux de renfort atteignable et la perte de charge induite qui permet de donner de premières spécifications techniques au système.

2.1.2 Flow-based pultrusion of continuous fibers for cement-based composite material and additive manufacturing : rheological and technological requirements - *Composite Structures - 2021*

Flow-Based Pultrusion of continuous fibers for cement-based composite material and additive manufacturing: rheological and technological requirements

Léo Demont[a], Nicolas Ducoulombier[a], Romain Mesnil[b], Jean-François Caron *[a],

[a] *Navier Laboratory, École des Ponts ParisTech, Univ. Gustave Eiffel, CNRS, Marne-La-Vallée, France*
[b] *École des Ponts ParisTech, Marne-La-Vallée, France*

Abstract

The vast majority of applications of extrusion-based concrete additive manufacturing deal with unreinforced mortar. The lack of reinforcement is a serious limitation for the industrial development of 3d printed concrete, because of the brittleness and lack of tensile strength of unreinforced mortar. In this paper, a new reinforcement method inspired by pultruded composite manufacturing, called flow-based pultrusion (FBP), is described and used. The principle is that continuous fiber rovings are impregnated and pulled by the matrix flow, avoiding motorisation, and increasing the apparent yield stress of the mortar and consequently its usability. The hardened resulting material, called *anisotropic concrete*, is unidirectionally and homogenously reinforced. For such composite material, the reinforcement ratio is an important material parameter that relates to specific process variables: roving type, roving count, and output diameter. This article further investigates the effect of the percentage of reinforcement on the process. It also highlights technical requirements to provide the first specifications for flow-based pultrusion.

Keywords: additive manufacturing, concrete, composite materials, yield

*Corresponding author
E-mail: jean-francois.caron@enpc.fr

stress, pressure drop, shear transfer

1. Concrete 3D printing, reinforcement strategies and flow-based pultrusion proposal

Cement-based materials such as concrete and mortars are widely used in the construction industry thanks to their durability and affordability. Due to low tensile properties, they are mostly reinforced with traction-resistant materials to produce structures with suitable mechanical behaviour, i.e. good flexural resistance and ductility.

A particular aspect of the construction industry is that specifications and constraints are highly variable, which finally makes many buildings, infrastructures, and other constructions unique pieces. Traditional concrete manufacturing methods evolved with this variability in mind to produce custom-made structures with various ways of reinforcement. The most common approach is the on-site casting of concrete into a formwork, where rebars are placed to reinforce the hardened concrete. This flexible process allows a great variety of shapes and is scalable from small houses to stadia. However, formwork manufacturing and rebar assembly mainly rely on human labour.

Digital concrete manufacturing holds the promise to address this need for variability with the benefits of automation, especially increased productivity and reduced fabrication tolerance. Within this field, 3D printing based on material extrusion has emerged as an attractive idea to fabricate not only bespoke but also more efficient structures. Indeed, the principle of material shaping by deposition of layers opens a large geometric design space, allowing for simple or complex surfaces alike without added cost. This can be leveraged to reduce material use compared to casting, which is more adapted to simple volumes as the formwork cost grows with complexity. 3D printing makes formwork unnecessary, and optimizes material use thanks to the formal freedom provided by the process.

In practice, 3d printing is more commonly achieved by robotic extrusion pro-

cesses. They consist of the pumping and layer-wise deposition of a yield stress fluid, such as concrete, by a robotic manipulator. However, extruded concrete has mainly remained unreinforced so far, and is thus not adapted to most classical applications. This is a key issue for the industrial development of these technologies. Various approaches, recently reviewed in [1], have been proposed to address this challenge: from post-reinforcement of the printed parts with steel rebars [2] to post-tensioned cables [3].

Process engineering and design of hybrid co-extruders also led to innovative proposals at the extrusion scale, e.g. unrolling of a cable [4] or a wire mesh [5] within the extruded concrete, allowing for reinforcement continuity. In [6] a recent development is proposed and consists on the deposition in the printed lace, of a MCF (Mineral-impregnated Carbon-Fiber) roving, obtained from a continuous, stationary impregnation line. For now, these approaches are limited to low reinforcement amounts. On one hand, one could use heavier cables or meshes, but as their thickness is already about 1mm, bending stiffness becomes significant and limits the printed lace curvature, which makes it difficult to achieve turns while printing. Moreover, it would certainly yield poor interfacial strength between reinforcement and mortar because of the lower specific surface area of the reinforcement. On the other hand, one could multiply reinforcement items distributed over the lace section, but at the cost of complexity of the process control: indeed, in the case of a curved path the unrolling of the inside bend reinforcement must be properly driven to have a lower deposition speed than the outside bend one. However, a good distribution of smaller diameter reinforcement items increases their specific surface area, which leads to a better reinforcement efficiency thanks to an improved anchorage with concrete.

Finally, material science knowledge helps to design reinforcements at the material scale, in line with existing *Ultra High-Performance Fiber Reinforced Concrete* (UHPFRC) or shotcrete applications. In this area, numerous efforts have been made to study the effects of adding short fibers in concrete at the mixing stage. At hardened state, tensile stresses are transferred to fibers which can provide very good post-cracking behaviour and improved tensile behaviour

[7, 8]. However, fibers remain short, and reinforcement rates over 3% appears difficult to achieve as increased fiber amounts alters material pumpability, which is a requirement for robotic extrusion. This is comparable to the usual reinforcement ratio with steel rebars, but such reinforcement is generally aligned with tensile stresses.

In this work, a new method for 3D print continuously reinforced concrete, called *flow-based pultrusion* for additive manufacturing(FBP), is described and used. Inspired by pultruded composite manufacturing, it is however very different. As for pultrusion, it consists of adding numerous very small continuous fiber rovings well-distributed in the lace section. It represents already something totally new for concrete at this scale (less than 1mm diameter rovings) to our knowledge. Moreover and this point is crucial, here no motorization but just the concrete flow to pull on the rovings. It is only possible thanks to the very specific behavior of the fresh concrete, a non-newtonian fluid. Its evolving yield-stress during extrusion permits to be sufficiently fluid for a good impregnation of the introduced fibers, and to be sufficiently stiff downstream to pull them in the lace. In the context of fused-deposition of polymers by 3D printing, a fused thermoplastic is used in [9] to pull long carbon fibers, but the material principle, the scale and the applications are quite different. Another novelty of the present proposal is that the resulting cement-based composite material, called *anisotropic concrete*, is homogeneously reinforced with well-distributed very small rovings along preferred direction. Mechanical tests on casted material specimens (figure 1) shows that such fiber addition can provide ductile, strain-hardening behavior even with low reinforcement ratios of 1%, which is promising.

For such composite material, reinforcement ratio is an important parameter linked with mechanical properties. It is controlled by specific process parameters : roving type, roving count, and output diameter. With the perspective of improving mechanical properties, what is at stake is to understand how reinforcement ratio is limited by process and technological constraints, and one

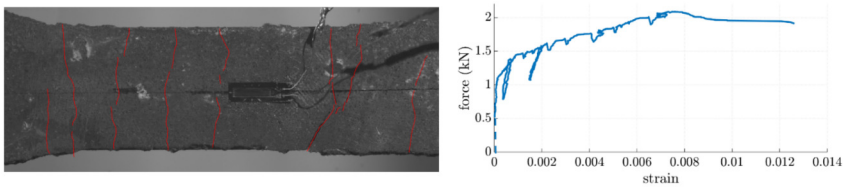


Figure 1: Direct tension test of anisotropic concrete specimen: Video capture of the test specimen at ultimate state showing multiple cracks highlighted in red, Force-strain graph depicting strain-hardening behaviour. Curve jumps are linked with cracking phenomena (from [10]).

may ask what could be the maximal reinforcement ratio. In this paper, the effect of increasing reinforcement ratio on process and technological requirements is investigated to propose first specifications answering these concerns. In the first section, the proposed process and rheological requirements for flow-based pultrusion are explained in the context of existing robotic extrusion strategies. The second section focuses on technology: the experimental apparatus for flow-based pultrusion is described, along with first experiments and proof of concept, validating the proposed theoretical framework. Finally, the effects of reinforcement ratio on process parameters as yield stress, pressure drops, or velocity effects are investigated to propose first specifications and first prescriptions for an operational and efficient flow-based pultrusion process.

2. Description of the flow-based pultrusion process

The flow-based pultrusion is an original process for extrusion-based additive manufacturing of continuously reinforced yield stress material. As well as existing pultrusion processes, it consists of impregnating continuous reinforcement fibers pulled through an extrusion die where the matrix, initially fluid to promote impregnation, is set to a hardened state, able to be extruded. The main difference is that pulling is not due to an external mechanism but to rheological properties of the yield stress material used as a matrix. Similarly to existing extrusion-based additive manufacturing processes, the extruded material is then

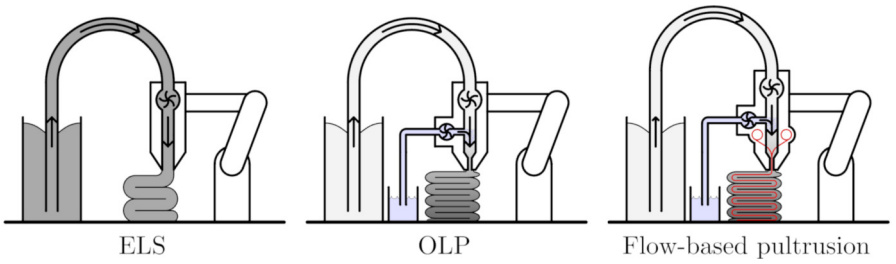


Figure 2: Schema comparing flow-based pultrusion to existing unreinforced additive manufacturing processes : Extrusion Lace Shaping (ELS) and Oriented Lace Pressing (OLP). Shades of grey indicates yield stress of the material.

spatially deposited by a robotic manipulator to shape the desired object. This complementary step yields notable requirements for the fresh material. Those will be reminded in the first section, with respect to existing strategies of unreinforced robotic extrusion processes. Finally, the adaptation of flow-based pultrusion to existing printing technologies is discussed.

2.1. Robotic extrusion of unreinforced cementitious materials, ELS and OLP strategies

The principle of robotic extrusion is to pump a yield stress material up to a printing head attached to a robotic manipulator, where it is extruded as a lace and spatially deposited. As described in [11], a material used for extrusion-based additive manufacturing must meet several rheological constraints with respect to the process steps. Indeed, it should be pumpable during extrusion, and able to self-support and support the weight of additional laces once deposited. Literature differentiates two strategies to meet these requirements [12], the key difference being the yield stress history of the material :

The simpler, single-phase *Extrusion Lace Shaping* (ELS) technology refers to processes where a lace of material, typically rectangular, is deposited layer by layer without pressing. The material exhibits a low but sufficient structuration rate (i.e. increase of material yield stress over time) and high yield stress (about 1000 Pa) from pumping to deposition, which are suitable to build-up several

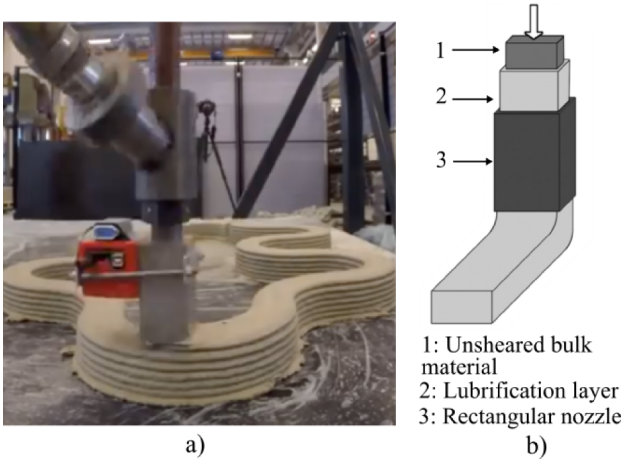


Figure 3: Robotic extrusion using Extrusion Lace Shaping : a) Picture of ELS extrusion (Extrusion technology of TU Eindhoven), b) Schema of the ELS extrusion [11]

layers at slow speed. In such conditions, a plug flow is imposed and material shearing should be limited to avoid destructuration of the extruded lace. Indeed, layers can't be pressed and nozzle orientation should stay tangential to the printing path. During extrusion, the lace section A_{lace} is prescribed by the nozzle shape. This yields a relation between the robot travel speed V_r and mortar mass flow rate Q :

$$Q = V_r A_{lace}$$

Unlike ELS, *Oriented-lace pressing* (OLP) is a two-phase approach with the addition of additives. The lace is shaped by pressing successive layers thanks to a lower extrusion yield stress. To meet buildability constraints, the viscosity or structuration ratio of the material can, respectively, be increased by the addition of a viscosity modifier agent (VMA) or accelerator just before extrusion. In this paper, only accelerator additives are considered. The initial material yield stress at the pumping stage is about 100 Pa, much lower than ELS. Nozzle orientation can remain constant, even for curve paths, and layer height is prescribed by the distance h between nozzle and previous layer. ρ being the concrete density, layer width w is given by the conservation of mass [13] :

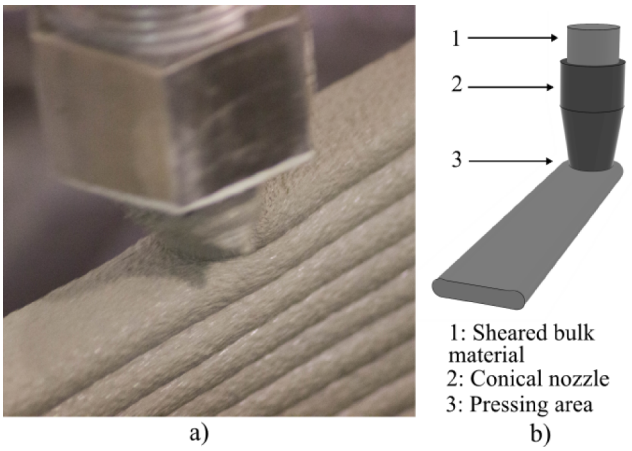


Figure 4: Robotic extrusion using Oriented Lace Pressing: a) Picture of OLP extrusion (Extrusion technology of Build in platform of Ecole des Ponts), b) Schematic of OLP (source : [10])

$$w = \frac{Q}{V_r h \rho}$$

2.2. From OLP to Flow-Based Pultrusion

The proposed flow-based pultrusion technology is very similar to OLP, the main difference being the addition of continuous reinforcements. A look at figure 6 gives a sense of the principle governing the process: After the addition of additives, continuous rovings are added at the location x_m where matrix yield stress is low, promoting impregnation. The higher yield stress in the reinforcement pulling zone of length l_p allows shear interaction between fiber and matrix, providing pulling force on rovings.

2.2.1. Kinematic requirements of flow-based pultrusion

As mentioned in [10], relative displacement is not allowed between reinforcement and matrix. Then, due to the rovings inextensibility, the area of the concrete lace after deposition should be equal to the one of the nozzle section. Consequently, the robot travel speed V_r must be equal to the flow velocity in

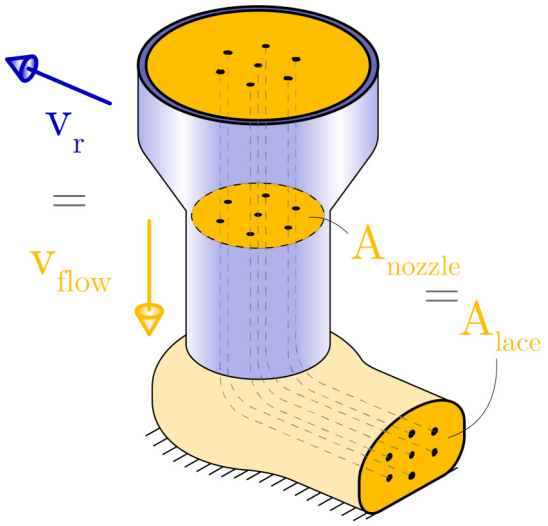


Figure 5: Schematic of the flow-based pultrusion nozzle (blue) and material flow (orange) during printing, where $A_{nozzle} = A_{lace}$ due to the inextensibility of the fibers (dashed lines). Consequently, V_r and V_{flow} should be equal.

the reinforcement pulling zone V_{flow}, which leads to the relation :

$$V_r = \frac{4Q}{\rho\pi d^2(1-\phi_f)} \tag{1}$$

Where d is the output diameter and ϕ_f the reinforcement roving ratio.

However, in practice, perfect equality is not achievable. The right term of equation (1) turns into the robot maximal admissible travel speed, before mismatch between roving and concrete speed. Besides, a smaller robot travel speed value yields to a wave pattern of fibers rovings, whose amplitude should remain sufficiently small.

2.3. Dynamic requirements for Flow-Based Pultrusion

In this paragraph we refer to some elements of a detailed analysis of the process requirements drawn in [10]. Using an asymptotic analysis of the generated pulling force on a continuous reinforcement roving with no relative displacement with the surrounding mortar, the maximal pulling force applied on each roving,

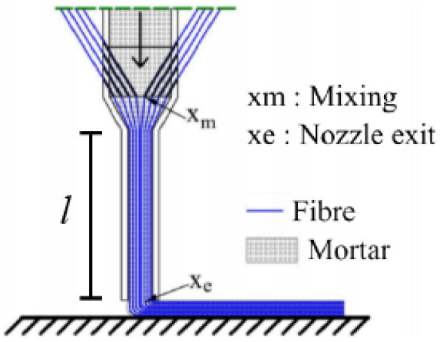


Figure 6: Schema of flow-based pultrusion [10]

noted F_{max}, is obtained by integration of the equilibrium equation of an element of the roving and is equal to :

$$F_{max} = \int_{x_m}^{x_e} \tau_c(x)\, p_r \, \mathrm{d}x \tag{2}$$

with p_r the cumulated perimeter of each fibers of the roving, x_e the location of nozzle exit and x_m the location of the rovings entry, defined in Figure 6. For a constant yield stress between mixing and nozzle exit, it gives :

$$F_{max} = \tau_c \, p_r \, l_p \tag{3}$$

with l_p the reinforcement pulling zone length (figure 6). The latter equation would make sense when using a constant high yield stress mortar, typical of ELS technology. Such mortar would provide good pulling force, but could lead to a lack of impregnation. Consequently, OLP technology seems more promising, as the initially low mortar yield stress would promote impregnation. The structuration ratio of such OLP mortar, which is accelerated by addition of additives, can be supposed linear with time as proposed in [14]. Therefore, an average pulling yield stress $\langle \tau_c \rangle$ is approximated from the input yield stress τ_{c0} and output yield stress τ_{ce} :

$$\langle \tau_c \rangle = \frac{\tau_{c0} + \tau_{ce}}{2} \tag{4}$$

It yields the F_{max} estimation for flow-based pultrusion :

$$F_{max} = \langle \tau_c \rangle \, p_r \, l_p \tag{5}$$

To ensure no relative displacement between roving and mortar during deposition, the maximal pulling force on one roving should be higher than the maximal frictional force experienced by the carried rovings from storage to the mixing point. Hence :

$$F_{max} \geq \max(F_{fr}^i) \tag{6}$$

3. Description of the proposed technology

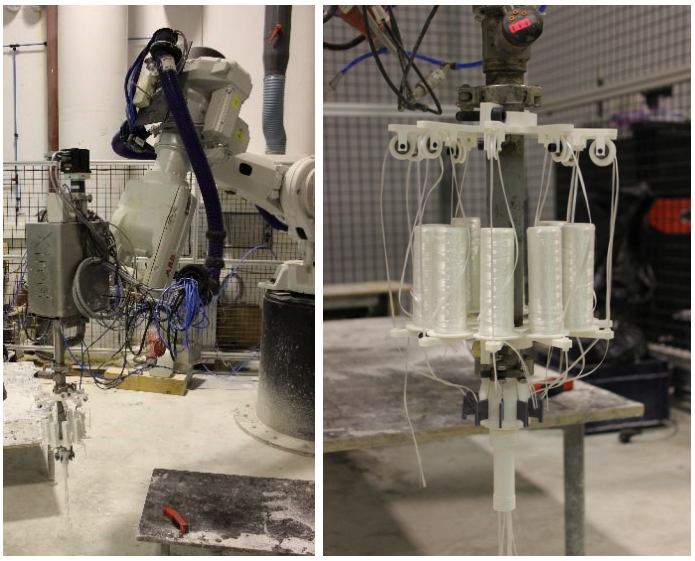


Figure 7: The flow-based pultrusion experimental device adapted on an XtreeE OLP concrete printing device of the Build'In robotic additive manufacturing cell.

The experimental setup relies on the *Build'In* robotic extrusion cell of the *Ecole des Ponts ParisTech* shown in figure 7. The novel flow-based pultrusion device adds up to an XtreeE OLP printing head carried by an ABB IRB 6620 industrial robot arm. The existing unreinforced extrusion nozzle of the printing

head is replaced with a flow-based pultrusion one. Two plates attached to the printing head carry 10 roving rolls and convey rovings up to the nozzle.

The setup is intended for validation of the process and producing prototypes as large as one cubic meter in size, with a reinforcement ratio up to 2%.

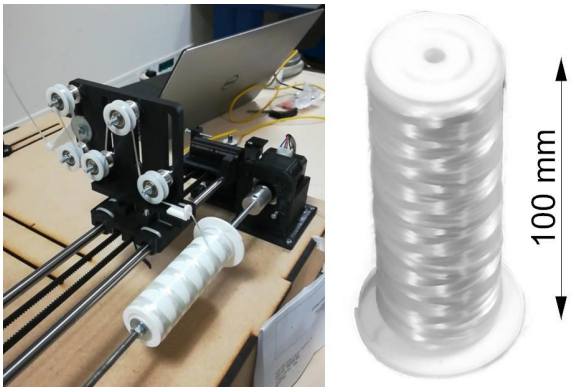


Figure 8: Picture of the rewinding device and roving package obtained.

3.1. Roving packages

It is notable that small roving packages are impossible to find due to the lack of industrial applications. Small bobbins of 100x45mm holding 30 meters of roving are rewound from standard bobbins using a custom apparatus shown in figure 8 and allowing a very controlled roll-up, avoiding knots and minimizing frictions. Experiments have been led using Isomatex Filava Conventional Multi-End 400 tex basalt rovings, AGY SCG75 and NEG AR310S800 AR glass rovings, whose properties are listed in table 2. The packaged roving length yields the maximum length of the printing path.

3.2. Roving conveying

The roving conveying system illustrated in figure 9 consists of two PLA 3D-printed platforms fixed on the printing head. Bobbins are fixed on the upper platform and rovings vertically unrolled. Rovings are conveyed through PTFE pinholes (1,3), pulleys (2), and inserted in the matrix through a PTFE tube (4).

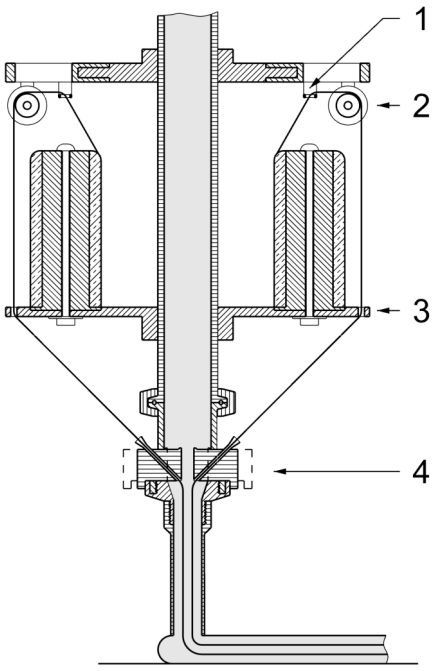


Figure 9: Section of the experimental device. (1), (3) : pinholes, (2) : pulley, (4) insertion tube.

3.3. Fiber impregnation, pulling and extrusion

Rovings are impregnated and pulled by the mortar in a flow-based pultrusion (FBP) nozzle replacing the existing extrusion nozzle of the XtreeE OLP printing head. The reinforcement pulling zone length l_p and output diameter d can be adapted to the process requirements thanks to a modular pulling area design with screw-in elements (5). Typical values are 10 - 18 mm for output diameter and 60 - 100 mm for pulling length.

4. Proof of concept

As a first experiment, three oblong hollow blocks are printed with different layer heights (6, 8, 10mm). The dimensions are 40x20x5cm. The Navier printable mortar (for reference composition see table 1) was used with NEG AR310S800 rovings.



Figure 10: 3d printing of anisotropic concrete.

Ingredient	Mass proportion
Cement	0.28
Water	0.11
Sand	0.44
Silica fume	0.16
Superplasticizer	0.003

Table 1: Reference composition of the Navier printing mortar.

4.1. Initial measurements and setting of parameters

In order to fulfill process requirements (see section 2), several process parameters are measured and/or tuned :

- Friction of each roving Fi_{fr} is measured by adding weights to the roving end until it is pulled.
- Mortar input yield stress τ_{c0} is measured with a slump test [15].

- Knowing τ_{c0}, Fi_{fr} and l_p, the required value for $\langle\tau_c\rangle$ is calculated and dosing of additives is tuned to obtain the right output yield stress τ_{ce} value measured with the slug test [16]. For practical reasons, the material is flowed through a specific flow test nozzle, having the same shape as the FBP one but no roving entries.

- The mortar mass flow rate Q is set to define robot travel speed V_r accordingly to eq. 1.

4.2. Starting up the process

Successfully immersing fibers in the first transient mortar flow is of utmost importance. Indeed, the initialization process needs special attention. A successful method is described now. After the latter measurement steps, the additive flow is stopped and mortar extrusion is visually inspected to check the yield stress resulting reduction. Once a low yield stress is reached (additive effect has disappeared), mortar pumping is temporarily stopped. The specific flow test nozzle is replaced with the real one, and rovings are manually inserted. Mortar pumping is then relaunched, and additives are progressively added so that the first transient flow has low yield stress and static rovings are properly impregnated. Finally, rovings start being pulled by mortar once sufficient yield stress is reached: the process is started.

4.3. First experimental results

The first experiments are shown in figure 10, the output diameter is 18mm, and the resulting reinforcement ratio is 0.2%. The global good aspect shows that the system works.

We have not noticed any cracking of the reinforced hardened laces. The fiber ratio is still low and we dry the specimens very slowly (during several days), and this permits a redistribution of internal pre-stresses due to shrinkage. Another reason is the low compressive stiffness of the reinforcements (rovings) we used for reinforcement. Shrinkage may lead to the buckling of rovings instead of the

matrix cracking. These first results, obtained with this first laboratory prototype, confirm the rheological analysis and the flow-based pultrusion strategy. [6]

5. Specifications of flow-based pultrusion : impact of process and technological requirements on reinforcement ratio

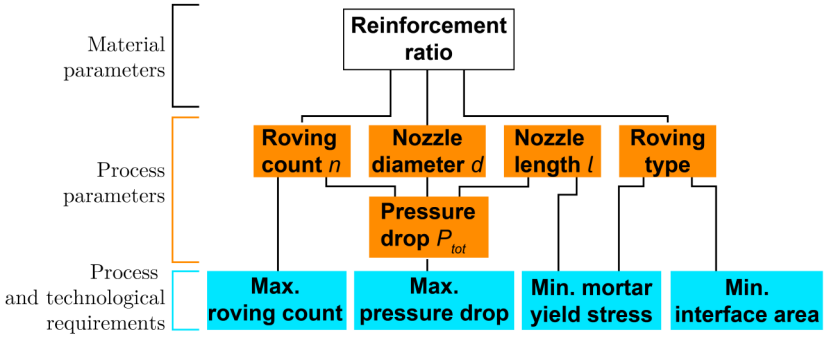


Figure 11: Flow chart summarizing the relation between reinforcement ratio as a material parameter with process and technological requirements.

Reinforcement ratio, that is, the volume percentage of fiber reinforcement embedded in the entire volume of a fiber-reinforced composite material is an important parameter controlling material properties. For composite materials, a higher reinforcement ratio generally yields better material properties, such as modulus and strength. It is therefore of interest to understand the limits of flow-based pultrusion regarding this material parameter. Figure 11 shows how one would check for the feasibility of a given reinforcement ratio. It is related to several process parameters (roving count, output diameter, roving type) and various value combinations may be found. However, those are limited by process and technological requirements. This section investigates the impact of those requirements: dimensioning calculations are proposed to discuss achievable reinforcement ratios.

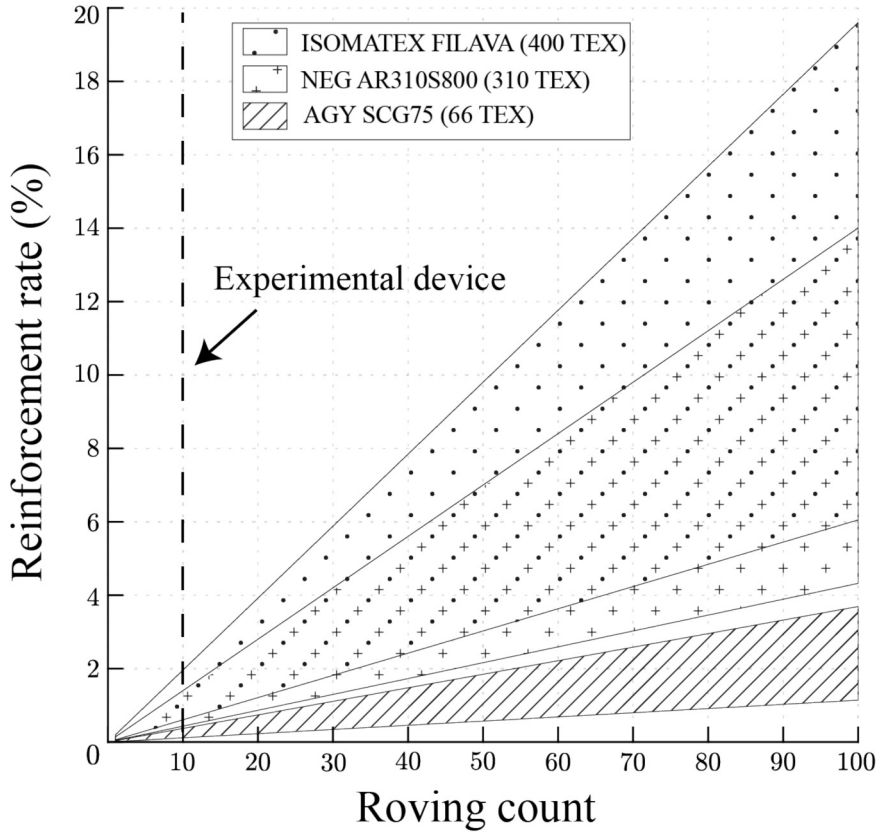


Figure 12: Graph of Reinforcement ratio (%) against roving count. For each roving type, hatched regions depict a range of achievable ratio depending on the output diameter, from 10 to 18mm.

Name	Material (-)	Titer (tex)	Density (g/cm^3)	A (mm^2)	f_{fil} (MPa)	E_{fil} (GPa)	ε_{max} (%)
AGY SCG75	AR glass	66	2,48	0,029	3570-3680	87-90	5,7
NEG AR310S800	AR glass	310	2,80	0,110	1500	74	2,0
Isomatex Filava	Basalt	400	2,61	0,154	3400-3700	88-94	2,4

A : Cross-section area of the filament; f_{fil} : tensile strength of the filament; E_{fil} : Tensile modulus of the filament; ε_{max} : ultimate strain.

Table 2: Characteristics of roving types tested for flow-based pultrusion.

5.1. Calculation of reinforcement ratio

The reinforcement ratio ϕ_f is the ratio between the cumulated rovings cross-section area and the extrusion cross-section area. Given a circular extrusion

nozzle, it yields:

$$\phi_f = \frac{4nA}{\pi d^2} \tag{7}$$

Where n is the roving count, A the unitary roving cross-section area, and d the output diameter. This equation shows that reinforcement ratio can be increased in several ways :

- Using rovings with a higher cross-section (i.e heavier rovings). Roving types tested for flow-based pultrusion are listed in table 2.
- Increasing roving count. Indeed, this roving count parameter is the hardest to play on in a laboratory setup, as it increases the apparatus complexity. Therefore industrial development seems essential to achieve the highest rates.
- Reducing output diameter. By using a 10mm output diameter, the 10-roving experimental device and the rovings with the highest cross-section (Isomatex Filava 400 tex), ratios up to 2% can be tested. The scale of objects produced by the current device, aiming at manufacturing thin-walled building components, leads us to consider a typical diameter range between 10-18mm.

Figure 12 shows the reinforcement ratio function of roving count for each roving type, with the lace diameter between 10 and 18mm. What can be clearly seen in this graph is the achievable ratios using the experimental device (allowing a maximum of 10 rovings) and with further technological development that would allow greater roving counts.

5.2. Reinforcement ratio and yield stress requirement

As explained in section 2.3, the mortar flow should be able to provide a sufficient force to pull the rovings. This force capacity F_{max} is dependent with the mortar mean yield shear stress $\langle \tau_c \rangle$, mean from mixing area to extrusion point, roving perimeter p_r and length of the reinforcement pulling zone l_p. If F_{max} is below the mean roving frictional force F_{fr}^i (eq.6), rovings are not pulled

and the process will likely fail. This condition (eq. 5) can be rewritten as a function of yield stress $\langle \tau_c \rangle$ and by detailing F_{max} as the expression $p_r \, l_p$ (eq. 5) :

$$\langle \tau_c \rangle \geq \frac{F_{fr}^i}{p_r \, l_p} \tag{8}$$

This gives the yield stress requirement for flow-based pultrusion. However, it should be kept in mind that yield stress requirements already exists in the context of OLP and concrete printing in general (see section 2.1). From a practical point of view, a rational strategy would be to start from the minimum yield stress required by the OLP process, and possibly increase it to meet the FBP condition. Still, if yield stress is increased, attention should be given to eventual cold joint effects between printed layers. More detail on how parameters are set in OLP can be found in [13].

5.2.1. Calculation of the yield stress requirement

Let us calculate a lower bound for the perimeter of a single roving p_r. Assuming the roving cross-section is circular, thus minimizing perimeter, the lower bound p_{min} is found from the roving cross-section area A :

$$p_r \geq p_{min} = 2\sqrt{\pi A} \tag{9}$$

This provides a conservative hypothese for the yield stress requirement equation 8, as substituting p_r with p_{min} yields the higher bound for $\langle \tau_c \rangle$.

F_{max} (eq.5) is then computed for a range of $\langle \tau_c \rangle$ values typical of the OLP process (300 To 800 Pa), different roving types with their respective perimeters p_r, and varying lengths of the reinforcement pulling zone l_p ranging from 50 to 150mm. This result is compared to the experimental value of the friction force F_{fr}^i (0.08 N) obtained with the device presented in section 3.

5.2.2. Discussion

Figure 13 depicts the calculated F_{max} values against mortar yield stress $\langle \tau_c \rangle$. It shows that using the heaviest rovings (NEG AR310S800 or ISOMATEX FILAVA 400TEX) does not raise concerns in most cases, except under 500 Pa

with low reinforcement pulling zone lengths. Oppositely, using the lighter AGY SCG75 roving (66 tex) is more constraining: High yield stress setting (600-800 Pa) and high pulling length are required.

Finally, this leads to the rather counter-intuitive conclusion that increasing the reinforcement ratio would either decrease or have no effect on the yield stress requirement:

- Increasing the reinforcement ratio by using heavier rovings yields a greater roving perimeter. Thus, other things being equal, the roving boundary surface exposed to mortar is larger, decreasing the yield stress requirement.
- Increasing the reinforcement ratio by reducing the output diameter or increasing roving count would not affect on this requirement, as the criterion applies to a single roving.

5.3. Reinforcement ratio and spacing between rovings

At the scale of the extruded section, which is reinforced with multiple rovings, the spacing between rovings should be considered for two reasons :

- To make sure that each fiber is surrounded by a volume of mortar providing impregnation and shear transfer.
- To allow the largest mortar grains to flow through the extruded section. Here, an absolute spacing criterion value can be defined, depending on the maximum grain size exhibited by the mortar granular skeleton.

5.3.1. Example of an extruded section with increasing roving count

To illustrate the purpose, Figure 14 shows an idealized drawing of a 10mm extruded section reinforced with Isomatex rovings. The reinforcement ratio is gradually increased from 10 to 20% by increasing roving count n. A consistent spacing distance, equivalent to the roving radius and about the average grain size of typical fine-grain sand (0.24mm) is maintained around rovings. The resulting spacing area is highlighted in red. The depicted roving arrangement does not

take into account the physical effects of extrusion and is only constrained by the spacing requirement.

- The 10% reinforced section shows sufficient space between rovings. In such a case, rovings can be considered independent.
- Increasing roving count up to a 15% reinforced section results in a denser arrangement, where the spacing criterion is still met.
- The 20% reinforced section approaches a density peak where no more rovings can be added while preserving consistent spacing. In such a case, it becomes insufficient to describe the yield stress requirement by a local criterion, as the mortar shear zones surrounding fibers may overlap. Moreover, it becomes evident that such a high reinforcement ratio would require the maximum grain size to be adapted.

In brief, considering a purely geometrical approach, this spacing criterion shows that reinforcement rates over 20% ultimately challenges the proposed theory, and call for the design of bespoke flow-based pultrusion mortars.

5.4. Reinforcement ratio effects on pressure drop

The flow-based pultrusion device adds up to an existing OLP printing device (See section 3) where the mortar is extruded by a pump regulating the mass flow rate. Indeed, increasing the pressure drop increases the pumping engine's work. If its capacity is exceeded, flow rate is not guaranteed and FBP requirements are not met (see the extrusion flow ratio-robot travel relation eq.1, section 2). A yield mechanism governs the flow of printed plastic mortars: once a critical shear stress τ_c is reached, mortar flows. In this section, a plasticity analysis is proposed to estimate the nozzle pressure drop P_{tot}, that is, the required pressure to initiate mortar flow in the FBP nozzle. The link between this process requirement and material reinforcement is investigated: Reinforcement ratio vs. Pressure drop estimations are given for the current device (see section 3) and future developments. Finally, results are compared with more restraining flow rate-dependence hypotheses.

5.4.1. Nozzle contribution to pressure drop

The flow-based pultrusion nozzle is a reducing pipe where pumping pressure should overcome shaping and frictional forces, like in a regular extrusion nozzle. Unlike regular nozzles, however, fibers are inserted and pulled by flow, which adds up to the total pressure requirement.

Let us detail shaping and frictional pressure drop contributions in the flow-based pultrusion nozzle :

- The shaping pressure P_{pl1} accounts for material strain in the reducing pipe section between mixing and pulling area,
- The wall friction P_{pl2} applying to mixing and pulling areas.

Material is supposed plastic and respecting the Tresca yield criterion, with elongational yield stress $\sigma = 2\,\tau_c$. Hence the ideal work equation for shaping a plastic material flow in a reducing circular pipe [17] yields the expression of P_{pl1}, with D and d being respectively input and output diameter :

$$P_{pl1} = \sigma\, \ln(\frac{D}{d}) \tag{10}$$

Supposing mortar exhibits a shear yield stress $\langle\tau_c\rangle$ in the reducing pipe (eq. 4) and according to the Tresca criterion, it yields :

$$P_{pl1} = 2\langle\tau_c\rangle\, \ln(\frac{D}{d}) \tag{11}$$

Replacing Tresca criterion with Von Mises criterion only implies that 2 in equation (11) should be replaced by $\sqrt{3}$. Using the Tresca criterion is then a conservative approach, appropriate for dimensioning purposes.

Considering a shear yield stress τ_c, and A being the cross-section area of the conduit and m its wall perimeter, the wall friction P_{pl2} can be defined according to force balance on a length l_p :

$$P_{pl2} = \tau_c\, l_p\, \frac{m}{A} \tag{12}$$

Assuming a circular conduit, it yields :

$$P_{pl2} = \tau_c \, \frac{4l_p}{d} \tag{13}$$

Yield stresses in mixing and pulling zone are respectively supposed equal to input yield stress τ_{c0} and $\langle \tau_c \rangle$. P_{pl2} is split in two contributions accounting for both zones with respective diameters D, d and lengths l_{mix}, l_p :

$$P_{pl2} = \tau_{c0} \, \frac{4l_m}{D} + \langle \tau_c \rangle \, \frac{4l_p}{d} \tag{14}$$

Hence the total shaping and frictional pressure drop contribution :

$$P_{pl} = P_{pl1} + P_{pl2} = 2\langle \tau_c \rangle \, \ln(\frac{D}{d}) + \tau_{c0} \, \frac{4l_m}{D} + \langle \tau_c \rangle \, \frac{4l_p}{d} \tag{15}$$

5.4.2. Fiber contribution to pressure drop

Fiber addition yields two contributions to the total pressure drop P_{tot} :

- Roving entries friction P_{mix} in the mixing area,
- The pressure P_{fr} needed to pull rovings.

The impregnation phase yields friction between the newly inserted fibers and the flowing mortar in the mixing zone. Considering a mixing area of a length l_{mix}, n being the roving count, τ_{c0} the input yield stress in the mixing area, and ϕ_f and d_f respectively the roving volumic ratio and diameter, P_{mix} is expressed according to force balance :

$$P_{mix} = \frac{4\tau_{c0} \, n \, \pi \, d_f \, l_{mix}}{(1 - \phi_f)\pi \, D^2} \tag{16}$$

Due to the low perimeter of rovings d_f (about 0.5mm) and the low yield stress value at mixing point τ_{c0}, needed to enhance impregnation, this contribution has little impact and can be neglected.

P_{fr} is the sum of forces F^i_{fr} needed to pull n fibers, divided by the cross section area of the pulling zone :

$$P_{fr} = \frac{4nF^i_{fr}}{\pi d^2} \tag{17}$$

Quantity	Value
τ_{c0} (Pa)	200
τ_{ce} (Pa)	1000
$\langle\tau_c\rangle$ (Pa)	600
D (mm)	30
d_f (mm)	30
l_{mix} (mm)	50
l_p (mm)	50
F_{fr}^i (N)	0.08

Table 3: Typical values for the pressure drop estimation.

5.4.3. Discussion on pressure drop contributions

The later graph gives the pressure drop against output diameter for P_{fr} and $Ppl1 + Ppl2$ contributions. As P_{fr} is dependent with the roving count n, the P_{fr} range between 10 and 100 rovings is highlighted. Yield stress and nozzle geometry are set to typical values shown in table 3. For our experimental device (10 rovings, for 1-2% reinforcement ratio) the contribution of rovings on pressure drop is not significative but prescribed by shaping and frictional contributions. However, roving counts above 50 (allowing to reach $\phi_f \geq 10\%$) increase P_{fr} contribution which becomes predominant in the 10-15mm diameter range. A pressure drop about 0,3 to 0,6 bar for 50 rovings, and above 1 bar for 100 rovings, appears within this 10-15mm range, which is of specific interest for flow-based pultrusion as allowing to achieve the highest reinforcement rates. Pressure drop continues growing significantly for diameters smaller than 10mm, which seems unadapted to the process. Oppositely, considering the larger diameter range commonly used for unreinforced printing (15-20mm) the pressure drop is much less significative : the $P_{pl1} + P_{pl2}$ contribution converges to a plateau of 0.2 bar, and the pressure drop range of variable P_{fr} reduces from 0.6 bar (100 rovings, ø15mm) to values approaching zero.

5.4.4. Total pressure drop and application to the present setup

P_{mix} being negligible, the total pressure drop P_{tot} of flow-based pultrusion is the sum of P_{pl1}, P_{pl2} and P_{fr} contributions :

$$P_{tot} = P_{pl1} + P_{pl2} + P_{fr} = 2\langle\tau_c\rangle \ln(\frac{D}{d}) + \tau_{c0}\frac{4l_m}{D} + \langle\tau_c\rangle\frac{4l_p}{d} + \frac{4nF^i_{fr}}{\pi d^2} \quad (18)$$

To rely the calculations to our present setup, a pressure threshold accounting for its technological limitations is prescribed. As not to exceed the pump capacity, let us define a 1 bar threshold on the pressure drop due to the FBP device P_{tot}.

The graph 16 shows the total pressure drop P_{tot} against output diameter. For the existing device shown in section 3, the pressure drop curve for $n = 10$ rovings is under 1 bar. Indeed $n = 10$ is the maximum capacity of this device. Since this capacity will evolve with technological developments, considering higher n values gives a perspective view on the pressure drop limitation. For example, using the smallest output diameter (10mm, see section 5.1) the maximal roving count achievable below the 1 bar threshold is 55.

5.4.5. Achievable reinforcement ratios and specifications

Figure 17 gives an overview of achievable reinforcement ratios with respect to pressure drop, roving count and output diameter. Roving type is ISOMATEX Filava 400 Tex, so to maximize reinforcement ratio (see 5.1). Two ranges of output diameter stand out by their pressure drop levels and achievable rates. The range of typical output diameters for unreinforced printing (15-20mm) yields lower pressure drops and reinforcement ratios about 5% as a maximum. The smaller 10-15mm diameter range would allow 10% reinforcement rates but is more challenging from the process point of view as the pressure drop increases drastically. For example, 11% reinforcement ratio is obtained with 55 Isomatex rovings and a ø10mm nozzle. Looking forward, increasing the pressure drop threshold to 1.5 bar would allow 100 rovings and ratio about 20%.

5.5. Flow velocity effects on pressure drop

Moving beyond the requirements to initiate the flow, let us consider the process under steady-state flow conditions. The pressure drop is also flow-velocity-dependant and this must be investigated. Several approaches permit to estimate this effect, and Benbow and Bridgwater for instance proposed in [18] such a model. It derives from the plastic shaping (eq. 10) and friction (eq. 13) pressure drops with added velocity-dependent terms. Empirical parameters are obtained from paste extrusion tests where the input pressure is measured. Apparent elongational yield stress σ is split in two contributions: σ_0 the elongation yield stress when the velocity tends to zero, plus a term involving the flow velocity V and a fitting coefficient α. Similarly, the apparent wall shear stress is split in a wall shear yield stress τ_0, and a term function of flow velocity V and coefficient β. The new pressure drop expression, P_{BB} is, as follow:

$$P_{BB} = 2(\sigma_0 + \alpha V)\ln(\frac{D}{d}) + (\tau_0 + \beta V)\frac{4L}{d} \tag{19}$$

V depends on known process parameters : the pump-regulated mortar mass flow rate Q, mortar density ρ and output diameter d :

$$V = (Q/\rho)/((\pi\, d^2)/4) \tag{20}$$

In eq. 19, the relationship is supposed linear. However, the experiments rather highlight a non-linear influence of the flow velocity on the pressure drop. Hence a better fit may be found by using a six-parameters form of the Benbow-Bridgwater equation [19], where exponents n and m are introduced and have to be identified :

$$P_{BB} = 2(\sigma_0 + \alpha V^n)\ln(\frac{D}{d}) + (\tau_0 + \beta V^m)\frac{4L}{d} \tag{21}$$

This model has been successfully used to describe the extrusion behaviour of various pasty materials [19] [20]. Figueiredo et al. [21] provided the Benbow-Bridgwater equation parameters of a smooth mortar of consistency comparable

Name	α (KPa.s/mm)	β (KPa.s/mm)	σ_0 (KPa)	τ_0 (KPa)	m	n
YVA1	0,41	0,18	4,08	0,74	0,17	0,37

Table 4: Benbow-Bridgwater parameter values extracted from [21].

to a mortar as used in our application. Table 4 lists the parameter values of interest, extracted from [21].

A comparison between such velocity-dependant pressure drop estimation P_{BB} and P_{pl} (no velocity-dependency, equation 15) is given in figure 18 for different mass flow rate Q. Q and V are linked by eq. 20. For $Q = 0$ the two approaches are equivalent but P_{BB} pressure drop increases drastically, up to 1 bar for $d = 10$ mm and $Q = 50$ g/s.

This aspect has to be keep in mind for further industrial developments.

6. Conclusion

The technology and process specifications of a new reinforcement process applied to concrete 3D printing, called Flow-Based Pultrusion, have been presented. The ambition of the process is to provide an efficient reinforcement method for concrete additive manufacturing, able to reach high levels of reinforcement (2-10%) to obtain good mechanical properties. Main contributions are :

- The technical description of a first experimental apparatus for flow-based pultrusion, and a first experiment with 0.2% reinforcement ratio using 400 Tex Glass and Basalt rovings validating the theoretical framework and technology.

- The effects of reinforcement ratio on process parameters as yield stress, pressure drops or velocity effects are investigated to propose first specifications and first prescriptions for an operational and efficient flow based pultrusion process: ratios up to 2% seem achievable with the present setup

and rovings, and could ideally go up to 20% with further technological development.

Future works will continue to develop and improve the process, to investigate the potential of Flow-Based Pultrusion, and the new possibilities for the 3D printing process itself. Indeed the drastically increasing consistency of the fresh lace, even with few fibers (0,2%), permits a more easy handling and avoids avalanche and slug effects during the printing. Many new ways of printing are thinkable with such an intimately reinforced fresh lace, as cantilever or steep situations. Of course, the mechanical behaviour of the resulting anisotropic concrete is also studied. First tension and bending tests investigate the effects on ductility and ultimate strength. The first results show that the results depend highly on the mortar yield stress during the mixing. This parameter has a high influence on the interface quality between fibers and matrix and consequently, on the kind of shear transfer (stiff or soft) between them, as shown in previous studies [22]. This is of utmost interest for flow-based pultrusion, as yield stress is finely tunable anytime through the addition of additives. Confirmation of these results would open avenues towards novel additive manufacturing optimization strategies, by providing not only bespoke geometry but also bespoke material properties.

7. Acknowledgements

This work was funded by Labex MMCD (MultiScale Modelling and Experimentation of Materials for Sustainable Construction), which benefits from French government grants managed by the French National Research Agency ANR within the frame of the national program Investments for the Future (grant no. ANR-11-LABX-022-01), and by Ecole des Ponts ParisTech and its technological platform Build'in which benefits from Région Ile-de-France financial support (SESAME PIA3) . The authors also acknowledge the fruitful collaboration with XTreeE, technology provider of the extruder and HAL Robotics for joined software development for robotic control.

References

[1] D. Asprone, C. Menna, F. P. Bos, T. A. M. Salet, J. Mata-Falcón, W. Kaufmann, Rethinking reinforcement for digital fabrication with concrete, Cement and Concrete Research 112 (2018) 111–121. doi:10.1016/j.cemconres.2018.05.020.

[2] S. Lim, R. A. Buswell, T. T. Le, S. A. Austin, A. G. F. Gibb, T. Thorpe, Developments in construction-scale additive manufacturing processes, Automation in Construction 21 (2012) 262–268. doi:10.1016/j.autcon.2011.06.010.

[3] G. Vantyghem, W. De Corte, E. Shakour, O. Amir, 3D printing of a post-tensioned concrete girder designed by topology optimization, Automation in Construction 112 (2020) 103084. doi:10.1016/j.autcon.2020.103084.

[4] F. P. Bos, Z. Y. Ahmed, E. R. Jutinov, T. A. M. Salet, Experimental Exploration of Metal Cable as Reinforcement in 3D Printed Concrete, Materials (Basel, Switzerland) 10 (11) (Nov. 2017). doi:10.3390/ma10111314.

[5] T. Marchment, J. Sanjayan, Mesh reinforcing method for 3D Concrete Printing, Automation in Construction 109 (2020) 102992. doi:10.1016/j.autcon.2019.102992.

[6] V. Mechtcherine, A. Michel, M. Liebscher, T. Schmeier, Extrusion-based additive manufacturing with carbon reinforced concrete: Concept and feasibility study, Materials 2020 13 (2020) 2568. doi:10.3390/ma13112568.

[7] M. Hambach, Portland cement paste with aligned carbon fibers exhibiting exceptionally high flexural strength (> 100MPa), Cement and Concrete Research (2016) 7.

[8] B. Zhu, J. Pan, B. Nematollahi, Z. Zhou, Y. Zhang, J. Sanjayan, Development of 3D printable engineered cementitious composites with ultra-high tensile ductility for digital construction, Materials & Design 181 (2019) 108088. doi:10.1016/j.matdes.2019.108088.

[9] R. Matsuzaki, M. Ueda, M. e. a. Namiki, Three-dimensional printing of continuous-fiber composites by in-nozzle impregnation, Scientific Report 6 (2016). doi:10.1038/srep23058.

[10] N. Ducoulombier, L. Demont, C. Chateau, M. Bornert, J. Caron, Additive manufacturing of anisotropic concrete – a flow-based pultrusion of continuous fibers in a cementitious matrix., Procedia Manufacturing 47 (2020) 1070–1077. doi:10.1016/j.promfg.2020.04.117.

[11] N. P. Roussel, Rheological requirements for printable concretes, 2018. doi:10.1016/j.cemconres.2018.04.005.

[12] R. Duballet, Systèmes constructifs en fabrication additive de matériaux cimentaires, Ph.D. thesis (Sep. 2019).

[13] P. Carneau, R. Mesnil, N. Roussel, O. Baverel, Additive manufacturing of cantilever - from masonry to concrete 3d printing, Automation in Construction (2020).

[14] R. N., A thixotropy model for fresh fluid concretes: Theory, validation and applications, Cement and Concrete Research 36 (2016) 1797–806. doi:https://doi:10.1016/j.cemconres.2006.05.025.

[15] N. Roussel, P. Coussot, "Fifty-cent rheometer" for yield stress measurements: From slump to spreading flow, Journal of Rheology 49 (May 2005). doi:10.1122/1.1879041.

[16] N. Ducoulombier, P. Carneau, R. Mesnil, J.-F. Caron, N. Roussel, "the slug test": Inline assessment of yield stress for ex-trusion-based additive manufacturing, in: Second RILEM International Conference on Concrete and Digital Fabrication – Digital Concrete 2020, 2020.

[17] C. R. Calladine, Plasticity for Engineers: Theory and Applications, reprint Edition, Ellis Horwood Series in Engineering Science, Horwood [u.a.], Chichester, 2000, oCLC: 816471643.

[18] J. J. Benbow, E. W. Oxley, J. Bridgwater, The extrusion mechanics of pastes—the influence of paste formulation on extrusion parameters, Chemical Engineering Science 42 (9) (1987) 2151–2162. doi:10.1016/0009-2509(87)85036-4.

[19] J. J. Benbow, S. H. Jazayeri, J. Bridgwater, The flow of pastes through dies of complicated geometry, Powder Technology 65 (1) (1991) 393–401. doi:10.1016/0032-5910(91)80201-S.

[20] X. Zhou, Z. Li, Characterization of rheology of fresh fiber reinforced cementitious composites through ram extrusion, Materials and Structures 38 (1) (2005) 17–24. doi:10.1007/BF02480570.

[21] S. Chaves Figueiredo, C. Romero Rodríguez, Z. Y. Ahmed, D. H. Bos, Y. Xu, T. M. Salet, O. Çopuroğlu, E. Schlangen, F. P. Bos, An approach to develop printable strain hardening cementitious composites, Materials & Design 169 (2019) 107651. doi:10.1016/j.matdes.2019.107651.

[22] N. Ducoulombier, C. Chateau, M. Bornert, J.-F. Caron, P. Aimedieu, T. Weitkamp, J. Perrin, A. King, M. Scheel, X-ray tomographic observations of microcracking patterns in fibre-reinforced mortar during tension stiffening tests, Strain (2020) e12347doi:10.1111/str.12347.
URL http://doi.wiley.com/10.1111/str.12347

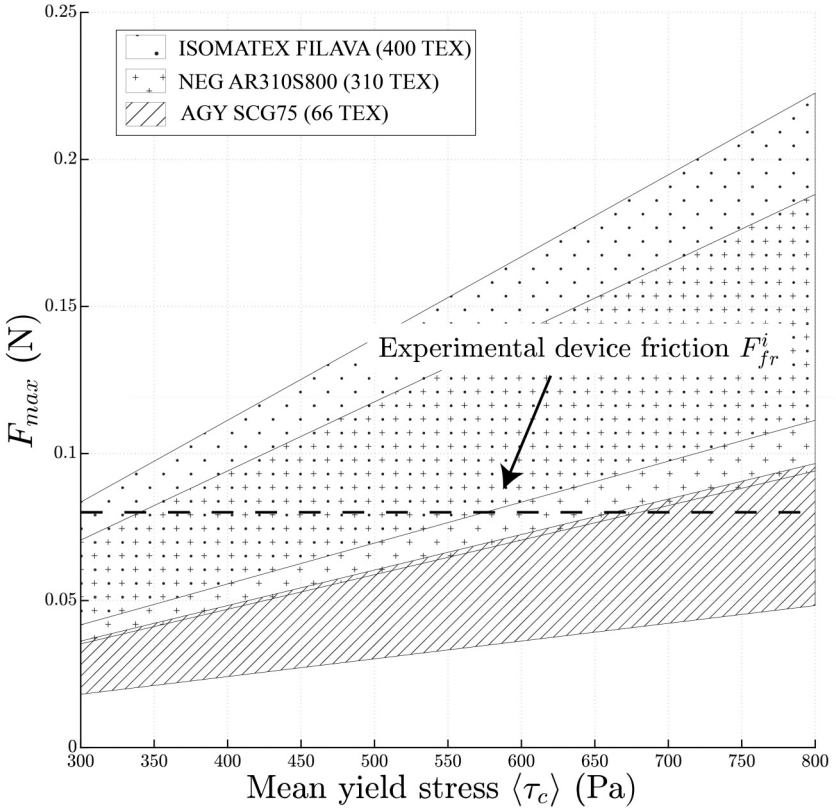


Figure 13: Graph of F_{max} against $\langle \tau_c \rangle$. For each roving type, hatched regions depict the F_{max} range depending on reinforcement pulling zone length l_p, ranging from 100 to 200mm. As F_{max} should be greater than F_{fr}^i to allow FBP, the experimental value of F_{fr}^i is shown for comparison.

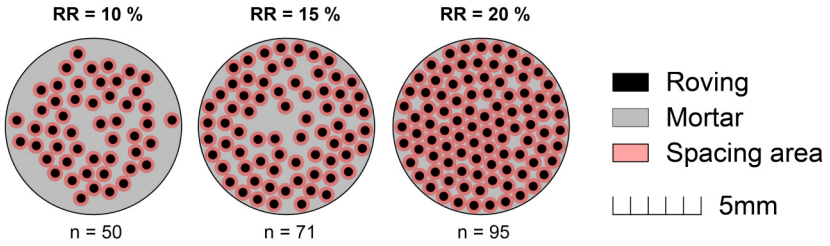


Figure 14: Schematic of a 10mm diameter extruded lace with different reinforcement ratios (RR) using Isomatex Filava 400 tex rovings (0.46mm diameter) and varying roving count (n). In order to allow flow-based pultrusion, rovings need to be surrounded with mortar providing shear transfer.

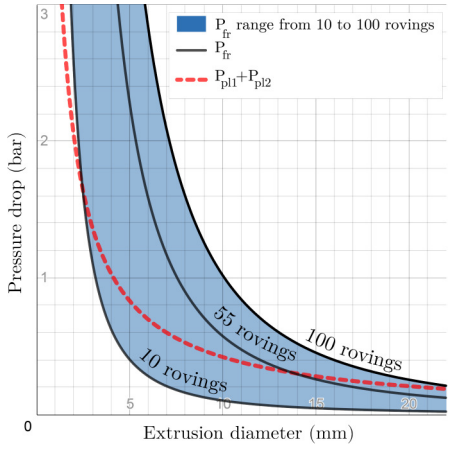


Figure 15: Pressure drop contributions (bar) of P_{fr} and $P_{pl1}+P_{pl2}$ against output diameter (mm) for 10 to 100 rovings.

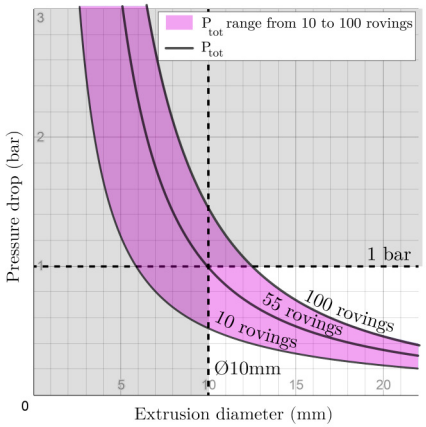


Figure 16: Total pressure drop P_{tot} against output diameter (mm) for 10 to 100 rovings. The maximum achievable roving count of 55 rovings using a ø10mm nozzle and pressure threshold of 1 bar is highlighted.

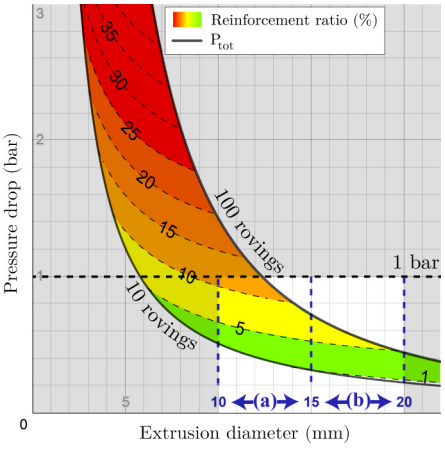


Figure 17: Map of achievable reinforcement ratios within a range of 10 to 100 rovings, against pressure drop and output diameter.

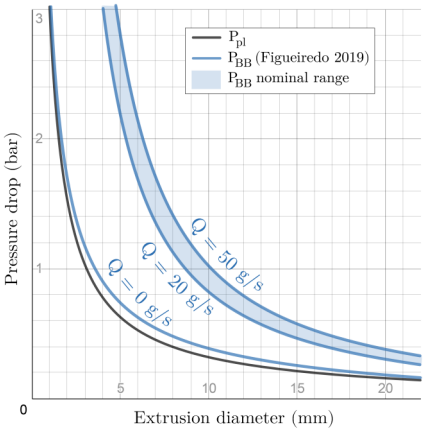


Figure 18: Pressure drop against output diameter for the velocity-independent case P_{Pl} and the velocity-dependant one P_{BB}. Parameter values from table 4, extracted from [21]. Flow rates between 20 and 50 g/s, $l_p = 100$mm.

2.2 Contributions additionnelles

Dans cette Section, nous décrivons des contributions additionnelles à la mise au point du procédé, postérieures à la publication de l'article présenté dans la dernière Section. La première Sous-Section abordera l'évolution du seuil de cisaillement à l'intérieur du nez, nous verrons ensuite dans une deuxième la force de tirage exercée par le flux du mortier. Nous aborderons enfin les améliorations effectuées sur le dispositif de pultrusion interne à la suite de ces expériences, ainsi que l'étude du comportement au jeune âge du cordon extrudé.

2.2.1 Evolution du seuil de cisaillement à l'intérieur du nez

Dans cette Sous-Section nous décrivons une campagne expérimentale qui vise à mieux comprendre l'évolution du seuil de cisaillement du mortier à l'intérieur de la tête d'impression. En effet on l'a vu, ce paramètre est critique pour l'imprégnation et le tirage des fibres. En première approximation et comme nous l'avons vu dans la Section précédente, on fait l'hypothèse que ce seuil évolue linéairement au cours de son trajet dans la buse, et que le seuil de tirage est égal à la moyenne du seuil d'entrée (mesuré avant l'entrée du mortier dans le système d'impression et l'ajout d'additif) et de sortie (mesuré en sortie de nez à l'aide d'un slugs-test) du mortier imprimé.

Du point de vue du tirage des fibres, l'utilisation de ce critère donne des résultats satisfaisants lors des expériences de pultrusion interne. Néanmoins, il impose souvent de programmer un seuil de sortie élevé, en particulier lorsqu'il faut compenser un seuil d'entrée faible. Or pour assurer un fonctionnement fiable sur la durée du procédé, baisser au maximum le seuil de sortie est préférable en raison du risque de bouchon. De plus, le choix du dosage d'accélérant qui modifie le seuil de sortie joue aussi sur d'autres paramètres et devrait préférablement être défini par les contraintes de l'impression bicomposant. En effet, à cet égard un seuil de sortie trop élevé peut dégrader la qualité du cordon qui prend un aspect fissuré. De plus le dosage d'accélérant modifie aussi le taux de structuration du mortier, qui peut se retrouver trop élevé par rapport au temps par couche et causer des défauts structuraux entre les boudins, appelés joints froids (voir Chapitre 1). Pour abaisser de manière raisonnable le seuil de sortie, il est donc nécessaire de comprendre plus précisément comment les propriétés rhéologiques du mortier évoluent à l'intérieur du nez suite à l'ajout d'additif, car ce phénomène détermine les conditions de l'imprégnation et du tirage des renforts.

A cette fin, nous avons donc réalisé deux types d'expériences : une expérience in situ avec le robot, et une expérience de table avec un mélangeur simple. Nous commençons par

l'expérience in situ : afin d'identifier l'évolution du seuil de cisaillement à l'intérieur de la buse, nous réalisons une série de tests de goutte (slugs-test) sur le système d'impression échelle 1 du Build'In Lab, en faisant varier la longueur de la buse. Le débit de la pompe étant gardé constant, l'augmentation de la longueur de la buse augmente le temps de transport du matériau dans la conduite d'extrusion après l'ajout de l'additif accélérant. Ainsi, on peut observer la relation entre le seuil de cisaillement mesuré en sortie avec les gouttes τ_{cr} et le temps de transport du matériau dans la buse.

Avant le test de goutte à proprement parler, le matériau est cisaillé dans la conduite en raison de la pression exercée par la pompe : il est dans un état non statique, dit de conditions dynamiques d'extrusion. Le mortier étant de nature thixotrope, c'est à dire que son comportement dépend de l'historique de sollicitation, ces conditions de sollicitation bien particulières auront donc un impact sur l'évolution du seuil qui sera certainement différente de celle que l'on pourra observer sur un boudin imprimé mis au repos. On notera d'ailleurs que le passage dans la réduction de diamètre en sortie cisaille également le matériau, c'est pourquoi cet effet doit être limité en utilisant une réduction de diamètre (et donc une taille de nez) raisonnable si l'on veut que l'état du matériau et de sa microstructure se rapproche le plus possible de celui à l'intérieur de la conduite. Le test ne peut pas être conduit sans cette réduction car sinon la séparation de goutte peut avoir lieu à l'intérieur de la conduite, où les conditions aux limites ne sont pas maîtrisées. En raison de ce recisaillement, l'essai donne donc une mesure indirecte, probablement légèrement sous-estimée de l'évolution réelle à l'intérieur du nez, en raison de cette inéluctable déformation additionnelle et finale dûe à la réduction de diamètre. Nous verrons alors qu'après une forte augmentation initiale du seuil de sortie par rapport au seuil d'entrée sans accélérant, le seuil mesuré avec ces tests de goutte en série augmente très légèrement avec la longueur de la buse : son évolution semble donc se faire en deux phases, une première phase de croissance rapide suggérée par la première mesure de la série, et une deuxième phase de croissance plus lente et plus stable que l'on observe en réalisant les tests de goutte à différentes longueurs.

Afin de confirmer l'observation de cette relative stabilité du matériau après un gain de seuil très rapide suite à l'ajout d'accélérant, une seconde expérience complémentaire a été réalisée avec des outils de laboratoire. L'objectif est d'observer plus en détail l'évolution de la rhéologie à l'étape de l'ajout et du mélange de l'additif, que l'on ne peut pas observer avec les gouttes. A cette fin, on fait une expérience de table à l'aide d'un mélangeur de table qui modélise l'étape du mélange dans la buse. Nous l'instrumentons avec un wattmètre, et nous réalisons une gâchée-type puis l'ajout d'une dose d'accélérant en suivant l'évolution de la consommation électrique de l'appareil, ce qui donne une information qualitative sur l'effort de malaxage, cette propriété étant liée à la rhéologie du matériau, et suivie en fonction du temps. Ce protocole original s'inspire du suivi de

l'homogénéisation du mélange de mortiers ou de bétons dans les malaxeurs en mesurant la puissance électrique [25].

Nous décrirons donc dans la première partie de cette Sous-Section l'expérience des gouttes, puis dans une seconde les mesures de table.

2.2.1.1 Mesure de l'évolution du seuil de cisaillement à l'intérieur de la buse via le Slug-Test

Notre première expérience vise donc à mesurer l'évolution du seuil de cisaillement à l'intérieur de la buse, en réalisant des séries de tests de goutte. Cette technique rhéométrique permet de mesurer le seuil de cisaillement du matériau en sortie de buse. Le débit étant gardé constant, nous changeons la longueur de la buse afin de modifier le temps de transport du matériau dans la conduite d'extrusion.

Le test de gouttes, ou *slugs-test*, repose sur l'observation de la séparation du fluide en gouttes à la sortie de la buse [20]. La particularité de cet essai est que le matériau ne part pas d'un état au repos, mais se situe plutôt dans un état transitoire post-extrusion où la microstructure a déjà été altérée par la mise en écoulement du matériau dans la conduite et sa mise en forme par le passage dans le "nez" de la buse, où le diamètre se réduit. L'état de la microstructure n'est donc pas connu à priori et dépendra du taux de cisaillement, qui dépend à la fois du type d'écoulement (écoulement bouchon, le cisaillement de la pâte est localisé aux parois de la conduite, ou écoulement Poiseuille c'est à dire que le cisaillement est réparti sur toute la section de matériau) et de la vitesse d'extrusion. Lorsque l'on utilise un débit et une taille de buse typique des conditions réelles d'impression, la formation des gouttes est alors assez rapide : re-cisaillé par son écoulement dans la conduite, la microstructure interne du matériau est dans un état proche de celui dans lequel il se trouvait avant extrusion. On peut donc faire l'hypothèse que le matériau apparaît en sortie de la buse dans un état de référence proche des conditions dynamiques de l'extrusion, et qu'en variant la longueur du nez cet essai donnera un bon aperçu du seuil dynamique de la pâte lorsqu'elle est à l'intérieur de la conduite, propriété importante pour le fibrage. Au contraire, des conditions d'extrusion très lentes, quasi statiques, peuvent permettre d'observer des phénomènes de structuration quasi similaires à ceux observables pour le matériau à l'état statique. Cela est dû au fait que le taux de cisaillement est bien moindre, la microstructure est donc moins endommagée et peut évoluer plus facilement.

En dehors de la structuration du mortier (et donc de la thixotropie), le taux de cisaillement influe également sur le seuil que l'on peut mesurer. Cela est expliqué par les notions de seuil statique et dynamique, illustrées sur la Figure 2.1 qui représente le

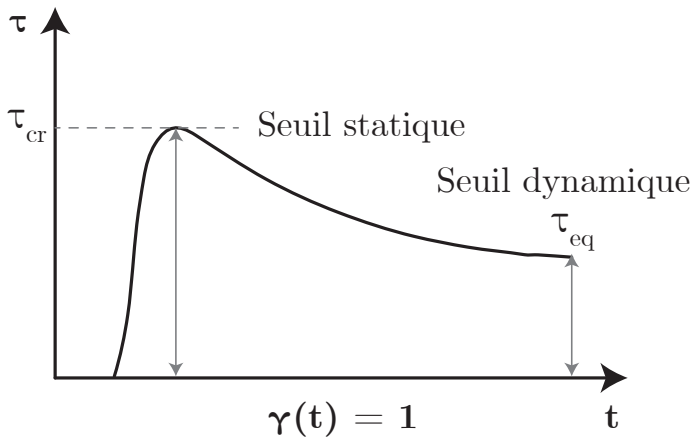


FIGURE 2.1 – Evolution de la contrainte de cisaillement τ à un taux de cisaillement faible et constant, mettant en évidence un seuil statique τ_{cr} et dynamique τ_{eq}. Figure reprise et modifiée d'après [65].

graphe contrainte-temps d'un fluide à seuil déformé à une vitesse faible et constante. On y voit un premier pic de contrainte qui définit la transition solide-liquide du matériau : le seuil de contrainte τ_{cr}, ou seuil statique, correspond à cette limite. Pour les matériaux cimentaires, cette transition est liée à la destruction d'une microstructure interne qui permettait jusqu'alors de résister au chargement et donnait au matériau son comportement solide. Une fois cette microstructure détruite, le matériau passe à un état d'écoulement viscoplastique qui est ici maintenu par une déformation suffisante. En rhéologie, la vitesse de déformation est reliée au taux de cisaillement γ qui constitue ici la variable de référence. Pour un taux de cisaillement γ suffisamment faible, et constant ($\gamma(t) = 1$) comme c'est ici le cas, les effets visqueux sont négligeables et on voit que la courbe décroît et se dirige vers un plateau : l'écoulement atteint un régime quasi-parfaitement plastique sans composante visqueuse. A ce stade, la microstructure interne du matériau est entièrement détruite et la contrainte résiduelle dûe à l'écoulement τ_{eq} est ce que nous appellerons le seuil dynamique.

Le seuil de contrainte qui sera effectivement mobilisé pour l'imprégnation et le tirage des fibres va donc dépendre de l'état de la structure interne du mortier. Cette structure est détruite lors de la mise en écoulement du matériau dans les conditions normales d'extrusion dans la buse, qui se trouve alors dans un état dit défloculé. Le seuil de cisaillement réel du matériau en sortie de buse sera donc certainement compris entre ces deux valeurs asymptotiques de seuil statique et dynamique.

Décrivons le dispositif expérimental. Une buse modulaire à longueur variable a été montée sur la tête d'impression *XtreeE* installée au sein de la cellule d'impression 3D robotisée du Build'In Lab (Figure 2.2). Les modules ralonge sont assemblés dans la continuité de la buse d'extrusion, juste après la zone de mélange et de dispersion de l'additif accélérant.

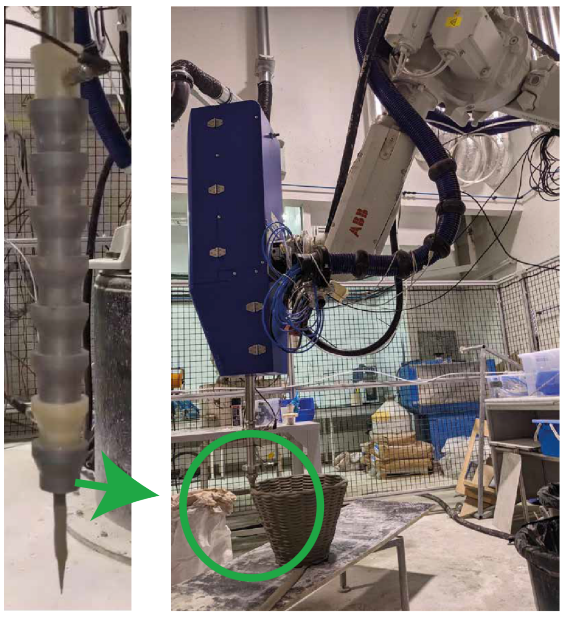


FIGURE 2.2 – (a) Buse modulaire pour essais de goutte à différentes longueurs, ici 6 rallonges grises (b) Vue d'ensemble du dispositif d'impression avec emplacement de la buse modulaire.

Ces rallonges ont le même diamètre que la conduite, et on assemble au bout de ces rallonges une buse typique avec réduction de diamètre, ce qui est indispensable pour réaliser le test de goutte, autrement on l'a dit la séparation en goutte peut avoir lieu à l'intérieur de la conduite et les conditions aux limites de l'essai ne sont pas maîtrisées.

Le protocole est le suivant. Premièrement le système d'impression est mis en route avec un mortier imprimable *Lafarge NAG3* et un accélérant de type aluminium sulphate. Un chronomètre est démarré pour suivre le temps ouvert du mortier, qui est d'environ 45 minutes. En effet la fin du temps ouvert amène des changements rhéologiques importants qui peuvent biaiser les résultats, et la mesure ne doit pas être poursuivie au delà. Une fois la gâchée préparée après avoir versée la phase liquide (eau+superplastifiant) et mélangé l'ensemble 6 min dans le malaxeur, on estime le seuil d'entrée du matériau dans le système à l'aide d'un test d'étalement au minicône (*slump test*). Une fois l'extrusion démarrée à un dosage d'accélérant choisi, une série de tests de goutte est réalisée en modifiant à chaque fois la longueur de la buse.

Nous avons ainsi réalisé trois séries expérimentales dont les résultats sont présentés dans la Figure 2.3, qui représente le seuil de cisaillement mesuré en fonction du temps de transport dans la buse. Il est d'abord mesuré en entrée à l'aide d'un *slump test* : Les points issus de ces mesures antérieures à l'entrée du matériau dans le système sont représentés au point d'abscisse 0. On constate que le matériau obtenu initialement à l'issue du mélange présente une certaine variabilité, en raison de la différence entre les

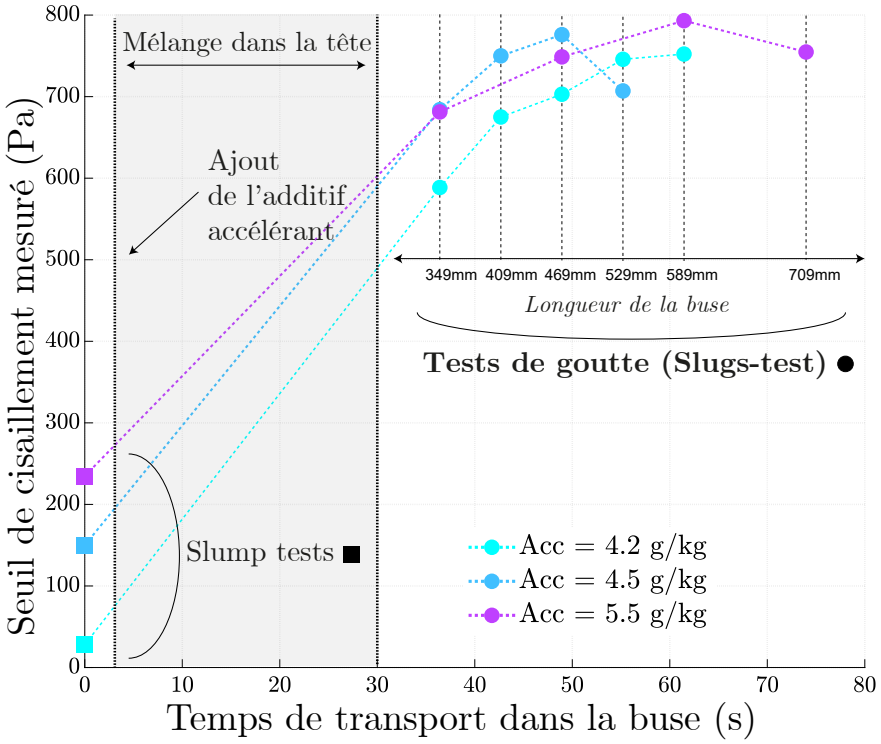


FIGURE 2.3 – Graphe du seuil de cisaillement du mortier en fonction de son temps de transport dans le système d'impression, mesuré avant son entrée à l'aide de tests d'étalement puis en sortie à l'aide de tests de goutte en utilisant des longueurs de buse variables.

valeurs obtenues, bien que la composition soit identique. Le matériau transite ensuite dans la buse jusqu'à l'ajout de l'additif accélérant, et se trouve mélangé en ligne pendant une durée légèrement inférieure à 30 secondes. Cette phase est représentée par la zone grisée sur le graphique. On peut ensuite commencer à mesurer les propriétés en sortie de buse dès environ 35 secondes de transport mélange inclus, en utilisant une buse de 349 mm. L'expérience est menée à débit constant et l'utilisation de buses plus longues (409, 469mm...) en ajoutant des rallonges permet d'augmenter le temps de transport.

Les trois séries ont été menées à des dosages d'accélérant légèrement croissants et similaires (4.2, 4.5 et 5.5 g/kg). L'effet de l'accélérant est immédiatement notable après un faible temps de transport, l'augmentation du seuil mesuré entre les *slump tests* et le premier test de goutte est importante. On constate ensuite qu'en augmentant la longueur de la buse et donc le temps de transport, le seuil apparent en sortie augmente plus lentement. Le taux de structuration apparent en conditions dynamiques, c'est à dire l'augmentation du seuil de cisaillement mesuré avec les gouttes par rapport au temps de transport est ici légèrement croissant, de l'ordre de 5 Pa/s. Cela est bien moindre que le taux de structuration réel du matériau que l'on peut observer au repos après son impression, on le verra dans le Chapitre 4. Cela tend à indiquer que l'additif accélérant a une action plutôt rapide à l'intérieur de la buse et que les propriétés d'écoulement

du mortier accéléré sont relativement stables ensuite. Cela est un bon point pour assurer une imprégnation homogène des fibres avec notre procédé Flow-Based Pultrusion. Cela montre également que l'imprégnation des fibres doit être réalisée le plus en amont possible dans la conduite car le mortier y aura le seuil le plus faible possible, optimisant l'imprégnation. Néanmoins si cette évolution rapide puis lente est avérée, la fenêtre temporelle d'imprégnation optimale des fibres est très réduite, et est peut-être même déjà dépassée lorsque l'accélérant est en cours de mélange. Il n'est donc pas forcément nécessaire de prendre en compte le seuil d'entrée lors du calcul du seuil d'imprégnation des renforts, mais plutôt de l'estimer à partir du seuil de sortie. On notera par ailleurs que cette évolution lente permet d'allonger le nez quand nécessaire pour réaliser des parcours complexes, sans qu'il y ait de problèmes de structuration prématurée du matériau dans la buse. Enfin, lors de cette expérience on constate que le dosage d'accélérant ne change pas clairement la valeur du seuil en sortie de buse. Cela est probablement dû au fait que les dosages testés (de 4.2 à 5.5 g/kg) se situent dans une fourchette de dosage faible à moyen, et que vu les différences de valeurs obtenues aux *slump tests* initiaux les trois gâchées semblent avoir des propriétés variables. Il serait donc intéressant de réitérer l'expérience à des dosages plus élevés d'accélérant, et idéalement à partir d'une même gâchée de matériau pour éviter l'influence de la variabilité initiale.

2.2.1.2 Suivi de la puissance utilisée par un malaxeur de table lors de l'ajout d'additif

Les résultats de mesure in situ du seuil de sortie en variant la longueur de la buse laissent donc penser que l'additif accélérant a une action rapide, et que le seuil dynamique du matériau accéléré dans la conduite se stabilise rapidement en devenant légèrement croissant suite à une importante augmentation initiale. Comparons maintenant ces observations à des mesures réalisées sur paillasse, à l'aide d'un malaxeur équipé d'un wattmètre. Ce type de dispositif a déjà été proposé par *Cazacliu* [25] pour le suivi du malaxage de gâchées de béton autoplaçants à consistance très fluide. Lors du malaxage initial, en effet différentes phases peuvent être observées sur la courbe puissance-temps donnée par le wattmètre. Après une première phase de mélange "à sec", la phase liquide du mélange est mise en contact avec les espèces sèches et poudreuses dans le malaxeur. Cette phase liquide se disperse en gouttes qui sont rapidement recouvertes par les particules sèches, menant à la formation de granules macroscopiques dans le mortier. A ces stades, l'énergie dissipée par le mélange est essentiellement dûe au frottement entre grains solides. La suite du processus de malaxage mènera finalement à la dissolution de ces granules en une suspension granulaire homogène, au comportement macroscopique de fluide à seuil : l'énergie dissipée sera liée aux propriétés rhéologiques de la pâte, viscosité et seuil de

cisaillement. Une limitation essentielle est qu'ici le comportement de la pâte doit rester fluide, et non pas fissurant, ce qui peut devenir le cas pour des dosages d'accélérant très élevés. La dynamique de réaction de l'additif accélérant avec un mélange homogène peut donc certainement être observée dans ces conditions, si le changement de consistance n'est pas excessif. Des paramètres intrinsèques au mélangeur (géométrie des pales, type de motorisation et mécanique) influeront sur la puissance utilisée et varieront d'une machine à l'autre, d'où le caractère qualitatif de cette expérience que nous allons mener en préparant une pâte de mortier imprimable dans un malaxeur de table. Une fois que celle ci aura atteint un état homogène, qui pourra être constaté visuellement par la texture du mortier mélangé et par la stabilité du signal du wattmètre, nous ajouterons une dose d'additif accélérant.

Décrivons le protocole. Nous préparons des gâchées type d'un mortier imprimable *Lafarge NAG3*, formulées avec différents dosages d'additif superplastifiant (SP), à l'aide d'un mélangeur Hobart N50 instrumenté avec un wattmètre pour mesurer l'énergie électrique utilisée. Le mélange eau+SP est ajouté en filet continu durant 30 secondes à la poudre malaxée, puis l'ensemble est malaxé à vitesse lente durant 6 minutes supplémentaires pour atteindre un état homogène. On laisse le matériau en mélange et une dose fixe (4mL/kg) d'additif accélérant de type aluminium sulphate, comme utilisé dans le système d'impression, est ajoutée 5 minutes plus tard. La puissance utilisée par le malaxeur est enregistrée durant toute la procédure. Afin de comparer ces valeurs qualitatives de puissance à des propriétés rhéologiques, le seuil de cisaillement de la pâte avant et après l'ajout d'additif est mesuré à l'aide d'un test d'étalement au minicône.

Les résultats de cette expérience sont présentés dans la Figure 2.4. Les courbes représentent la puissance utilisée par le malaxeur en fonction du temps, chacune correspondant à une gâchée préparée avec un dosage de superplastifiant différent. Le temps qui correspond à l'ajout de l'accélérant dans le mélange est également indiqué.

On constate qu'en général, avant l'ajout de l'accélérant ces courbes suivent une allure à peu près constante et que la puissance utilisée baisse en augmentant la quantité de superplastifiant. Cela peut être expliqué par le fait que le superplastifiant réduit le seuil de cisaillement et la viscosité du mortier, et ces propriétés matériau ont un effet sur l'énergie nécessaire qui doit être fournie par le mélangeur lors du malaxage. Cela est d'ailleurs bien corrélé avec les valeurs de seuil au minicône mesurées avant l'ajout de l'accélérant et présentées dans le tableau imbriqué en bas à droite toujours sur la Figure 2.4, qui baissent lorsque l'on augmente le dosage de superplastifiant. Par exemple lorsque l'on a un dosage de superplastifiant de 2.8g pour 1 kg de poudre, une puissance utilisée d'environ 0.065 kW et un seuil τ_0 de 635 Pa avant l'ajout d'additif. Avec 4.5 g/kg, la puissance et le seuil sont plus faibles, respectivement environ 0.05 kW et 193 Pa.

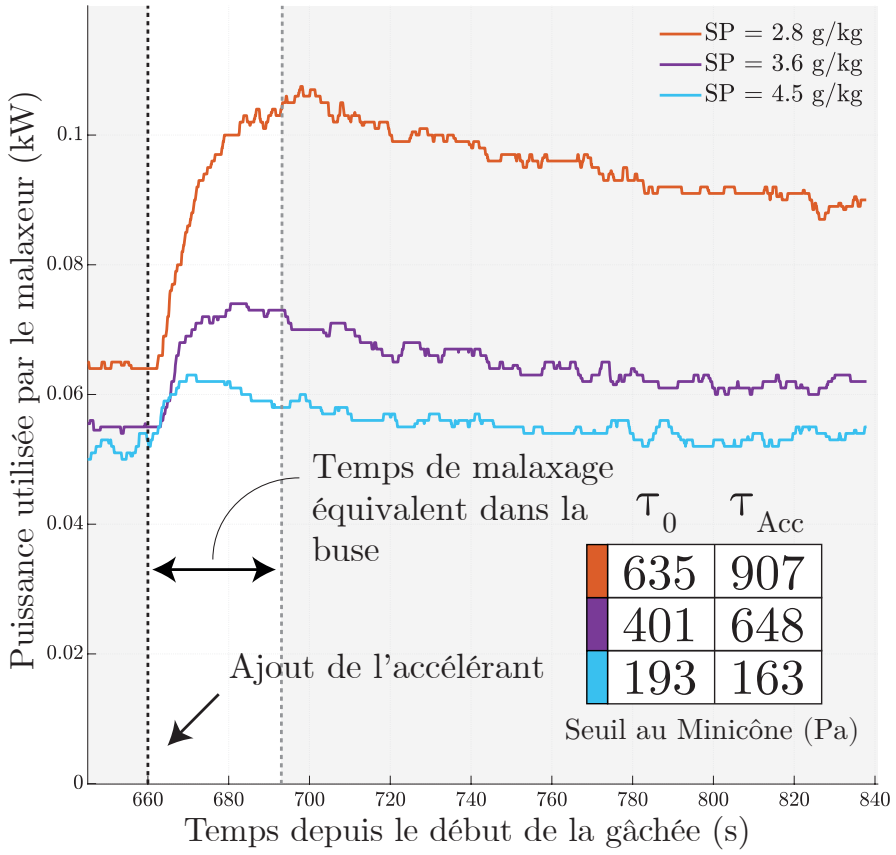


FIGURE 2.4 – Puissance utilisée par le malaxeur en fonction du temps pour plusieurs dosages de superplastifiant (SP).

L'effet de l'ajout de l'accélérant peut être constaté sur la puissance utilisée après un délai de quelques secondes. La puissance utilisée par le malaxeur augmente progressivement à une allure quasiment identique mais pendant une durée qui varie selon le dosage de superplastifiant. Plus le dosage de superplastifiant est élevé, plus cette phase croissante est courte et moins l'augmentation de la puissance sera marquée. Il est intéressant de comparer cette évolution au temps de malaxage équivalent dans la buse, que l'on peut estimer au premier ordre à 30s en fonction des caractéristiques techniques de notre système d'impression XtreeE, en prenant un débit volumique relativement faible (1L/min) et en faisant l'hypothèse que le temps du trajet moyen du matériau dans le système dépend seulement du débit volumique de la pompe et de la géométrie de la conduite, sans être influencé par le mélange. On constate ainsi que cette phase croissante, qui peut correspondre à un temps de réaction et/ou de dispersion de l'accélérant, reste ici comprise dans le temps de malaxage équivalent, assurant une bonne homogénéité.

Une fois cette phase croissante passée, le matériau atteint un pic puis décroît légèrement. A ce stade, il semble donc que les propriétés dynamiques du mortier n'évoluent plus. La

décroissance de la puissance utilisée est possiblement dûe à un endommagement ou une défloculation des hydrates ayant été déjà formées par l'additif accélérant.

Comparons maintenant la puissance utilisée par le malaxeur avant et après après l'ajout d'accélérant. Là encore cela est lié de manière inversement proportionnelle au dosage de superplastifiant. En effet avec peu de superplastifiant (2.8g/kg), on passe de 0.065 kW à environ 0.1 kW après ajout de l'accélérant. En augmentant le dosage de superplastifiant à 4.5g/kg la différence est plus négligeable et la puissance utilisée reste autour de 0.055 kW avant l'ajout d'accélérant, après l'ajout on observe un pic à 0.06kW puis durant la phase décroissante cette puissance retourne autour de 0.055 kW.

De manière similaire, comparons maintenant les seuils de cisaillement mesurés avant et après : le seuil mesuré après cet ajout l'accélérant τ_{acc} (voir Tableau de la Figure 2.4 croît par exemple de 42% lorsque le superplastifiant est dosé à 2.8g/kg, et reste équivalent lorsque l'on met 4.5g/kg (on passe de 193 à 163 Pa ce qui est une différence négligeable).

Pour conclure on remarque donc qu'il y a une interaction entre le superplastifiant et l'additif accélérant, et que la puissance électrique utilisée par le malaxeur est généralement bien corrélée aux mesures de seuil obtenues avant et après l'ajout de l'additif accélérant. Les courbes de puissance illustrées sur la Figure 2.4 suggèrent donc que l'accélérant a un temps d'action suffisamment rapide pour que l'essentiel de l'évolution du seuil qu'il cause ait lieu dans une durée équivalente au temps de malaxage dans la buse.

Ce résultat suggère donc que l'additif accélérant a bien un effet rapide sur les propriétés rhéologiques en conditions dynamiques de mélange, de l'ordre du temps de mélange de l'additif accélérant dans la buse, ce qui est cohérent avec les mesures de goutte vues précédemment in situ.

2.2.1.3 Conclusion

Dans cette Sous-Section nous avons présenté deux types d'expériences qui visent à mieux comprendre l'évolution du seuil de cisaillement à l'intérieur de la buse d'extrusion d'un système d'impression 3D bicomposant. Cette propriété est importante pour l'imprégnation et le tirage des fibres dans le cadre du procédé de pultrusion interne (*Flow-Based Pultrusion*. Cela est mis en évidence premièrement par des mesures in situ de tests de goutte, où la longueur de la buse est changée pour modifier le temps de transport du matériau accéléré. On identifie ainsi l'évolution de son seuil de sortie selon la longueur de la buse, dans des conditions d'écoulement en conduites simples après la dispersion de l'additif. La même tendance est observée sur paillasse, en réalisant une expérience qui consiste à suivre la puissance utilisée par un malaxeur de table lors de l'ajout d'accélérant

dans une gâchée type de mortier imprimable. On constate également par ce moyen que le dosage de superplastifiant interagit avec l'accélérant en ayant un effet modérateur.

Les mesures réalisées suggèrent que l'évolution du seuil de cisaillement dynamique à l'intérieur de la buse ne semble pas augmenter linéairement entre l'instant où l'accélérant est ajouté et celui où le matériau sort de la buse comme nous avions pu en faire l'hypothèse. Le seuil de cisaillement semble plutôt suivre une évolution en deux phases. Premièrement une croissance rapide lors de la dispersion et de la réaction de l'accélérant avec le mortier qui a lieu dans la zone de mélange de la buse, puis deuxièmement une phase d'augmentation croissante à un rythme plus lent et stable jusqu'au bout de la conduite d'extrusion. Notre hypothèse initiale sous-estime donc le seuil de tirage et surestime le seuil d'imprégnation. Prendre comme hypothèse que le seuil de cisaillement du matériau lors du tirage et d'imprégnation est celui mesuré en sortie avec le test de goutte est donc certainement plus juste.

Les deux expériences se complètent donc et permettent d'observer le comportement du matériau en conditions dynamiques. Des différences quantitatives subsistent néanmoins, la mesure reste indirecte. En effet, on l'a vu le taux de cisaillement du matériau influe sur les propriétés rhéologiques observées. Cette propriété n'est pas exactement connue et diffère probablement dans les différents contextes de notre étude : Premièrement lors de l'écoulement de type malaxage ayant lieu en amont de la buse lors de la dispersion et du mélange de l'additif accélérant, et sur l'expérience de table avec le malaxeur, puis lors de l'écoulement en conduite ayant lieu dans la buse, et enfin lors de la réduction de diamètre en sortie. Pour donner un ordre de grandeur, le taux de cisaillement maximal fourni par un malaxeur à béton est généralement compris entre 10 et 60 $s^{-}1$, tandis que lors du pompage en conduite il est de 20 à 40 $s^{-}1$ ce qui est potentiellement plus faible [66].

L'expérience au malaxeur est néanmoins facile à réaliser et a certainement du potentiel pour réaliser des essais de convenance si l'on souhaite tester de nouveaux additifs accélérants. Des méthodes de mesure in situ plus avancées (mesure des pressions, ultrasons...) pourraient permettre une observation plus fine de l'évolution des propriétés du matériau dans la buse.

Enfin, en ouverture on notera que cette étude porte uniquement sur le soluté d'aluminium sulphate utilisé comme accélérant. Cet additif semble effectivement bien adapté car il réagit fortement avec le mortier imprimable (le seuil devient environ 7 à 8 fois plus élevé avec seulement 4-5 g d'additif pour 1 kg de mortier, comme on a pu le voir en comparant les seuils d'entrée et de sortie lors de l'expérience in situ) et son effet est modéré par le superplastifiant, ce qui permet d'éviter une réaction trop brutale et un bouchage du système. Pour aller plus loin, ces résultats montrent qu'il serait utile d'explorer d'autres

combinaisons d'additifs qui pourraient offrir une réaction plus lente ou retardée dans la buse, même si cela nécessite de prolonger la conduite, car cela faciliterait l'imprégnation des fibres.

2.2.2 Mesures de la force de tirage

Dans cette Sous-Section, nous présentons une expérience pour mesurer la force qui s'exerce sur un fil immergé dans le flux de mortier à l'intérieur de la conduite. Dans le procédé de pultrusion interne, c'est cette force issue de l'écoulement qui entraînera les fils de renfort.

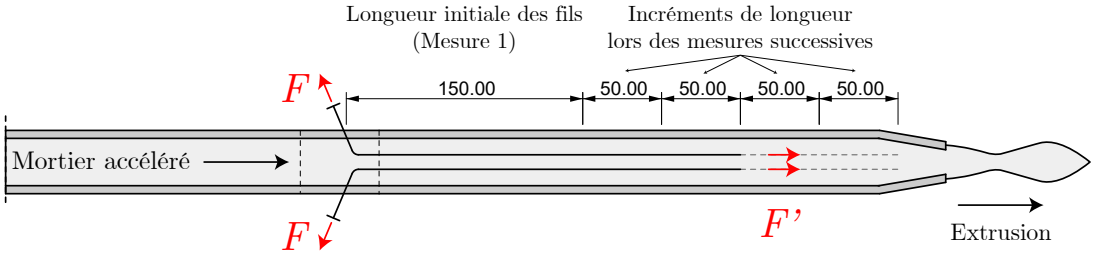


FIGURE 2.5 – Schéma du dispositif de mesure de la force de tirage. Note : le dispositif est mis en oeuvre verticalement (direction normale d'impression) et présenté ici horizontalement pour la lisibilité.

Le dispositif mis en place sur la tête d'impression est schématisé sur la Figure 2.5. Par rapport à la pultrusion interne, ici le fil n'est pas issu d'une bobine qui peut se dérouler librement, mais fixé sur un capteur de force (Figure 2.6) et inséré de manière similaire dans le flux de mortier. Ainsi, une portion du fil est exposée à l'écoulement dans la conduite. La force tangentielle F' résultant du tirage est liée à la force F mesurée par le capteur par la relation suivante [67] :

$$\frac{F}{F'} = e^{(f/\alpha)} \tag{2.1}$$

Où f est le coefficient de frottement entre le fil et le tube en PTFE, α l'angle fermé entre l'axe du capteur et l'axe du fil dans la conduite. En prenant un coefficient de frottement de 0.05 (faible frottement dû au PTFE) et un angle α de 45 degrés (valeur conservative), la différence entre la force F au niveau du capteur et la résultante F' sera de 4%. Le capteur est calibré « in situ » pour obtenir directement F' : une masse connue est attachée au bout du fil inséré dans la conduite, sans mortier. La masse de référence et la mesure brute (le voltage) donné par le capteur de force sont comparées, et plusieurs mesures sont réalisées avec plusieurs masses afin d'obtenir un ensemble de points de mesure à partir desquels on estime la loi d'échelle reliant le voltage du capteur à la force F'.

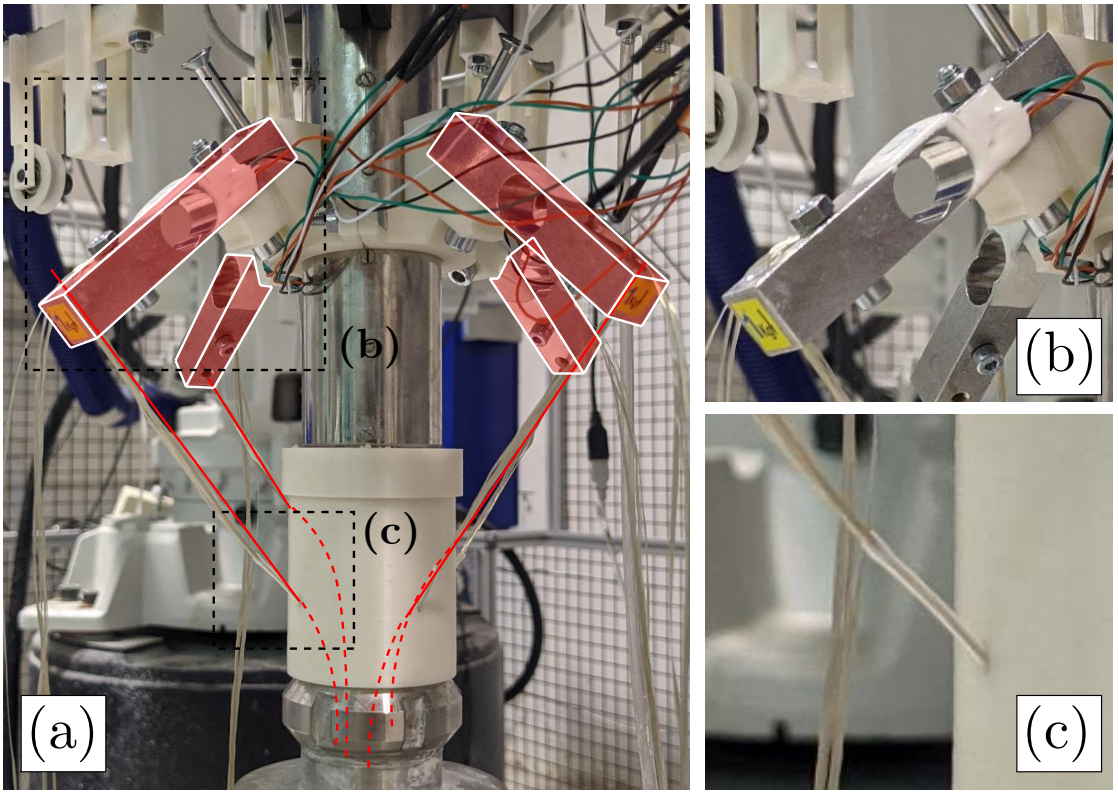


FIGURE 2.6 – (a) Vue générale du dispositif de mesure, les capteurs et les fils sont mis en surbrillance en rouge. (b) Vue détaillée du capteur de force, (c) vue de l'insertion du stratifil basalte 400 tex dans la conduite avec un tube en PTFE.

Afin d'assurer une mesure redondante et d'insérer les fils de manière radiale et symétrique, le dispositif expérimental comprend 4 capteurs, chacun doté d'un fil. Ceux-ci sont insérés d'une manière similaire au vrai procédé, c'est à dire par des tubes en PTFE souples qui se prolongent à l'intérieur de la conduite d'extrusion pour protéger le fil jusqu'au centre. La seule différence est que le fil est bloqué et que celui-ci n'est pas inséré dans une zone où le diamètre de la conduite est réduit, mais dans la section courante de la conduite d'extrusion. La vitesse d'écoulement est donc plus lente et la pression d'extrusion plus élevée que dans les conditions réelles. Du côté du capteur, le fil passe par un oeillet et est bloqué dans un écrou dévissable (Figure 2.6b) pour permettre un réglage facile de sa longueur durant l'essai. En effet nous réaliserons plusieurs mesures à des longueurs de fil différentes. Un marquage à l'encre sur le fil repère les longueurs prévues dans le protocole.

Voici le protocole d'expérience. On insère d'abord les fils dans la buse avec une longueur initiale de 150mm que l'on utilisera pour la première mesure (Figure 2.5). On démarre ensuite la tête d'impression alimentée avec une gâchée de mortier *Lafarge NAG3*. On programme d'abord un débit d'extrusion faible, et lorsque un régime d'extrusion goutte à goutte régulier est atteint en sortie de buse, on réalise un test de goutte pour mesurer le seuil de cisaillement τ_{cr}. La séquence de mesures avec les fils peut commencer et on met

en route l'acquisition de données des capteurs. Plusieurs cycles de mesure sont réalisés en augmentant la longueur du fil de 50mm à chaque fois. Pour chaque longueur, on réalise 3 mesures d'une minute en changeant le débit (0.65L/min, 0.95 L/min et 1.25L/min). Nous avons testé 2 types de fils, un fil de nylon lisse de diamètre $D = 0.5$mm monobrin pour référence, et un stratifil de renfort en basalte d'un titrage de 400 tex (diamètre D équivalent d'environ 1mm) adapté au procédé de pultrusion interne.

2.2.2.1 Résultats

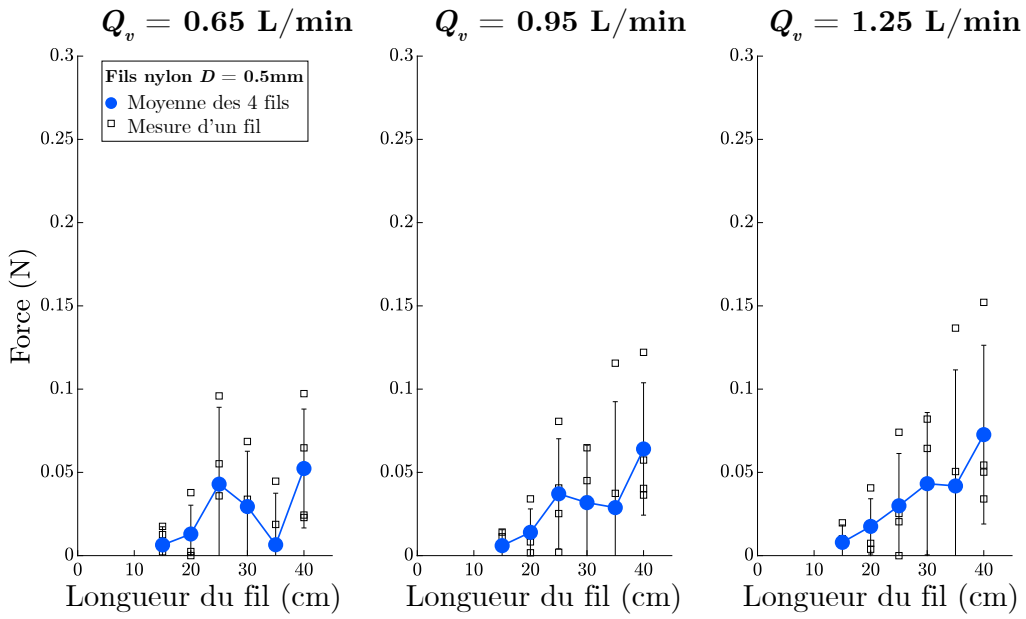


FIGURE 2.7 – Force de tirage pour différentes longueurs de fil nylon (Diamètre 0.5mm). Les barres d'erreur représentent l'écart-type au-dessus et en-dessous de la valeur moyenne de chaque point de mesure en rouge.

Les résultats obtenus avec le fil en nylon sont présentés dans la Figure 2.7 qui représente la relation entre la longueur des fils et la force qui s'exerce sur ceux-ci. Les trois graphes correspondent à trois débits différents. Les points en surbrillance (bleu) illustrent pour chaque longueur la moyenne mesurée pour les quatre fils. La courbe bleue est une interpolation entre les mesures moyennes, elle met en évidence une tendance croissante : la force augmente avec la longueur du fil. De plus, on peut voir en comparant les trois graphes côte à côte que pour des débits plus élevés, la force augmente également.

Pour les fils de basalte on observe une tendance similaire, mais des forces plus élevées. Les résultats sont présentés de la même manière sur la Figure 2.8. Les mesures unitaires de chaque fil sont également plus dispersées.

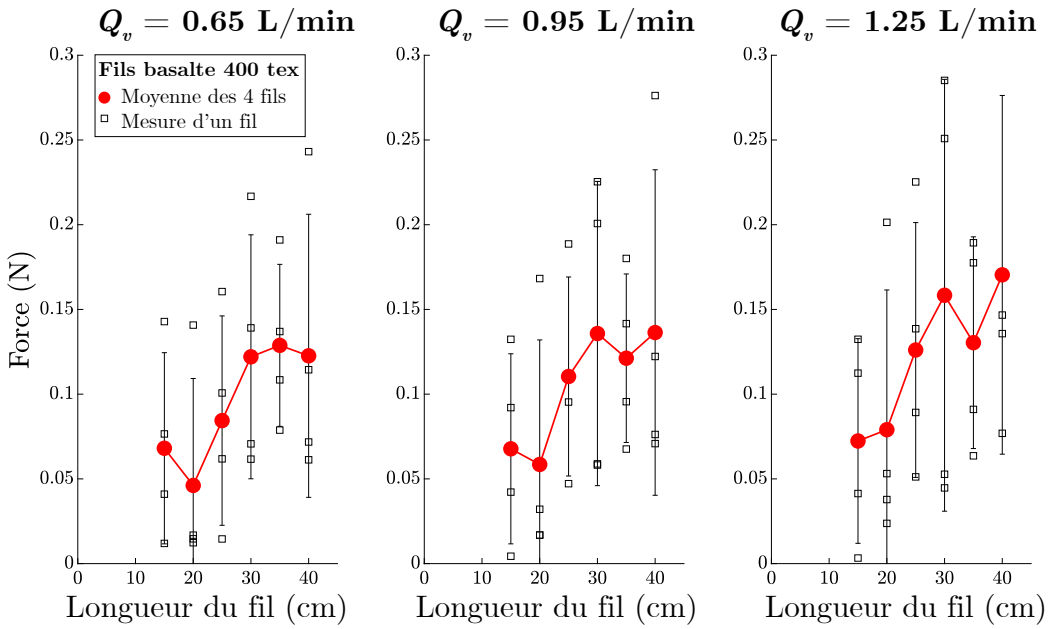


FIGURE 2.8 – Force de tirage pour différentes longueurs de stratifil basalte 400 tex. Les barres d'erreur représentent l'écart-type au-dessus et en-dessous de la valeur moyenne de chaque point de mesure en rouge.

L'augmentation de la force de tirage avec la longueur du fil s'explique simplement par une augmentation de la surface disponible pour le tirer par le flux de mortier. Comme on l'a vu précédemment, cette force est liée au seuil de cisaillement de la pâte. Néanmoins l'augmentation de cette force en fonction du débit met également en évidence une composante de l'effort de tirage qui est probablement liée à la viscosité du mortier. Enfin, l'effort mesuré avec le basalte est nettement plus élevé et plusieurs raisons peuvent expliquer cela. Tout d'abord, le diamètre équivalent du fil est plus élevé (1mm contre 0.5mm avec le basalte) ce qui, à l'instar de ce que l'on a pu observer en augmentant la longueur du fil, augmente la surface disponible pour cisailler le fil. Ensuite le type de fil joue ici certainement un rôle, car son caractère multibrin lui donne une certaine porosité aux grains solides présents dans le mortier qui facilite l'ancrage, tandis que la surface lisse du fil nylon monobrin favorise le glissement. En effet, il a été montré par ailleurs que comparativement à des fils monobrins et lisses (métalliques de type corde à piano) les stratifils multibrins étaient mieux imprégnés. Ce type de renfort semble donc bien adapté au procédé que ce soit du point de vue de l'imprégnation et du tirage.

On remarque aussi que malgré le fait que les fils soient disposés de manière similaire, la dispersion des mesures est importante, en particulier pour les stratifils en basalt. Cette dispersion peut être due à plusieurs facteurs, tels que les conditions d'écoulement dans la conduite. En effet, le fil a une extrémité libre, il peut donc se conformer librement dans la conduite et n'est pas nécessairement droit. Le seuil et la viscosité de la pâte favorisant plutôt un écoulement laminaire, il est peu probable que des turbulences perturbent le

tirage, au moins dans la région de la conduite qui succède le mélange de l'additif (en amont du dispositif expérimental) et la zone d'insertion des fils, car cette région ne comporte pas d'obstacles. Cependant il est possible qu'un fil adhère à un autre, qu'il soit plaqué contre le bord de la conduite sous l'effet de la pression, ou que du mortier remonte jusqu'au conduit d'insertion, ce qui crée un frottement supplémentaire qui limite la force F perçue par le capteur.

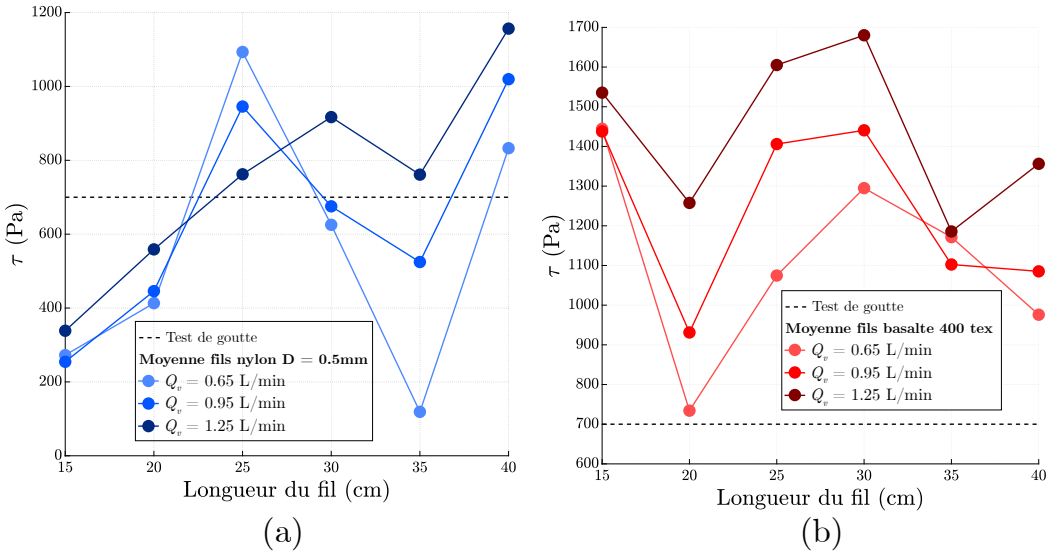


FIGURE 2.9 – Contrainte de cisaillement pour différentes longueurs et débits selon le fil utilisé : (a) Nylon $D = 0.5$mm et (b) stratifil basalte 400 Tex ($D \sim 1mm$).

Calculons la contrainte de cisaillement équivalente qui s'exerce sur un fil, à partir des valeurs moyennées de la force de tirage F :

$$\tau = \frac{F}{2\pi RL} \tag{2.2}$$

où F est la force tangentielle qui s'exerce sur le fil, R son rayon et L la longueur de fil immergée.

On peut alors comparer le seuil moyen équivalent mesuré avec les fils, pour chaque longueur et chaque débit par rapport au seuil de cisaillement de la pâte mesuré à l'aide d'un test de goutte avant l'essai. Les résultats sont illustrés sur la Figure 2.9. Pour les fils nylon, on voit bien que le seuil mesuré au test de goutte est du même ordre que la contrainte de cisaillement moyenne qui s'exerce sur les fils, malgré des fluctuations importantes. Lorsque le débit Q_v est faible, 0.65 L/min, la plupart des points de mesure sont même en dessous de cette contrainte.

Pour le stratifil basalte, la contrainte est bien au dessus. Du point de vue du procédé, ce constat est intéressant car il montre que l'on dispose d'une certaine marge de sécurité

par rapport au seuil de cisaillement du mortier pour tirer le fil. Cela est probablement dû encore une fois à sa porosité, mais aussi à une surface de contact effective qui est plus grande que celle estimée à partir de l'Equation 2.2 en raison du profil elliptique de ces stratifils. Une fois encore on voit une certaine fluctuation de la contrainte en fonction de la longueur, mais il est clair que celle-ci augmente avec le débit. En effet les ensembles de points rouges qui sont classés par teinte en fonction du débit se superposent, on voit que les points rouge clair pour lesquels $Q_v = 0.65L/min$ sont en dessous des rouges qui correspondent à $Q_v = 0.95L/min$ à une exception près, ceux-là étant en dessous des points où $(Q_v = 1.25L/min)$.

2.2.2.2 Conclusion

Dans cette Sous-Section nous avons donc réalisé une série d'expériences pour mesurer la force de tirage qui s'exerce sur plusieurs fils statiques immergé dans le flux de mortier accéléré, dans des conditions très similaires au procédé de pultrusion interne. Nous avons testé deux types de fils, un stratifil multibrin basalte de renfort typique du procédé, et pour comparaison un filament monobrin lisse en nylon. Les mesures montrent des résultats d'efforts en accord avec ce qui est attendu, en considérant les sections des fils et le seuil du matériau. On constate que le fil multibrin utilisé, en raison de son épaisseur et de sa relative porosité dûe à sa microstructure, permet de développer des efforts de tirage plus importants que le fil nylon. On sous-estime certainement la section efficace de transfert. En plus de leur meilleure imprégnabilité qui a été démontrée précédemment par *Ducoulombier* [19], ce type de fil multibrin est donc aussi mieux adapté au procédé car plus facile à tirer avec le flux de mortier. De plus, la contrainte de cisaillement qui s'exerce sur les fils est bien au dessus du seuil de cisaillement de la pâte en sortie de buse, ce qui donne une marge de sécurité pour le fonctionnement du procédé. Le procédé sera ainsi plus robuste, en effet s'il y a des inhomogénéités de propriétés dans le matériau extrudé, par exemple une baisse momentanée du seuil de cisaillement de la pâte, on a de meilleures chances de pouvoir continuer à tirer le fil par l'écoulement en développant une force suffisante.

On constate également que l'augmentation de la longueur du fil L permet bien de développer un effort de tirage plus important, ce qui est cohérent avec le cahier des charges et la définition de la force de tirage en fonction du seuil de cisaillement du mortier vue dans la Section précédente. Enfin, l'augmentation de cette force avec le débit nous permet de constater que la viscosité du mortier contribue certainement aussi à tirer le fil. Des mesures complémentaires sur des fils librement déroulés par un fluide visqueux sont néanmoins nécessaires pour vérifier la qualité du tirage par ce moyen, notamment afin de savoir si le tirage s'effectue dans un régime de frottement statique, sans mouvement

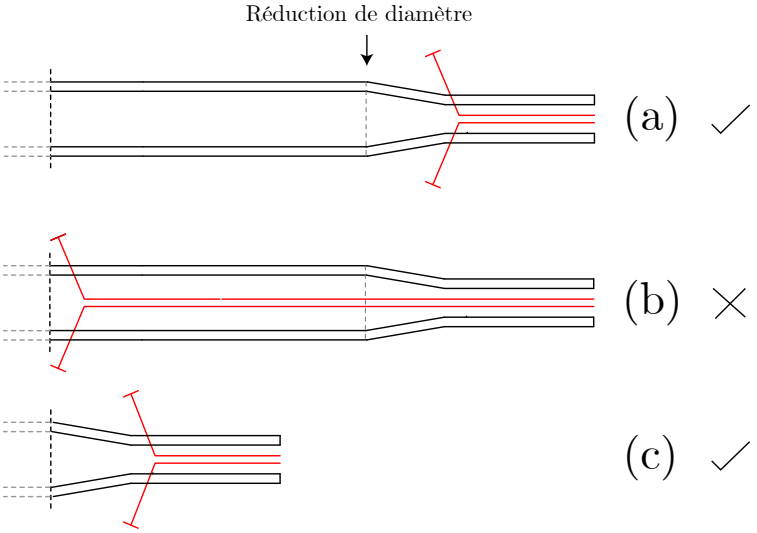


FIGURE 2.10 – Schéma des formes de buse testées, avec insertion en aval (a), insertion en amont (b) et raccourcie (c).

relatif entre le fluide et le fil (cas idéal pour la pultrusion interne) ou dans un régime de frottement dynamique qui sera caractérisé par une différence de vitesse entre le fil et le fluide.

2.2.3 Amélioration du dispositif de pultrusion interne

Dans cette Sous-Section nous décrivons plusieurs améliorations du dispositif de pultrusion interne qui a mené à la réalisation d'un prototype industriel en collaboration avec *XtreeE*.

Tout d'abord, plusieurs formes de buse ont été testées. Celle du prototype initial est décrite sur la Figure 2.10a. On voit qu'après la zone de mélange par laquelle le mortier accéléré arrive, il y a une zone d'une longueur d'une dizaine de centimètres à section constante, puis une réduction de diamètre (le nez de la buse). Cette forme de buse allongée que l'on voit sur la Figure 10 de l'article dans la Section précédente est commode car elle permet de mettre en place des bobines de grande taille autour de la buse, donc de plus grande capacité. On peut aussi instrumenter cette partie de la conduite avec des capteurs.

Pour améliorer l'imprégnation du fil, une forme de buse alternative inspirée des mesures de tirage réalisées et illustrée sur la Figure 2.10b a été testée. Le principe est ici d'insérer les fibres plus en en amont. Cela augmente la longueur de tirage du fil et lui permet certainement de bénéficier d'une meilleure imprégnation en raison de la pression plus élevée dans cette zone. Néanmoins le diamètre du tube dans cette zone amont n'est pas le même que celui en aval, au niveau de la réduction de diamètre. La vitesse d'extrusion du mortier n'est donc pas la même dans les deux zones : cela peut être problématique

car on l'a vu il est indispensable que le fil soit tiré à la même vitesse que le flux de sortie en aval. Et en effet, en pratique cette buse n'est pas fonctionnelle avec notre matériau car le renfort n'est pas entraîné à la bonne vitesse, de manière trop lente par rapport à la vitesse d'extrusion (après la réduction de diamètre). Bien que le fil passe dans les deux zones, c'est clairement la zone amont où la vitesse d'écoulement est plus faible qui contrôle l'avance du fil. On peut expliquer cela par le fait que cette zone est plus grande, il y a donc une plus grande longueur de tirage, et comme nous l'avons vu les propriétés rheologiques du mortier sont probablement similaires en amont et en aval de la conduite. Le flux amont peut donc ainsi développer une plus grande force que le flux aval et dominer ainsi sur la vitesse d'écoulement du fil qui est inextensible. De plus la pression est plus élevée en amont, ce qui peut créer un effet de serrage sur le fil qui se déroulera donc préférentiellement à la vitesse du flux amont et glissera par rapport au flux plus rapide en aval.

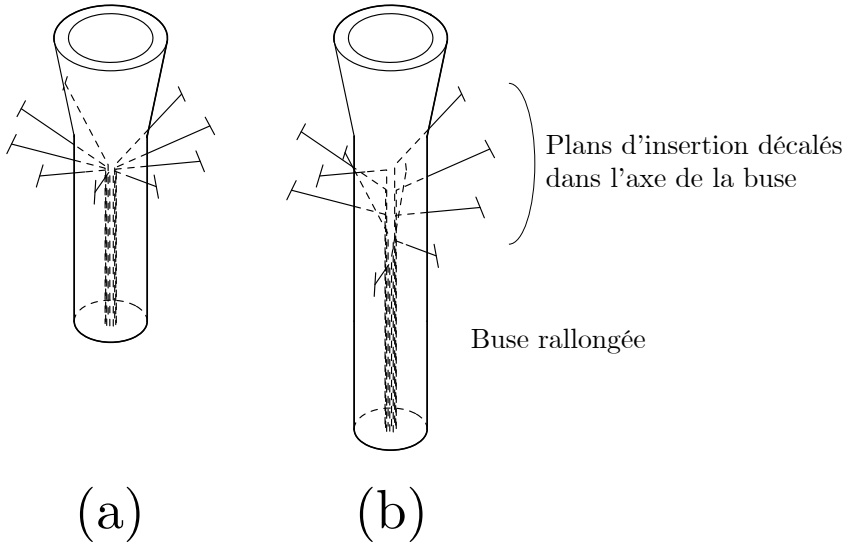


FIGURE 2.11 – Schéma de la buse du prototype académique (a) et améliorations apportées au prototype industriel (b).

La solution alternative qui a été retenue pour le prototype industriel a été de raccourcir la partie de la conduite avant la buse (Figure 2.10c) et de rallonger la buse (Figure 2.11b). De plus pour limiter le risque de bouchon, Une disposition « en escalier » des insertions de fil a été retenue sur la version industrielle. Elle permet d'éviter que les insertions de fil soient concentrées à un endroit de la section, occasionnant une perte de charge importante favorisant le bouchage. Cette disposition décalée des plans d'insertion fait que la longueur de tirage varie d'un fil à l'autre, elle est légèrement plus élevée pour le fil inséré le plus en amont. La longueur de buse garantit cependant une longueur de tirage minimale pour un fonctionnement satisfaisant. Enfin, l'assemblage du système de fibrage

a été rendu démontable et indépendant du reste de la tête d'impression pour faciliter la maintenance.

2.2.4 Modification du comportement au jeune âge du mortier renforcé

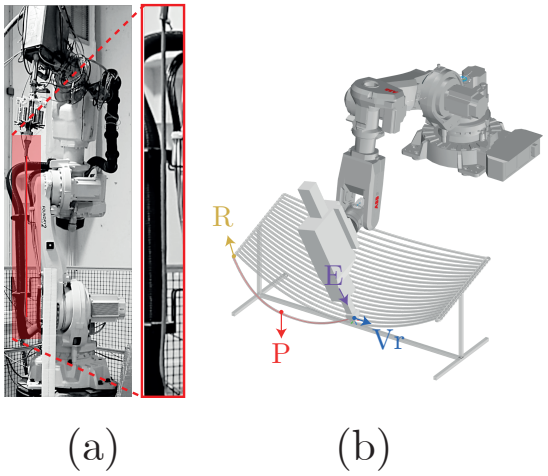


FIGURE 2.12 – Illustration du changement de comportement au jeune âge du matériau renforcé : (a) « câble » de béton anisotrope extrudé librement à la sortie de la buse, (b) Schéma de l'expérience de mise en forme par extrusion libre et notation des efforts qui s'exercent sur le câble : R réaction du support, P poids propre du câble, E poussée dûe à l'extrusion et Vr avance du robot.

Dans cette Sous-Section nous présentons quelques expériences qui nous ont permis de mesurer les propriétés mécaniques au jeune âge du mortier renforcé. On l'a vu celles-ci sont très différentes de celui sans renfort : on n'observe plus un matériau pâteux qui s'écoule goutte à goutte en sortie de buse mais un élément continu dont le comportement s'apparente plutôt à un câble, sans raideur en flexion et résistant à la traction. Cette capacité a du potentiel car elle permettrait d'imprimer des formes en porte-à-faux générant des efforts de traction, telles que des corolles, qui diffèrent des typologies usuelles de formes de compression imprimables sans support [10]. Enfin, comme illustré sur la Figure 2.12b, avec une cinématique du robot adaptée, on peut exploiter cette propriété pour extruder librement les boudins dans l'espace sans forcément les empiler. En tirant parti de la forme naturellement prise par le câble de béton anisotrope sous son propre poids, cela permettrait de réaliser facilement des surfaces striées, ajourées ou des plaques à double courbure.

On se propose donc dans un premier temps d'étudier les propriétés mécaniques du cordon extrudé dans la direction verticale, afin d'observer l'effet du dosage en fibres. Nous vérifierons ensuite la faisabilité du mode de mise en forme par extrusion libre de manière expérimentale.

2.2.4.1 Extrusion verticale du cordon

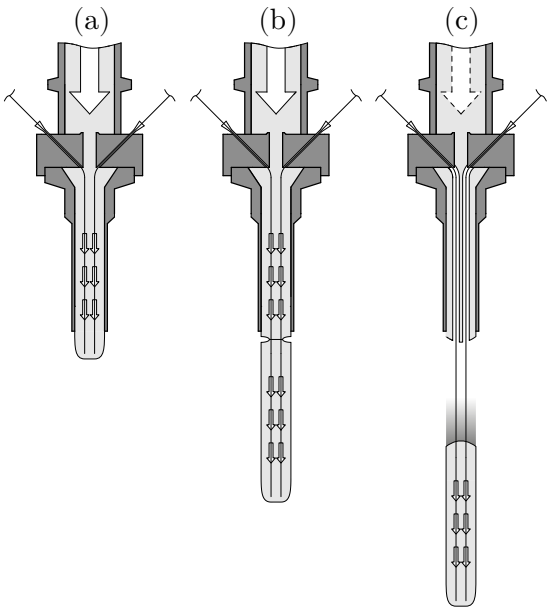


FIGURE 2.13 – Schéma de la rupture du cordon par décohésion : (a) état initial où les fils sont majoritairement entraînés par l'écoulement dans la conduite, (b) étape transitoire où la rupture plastique du mortier se localise à la sortie de la buse, (c) rupture et chute du cordon extrudé entraînant avec lui les fibres.

Etudions les propriétés mécaniques du cordon extrudé dans la direction verticale. Le procédé de pultrusion interne est mis en route de manière statique afin d'extruder continûment des boudins qui ne sont soumis qu'à la gravité et aux interactions dûes au tirage des fibres. La rupture est initiée généralement dans le mortier du cordon extrudé, au voisinage de la buse comme illustré sur la Figure 2.13. La partie détachée du mortier tombe ensuite en emportant avec elle les fils de renfort qui y restent accrochés et vont donc être entraînés par cette chute en gardant leur continuité jusqu'aux bobines.

Le principe de l'expérience consiste à observer ces chutes et à mesurer la longueur totale du cordon extrudé avant la rupture. Cet essai est réalisé en faisant varier le nombre de fils de renfort intégrés dans le boudin, initialement 10, que l'on réduira progressivement en retirant des fils de renfort du système pendant l'expérience. Le protocole consiste à réaliser, pour un nombre de fils de renfort donné, 3 mesures (c'est à dire observer 3 chutes de cordon), puis à couper l'un des fils de renfort pour décrémenter le nombre de fils. On réitère ce cycle jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de fils de renfort.

Un test de goutte effectué avant l'expérience permet de régler le seuil de sortie du mortier à 550 Pa. L'expérience est filmée afin de mesurer la longueur des cordons.

Les résultats obtenus sont illustrés sur la Figure 2.14. En raison d'un problème d'acquisition de données, les longueurs de cordon avec 2 et 1 fils n'ont pas été mesurées mais

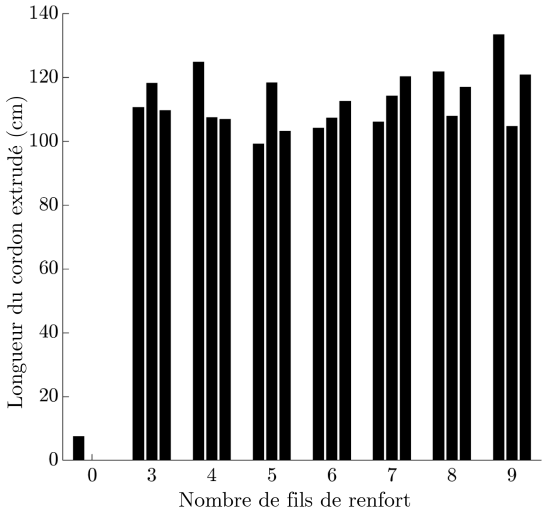


FIGURE 2.14 – Longueur des cordons extrudés en fonction du nombre de fils de renfort intégrés par pultrusion interne.

étaient comparables à celles observées avec plus de fils. On constate ainsi que la longueur des cordons est plutôt stable en fonction du nombre de fils et permet d'extruder verticalement des cordons d'une longueur de l'ordre du mètre. Sachant que le diamètre d'extrusion est de 18mm et que la densité du mortier est d'environ 2.3 kg/L, on peut estimer que pour un cordon d'un mètre, sa masse est d'environ 600g et la force de traction maximale qui s'exerce sur le fil est d'environ 6 N.
Ces premiers résultats suggèrent que le phénomène de rupture observé n'est pas dépendant du nombre de fils de renfort intégrés au cordon. Cela est prometteur car on donnerait alors au matériau imprimé la capacité de reprendre des efforts de traction significatifs à l'état frais de manière minimale et économique, en utilisant simplement quelques fils de renfort pour l'étape de mise en forme. Pour aller plus loin, il serait intéressant de renouveler l'expérience en faisant varier le seuil de cisaillement du mortier, par exemple en augmentant le dosage d'additif accélérant.

2.2.4.2 Essais de mise en forme d'un câble de béton anisotrope

Nous décrivons ici un essai de mise en forme d'un câble de béton anisotrope sous poids propre, en étant continûment extrudé par le robot. Afin de le fixer en une extrémité, un support composé d'un plot et d'une poulie a été réalisé. Le câble est d'abord extrudé par le robot autour du plot afin de l'ancrer, puis par-dessus la poulie verticale afin d'autoriser de petits déplacements, avant ensuite d'extruder le cordon au-dessus du vide pour obtenir une forme de chaînette. Lors de cet essai, le câble a été renforcé avec 9 stratifils, et extrudé jusqu'à une portée de 1.5m, la rupture n'a pas été atteinte. Cela montre que la mise en forme est faisable et ce travail pourrait être enrichi par des expériences complémentaires,

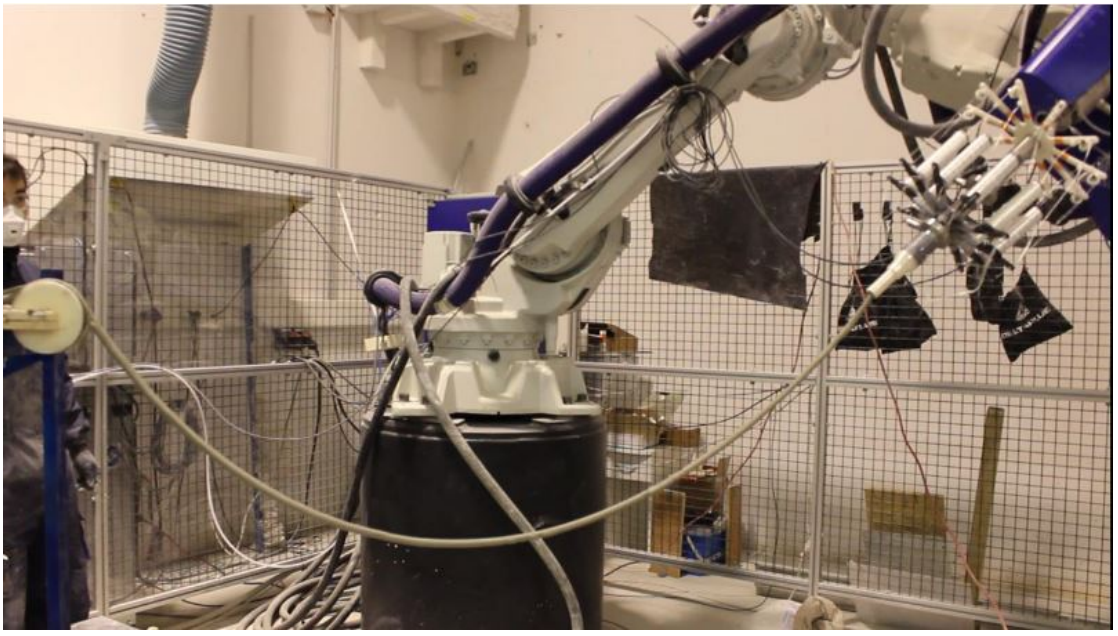


FIGURE 2.15 – Allure du câble extrudé.

en testant différentes courbures et aussi en étudiant les paramètres de juxtaposition et d'adhérence entre les cordons.

2.3 Conclusion

Dans ce Chapitre nous avons présenté la mise au point du procédé de pultrusion interne, ou Flow-Based Pultrusion. L'ambition du procédé est de fournir une méthode de renforcement efficace des bétons imprimés par extrusion, permettant d'atteindre des taux de renfort élevés (2-10%) et de bonnes propriétés mécaniques adaptées à la réalisation d'éléments structurels. Dans la première Section, nous avons présenté un prototype permettant d'atteindre un taux de renfort de 0.2% avec quelques stratifils de fibres de verre ou basalt, validant le cadre théorique et la technologie. On a ensuite amélioré ce prototype pour aller jusqu'à des taux de renfort de l'ordre de 5% avec 10 fibres plus épaisses, et pour imprimer des éléments structurels « échelle 1 », de taille métrique, en extrudant jusqu'à 100m de matériau renforcé. Les effets du taux de renfort sur les paramètres du procédé tels que le seuil de cisaillement nécessaire pour entraîner les fibres, ainsi que la perte de charge, sont étudiés afin de proposer de premières spécifications pour fiabiliser la pultrusion interne. Le taux de renfort peut certainement encore être augmenté, mais nous verrons dans le prochain Chapitre que les performances obtenues avec 5% sont déjà intéressantes pour la construction.

Dans la deuxième Section, nous avons présenté des expériences qui visent à préciser les mécanismes physiques à l'oeuvre dans le procédé. Pour mesurer l'évolution du seuil dans

la buse, qui est une propriété importante pour l'imprégnation et le tirage des fibres, des séries de *slugs-tests* ont été réalisées en faisant varier la longueur de la buse. On a constaté que le seuil variait peu à l'intérieur de la conduite, ce qui a remis en cause notre hypothèse initiale selon laquelle le seuil y évolue linéairement. Pour mesurer la force de tirage qui s'exerce sur des fibres immergées dans la buse, des fibres « statiques » dont le déplacement est bloqué, y ont été insérées et instrumentées pour mesurer la force résultante. Ces expériences ont permis d'améliorer le dispositif et ont aussi contribué au développement d'un premier prototype industriel co-conçu avec XtreeE. Nous nous sommes aussi intéressés au comportement du cordon extrudé à l'état frais, qui ouvre à de nouvelles possibilités de mise en forme. Sa consistance, même avec un taux de fibre très faible permet d'observer un comportement mécanique non pas pâteux mais similaire à un câble. On peut ainsi extruder des cordons au-dessus du vide pour leur donner une forme funiculaire contrôlée par la vitesse d'extrusion et le déplacement du robot.

Chapitre 3

Comportement mécanique du béton anisotrope

3.1 Introduction

Dans ce Chapitre nous présentons le comportement mécanique à l'état durci du béton anisotrope, c'est à dire du matériau produit par le procédé de pultrusion interne décrit dans le chapitre précédent. Dans la continuité des études micromécaniques réalisées par *Ducoulombier*[19], nous augmentons l'échelle et nous étudierons tout d'abord le matériau à l'échelle du boudin, puis à l'échelle d'éléments multicouches et enfin à l'échelle métrique en testant des poutres. Nous le verrons, les conditions d'obtention d'un comportement mécanique adéquat, c'est à dire ductile et renforcé, dépendent de plusieurs paramètres : résistance à l'état durci et seuil de cisaillement de la matrice, taux de renfort et type de fibre utilisée. Ce Chapitre s'articule autour d'un article (*3D printing of mortar with continuous fibres : Principle, properties and potential for application*) et d'une publication de conférence (*Flow-Based Pultrusion of Anisotropic Concrete : Mechanical properties at hardened state*) qui décrivent les résultats expérimentaux obtenus à l'échelle des boudins et des éléments multicouches. Ces deux publications sont écrites en langue anglaise et ont été publiées respectivement dans la revue *Automation In Construction* et lors de la conférence *Digital Concrete 2022*.

La première Section résume le contenu de ces deux publications par rapport au sujet de ce Chapitre, qui sont ensuite présentées telles quelles dans une deuxième Section. Des expériences qui décrivent le comportement du matériau en traction et en flexion, à l'échelle du boudin et d'éléments multicouches respectivement, sont décrites. Enfin dans une dernière Section, le comportement mécanique du matériau est abordé à plus grande échelle par un essai de flexion réalisé sur une plaque et une poutre de 1.20m de portée.

3.2 Résumé des publications

Dans cette Section nous résumons le contenu qui porte sur le comportement mécanique du béton anisotrope dans les publications *3D printing of mortar with continuous fibres : Principle, properties and potential for application* et *Flow-Based Pultrusion of Anisotropic Concrete : Mechanical properties at hardened state*. Dans ce résumé nous nous intéresserons donc particulièrement à la quatrième partie du premier article, et à la troisième partie du second.

3.2.1 Résumé des expériences présentées dans l'article 3D printing of mortar with continuous fibres : Principle, properties and potential for application

Résumons donc tout d'abord la quatrième partie du premier article (*3D printing of mortar with continuous fibres : Principle, properties and potential for application*).

Dans cette partie, une méthodologie et de premières expériences sont proposées pour évaluer la performance mécanique à l'état durci du matériau. On l'a vu le taux de renfort, le type de matrice (mortier à classe de résistance élevée ou basse) et son seuil à l'état frais sont des paramètres très importants même si l'on doit s'adapter en fonction des capacités technologiques de notre prototype de pultrusion interne présenté dans le Chapitre 2. Le nombre de bobines peut aller jusqu'à 10 et nous utilisons un mortier imprimable dont la résistance à l'état durci est très importante, de l'ordre de 80-100 MPa en compression. Pour explorer plus facilement différentes matrices moins résistantes et des taux de renforts plus élevés, un procédé de préparation d'éprouvettes sur table à l'aide d'un extrudeur, baptisé Extrusion Moulding (EM) a été développé. Le principe est d'extruder du mortier dans des moules où les fils de renfort sont déjà placés. Nous le verrons même si les fibres ne sont pas tirées par l'écoulement comme dans le procédé de pultrusion interne, cette méthode donne un matériau durci comparable. On peut placer jusqu'à 40 fils dans le moule et utiliser tout type de mortier extrudable, ce qui permet de réaliser de manière commode une étude paramétrique pour identifier les tendances principales. En faisant varier le taux de renfort et la résistance de la matrice, différents comportements ont été obtenus expérimentalement avec des échantillons obtenus par pultrusion interne et par EM, allant du fragile à un comportement très ductile grâce à la multifissuration, tel que décrit dans le Chapitre 1.

Nous présentons d'abord les échantillons, respectivement obtenus via le procédé EM et de pultrusion interne (FBP). Les essais de traction et de flexion réalisés sur les échantillons mono-couche (boudins) et multicouche sont ensuite décrits.

Le procédé EM nous permet de fabriquer des éprouvettes mono-couche pour la traction et la flexion, avec un taux de renfort qui varie de 0 à 6%. Tout d'abord, le mortier est préparé dans un mélangeur de table. Étant donné que le mortier est thixotrope, c'est-à-dire qu'il peut être plus ou moins fluide selon son historique de sollicitation mécanique, il est essentiel de reproduire celle de la tête d'impression lorsque le mortier entre en contact avec les fibres. Pour ce faire, comme illustré sur la Figure 13 de l'article le mortier est transvasé dans un extrudeur manuel où il est mélangé en ligne juste avant son extrusion dans un moule où se trouvent les fibres, et qui donnera à l'éprouvette finale une forme d'haltère. L'éprouvette est ensuite légèrement vibrée pour garantir un remplissage homogène. Pour les éprouvettes obtenues via le procédé FBP, des boudins droits ont été imprimés directement sur un support plan et découpés à l'aide d'un emporte-pièce leur donnant une forme d'haltère adaptée aux essais de traction simple, ou une forme droite pour la flexion. Des échantillons multicouches, illustrés sur la Figure 17 de l'article sont redécoupés à partir d'éléments imprimés à l'aide d'une scie à fil diamanté, et serviront à réaliser des essais de flexion. Nous avons également réalisé des éprouvettes de flexion entaillées, ce qui est analogue à l'utilisation d'une matrice moins résistante. En effet, ce pré-endommagement facilite la formation d'une macrofissure et permet donc de limiter l'énergie élastique disponible lors de la fissuration, sa propagation est moins brutale et on pourra potentiellement observer un comportement multifissurant plus important. Des échantillons de référence non renforcés ont également été produits en impression.

Nous décrivons ensuite les tenants et aboutissants des dispositifs d'essai pour les essais de traction et de flexion 4 points sur les différents types d'éprouvette mono ou multicouche. Les éprouvettes sont testées après une cure de 28 jours (1 jour en environnement humide et 27 immergées dans l'eau). Les déformations et l'évolution des fissures sont suivies par corrélation d'image pour détecter la multifissuration, et aussi par collage d'une jauge de déformation afin d'avoir une mesure localisée plus précise aux faibles niveaux de déformation.

La comparaison en traction simple d'éprouvettes obtenues par le procédé EM et FBP met en évidence des caractéristiques mécaniques très similaires, le type de fibre et le taux de renfort étant identique par ailleurs. Les profils de rupture sont similaires (voir Figure 23 de l'article) et les éprouvettes EM ont une résistance légèrement supérieure (Figure 24), probablement due à une imprégnation plus efficace permise par la vibration lors de leur fabrication. Nous reviendrons sur le comportement en traction mais on voit déjà qu'il est légèrement ductile même à un faible taux de renfort (0.8 et 1% sur la Figure 24).

En flexion les éprouvettes multicouches obtenues par FBP faiblement renforcées $Vf = 0.7\%$ ont un comportement typique illustré sur la Figure 25 de l'article. Après une phase

de chargement élastique, la fissure se propage et s'ouvre progressivement ce qui offre une certaine ductilité. Néanmoins il n'y a pas de multifissuration et les propriétés élastiques du matériau ne sont pas améliorées par rapport au matériau non renforcé, la résistance à rupture est quasiment équivalente. Le comportement des éprouvettes mono couche est similaire (Figure 26 de l'article).

Ces résultats en flexion et en traction illustrent le potentiel du procédé FBP de fournir un comportement ductile à l'échelle monocouche, multicouche, en traction et en flexion, avec un faible taux de renfort ($0.8-1\%$) même avec une matrice ultra haute performance du type utilisé en impression, ce qui est prometteur. Néanmoins on voit tout de même que certaines éprouvettes cassent de manière plus brutale sans être trop ductiles, comme on le voit sur la Figure 27 de l'article. Il serait donc souhaitable d'augmenter le taux de renfort pour plus de robustesse.

Avant d'aborder les éprouvettes de traction flexion à taux de renfort plus élevé (environ 3%) que nous décrivons dans le second article, résumons les résultats prospectifs que nous avons obtenus avec le procédé EM. Par ce moyen nous avons étudié l'effet de différents paramètres sur le comportement : le seuil de cisaillement de la pâte, l'augmentation du taux de renfort ou l'utilisation d'une matrice plus faible.

La Figure 29 de l'article illustre les différentes courbes contrainte-déformation obenues avec un seuil de cisaillement élevé du mortier (257 Pa) et la Figure 30 avec un seuil de cisaillement faible (75 Pa), en utilisant par ailleurs des fils de renfort très fins d'un titrage de 66 tex, donc plus facilement imprégnables par la matrice. Les éprouvettes à seuil de cisaillement faible montrent un comportement fragile similaire à la matrice seule. Cela est dû à une interface forte entre la matrice et la fibre, où les fibres sont directement cassées lorsqu'une fissure se propage. Au contraire lorsque le seuil est élevé un peu de ductilité peut être obtenue, en raison d'une interface cette fois plus faible qui rend possible un glissement des fibres (pullout) après l'ouverture de la fissure. Le seuil de cisaillement de la pâte est donc un paramètre clef de l'imprégnation des fibres et du comportement du béton anisotrope, comme cela a déjà pu être montré à une échelle micromécanique [19]. Il est cependant en général préférable d'avoir une bonne imprégnation pour solliciter des renforts plus épais d'une manière efficace. Le comportement peut aussi être ici amélioré en augmentant le taux de renfort, ce qui peut être réalisé facilement avec le procédé EM qui permet on l'a dit d'ajouter jusqu'à 40 fils de renfort. La figure 31 illustre les courbes contraintes déformation d'éprouvettes beaucoup plus renforcées, à hauteur de 6%, testées en traction. Le triplement de la résistance est remarquable et prometteur pour le matériau imprimé. On retrouve ici le comportement durcissant et la multifissuration (clairement visible en imagerie, voir Figure 32) recherchés dans l'élaboration de composites à matrice

cimentaire (voir Chapitre 1), et que l'on recherche ici pour imprimer des structures ductiles adaptées à la construction.

Enfin il est également possible d'utiliser une matrice moins résistante que le mortier ultra haute performance utilisé couramment en impression au cours de cette thèse (Lafarge NAG3 ou 3DPG). C'est dans cette idée que nous avons testé des éprouvettes d'un âge de 7 jours, où le mortier n'a pas atteint sa résistance finale et est donc moins résistant que lors des expériences présentées précédemment. On voit ici qu'avec un faible taux de renfort, il est possible d'augmenter fortement la résistance et la ductilité par rapport à des échantillons non renforcés. L'utilisation d'une matrice faible permet donc d'avoir de la ductilité sans avoir besoin de taux de renforts élevés (ici 1.4%). L'utilisation de matrices imprimables à plus faible résistance peut donc permettre d'améliorer fortement les performances de nos composites.

3.2.2 Deuxième publication : comportement à l'état durci du béton anisotrope à taux de renfort élevé et avec une matrice résistante

Dans cette Sous-Section nous résumons le contenu de la troisième partie de la seconde publication qui porte cette fois sur les propriétés d'un matériau à un taux de renfort plus élevé, 3%. Il est testé en traction simple (éprouvettes mono couche) et en flexion 4 points (éprouvettes multicouche). Il est obtenu via notre procédé de pultrusion interne (FBP) en suivant un protocole similaire à celui présenté dans l'article précédent, les éprouvettes de traction sont mises en forme avec des moules emporte pièce à partir de boudins imprimés, les éprouvettes multicouche de flexion sont débitées avec une scie à fil diamant à partir d'éléments multicouche imprimés. Les détails sont donnés dans l'article, la seule différence par rapport à précédemment est qu'ici on compare un matériau réalisé avec 10 fibres de verre d'un titrage de 310 tex ou 10 fibres de verre de 1200 tex (c'est à dire plus épaisses). Le matériau final a donc un taux de renfort de 0.8 et 3%, respectivement. On utilise toujours le même mortier ultra haute performance comme matrice, *Lafarge NAG3*.

Résumons les résultats des essais de traction. Sur la Figure 4 sont illustrées les courbes représentatives contrainte-déformation d'éprouvettes non renforcées, renforcées à 0.8 et 3%. On voit la fragilité des éprouvettes non renforcées et la ductilité de celles renforcées à 0.8 et 3%. Les éprouvettes renforcées à 3% sont non seulement plus ductiles (jusqu'à 2% de déformation) mais on voit que la résistance finale est aussi améliorée (+80%). Le comportement observé en flexion est très similaire.

Regardons plus en détail les phases du comportement typique en traction et de fissuration des éprouvettes renforcées à 3% grâce aux données obtenues par imagerie. Après une

phase élastique, une première macrofissure apparaît, suivi d'une phase de multifissuration où le comportement est durcissant. La charge augmente jusqu'à une déformation d'environ 1 à 1.5% puis les déformations se localisent dans l'une des fissures qui s'ouvre plus largement. A ce stade le chargement décroît progressivement jusqu'à la rupture (comportement adoucissant). La comparaison avec le matériau non renforcé met en évidence l'efficacité du renforcement : la résistance finale est augmentée et le matériau devient ductile.

3.2.3 Conclusion

Nous avons décrit le contenu de deux publications (qui seront montrées telles quelles dans la prochaine Section) qui porte sur le comportement à l'état durci du béton anisotrope. Deux dispositifs ont été utilisés pour le produire, un procédé modèle baptisé Extrusion Moulding (EM) et le procédé de pultrusion interne, Flow-Based Pultrusion (FBP). Le dispositif de paillasse EM, qui donne des matériaux bien représentatifs comparables à ceux obtenus avec le vrai procédé FBP, permet d'explorer plus facilement les potentialités du process en utilisant des matrices cimentaires différentes (moins résistantes par exemple), et des taux de renforts plus élevés allant jusqu'à 6%. Différents spécimens sont fabriqués pour la traction directe et la flexion, avec des fibres, des taux de renfort et des matrices différents. Les résultats montrent que l'on peut obtenir un comportement ductile durcissant et un véritable renforcement dans la direction des fibres, la résistance limite augmente par rapport au matériau non renforcé. On met en évidence l'importance du taux de renfort et de la résistance de la matrice pour atteindre ce type de comportement, et on identifie plusieurs combinaisons prometteuses, telles qu'utiliser un taux de renfort élevé dans une matrice forte ou un taux de renfort plus faible dans une matrice faible. On identifie donc avec ces expériences préliminaires 2 pistes de développement, augmenter le taux de renfort (en utilisant plus de fibres ou plus épaisses) ou réduire la résistance du mortier imprimable en développant une formulation adaptée.

La première piste est ensuite mise en pratique et donne des résultats concluants. Dans la seconde publication nous imprimons et testons du matériau à taux de renfort élevé (3%) réalisé à partir d'une matrice ultra haute performance. On observe en traction simple et en flexion un comportement multifissurant, par rapport au matériau non renforcé la résistance finale est nettement augmentée (+80%) et le matériau devient ductile (jusqu'à 2% de déformation).

3.3 Articles

La quatrième partie de l'article *3D printing of mortar with continuous fibres : Principle, properties and potential for application* ainsi que l'article complet *Flow-Based Pultrusion of Anisotropic Concrete : Mechanical properties at hardened state* sont reproduits ci-après.

2. Properties of anisotropic concrete at hardened state

In this section, a methodology and first experiments are proposed to evaluate the mechanical performance of anisotropic concrete. The volume ratio of the fibers and the kind of the matrix (low or high strength) are some very important parameters and we have to comply with the possibilities of the device presented in Section **??**. The number of bobbins can be up to 10, and rather high strength matrices have to be used for 3D printing specifications. These limitations may be overcome through future technological developments. Indeed, examples of robotized manufacturing processes using many more rovings may be found. One could cite the automated braiding of carbon preforms [26] where 36 spools are tested on a device allowing up to 144. Concerning matrix strength, if mechanical performances of the matrices could be tailored by modifying the water to cement ratio and the cement quantity, printability is constrained by rheology and a need of high cement rate [27] to obtain an appropriate structuration rate. Consequently, 3d print with low rate of cement remains an open economical and environnemental challenge. But to explore in advance a wider field, higher fiber ratios and various matrices, a bench-top extruder called here Extrusion Moulding (EM) has been developed to extend the scale:1 printing device. This set of devices allows to understand better the material behavior and to identify ways to improve the printed material properties. The EM device consists of extruding a printable mortar in a mold where rovings are already placed, as shown in Figure 1. Although fibres are not pulled by flow as in Flow-Based Pultrusion (FBP), this method provides a comparable hardened material even if more controlled and more defectless (see Section 2.3.1). As more versatile and less time and material consuming, EM is very convenient for a parametric study and to catch the main phenomena and tendencies. EM allows to place up to 40 rovings in a custom printable matrix.

By varying the fibre count and matrix strength, different behavior have been experimentally obtained for FBP and EM reinforced specimens, as pseudo strain hardening or multicracking. This is especially interesting as may improve the

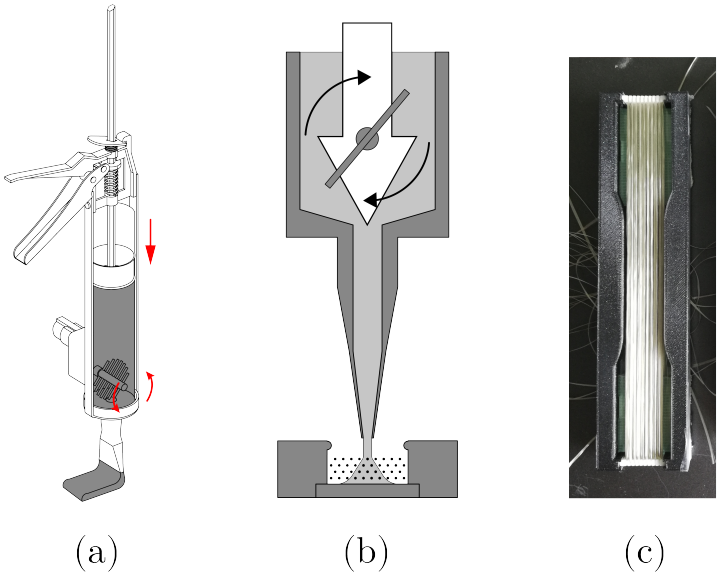


Figure 1: Bench-top Extrusion Moulding (EM) device (a) the mixing system, (b) Matrix injection in sample mold.(c) Photo of the sample mold with fibres before injection.

ductility and mechanical properties. These phenomena are well-known for brittle matrix composites [10] and even for fibre reinforced concrete [28]. The conditions for a multicracking are influenced by matrix, fibre-ratio, interface properties, and by cracking energy. In [10] a theoretical analysis is made showing that this last point is crucial, and that the fibre ratio and a rule of mixture are not sufficient to predict the pseuso strain-hardening and multicracking. The toughness of the matrix, the critical strain energy release rate, the interface qualities, the fiber diameter are also very important. The required volume fraction to obtained pseudo strain-hardening increases for a matrix of higher fracture toughness. For ceramic composites it is more difficult to achieve when compared to cementitious matrices. As our cementitious inks are high performance concrete, EM specimens permit to explore in advance formulations with lower performance matrices, and higher fiber ratio.

In a first part, we describe the EM and FBP specimens for tension and 4-point bending tests. For FBP, single-layer and multilayers specimens are produced.

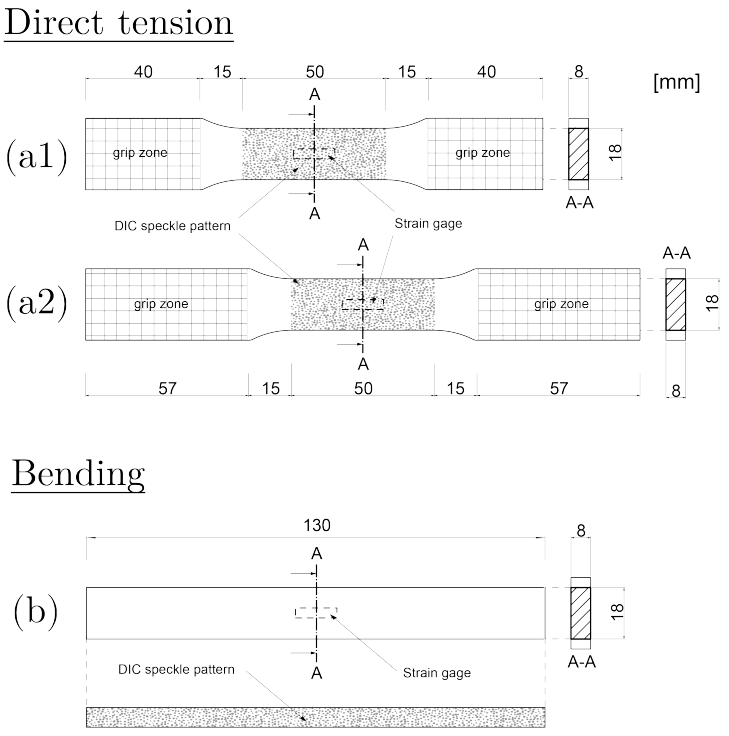


Figure 2: Schema of EM specimens geometry.

Then tension tests and bending tests are described and commented.

2.1. Preparation of specimens

2.1.1. Preparation of EM single-layer specimens for tension and bending

Specimens are realised with the device presented above and showed in Figure 1. Figure 2 shows a schematic of the test specimens geometry. The cross-section is set to 18*8 mm^2, similar to a printed lace.

Different fiber-ratio are used, from 0.8% to 6%. Fiber-ratio is controlled by varying the fibre count (Figure 3) and fibre material (see Table **??**). Unreinforced specimens were also produced, with short metallic fibres added in the grip zones. Matrices are listed in Table 1.

Preparation of the mortar. The mortar preparation procedure is adapted from robotic extrusion experiments, following those steps : solid ingredients are mixed

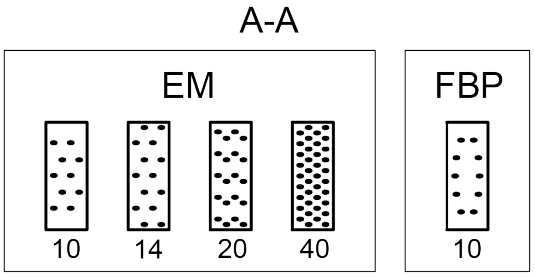


Figure 3: Detail of fibre layouts for EM and FBP single-lace specimens.

in a 5L table mixer at slow speed while liquid ingredients are poured in a steady stream. The mixing bowl is then scraped before fast mixing for an additional 6 minutes to reach a smooth mixture. Given that the purpose of the experiment is to reproduce conditions similar to FBP, control of matrix yield stress is of great importance. The target yield stress value of the mortar is set as the "entry" (before adjuventation) yield stress of FBP, namely between 50 and 100 Pa [23]. It is checked by carrying a slump test, using an ASTM minicone. This type of test is widespread in concrete industry and results can be used for yield stress estimation [29]. for the purposes of simplicity, no adjuventation is used for EM.

Mortar mixing and extrusion. The printable mortars used in this study are thixotropic : their fresh properties are impacted by the material stress history. So as to make the EM process similar with FBP, it is then important to follow a similar material history. In the case of FBP, mortar is sheared by mixing just before extrusion and this particular aspect is reproduced for EM by using the mixing syringe shown in Figure 1 a. Such as for any concrete mixer, it also avoids segregation and maintains homogeneous properties from specimen to specimen. Finally, specimens are cured in a humid environment for 1 day, immersed in water for 27 days and unmolded. For one specific batch, curing time was reduced to 7 days to lower matrix strength.

Matrix	Mechanical properties	Processes
3DPG (28-day curing)	High	EM,FBP
Young-age 3DPG (7-day curing)	Low	EM

Table 1: Listing of matrices and processes.

Set	Roving designation	Roving titer (Tex)	Roving count	Vf (Fibre-ratio)	Average impregnation yield stress $\langle \tau_c \rangle$
1	Isomatex Filava	400	10	1%	302 Pa
2	NEG AR310S800	310	10	0.8%	325 Pa

Table 2: Table of reinforcement parameters of FBP single layer specimens.

2.1.2. Preparation of FBP single-layer specimens for tension and bending

In order to provide FBP specimens as close as possible than EM specimens, and as thin as possible, straight laces were printed in order to die-cut single-layer specimens. Geometry is the same as EM samples (Figure 2). They are cut while the material is fresh just after printing, as shown in Figure 4. The surface is gently tapped to provide a regular aspect. Then, specimens are cured in a humid environment for 1 day, immersed in water for 27 days and unmolded. Matrix is a Lafarge 3DPG mortar (see Table 1). Reinforcement fibre rovings are Isomatex Filava 400 Tex and NEG AR310S800, amongst the other FBP-compatible types listed in Table **??**.

2.1.3. Preparation of FBP multi-layer specimens for bending

Right after the printing process described in Section **??**, as for other specimens, the printed square boxes are cured in humid environment for 1 day and immersed in water for 27 days. Multilayer beam specimens are sawn out of the printed walls, with constant length (200mm) and varying sections, average 30x30mm. Matrix is a Lafarge 3DPG mortar (see Table 1), reinforcement is NEG AR310S800 (10 rovings/layer). Different layer heights and thicknesses were set to provide global reinforcement ratios of the lace going from 0.5 to 0.7% . Due to the edge drainage of free matrix, locally (near the center



Figure 4: Die-cut FBP single-lace specimens.

of the lace) the reinforcement ratio is higher, up to 1%. Unlike to the EM or single-lace FBP specimens, here the specimen size is not prescribed by a mold and is dependent on the printing process settings (Figure 5). As the geometry of the sections of the specimens present some variations, each section is photographed and a CAD software compute cross-section parameters such as the neutral axis and the area moments, as shown in Figure 6. In these calculations the mechanical influence of the fibers are neglected. Unreinforced reference samples were also produced.

2.1.4. Preparation of notched FBP multi-layer specimens for bending

As said before, not only the fiber ratio, but also the toughness of the matrix, and the critical strain energy release rate after a crack initiates, are also very important. As existing cementitious inks are tough concrete, we proposed EM specimens permitting more weak matrices, but another way to decrease the available elastic energy when cracking is to use notched specimens. They should permit a less brutal propagation, and consequently a larger pseudo strain-hardening behavior. Thus, two notched multilayer specimens were prepared, with 100mm and 200mm span (Figure 7). The notch depth is 3mm. The notch

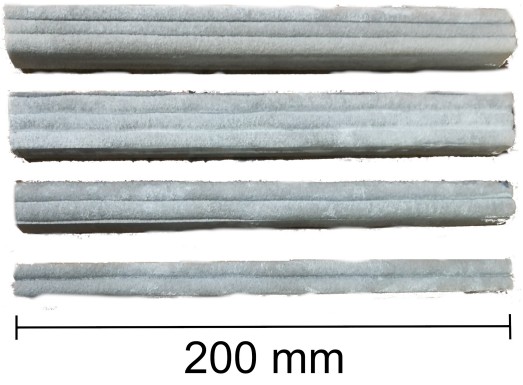


Figure 5: FBP Multi-layer beam specimens.

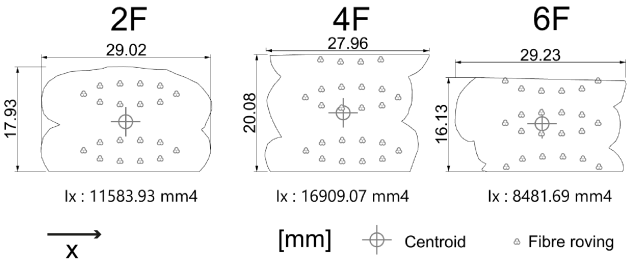


Figure 6: Drawing of 2F, 4F and 6F specimen sections. Ix denotes the second area moment with respect to the x-axis.

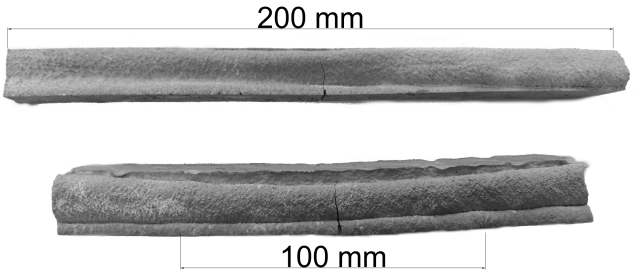


Figure 7: Notched FBP multi-layer beam specimens after testing.

is obtained with a diamond wire saw providing a 1mm cut width. Matrix and reinforcement are the same as unnotched multilayer specimens.

2.2. Test methods

2.2.1. Direct tension tests of single-layer EM and FBP specimens

Figure 8 shows a typical specimen during testing. Tests were performed in displacement control (rate = 0.005 mm/s) using a Instron universal testing machine. Both ends of the specimen were held by machine grips. In order to perform Digital Image Correlation (DIC) measurement of strain, a speckle pattern was applied to one side of the specimen using spray paint. Measurements were performed with a Allied Vision Prosilica GX3300 camera and a custom MATLAB code. Specimens were also instrumented with a Kyowa KFGS-5-120-C1-11 strain gage centered in the longitudinal axis on the unpainted side. A MF MFA 2 clip-on extensometer was eventually used to complete the measurements.

2.2.2. 4-point bending test of EM and FBP single-layer specimens

Four-point bending tests were performed at 28 days using an Adamel universal testing machine with a 1kN load cell (Figure 9). The displacement rate was 0.005 mm/s. Strain measurements are carried by DIC and a strain gauge, with the same method as direct tension test (see Section 2.2.1). 3 reinforced, 1 unreinforced EM specimens and 1 reinforced FBP specimen were tested.

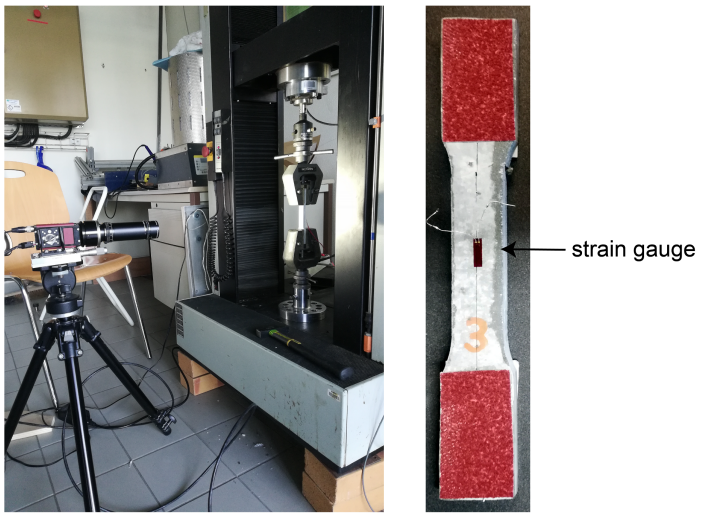


Figure 8: (a) Tensile test setup with photogrammetric measurement. (b) the back side of test specimen and strain gauge.

2.2.3. 4-point bending test of unnotched and notched FBP multi-layer specimens

Four-point bending tests were performed at 28 days using an Instron universal testing machine with a 10kN load cell (Figure 10. The displacement rate was 0.05 mm/s. Strain measurements are carried by DIC and a strain gauge following the same setup as in the direct tension experiments (see 2.2.1). For unnotched specimens, 5 reinforced and 2 reference specimens were tested. For notched specimens, 2 reinforced specimens were tested.

2.3. Test results

Firstly a brief comparison between EM and FBP tension specimens with close characteristics (kind of fibers, fiber-ratio...) validates the fact that the 2 processes are comparable. Then different tension and bending tests on EM, FBP and notched FBP specimens are presented and some conclusions highlighted.

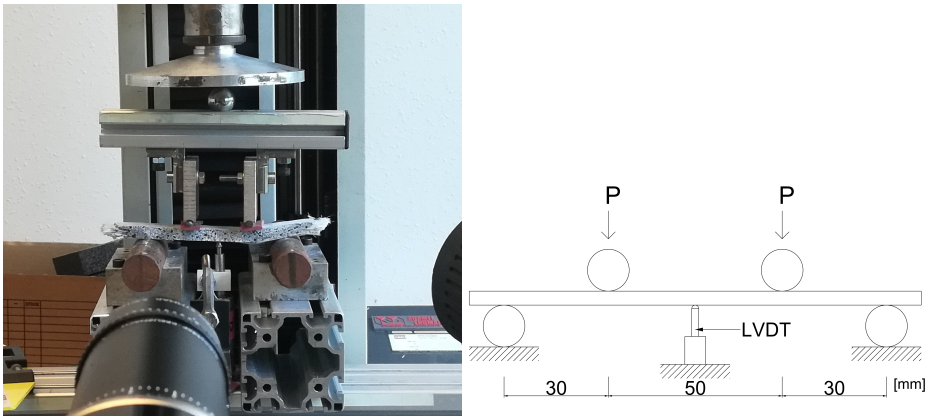


Figure 9: View and schema of the test setup for 4-point bending of single-layer specimens.

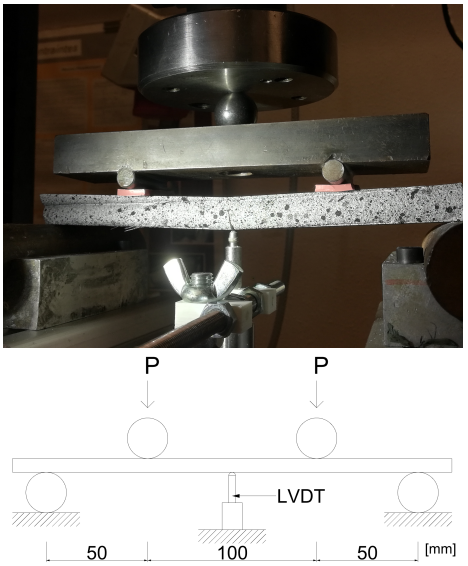


Figure 10: View and schema of the test setup for 4-point bending of multi-layer specimens.

2.3.1. Direct tension of similar EM and FBP specimens

EM and FBP tension specimens, either reinforced using 310 Tex Glass rovings or 400 tex basalt, are compared by direct tension tests. Firstly the fracture profiles are very similar for the both processes, (Figure 11) showing same roughness and mixed brooming and fibre rupture.

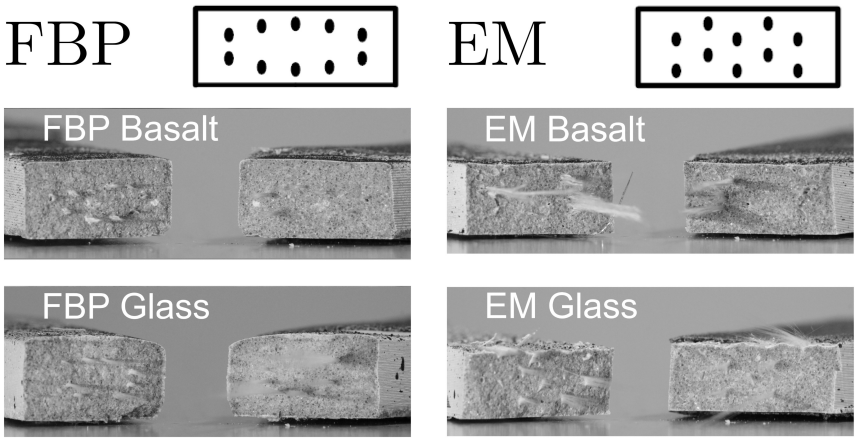


Figure 11: Tilted view of FBP and EM specimens rupture profiles.

Figure 12 shows different stress-strain curves for these EM and FBP specimens. Their appearance are very close and the order of magnitude of stiffnesses, strengths and pseudo strain hardening are comparable even if the tabletop specimens have slightly higher resistances. Note also that due to the brittle behavior of the tough matrix, these direct tension tests are very sensitive to defects and test imperfections, and for both processes some specimens have brittle-elastic behavior with sometimes (Figure 12) a higher stength. To conclude, both processes can be considered comparable even if EM seems to provide less defect in the material, appearing as a kind of higher-bound of what is achievable with FBP. Some factors may explain this situation :

- For EM, smaller matrix quantities, smaller extrusion nozzle, permit certainly a more defect-free cement than for FBP. Moreover, to permit the penetration of the mortar around the rovings, specimens are vibrated

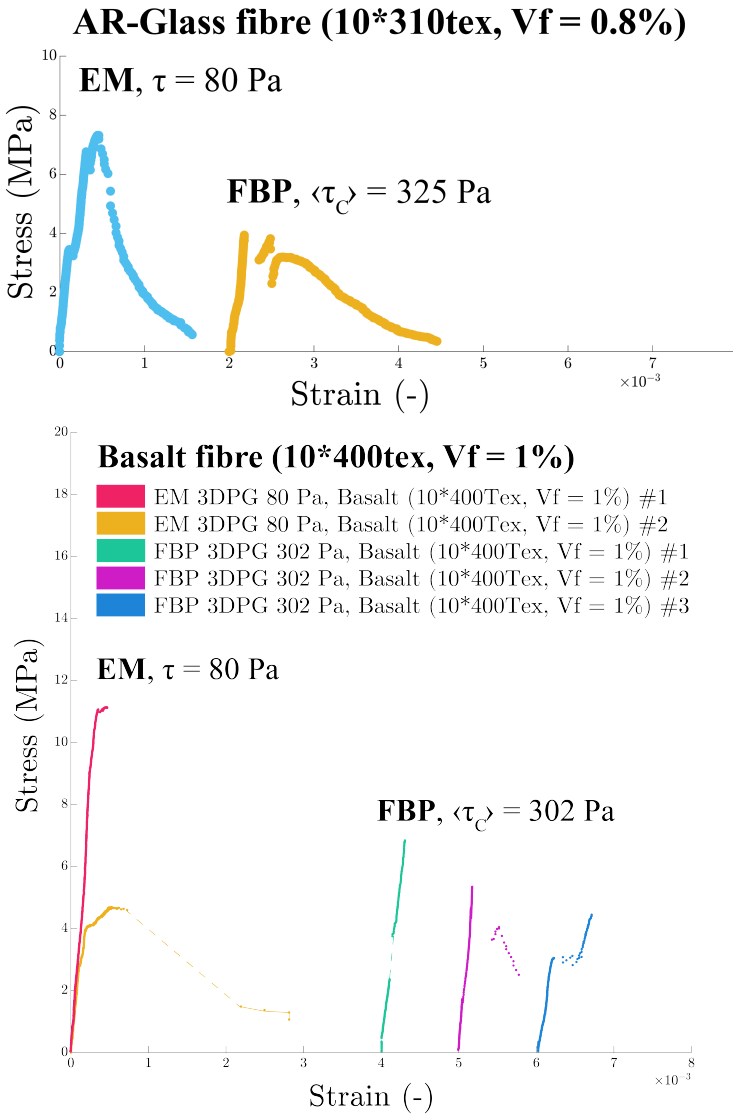


Figure 12: Stress-strain curves of EM and FBP direct tension specimens, reinforced with glass or basalt fibre.

which is not the case for FBP ones. This may improve the impregnation. Finally, the increase of yield stress is slower as no addition of additives during extrusion. This may improve also the impregnation.

- For FBP, industrial process, mixing, large pipes etc... may introduce more heterogeneity and defects in the matrix. Moreover fibres rovings may be damaged by their reconditioning into small bobbins, reducing strength.

2.3.2. 4-point bending of FBP specimens

A representative stress-strain curve of the multilayer specimens behaviour with and without reinforcement is shown in Figure 13. Both exhibit a similar linear behaviour until reaching a flexural stress of 20 MPa. Then, unreinforced specimens fail catastrophically after the first crack. Reinforced specimens shows a stress drop (approx. 1/4 of the total load) after the first crack initiation, followed by a bell-shaped phase where the material reloads slightly while the crack propagates, before a smooth descent of stress accompanied with the crack opening. Then the pullout of residual reinforcement provides a smooth softening phase while the crack opens until complete failure.

The single-layer specimens show a very similar behaviour, and a representative curve is shown in Figure 14.

These results highlight the potential of anisotropic concrete to provide ductility at single-layer and multi-layer scale, even at low reinforcement rates (0.7%), and even with tough matrix, which is promising. However, due to this very brittle behavior of the matrix, some reinforced specimens also failed more brutally with more limited ductility, as shown in Figure 15.

The tests on notched specimens confirm the fact that for tough matrices the crack energy is determinant. Following the same method, multi-layer notched specimens of 100mm and 200mm length were tested and provided a good ductility (and a reduced resistance), as shown in Figure 16.

Indeed, failure of tough and brittle materials such as the high performance mortar used for FBP printed specimens is highly sensitive to the defects. Here,

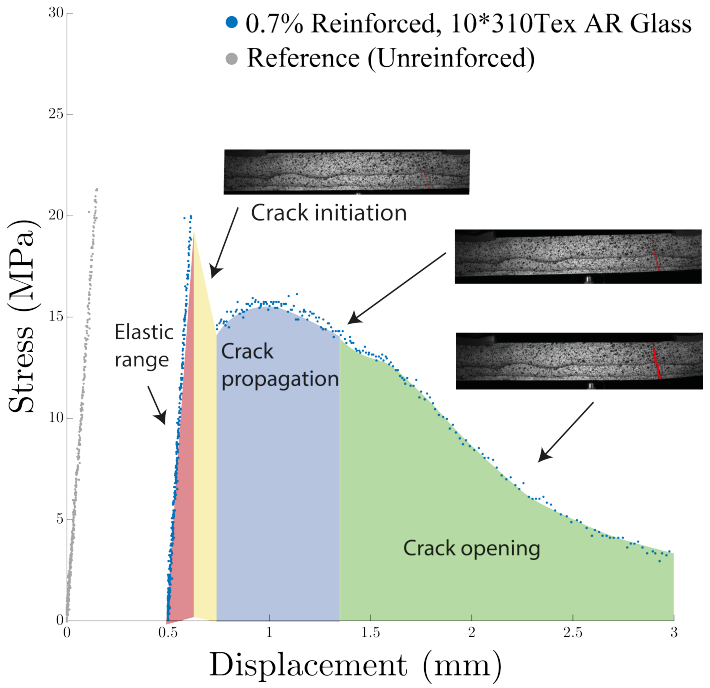


Figure 13: Representative stress-displacement curve for 4-point bending of 200x20x20mm multi-layer printed specimens.

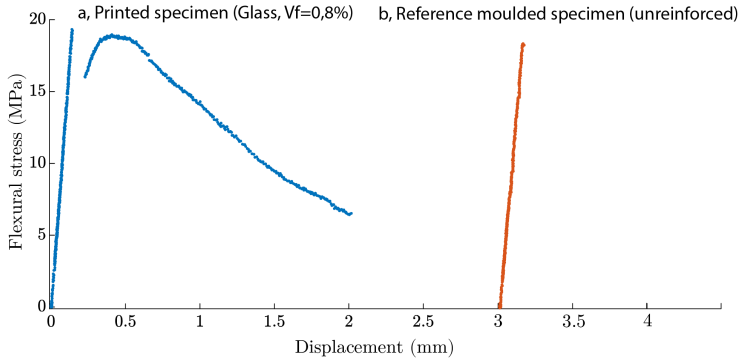


Figure 14: Representative stress-displacement curve for 4-point bending of 170x16x8mm single-layer printed specimens.

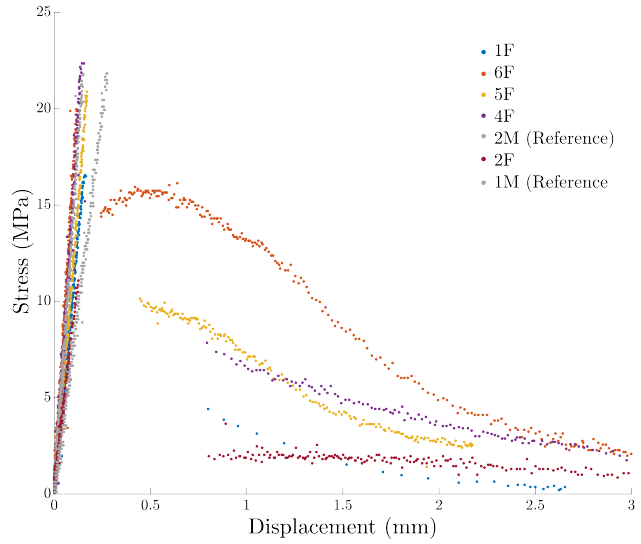


Figure 15: Stress-displacement curves for 4-point bending of 200x20x20mm multi-layer printed specimens.

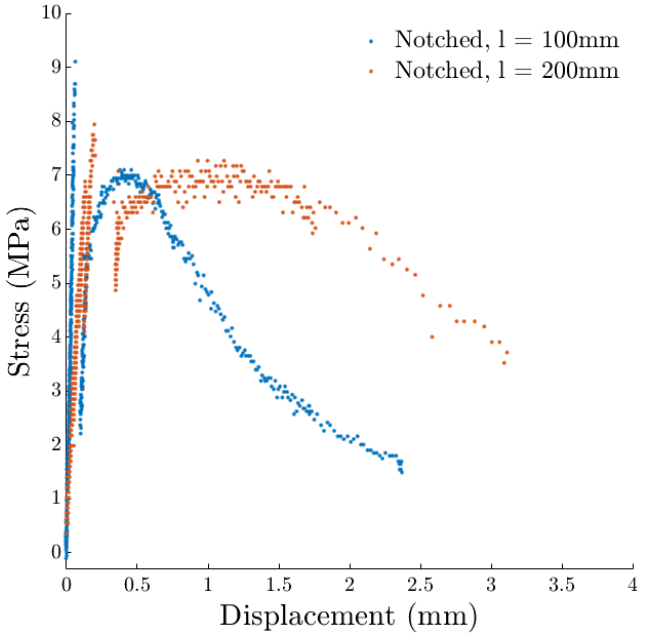


Figure 16: FBP multi-layer notched specimens.

the notch (as a pre-existing major defect) allows an earlier crack initiation with less available elastic energy. Such test relates to many situations where the material is already cracked (e.g. fatigue cracks, geometrical defects) and highlights the utility and efficiency of the proposed reinforcement, even for low fiber ratio.

2.3.3. Prospective results with EM specimens

Here we summarize some additional and prospective experiments carried on the extrusion-moulded (EM) specimens. These tests permit, after be comforted that the 2 processes are comparable, to get out the limits prescribed by the present FBP device. They allow to explore the potential of the FBP concept to improve ductility and/or strength of anisotropic concrete. In particular, EM permits to study the effect of different initial yield stress, of a less tough cementitious matrix, and the effect of higher fiber ratios.

Effect of the yield stress: a specificity of the OLP technology on which FBP is based on is the addition of yield-stress modifying adjuvents just before extrusion. By changing the additive dosing, one can control the yield stress of mortar at impregnation. Previous works by the authors on pull-out of mono-filaments shown the importance of yield stress on the bond properties [30] between fibre and mortar. This yield stress control may be mastered here by changing the matrix superplasticizer dosing in the EM process. Figure 17 shows the different stress-strain curves obtained for the same 3DPG matrix but with 2 different yield stresses , 75 Pa and 250 Pa.

Here, very fine reinforcement (66 tex rovings) are chosen to ease the impregnation. Low yield stress specimens show fragile failure, without any pseudo strain-hardening (Figure 18. This is due to the strong fibre/matrix bond, where fibres are directly broke when a crack propagates. High yield stress specimens allow some ductility, thanks to a weaker interface between fiber and matrix, allowing fibre pullout after crack opening.

In [30] the influence of this interface is discussed and it is shown a contrario that too strong interfaces may also decrease the ductility, by preventing decohesion mechanisms able to dissipate cracking energy. Consequently it is really

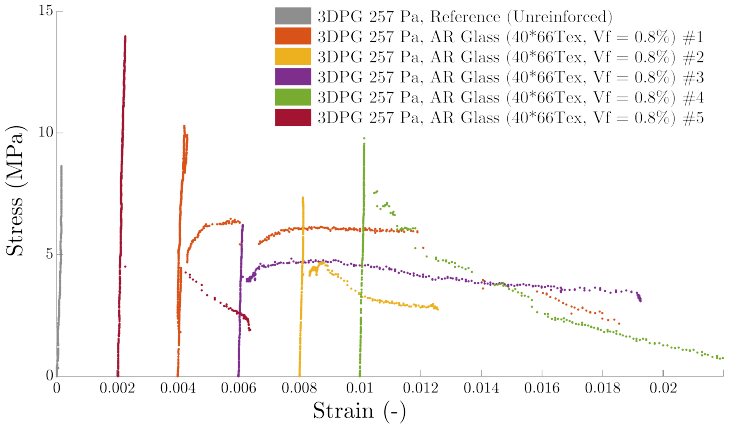


Figure 17: Stress-strain curves for high yield stress (256 Pa) EM specimens. Curves are offset for clarity.

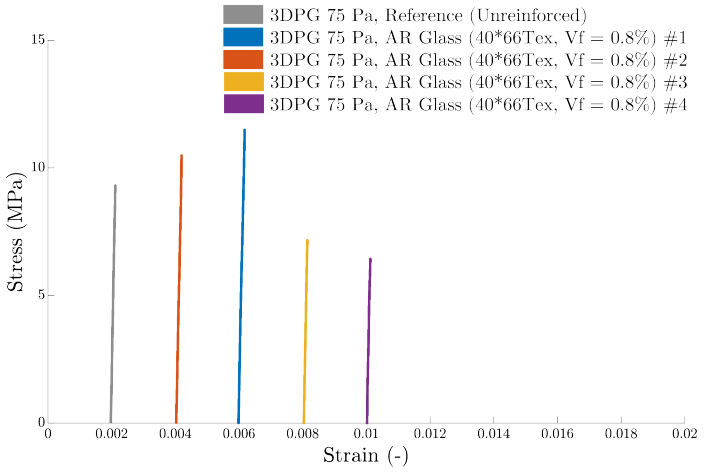


Figure 18: Stress-strain curves for low yield stress (75 Pa) EM specimens. Curves are offset for clarity.

important to understand and master these impregnation aspect. And the yield stress of the matrix is proven here to be a keypoint.

Increasing reinforcement: by allowing up to 40 rovings, EM allows to formulate specimens with higher reinforcement rates than with FBP. Figure 19 shows the stress-strain curves of 6% reinforced specimens tested in direct tension. Those are formulated with the same strong printable matrix as FBP specimens (Lafarge 3DPG) (Section 2.3.2). Specimens are tested after a complete 28-day curing (1 day in humid environment, 27 days immersed in water). The increase of strength (X3) is remarkable and promising for a real improvement of the performance of the printed material. The strain-hardening behaviour is typical of Strain-Hardening Cementitious Composites (SHCC) and very interesting to propose ductile concrete structures.The multicracking phenomenon which permits such performances is clearly visible with DIC (Digital Image Correlation) as shown in Figure 20.

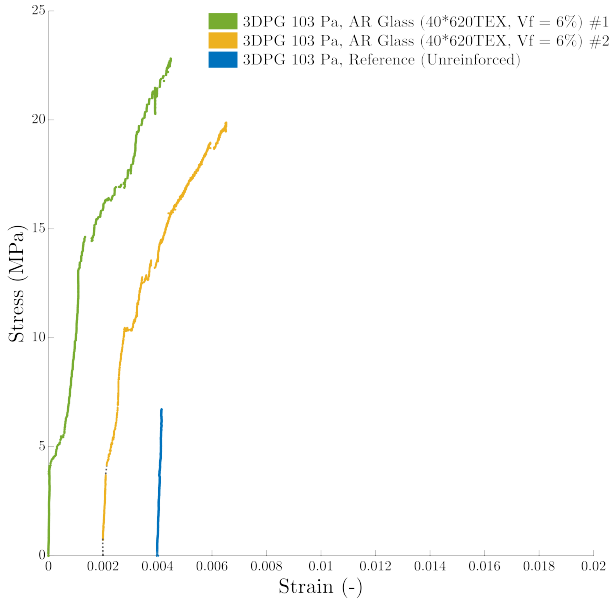


Figure 19: Stress-strain curves for EM tension specimens with high-reinforcement ratio (Vf = 6%) and tough matrix . Curves are offset for clarity.

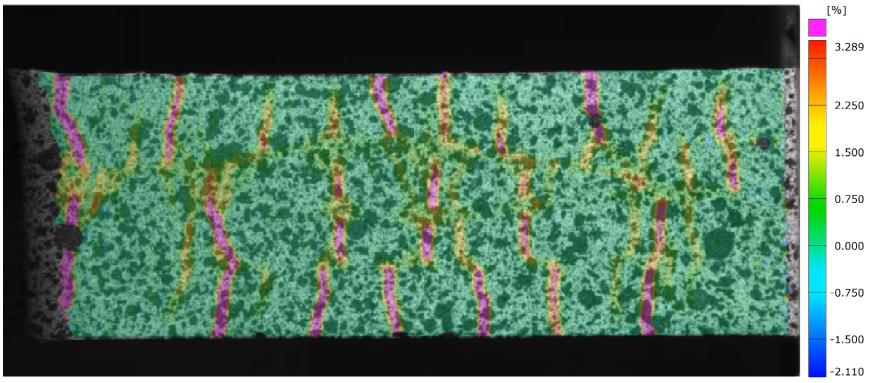


Figure 20: Strain digital image correlation for EM specimen with high-reinforcement ratio and tough matrix during a tension test, showing multicracking.

Using a weaker matrix Figure 21 concerns a previous preliminary investigation of moulded reinforced specimens and involving a more simple process than the EM described here. Those are 7-days-old specimens, thus having a weaker matrix (the cement has not reached its optimal performance). It shows the strong increase of resistance (up to 20 MPa) and ductility compared to the unreinforced reference sample. These results suggest that using a weak matrix allows high strength and multicracking without needing important reinforcement amounts (up to Vf = 1.4% using 14 rovings). Such formulation seems achievable using FBP and will be explored in further works.

References

[1] J.-F. Caron, N. Ducoulombier, Method and device for manufacturing an anisotropic concrete - wo2020249913/fr3097152, (17 Dec 2020).

[2] D. A. Salas, A. D. Ramirez, C. R. Rodríguez, D. M. Petroche, A. J. Boero, J. Duque-Rivera, Environmental impacts, life cycle assessment and potential improvement measures for cement production: A literature review, Journal of Cleaner Production 113 (2016) 114–122. doi:10.1016/j.jclepro.2015.11.078.

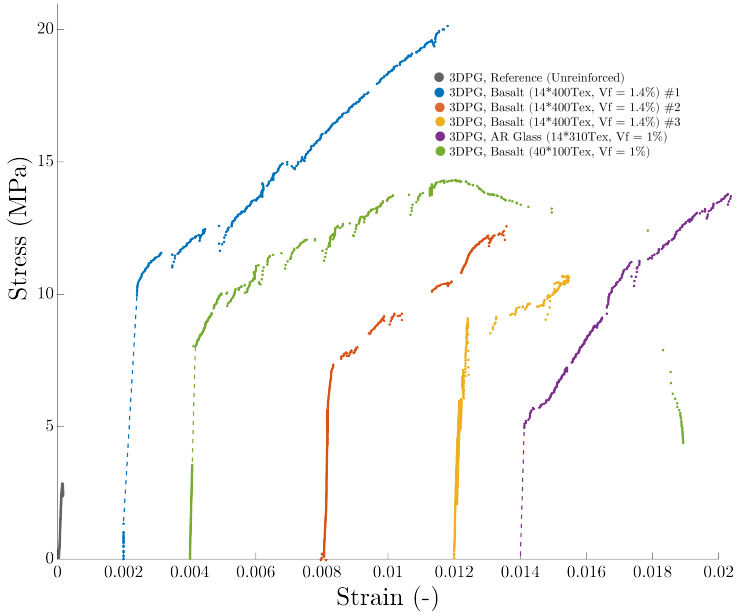


Figure 21: Stress-strain curves of 7 days specimens. Curves are offset for clarity.

[3] E. Worrell, L. Price, N. Martin, C. Hendriks, L. O. Meida, Carbon dioxide emissions from the global cement industry, Annual Review of Energy and the Environment 26 (1) (2001) 303–329. doi:10.1146/annurev.energy.26.1.303.

[4] R. M. Andrew, Global co2 emissions from cement production, Earth Syst. Sci. Data 10 (2018) 195–217. doi:10.5194/essd-11-1675-2019.

[5] A. Nanni, Flexural behavior and design of rc members using frp reinforcement, Journal of structural engineering 119 (11) (1993) 3344–3359. doi:https://doi.org/10.1061/(ASCE)0733-9445(1993)119:11(3344).

[6] O. Chaallal, B. Benmokrane, Fiber-reinforced plastic rebars for concrete applications composites, Part B: Engineering 27 (3-4) (1996) 245–252. doi:https://doi.org/10.1016/1359-8368(95)00023-2.

[7] M. Frigione, M. Lettieri, Durability Issues and Challenges for Material

Advancements in FRP Employed in the Construction Industry, Polymers 10 (3) (2018) 247. doi:10.3390/polym10030247.

[8] A. Scholzen, R. Chudoba, J. Hegger, Thin-walled shell structures made of textile-reinforced concrete, Structural Concrete 16 (1) (2015) 106–114. doi:10.1002/suco.201300071.

[9] C. Pascal, P. Rossi, I. Schaller, Can steel fibers replace transverse reinforcements in reinforced concrete beams?, Materials Journal 94 (5) (1996) 341–354.

[10] V. C. Li, H.-C. Wu, Conditions for Pseudo Strain-Hardening in Fiber Reinforced Brittle Matrix Composites, Applied Mechanics Reviews 45 (8) (1992) 390–398. doi:10.1115/1.3119767.

[11] S. Lim, R. A. Buswell, T. T. Le, S. A. Austin, A. G. F. Gibb, T. Thorpe, Developments in construction-scale additive manufacturing processes, Automation in Construction 21 (2012) 262–268. doi:10.1016/j.autcon.2011.06.010.

[12] G. Vantyghem, W. De Corte, E. Shakour, O. Amir, 3D printing of a post-tensioned concrete girder designed by topology optimization, Automation in Construction 112 (2020) 103084. doi:10.1016/j.autcon.2020.103084.

[13] D. Asprone, C. Menna, F. P. Bos, T. A. M. Salet, J. Mata-Falcón, W. Kaufmann, Rethinking reinforcement for digital fabrication with concrete, Cement and Concrete Research 112 (2018) 111–121. doi:10.1016/j.cemconres.2018.05.020.

[14] V. Mechtcherine, R. Buswell, H. Kloft, F. P. Bos, N. Hack, R. Wolfs, J. Sanjayan, B. Nematollahi, E. Ivaniuk, T. Neef, Integrating reinforcement in digital fabrication with concrete: A review and classification framework, Cement and Concrete Composites 119 (2021) 103964. doi:https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2021.103964.

URL https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0958946521000342

[15] E. Lloret, A. Shahab, M. Linus, R. Flatt, F. Gramazio, M. Kohler, S. Langenberg, Complex concrete structures: Merging existing casting techniques with digital fabrication, Computer-Aided Design 60 (2015) 40–49. doi:https://doi.org/10.1016/j.cad.2014.02.011.

[16] SF3DR, 3 dr ® structural formwork (1999).
URL https://www.3drcoffrages.com/en/

[17] Z. Ren, L. Wang, Applied research of light steel rib-concrete with dipy construction formwork system, Proceedings of the Fourth International Conference on Advances in Steel Structures I (2005) 665–670. doi:https://doi.org/10.1016/B978-008044637-0/50097-4.

[18] B. Khoshnevis, D. Hwang, K.-T. Yao, Z. Yah, Mega-scale fabrication by contour crafting, Int. J of Industrial and Systems Engineering 60 (2006) 301–320. doi:http://dx.doi.org/10.1504/IJISE.2006.009791.

[19] F. P. Bos, Z. Y. Ahmed, E. R. Jutinov, T. A. M. Salet, Experimental Exploration of Metal Cable as Reinforcement in 3D Printed Concrete, Materials (Basel, Switzerland) 10 (11) (Nov. 2017). doi:10.3390/ma10111314.

[20] V. Mechtcherine, A. Michael, M. Liebscher, T. Schmeier, Extrusion-based additive manufacturing with carbon reinforced concrete: Concept and feasibility study, Materials 13 (11) (2020) 2568. doi:10.3390/ma13112568.

[21] M. Hambach, D. Volkmer, Properties of 3d-printed fiber-reinforced portland cement paste, Cem. Concr. Compos. 79 (2017) 62–70. doi:http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2017.02.001.

[22] B. Panda, P. Chandra, M. Jen Tan, Anisotropic mechanical performance of 3d printed fiber reinforced sustainable construction material, Material Letters. 209 (2017) 146–149. doi:http://dx.doi.org/10.1016/J.MATLET.2017.07.123.

[23] N. Ducoulombier, L. Demont, C. Chateau, M. Bornert, J. Caron, Additive manufacturing of anisotropic concrete: a flow-based pultrusion of continuous fibers in a cementitious matrix, Procedia Manufacturing 47 (2020) 1070–1077. doi:10.1016/j.promfg.2020.04.117.

[24] R. Matsuzaki, M. Ueda, M. Namiki, T.-K. Jeong, H. Asahara, K. Horiguchi, T. Nakamura, A. Todoroki, Y. Hirano, Three-dimensional printing of continuous-fiber composites by in-nozzle impregnation, Scientific reports 6 (2016) 23058. doi:10.1038/srep23058.

[25] L. Demont, D. Ducoulombier, R. Mesnil, J.-F. Caron, Flow-based pultrusion of continuous fibers for cement-based composite material and additive manufacturing: rheological and technological requirements, Composite Structures (2021) 113564doi:https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2021.113564.

[26] P. Monnot, J. Lévesque, L. Laberge Lebel, Automated braiding of a complex aircraft fuselage frame using a non-circular braiding model, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 102 (2017) 48–63. doi:10.1016/j.compositesa.2017.07.011.

[27] N. P. Roussel, Rheological requirements for printable concretes, 2018. doi:10.1016/j.cemconres.2018.04.005.

[28] K. Wille, S. El-Tawil, A. E. Naaman, Properties of strain hardening ultra high performance fiber reinforced concrete (UHP-FRC) under direct tensile loading, Cement and Concrete Composites 48 (2014) 53–66. doi:10.1016/j.cemconcomp.2013.12.015.

[29] N. Roussel, P. Coussot, "fifty-cent rheometer" for yield stress measurements: From slump to spreading flow, Journal of Rheology 49 (05 2005). doi:10.1122/1.1879041.

[30] N. Ducoulombier, C. Chateau, M. Bornert, J.-F. Caron, P. Aimedieu, T. Weitkamp, J. Perrin, A. King, M. Scheel, X-ray tomographic obser-

vations of microcracking patterns in fibre-reinforced mortar during tension stiffening tests, Strain (2020). doi:org/10.1111/str.12347.

Flow-Based Pultrusion of Anisotropic Concrete : Mechanical properties at hardened state

Léo Demont[1 [0000−0002−5833−8683]], Malo Charrier[2], Pierre Margerit[2 [0000−0003−4922−9837]], Nicolas Ducoulombier[3 [0000−0001−9826−3287]], Romain Mesnil[2 [0000−0001−5762−6037]], and Jean-François Caron[1,2 [0000−0001−8625−6784]]

[1] Navier Laboratory, École des Ponts ParisTech, Univ. Gustave Eiffel, CNRS, Marne-La-Vallée, France
[2] École des Ponts ParisTech, Marne-La-Vallée, France
[3] XtreeE, Rungis, France leo.demont@enpc.fr

Abstract. The issue of reinforcement for 3D concrete printing has received considerable attention, as constructions have to comply with reliability principles and building standards. Here a specific process called Flow-Based Pultrusion for additive manufacturing (FBP), inspired by pultruded composite manufacturing and built on existing extrusion-based 3D printing technology, permits to impregnate numerous continuous fiber rovings pulled by the extrusion flow of a fine mortar[4]. The resulting extruded material, an *Anisotropic Concrete*, is isotropic transverse like unidirectional long fibers composite. The mechanical properties are greatly influenced by the quantity of fibres (reinforcement ratio) and their impregnation quality [2]. These factors are related to the process parameters [3], the mortar rheology for impregnation and the fibre dosage (roving thickness, roving count) for reinforcement ratio. Full-scale experiments are presented, using fibre rovings to increase the reinforcement ratio up to 3 %, which is comparable to the steel/concrete ratios in traditional rebar-reinforced concrete elements. The influence of reinforcement ratio on the tensile strength and ductility of the hardened material is presented.

Keywords: Additive manufacturing · Concrete · Composite materials · Mechanical properties.

1 Introduction

Concrete 3D printing has become popular and industrial applications emerge. Reinforcement is a necessity to make the printed structures mechanically adapted to usual building applications and compliant with reliability standards. Hence many ways of reinforcing 3D-printed concrete have been identified [6] and *In line* methods have been proposed. For such technologies, reinforcement efficiency is questionable and can be sensitive to process parameters [1].

In this paper, we present such a method called Flow-Based Pultrusion (FBP) [4]. Numerous continuous fiber rovings are impregnated and pulled by the extrusion flow of a printable mortar, providing unidirectional reinforcement, similarly

to well-known long fibre composites. With such material, it is necessary to properly set process parameters (mortar type and rheology, fibre type and dosing) to provide the desired mechanical behaviour, namely ductility, reinforcement and toughness (resistance to crack propagation). The bond between fibres and the fine-grained mortar is a key factor driving mechanical properties, and is linked with the mortar yield stress at extrusion τ_e. The type of mortar and fibre play a role but here only the influence of the reinforcement ratio V_f is investigated and strategies to obtain good mechanical properties are given.

After the FBP process is described, mechanical properties of the resulting material, called *Anisotropic Concrete*, are investigated through bending and tension testing and with various V_f settings.

2 Description of the FBP process

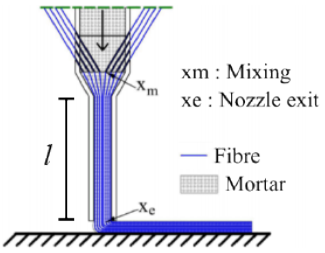


Fig. 1. Schema of FBP [4]

The process is illustrated in Fig. 1. Continuous rovings are impregnated and pulled through an extrusion die where the mortar evolves thanks to the accelerator additives. Fibres are directly dragged by the Herschel-Bulkley flow thanks to shear stresses (see [2],[4] for details). This principle is implemented in an extrusion-based concrete 3D printing system (XTreeE technology and HAL Robotics software) (Fig.2a).

3 Mechanical properties of Anisotropic Concrete

3.1 Materials and methods

In order to assess the mechanical properties of Anisotropic Concrete in the direction of reinforcement, 8 multi-layer and 14 single-layer specimens were printed and tested, respectively, in bending and tension. Matrix is a *Lafarge 3DPG* printable mortar reinforced with 10 AR-Glass rovings of the same type, *NEG AR310S800* (310 Tex), or *Owens Corning* (1200 Tex) which yields, respectively, $V_f = 0.8\%$ or 3%.



Fig. 2. (a) XtreeE concrete 3D printing system (Build'In Lab), (b) FBP apparatus attached to the 3D printing system, (c) 3D printing of anisotropic concrete.

Preparation of specimens Multilayer bending specimens were cut from printed samples such as shown in Fig. 2 (c) after being cured in water for 28 days. As their geometry varies slightly because of the printing, their cross-section is photographed and geometrical parameters (i.e. area moments and neutral axis) computed using a CAD software. Single-layer tension specimens are printed laces, softly re-shaped into dog-bones at fresh state using a mold.

Testing of specimens Tension tests are illustrated in Fig. 3. They are displacement controlled at a speed of 0.005 mm/s, using an Instron universal testing machine. In order to perform Digital Image Correlation (DIC) strain measurements, a speckle pattern is applied to one side of specimens which is filmed by a camera. More details on the setup can be found in [2]. Bending tests are operated similarly. Installation (see Fig.3) and testing speed (0.05 mm/s) are adapted. An LVDT sensor is placed on the middle point of the specimen in order to measure its maximum deflection.

3.2 Influence of reinforcement ratio

Representative stress-strain curves of unreinforced, 0.8% and 3% reinforced samples are shown in Fig. 4. Unreinforced sample are brittle as 0.8% samples show a ductile phase after the initiation of the first crack.
3% reinforced samples show an improvement of final resistance (+80%) and more ductility with strains up to 2%. For tensile tests, the standard deviation for reinforced samples is 3.03 MPa (V_f = 3%) and 1.04 MPa (0.8%) which is comparable to unreinforced ones (2.60 MPa). Bending is similar with standard deviations of 2.18 MPa (3%), 4.02 MPa (0.8%) and 3.57 MPa (unreinforced).

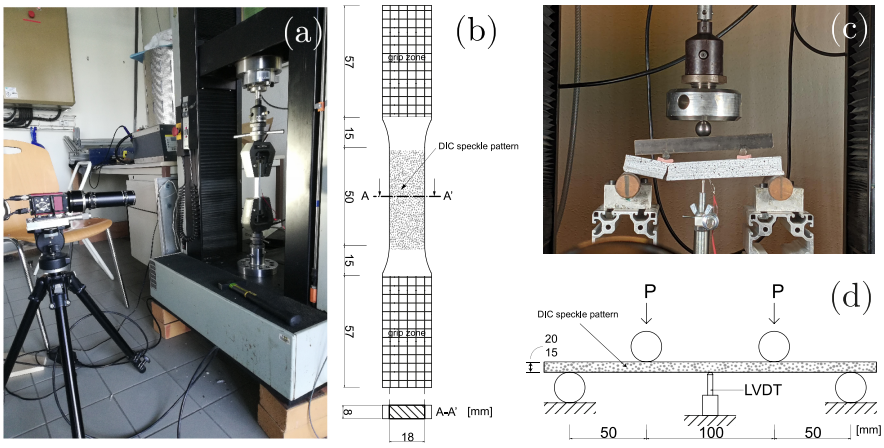


Fig. 3. (a) Tensile test setup with DIC measurement. (b) Schema of tensile test specimen. (c) 4-point bending test setup. (d) Schema of bending test and specimen.

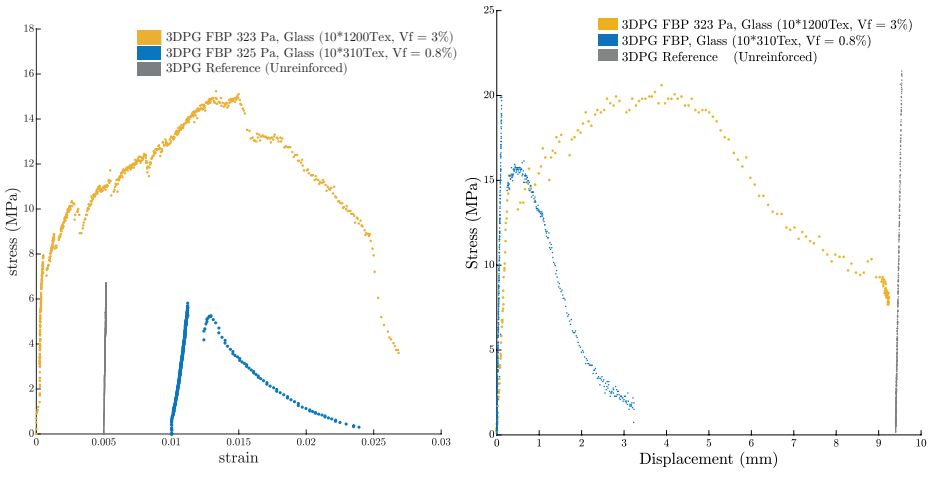


Fig. 4. Representative stress-strain curves for direct tension (left) and bending (right) specimens with varying reinforcement ratios. Curves are offset for clarity.

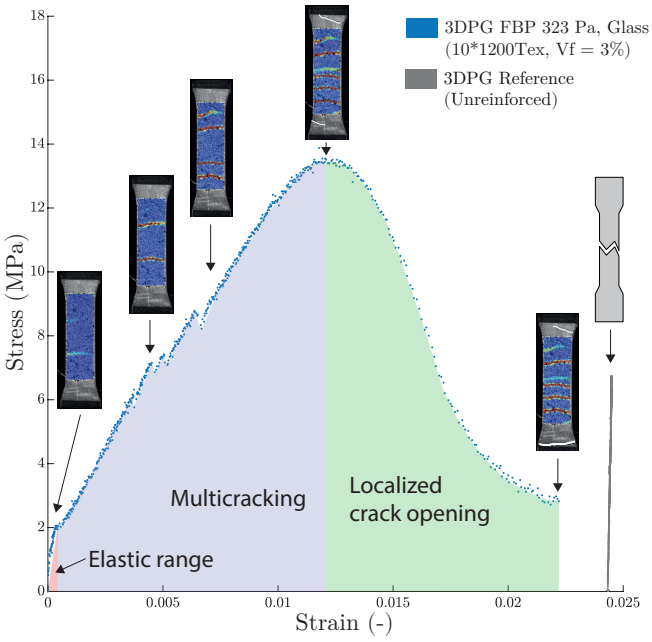


Fig. 5. Left : Representative stress-strain curve and associated cracking behavior of a 3% reinforced tensile sample. Curves are offset for clarity.

Representative stress-strain curves and associated cracking behaviour for tension tests are shown in Fig. 5. After an elastic phase, a first crack appears and unreinforced samples fails at an average stress of 7 MPa. Reinforced samples crack earlier and shows a shorter elastic range, until 2 MPa, due to the presence of defects induced by the introduction of fibers in the mortar's packing. This earlier cracking permits the following multicracking phase, depending on the matrix (mortar) fracture energy [5] which relates to its strength : the stronger the matrix, the harder it is to crack. Early crack activation prevents excessive localized stress gradients and the fibers remain able to "sew-up" these damages. During this phase, the load increases until a strain of about 1%-1.5%. Finally, a strain localization up to 2-3% due to one of the cracks, leads to a smooth load decrease until rupture. At the same dosages, the observed rupture profiles may vary but are consistent with the testing conditions : in most cases the first crack is transverse (to the fibre direction) or slightly angled, and in the gage area. For some samples, fracture initiates near the grip zone due to stress concentrations but the following multiple cracks are transverse and in the gage area. Exceptionally, for 3% reinforced samples two tests shown some longitudinal crack developments along the reinforcement direction, similar to splitting for composite materials, suggesting the exceeding of the fiber-matrix interface strength due to the bifurcation of a transverse crack. Nevertheless, the stress-strain response of these two samples were similar to the other ones.

For bending, the behaviour is very similar. Comparison with unreinforced material shows the reinforcement's efficiency : final resistance is improved and the material becomes ductile.

4 Conclusion and perspectives

The aim of this study was to investigate how Flow Based Pultrusion can provide a solution to reinforce 3D-printed concrete, by studying the effect of reinforcement ratio V_f. Thanks to a good setting of parameters (type of fibers and matrix, rheology parameters...) process operates successfully at 1:1 scale and the material presents an improved tensile resistance (+80%) and ductility (strain up to 2%). Its unidirectional character permits to add reinforcement at the right place and in the right direction. This is already familiar to the composite industry, where cross-ply laminates orientation can be optimized. But it's also not so far from traditional reinforced concrete philosophy, rebars positioning is adapted to account for specific efforts. The FBP process proposes more versatility and disruptive solutions.

5 Acknowledgements

This work was funded by Ecole des Ponts ParisTech and Build'in
https://www.buildin-enpc.fr/, a technology platform of its Co-Innovation Lab.

References

1. Bos, F., Dezaire, S., Ahmed, Z., Hoekstra, A., Salet, T.: Bond of Reinforcement Cable in 3D Printed Concrete. In: Bos, F.P., Lucas, S.S., Wolfs, R.J., Salet, T.A. (eds.) Second RILEM International Conference on Concrete and Digital Fabrication. pp. 584–600. RILEM Bookseries, Springer International Publishing, Cham (2020)
2. Caron, J.F., Demont, L., Ducoulombier, N., Mesnil, R.: 3D printing of mortar with continuous fibres: Principle, properties and potential for application. Automation in Construction **129**, 103806 (Sep 2021)
3. Demont, L., Ducoulombier, N., Mesnil, R., Caron, J.F.: Flow-based pultrusion of continuous fibers for cement-based composite material and additive manufacturing: Rheological and technological requirements. Composite Structures **262**, 113564 (Apr 2021)
4. Ducoulombier, N., Demont, L., Chateau, C., Bornert, M., Caron, J.F.: Additive Manufacturing of Anisotropic Concrete: A Flow-Based Pultrusion of Continuous Fibers in a Cementitious Matrix. Procedia Manufacturing **47**, 1070–1077 (2020)
5. Li, V.C., Wu, H.C.: Conditions for Pseudo Strain-Hardening in Fiber Reinforced Brittle Matrix Composites. Applied Mechanics Reviews **45**(8), 390–398 (Aug 1992)
6. Wu, Z., Memari, A.M., Duarte, J.P.: State of the Art Review of Reinforcement Strategies and Technologies for 3D Printing of Concrete. Energies **15**(1), 360 (Jan 2022)

3.4 Essais mécaniques échelle : 1

Dans cette Section nous décrivons des essais mécaniques « échelle 1 » effectués sur une plaque élancée et une poutre, imprimées avec le procédé de fibrage.

Afin de préfigurer des applications dans le domaine de la construction, ces pièces-test sont conçues pour démontrer l'efficacité du renforcement par fibres continues à l'échelle de grandes pièces soutenant des charges élevées, en vérifiant que leur comportement est ductile. La plaque élancée a été renforcée dans toute sa section avec des stratifils de verre à un taux de renfort V_f de 3%.
Pour la poutre, nous proposons une conception en forme de T inversé où l'intrados est renforcé à l'aide de stratifils carbone ($V_f = 2.26\%$). Cette forme de section vise à obtenir un fonctionnement de type béton armé pour lequel on observe une fissuration diffuse du béton sollicité en traction, rendue possible par le renforcement des aciers qui se déforment jusqu'à plastification et rupture du béton comprimé. Ce scénario offre au final un comportement globalement ductile, et c'est que nous souhaitons reproduire avec les fibres et le béton anisotrope.
Dans une première Sous-Section nous allons décrire la conception et la réalisation des deux pièces-test. Nous décrirons ensuite la conduite des essais, en flexion 4 points, et enfin examinerons les résultats obtenus.

3.4.1 Design de la plaque et de la poutre

Dans cette Sous-Section nous décrivons la conception de la poutre et de la plaque testées. Pour la plaque, l'objectif est de vérifier sur un objet simple à réaliser la ductilité du matériau et de caler les dispositifs de tests et de mesure. La Figure 3.1 détaille la section de plaque qui va être fabriquée.

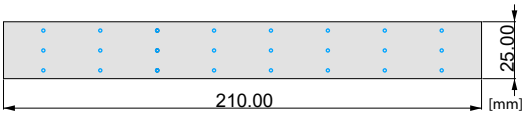


FIGURE 3.1 – Schéma de la section de plaque et localisation des renforts.

La poutre vise à être plus représentative d'une situation réelle : l'objectif est d'obtenir non seulement un comportement ductile, mais aussi une flèche plus faible qui illustre les contraintes de service d'une poutre, et d'utiliser efficacement le matériau en renforçant la poutre au minimum. Afin de répondre à ce cahier des charges, le procédé d'impression et de renforcement offre plusieurs possibilités :

— Premièrement, on l'a vu le matériau produit est anisotrope et le renforcement orienté dans la direction des couches. Le parcours d'outil du robot peut être conçu afin d'orienter les couches dans une direction préférentielle. Ainsi pour optimiser l'efficacité du renfort par rapport à la sollicitation en flexion, nous suivons une première approche simple : orienter le renfort dans la direction des contraintes longitudinales, c'est à dire dans le sens de la longueur.
— Deuxièmement, la possibilité de renforcer partiellement la section de poutre. Nous pouvons ainsi, après avoir étudié la répartition des efforts dans la section, délimiter la partie tendue qu'il est nécessaire de renforcer longitudinalement et fabriquer une pièce partiellement renforcée avec le procédé. Pour cela on imprime la poutre dans le sens « naturel » de la mise en oeuvre (c'est à dire en empilant les couches du bas vers le haut de la poutre), et on dimensionne la longueur des bobines de renfort pour qu'elles soient entièrement dévidées une fois que la partie tendue est réalisée. Grâce à cette technique nous pouvons donc imprimer un matériau renforcé pour les premières couches qui seront tendues par la flexion, puis dans la continuité imprimer la partie comprimée de la poutre sans renfort.

En exploitant ces deux possibilités (orientation du renfort dans le sens longitudinal et renforcement partiel de la section), on cherche à obtenir un mode de fonctionnement du renfort qui soit typique des aciers tendus dans une poutre en béton armé. Ces aciers sont positionnés dans la partie tendue de la poutre. Dans le cas d'une sollicitation en flexion composée, et avec un dimensionnement adéquat, ils plastifient dans un premier temps pour permettre dans un second temps la rupture progressive du béton comprimé dans la partie haute de la poutre, qui garde un comportement globalement ductile.

Néanmoins, par rapport à une poutre en béton armé, l'approche est un peu différente avec notre procédé de fibrage. D'une part, bien que l'on puisse dire que le béton armé appartient à la famille des matériaux composites, les bétons et armatures utilisées ont des propriétés différentes que le mortier et la fibre que nous utiliserons :

— Comparons le béton coulé au mortier imprimé. La résistance à la compression d'un béton coulé classique est de l'ordre de 50 MPa. Pour notre procédé, le mortier utilisé ultra-haute performance imprimé, a une résistance à la compression plus élevée, de l'ordre de 100 MPa. Par rapport à des poutres coulées massives de plus faible résistance, on peut donc affiner la partie comprimée de la section pour obtenir une résistance de poutre équivalente, et cela va de pair avec la logique surfacique du process d'impression qui nous amène naturellement à dessiner des sections plus fines.
— Comparons les barres d'armatures et les fibres. Pour le renfort, la norme NF EN 10080 et l'Eurocode 2 spécifient les propriétés des barres d'armatures à béton.

Elles sont divisées en trois classes de ductilité A, B ou C, qui dénotent leur valeur caractéristique d'allongement sous charge maximale ϵ_{uk} : $\geq 2.5\%$, $\geq 5\%$ et $\geq 7.5\%$. C'est le type A qui est utilisé en général. La limite d'élasticité de ces aciers est haute, et varie selon la nuance utilisée, généralement entre 400 et 500 MPa. On considère que ces aciers ont un comportement parfaitement plastique. C'est la plasticité des aciers seuls qui confère au béton armé son comportement ductile, le béton anisotrope tire parti de la déformation élastique des fibres.

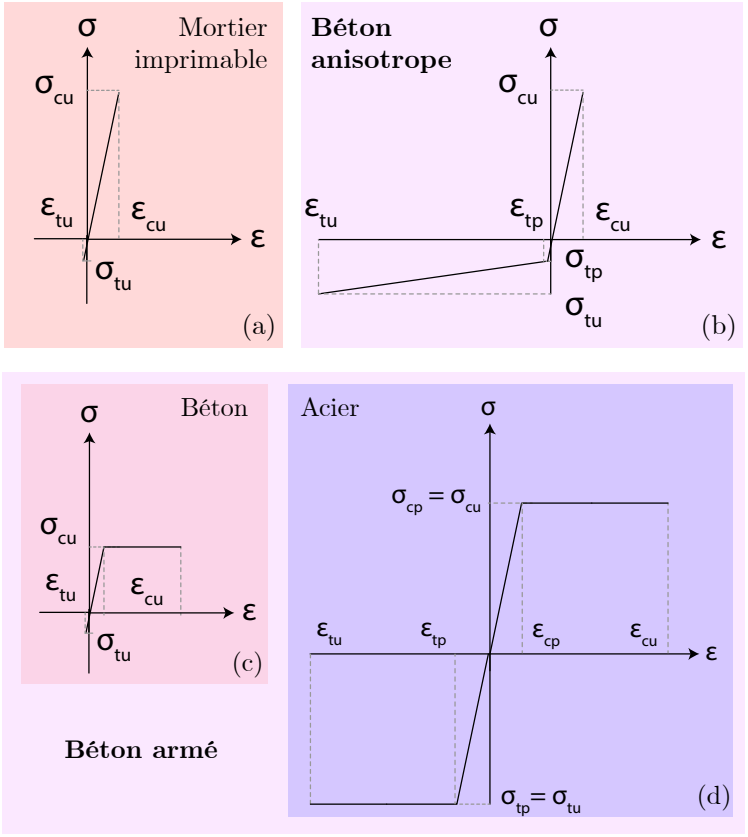


FIGURE 3.2 – Lois de comportement du mortier imprimé non renforcé (a) et renforcé (b), et lois de comportement d'un béton non armé (c) et des aciers (d).

	Mortier imprimable non renforcé	Béton anisotrope $V_f = 2.5\%$ carbone
ϵ_{cu} (-)	0.005	0.005
σ_{cu} (MPa)	100	100
ϵ_{tu} (-)	0.00035	0.02
ϵ_{tp} (-)	-	0.00035
σ_{tu} (MPa)	6.5	20
σ_{tp} (MPa)	-	6.5

TABLE 3.1 – Tableau des valeurs caractéristiques de la loi de comportement du mortier imprimable non renforcé et du béton anisotrope utilisé pour la poutre.

Comparons maintenant le matériau béton anisotrope au béton armé. La Figure 3.2 a illustre la loi de comportement du mortier imprimable non renforcé. Celui-ci étant ultra haute performance, son comportement n'est quasiment pas plastique en compression, contrairement à un béton d'usage général qui présente plutôt un comportement élasto-plastique modélisé par une loi de comportement parabole-rectangle telle que dans l'Eurocode 2 (Figure 3.2 c). La limite élastique en traction σ_{tu} correspond à la localisation d'une première fissure de traction et est comparativement bien plus faible que la limite de compression σ_{cu} comme cela a été décrit dans le Chapitre 1. La loi de comportement d'un béton anisotrope avec un taux de renfort de 2.5% est illustrée sur la Figure 3.2 b, et son comportement en traction est élastoplastique durcissant. Sa résistance limite élastique de traction σ_{tp} correspond de même à une première fissuration du béton mais délimite le passage à un comportement plastique. Par rapport aux aciers du béton armé (400-500 MPa) cette limite est donc bien plus faible. Mais contrairement à un acier parfaitement plastique (Figure 3.2 d) le comportement du béton anisotrope est ensuite durcissant et sa résistance finale augmente à 20 MPa, tandis que la déformation maximale ϵ_{tu} est de l'ordre de 2% grâce à la multifissuration, et cette dernière valeur est comparable à l'acier. Comme la résistance limite des fibres est plus faible comparée à celle des armatures, il faudra prévoir une section de fibres plus importante pour obtenir une performance équivalente. Les valeurs caractéristiques de résistance et de déformation estimées pour le mortier non renforcé et le béton anisotrope renforcé avec 2.5% de fibres de carbone sont décrites dans le Tableau 3.1. Enfin étant donné l'anisotropie du matériau, notons que la loi de comportement proposée pour le béton anisotrope n'est valable que dans la direction des fibres.

Etant donné notre cahier des charges, les particularités du process et du matériau imprimé que nous avons évoquées, une section de poutre en T inversé a été choisie, illustrée sur la Figure 3.3. Ce dessin repose sur quatre principes. Premièrement, la division de la poutre en deux parties haute et basse, respectivement non renforcée et renforcée. Deuxièmement, l'affinement de la partie haute non renforcée et comprimée pour limiter la quantité utilisée du béton très performant. Troisièmement, l'élargissement de la partie basse pour avoir une aire de matériau renforcé suffisante pour supporter des niveaux de contraintes similaires à ceux d'armatures traditionnelles. Quatrièmement, Pour assurer l'amorçage de la fissuration dans la partie basse renforcée et ainsi rendre la poutre ductile, les dimensions du T sont choisies de manière à ce que la fibre neutre y_0 de la poutre se situe dans la région renforcée.

Comme cela est visible sur le diagramme des déformations ϵ qui accompagne le schéma de la section (Figure 3.3), la position basse de la fibre neutre y_0 favorise bien l'utilisation du béton en compression : le bras de levier par rapport à la fibre neutre y_0 sera plus grand dans la partie comprimée, qui sera donc plus déformée que la partie tendue.

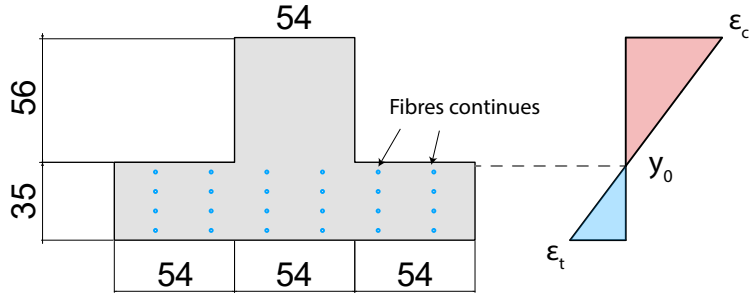


FIGURE 3.3 – Schéma de la section de poutre, localisation des renforts et distribution des déformations ϵ dans la section en régime élastique.

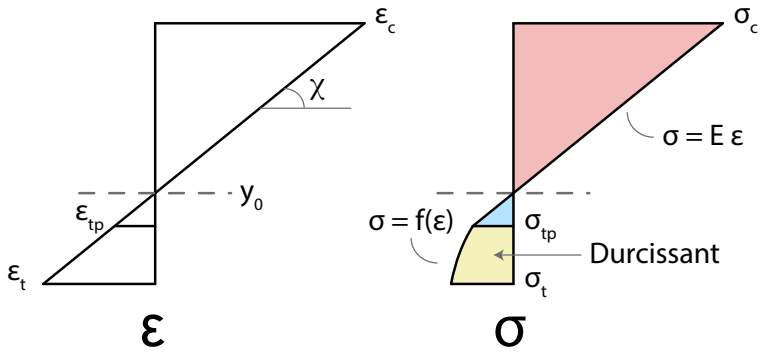


FIGURE 3.4 – Distribution des déformations ϵ et des contraintes σ dans une section renforcée ayant plastifié.

Une fois la déformation limite de fissuration ϵ_{tp} atteinte au bas de la région tendue, à laquelle correspond une contrainte limite σ_{tp}, la multifissuration du composite démarre et le comportement devient durcissant. L'allure du diagramme des déformations et des contraintes dans la poutre lors du durcissement est illustrée sur la Figure 3.4 si les fibres adhèrent parfaitement au reste de la poutre. Les sections restent planes, et les déformations ϵ conservent donc une distribution linéaire le long de la section, proportionnelle à la courbure χ. A noter cependant que pour des raisons d'équilibre la fibre neutre se déplace vers le haut. Du point de vue des contraintes, la partie comprimée de la poutre reste dans le domaine élastique et les contraintes de compression augmentent toujours proportionnellement à la déformation ϵ et au module de Young du mortier pur E_c (loi de Hooke). Dans la partie tendue, il en est de même à ceci près que le module de Young du matériau renforcé E_η peut être significativement différent de E_c selon le taux de renfort et le renfort utilisé, et jusqu'au point où la contrainte critique de fissuration σ_{cr} est atteinte, au delà de laquelle l'évolution de la contrainte σ_t dépend du processus de multifissuration.



FIGURE 3.5 – Photographie de la plaque fléchie durant l'essai.

3.4.2 Flexion de plaque renforcée

Cet essai sur plaque peut être considéré comme un essai préliminaire. La plaque est simple à réaliser mais le test en flexion peu représentatif d'une situation réelle. Il nous permet de caler les dispositifs de test et de mesure à cette échelle. On peut voir le dispositif sur la Figure 3.5.

La courbe force-déplacement obtenue lors de l'essai de flexion est illustrée sur la Figure 3.6. En raison des grandes déflexions, les mesures de déplacements réalisées à l'aide du capteur LVDT ont été complétées par un pointage réalisé à partir d'une vidéo de l'essai dans la direction perpendiculaire à l'axe de la poutre. Après une première phase de chargement élastique linéaire, la pente de la courbe change et des sauts de force apparaissent, ce qui est lié à l'ouverture de multiples fissures en sous-face de la poutre. Des cycles de charge-décharge ont été réalisés lorsque la flèche a atteint environ 1mm puis 10mm. Lors du premier cycle la raideur est conservée (la pente est identique avant et après décharge), et le deuxième cycle indique une légère perte de raideur, la plaque est légèrement endommagée par la multifissuration à ce stade. La force se stabilise ensuite autour de 1100 N (σ_{tr} = 10.5 MPa, un peu plus faible que les résultats obtenus en traction directe de boudin (Section 3.2) où l'on obtenait environ 14 MPa avec les mêmes fibres de verre) et varie peu durant l'essai, tandis que la flèche continue d'augmenter. Le comportement est donc fortement ductile et la flèche très élevée, celle ci atteindra au terme de l'essai plus de 5 cm, comme on peut le constater sur la courbe ainsi que sur la Figure 3.5 où l'on voit la plaque fortement fléchie durant l'essai. La sous-face

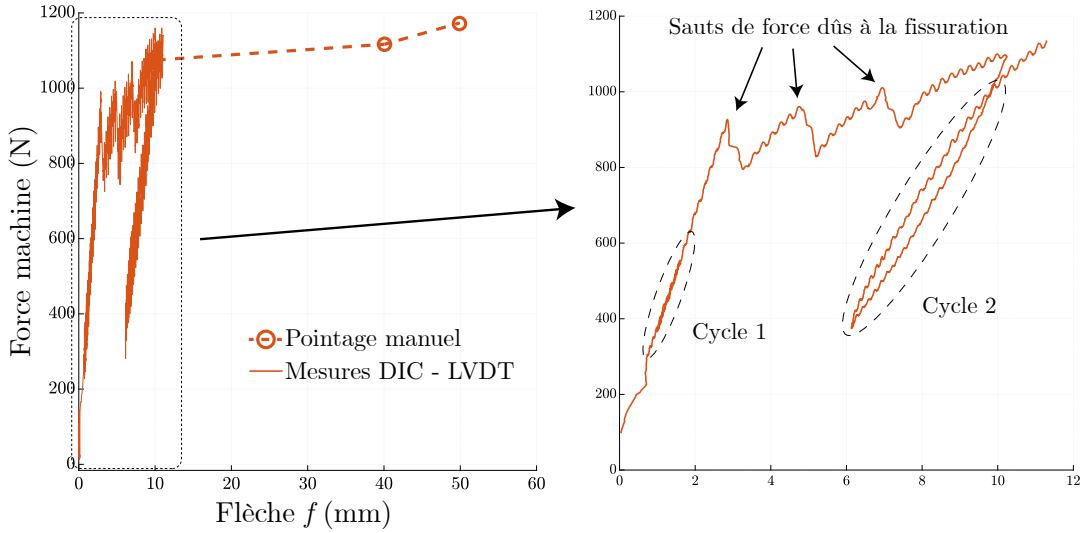


FIGURE 3.6 – Courbe Force-flèche de la plaque et détail des mesures DIC.

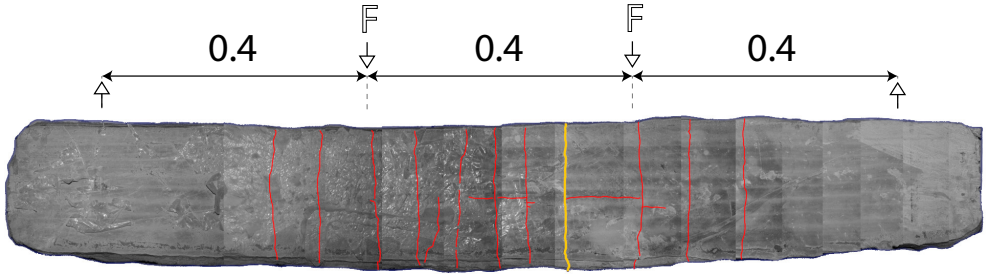


FIGURE 3.7 – Fissures en sous-face de la plaque. En rouge : fissures courantes, En jaune : fissure ouverte élargie.

de la plaque a été inspectée après l'essai et est illustrée sur la Figure 3.7, mettant en évidence une certaine multifissuration qui explique les sauts de force observés et montre la capacité des fibres de verre à bien redistribuer les charges dans la matrice grâce à un ancrage fibre/matrice satisfaisant. Il aurait été intéressant d'effectuer d'autres cycles charges/décharges successifs pour juger de l'évolution du comportement de la plaque fissurée. Ce point est abordé maintenant dans le cas de la poutre renforcée.

3.4.3 Mesures sur la poutre

Une poutre renforcée d'1m50, testée sur une portée de 1m20, et deux poutres témoin non renforcées de plus courte portée (0.75m) ont été imprimées en 3D dans les locaux de l'entreprise *XtreeE*, avec un système d'impression 3D de béton équipé du dernier prototype de pultrusion interne. Le mortier imprimé est un ultra haute performance, *Lafarge NAG3* et est renforcé avec 10 stratifils de renfort en fibre de carbone Teijin Tenax-E HTS40 F13 12K titrés chacun à 800 tex. Le taux de renfort de la partie tendue est de 2.5%. Concernant la cure, les poutres imprimées sont stockées en milieu humide

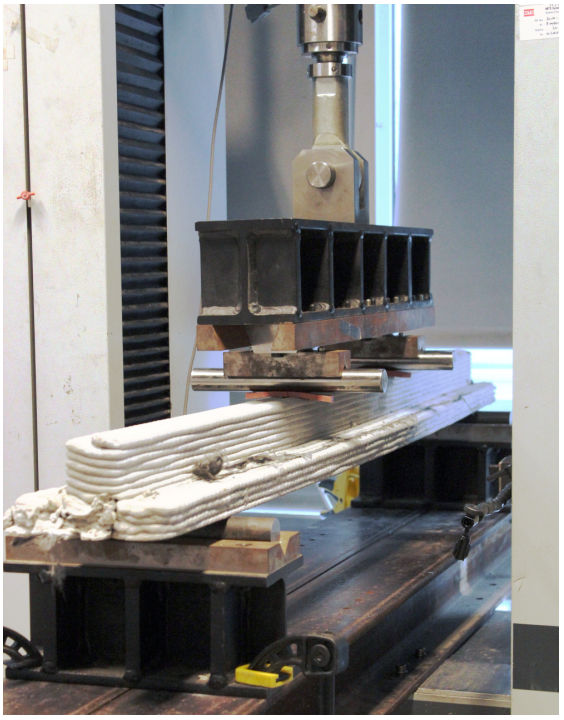


FIGURE 3.8 – Photographie de la poutre montée sur le banc d'essai de flexion.

Poutre	L (mm)	EI (N.mm3)	I (mm4)	E (GPa)
1 Non renforcée	750	1.29e11	5.45e6	23.7
2 Non renforcée	750	0.92e11		17.0
3 Renforcée	1200	1.08e11		19.8

TABLE 3.2 – Caractéristiques des poutres testées.

pendant 1 jour puis immergées dans l'eau pendant 27 jours. Celles ci sont ensuite testées en flexion 4 points sur un banc d'essai universel (Figure 3.8). L'évolution de la flèche de la poutre est suivie à l'aide d'un capteur de déplacement de type LVDT installé à mi-portée.

Pour les poutres non renforcées, le module de Young E est constant en tout point de la section et les propriétés de la section I, G sont inchangées par rapport à la géométrie de référence vue dans la Sous-Section 3.4.1. La contrainte de traction maximale σ_{tr} dans la poutre peut donc être définie d'après l'équation :

$$\sigma_{tr} = \frac{M y_{tr}}{I} \tag{3.1}$$

Où y_{tr} dénote l'abscisse de la fibre la plus tendue de la poutre, c'est à dire le bord de l'intrados.

La courbe force-flèche des poutres non renforcées sont illustrées sur la Figure 3.9. Intéressons-nous d'abord à la rupture de ces poutres. Elles cassent de manière fragile, et à cet instant

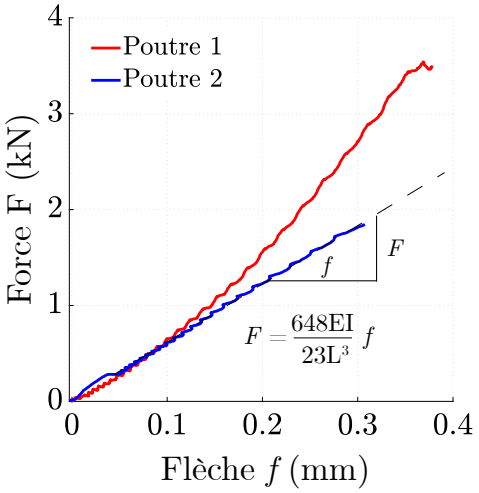


FIGURE 3.9 – Courbes force-flèche des poutres de référence (non renforcées).

la contrainte maximale de traction dans la poutre σ_{tr} atteint 4 et 9 MPa pour chacune des 2 poutres, une valeur similaire aux essais sur éprouvettes de traction directe mais plus faible que ce que nous avons pu observer sur des éprouvettes fléchies monocouche ou multicouche d'échelle centimétrique (20-25 MPa). Cela peut être dû au changement d'échelle de l'éprouvette, qui est connu pour avoir un impact sur la résistance mesurée des matériaux fragiles tels que le béton [29]. Ce phénomène peut être interprété du point de vue des mécanismes de fissuration du matériau, ou plus simplement d'un point de vue probabiliste, en effet la probabilité de présence de défauts critiques est évidemment plus importante dans une poutre complète que dans un échantillon multicouche de taille réduite, ce qui peut anticiper la rupture fragile. La moindre résistance peut aussi être dûe aux conditions d'impression, le batch de mortier utilisé était très liquide et il a été nécessaire d'augmenter fortement le dosage d'accélérant (et le taux de structuration) afin d'obtenir une consistance adéquate en sortie de buse (voir Chapitre 1), cela a donc pu causer des défauts structuraux tels que des joints froids dégradant les qualités mécaniques de la poutre.

Intéressons nous maintenant à la raideur de ces poutres. Toujours sur la Figure 3.9 on constate que la courbe de la poutre 1 en rouge présente un profil initialement courbe : la raideur augmente progressivement au début de l'essai, durant la phase de mise en place. Cela est certainement dû au fait que des cales en élastomère ont été placées sous les appuis de poutre pour limiter les concentrations de contrainte. La raideur apparente de la poutre est réduite en raison de la déformation de ces cales, qui devient petit à petit négligeable. La courbe suit ensuite une allure linéaire croissante, caractéristique du comportement élastique. Pour la poutre 2, cet effet n'est pas reproduit et l'évolution reste linéaire et croissante. Lorsque la linéarité est atteinte, on peut estimer la rigidité élastique EI de ces poutres non renforcées.

Calculons la rigidité EI (soit le produit du module de Young E et du module d'inertie I) des poutres non renforcées à partir des courbes force-flèche. Rappelons d'abord l'équation de la flèche dûe au moment fléchissant, à mi-portée dans notre cas de charge (flexion 4 points). L'influence du cisaillement transverse (effort tranchant) peut être pris en compte en ajoutant un terme secondaire mais son effet a été évalué et est négligeable :

$$f = \frac{23}{648} \cdot \frac{FL^3}{EI} \tag{3.2}$$

où F la force appliquée à chaque point de chargement et L la portée de la poutre. Cette équation met en évidence que la flèche est proportionnelle à la force, proportionnelle au carré de la portée L et inversement proportionnelle à la raideur EI. Afin de pouvoir calculer la rigidité EI à partir de la pente a d'un modèle linéaire ajusté sur les données de la courbe force-flèche, de la forme :

$$F = af + b \tag{3.3}$$

l'équation 3.2 peut être reformulée en isolant F :

$$F = \frac{648EI}{23L^3} f \tag{3.4}$$

Où, comme illustré sur la Figure 3.9 le premier terme $\frac{648EI}{23L^3}$ représente la pente a, et où b n'apparaît pas (vaut 0). En identifiant la valeur de a à partir d'une régression linéaire sur les données force-flèche, on peut donc remonter à la rigidité de poutre EI d'après la pente a en posant l'équation suivante :

$$EI = \frac{23aL^3}{648} \tag{3.5}$$

On calcule E en divisant le résultat par le module d'inertie I obtenu à partir de la géométrie de la section. Le Tableau 3.2 donne les caractéristiques obtenues. On remarque ainsi que le module des poutres 1 et 2 non renforcées vaut respectivement 23.7 et 17 GPa, et cela va de pair avec la tendance visible sur la Figure 3.9 où l'on voit que la pente de la poutre 1 est plus élevée, donc plus raide. La valeur moyenne de raideur de ces deux poutres est donc de 20.3 GPa ce qui est une valeur cohérente par rapport au matériau mortier imprimable (généralement entre 15 et 30 GPa [19]).

Intéressons-nous maintenant à la poutre renforcée. La courbe force-flèche est illustrée sur la Figure 3.10. De la même manière, on identifie une phase élastique au début de l'essai

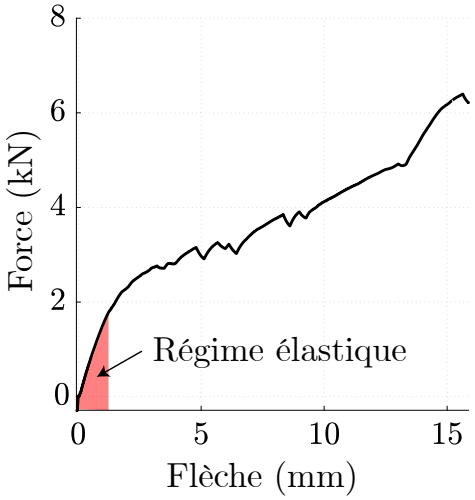


FIGURE 3.10 – Courbe force-flèche de la poutre renforcée.

à partir de laquelle on va déduire EI qui vaut 1.08e11 N.mm3, une valeur similaire à la moyenne des poutres non renforcées. Ce résultat suggère qu'il n'y a pas d'effet visible du renforcement sur la raideur élastique de la poutre. Cela est certainement dû à une interface imparfaite entre le renfort et la matrice. En effet, si l'on fait l'hypothèse inverse, c'est-à-dire une interface renfort-matrice parfaite, la raideur du composite E_η peut être estimée dans la direction des fibres d'après une loi des mélanges :

$$E_\eta = (1-\eta)E_c + \eta E_f \tag{3.6}$$

Où E_f la raideur des fibres (240 GPa), E_c celle du mortier (20 GPa) et η le taux de renfort. E_η vaudrait donc 23.5 GPa, soit une augmentation significative de +31% par rapport à E_c. Une telle augmentation de raideur de la partie renforcée de la poutre pourrait avoir un impact non négligeable sur son comportement global.

Cela peut être décrit en introduisant des paramètres de section homogénéisés (module d'inertie I_h et centre de gravité G_h) qui prennent en compte cette modification de la raideur dans la section . Les détails de cette méthode sont décrits par *Studer* et *Frey* [68], ce calcul pourrait s'avérer pertinent dans le cas où la qualité de l'interface renfort-matrice, qui dépend du procédé, serait améliorée à l'avenir.

Intéressons nous maintenant à la suite de l'essai et au moment fléchissant M_{max} et à la contrainte de traction maximale σ_{tr} appliqués à cette poutre renforcée. Celle-ci a d'abord été chargée de manière monotone sans atteindre la rupture. On constate sur la courbe illustrée sur la Figure 3.11, qui représente l'évolution de ces deux dernières valeurs par rapport à la flèche, que la phase de chargement linéaire élastique s'arrête à environ $\sigma_{tr} =$

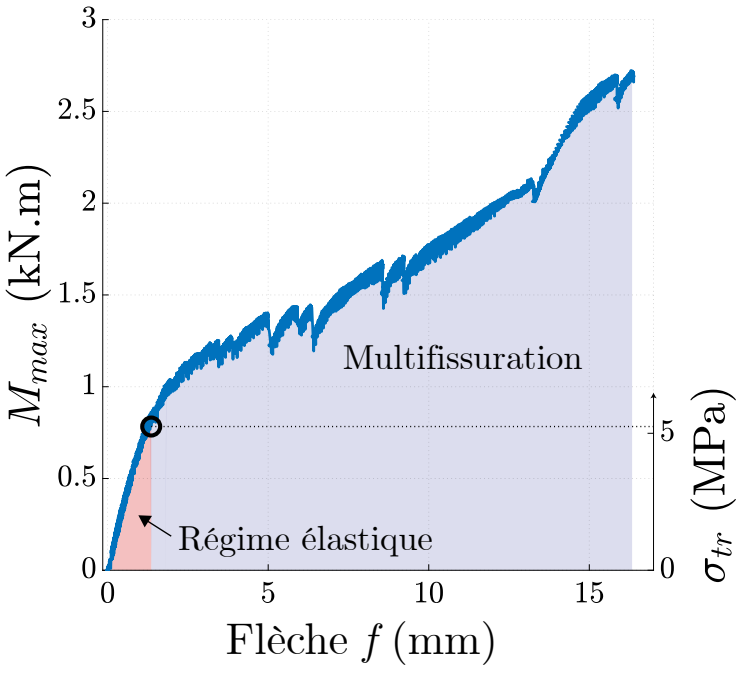


FIGURE 3.11 – Evolution du moment M_{max} et de la contrainte de traction σ_{tr} en fonction de la flèche de la poutre renforcée lors de l'essai.

5 MPa, ce qui est similaire à la contrainte de ruine des poutres non renforcées. Le moment de fissuration correspondant vaut 0.75 kN.m.

Toujours sur la Figure 3.11 on observe après la phase linéaire un comportement ductile multifissurant. On calcule un module de rigidité apparente de la poutre (c'est à dire non rapporté aux évolutions réelles du matériau dans la section mais simplement à la rigidité de poutre observée, à des fins comparatives) de 3.3 GPa à ce stade, à partir des mesures de flèche entre 6.5 et 8mm. Cette valeur est nettement plus faible que le module élastique : la poutre est devenue 3x moins rigide. En comparant avec les poutres non renforcées, la résistance atteinte à la fin de cet essai partiel est 3.2x plus élevée, et on gagne en ductilité avec une flèche finale d'environ 16 mm. L'effet du renforcement est donc clairement visible. Suite à ce premier essai de chargement monotone, la poutre a été déchargée.

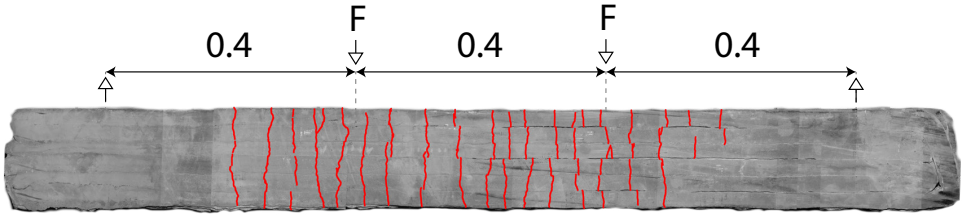


FIGURE 3.12 – Fissures en sous-face de la poutre.

Les fissures visibles en sous-face de la poutre à l'issue de ce premier test de chargement sont illustrées sur la Figure 3.12. On voit bien que la multifissuration a lieu dans la région tendue de la poutre. Cela est cohérent avec les observations réalisées sur de plus petites éprouvettes vues précédemment. On note que la qualité de l'interface entre les boudins de cette partie de la poutre, qui correspond à la première couche imprimée, n'est pas parfaite et homogène en tout point et cela a un effet visible sur l'aspect des fissures. En effet sur la partie droite de la sous-face on observe des discontinuités de fissure entre les couches, qui ont été imprimées côte à côte. Au niveau d'une discontinuité, la fissure s'est certainement propagée dans l'interface. Au contraire sur la partie gauche de la sous-face de la poutre, les couches ont mieux « fusionné », l'interface est moins visible et les fissures sont plutôt continues. Cela est certainement dû à un léger angle entre le plan de référence programmé pour l'impression et le plan réel du support, les couches ont été mieux pressées à droite qu'à gauche.

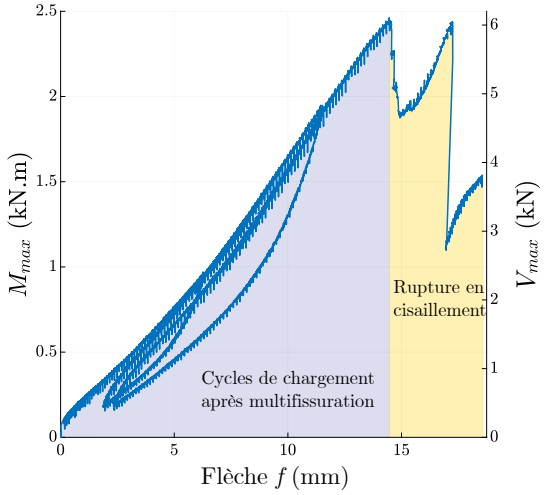


FIGURE 3.13 – Courbe du moment M_{max} et de l'effort tranchant V_{max} de la poutre en fonction de la flèche, lors du deuxième essai de cycles de chargement.

Après ce premier cycle de chargement qui a initié la multifissuration, la poutre a été déchargée et des cycles de chargement supplémentaires ont ensuite été effectués. La courbe obtenue est illustrée sur la Figure 3.13. Etant donné que la limite élastique (caractérisée par le début de la multifissuration) est déjà atteinte dans cette phase, nous n'illustrons plus la contrainte normale de traction élastique maximale σ_{tr}. Dans un premier temps, un ensemble de cycles sont réalisés en faisant varier le moment maximal M_{max} entre 0.2 et 1.8 kN.m pour étudier le comportement de la poutre à l'état multifissuré, cet endommagement irréversible est confirmé car la phase linéaire initiale visible sur la Figure 3.11 n'est pas reproduite, et le module de raideur apparente de la poutre (5.3 GPa, mesuré entre une flèche de 7.5 et 11 mm) est similaire à celui calculé lors de la phase post-multifissuration lors de l'essai précédent. Durant ces cycles, il n'y a pas eu de nouvelles

fissures. On observe alors une raideur quasi inchangée jusqu'à rupture, et des cycles assez peu dissipatifs.

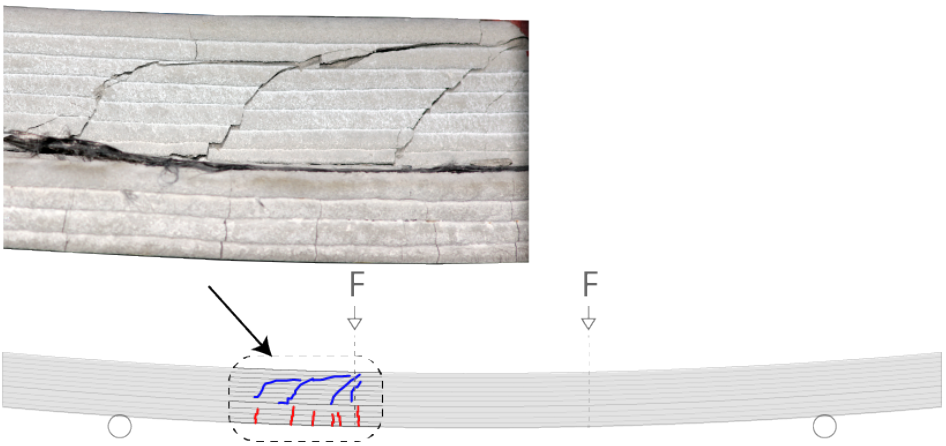


FIGURE 3.14 – Photographie et repérage en vue frontale des fissures de cisaillement dues à l'effort tranchant sur la poutre.

La ruine apparaît finalement lors d'un dernier cycle de chargement au moment où le moment maximal dans la poutre M_{max} atteint 2.4 kN.m et l'effort tranchant V_{max} 6 kN. La rupture illustrée sur la Figure 3.14 suggère que cette ruine n'est pas dûe à la traction induite par le moment fléchissant, mais au cisaillement dû à l'effort tranchant. En effet on constate qu'au moment de la rupture, des fissures diagonales rayonnantes apparaissent au niveau d'un des deux points de chargement : ce faciès de rupture est typique d'une ruine à l'effort tranchant. Nous allons commenter ces résultats par le calcul de la résistance de la poutre à l'effort tranchant dans la prochaine Sous-Section.

3.4.4 Calcul de la résistance à l'effort tranchant

Etant donné le mode de ruine par cisaillement que l'on constate, nous allons maintenant calculer la résistance à l'effort tranchant de la poutre testée.

Observons de plus près l'allure des fissures au niveau du point de chargement, illustrées sur la Figure 3.15. Selon l'orientation des fissures par rapport à l'axe de la poutre, nous pouvons déduire si elles sont dûes à la traction longitudinale ou à la traction induite par le cisaillement. Pour les premières, indiquées en rouge sur la Figure 3.15, leur orientation est perpendiculaire, tandis que l'orientation des fissures de cisaillement varie selon la direction de contrainte de traction principale, qui est de 45 degrés en l'absence de contraintes longitudinales (ce qui est le cas au niveau de l'axe neutre), et varie selon l'intensité des contraintes longitudinales. Les fissures de cisaillement notées A1, A2 et A3 apparaissent au niveau de la zone de transition entre la partie élargie et l'âme du T inversé, tandis

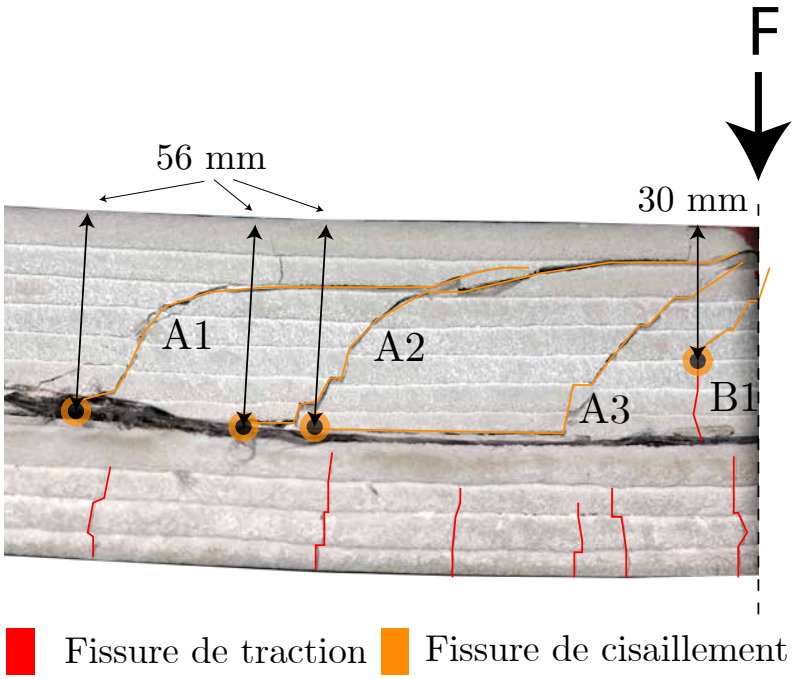


FIGURE 3.15 – Photographie des fissures de cisaillement près du point de chargement.

que la fissure B1 est une fissure de cisaillement qui émerge au niveau d'une fissure de traction s'étant étendue dans l'âme du T. Il est notable que les fissures ont un aspect crénelé et ont tendance à se propager à l'interface entre les couches imprimées, ce qui suggère une moindre résistance du matériau au cisaillement au niveau de ces interfaces, ce qui est une caractéristique bien connue généralement causée par un phénomène dit de joint froid à l'impression. La poutre ayant été imprimée avec un dosage d'accélérant très élevé favorisant ce phénomène, son impact macroscopique à l'échelle de la fissuration d'une poutre est ici clairement visible et nous allons voir qu'il a probablement été dimensionnant pour la ruine en cisaillement de cette poutre.

Pour expliquer cette ruine, étudions d'abord de manière simple l'intensité du cisaillement dans la section, au niveau du point de chargement. La Figure 3.16 a illustre l'état de la poutre avant sa rupture en cisaillement, ainsi que les diagrammes de l'effort tranchant et du moment fléchissant associés à son chargement en flexion 4 points. Un petit élément de matériau ΔA est illustré dans la zone de la poutre non fissurée au droit d'un point de chargement, et représente le point où la contrainte critique qui mènera à la ruine par cisaillement de la poutre sera atteinte. Comme on peut le voir sur les diagrammes, dans cette zone l'effort tranchant V et le moment M sont maximaux. De plus, le fait qu'une fissure de flexion se situe juste en dessous de ce point fait que l'axe neutre y_0 est décalé vers le haut en raison de l'endommagement du matériau au niveau de la fissure, comme on le voit également sur la vue en coupe de la section au droit du point de chargement

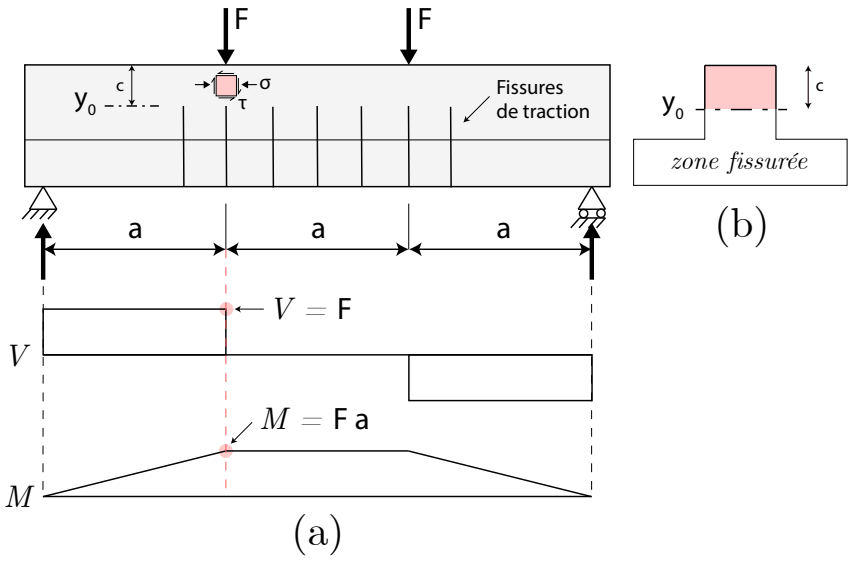


FIGURE 3.16 – Schéma de la poutre et diagramme de l'effort tranchant et du moment fléchissant.

illustrée sur la Figure 3.16 b. De plus la zone déjà fissurée de la section ne peut pas reprendre l'effort tranchant, les contraintes de cisaillement s'équilibrent donc dans la partie intacte de hauteur c.

L'ordre de grandeur de la contrainte de cisaillement maximale τ peut être estimé avec la formule suivante :

$$\tau = V/S \tag{3.7}$$

Ou τ est la contrainte de cisaillement, V l'effort tranchant et S l'aire de la section intacte de hauteur c. Cette valeur peut être comparée à la résistance au cisaillement du mortier. Il peut être estimé à partir de la résistance à la traction σ_{tu} que nous avons pu caractériser par les essais de flexion simple sur les poutres non renforcées, 6.5 MPa, en considérant en première hypothèse que le matériau obéit à un critère de Tresca :

$$\tau_{maxTresca} = \frac{\sigma_{tu}}{2} \tag{3.8}$$

On calcule ainsi une résistance au cisaillement $\tau_{maxTresca}$ de 3.75 MPa. Nous allons maintenant comparer cette valeur limite à la contrainte de cisaillement maximale dans la section (Eq. 3.7) lorsque le pic d'effort tranchant a été atteint lors de l'essai ($V = 6$ kN). V étant fixé, l'intensité des contraintes peut encore dépendre de la hauteur de section non fissurée c.

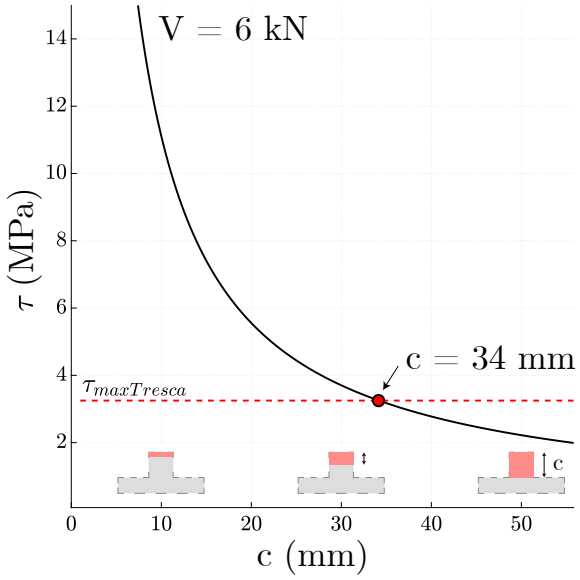


FIGURE 3.17 – Graphe du cisaillement maximal dans la section en fonction de la hauteur de section intacte c.

La Figure 3.17 illustre donc cette contrainte en fonction de c. On voit que la courbe suit une tendance carrée inverse : la contrainte augmente au carré lorsque l'aire de la section S, directement proportionnelle à c, baisse. τ atteint la limite $\tau_{maxTresca}$ pour une hauteur c de 34 mm ce qui est une valeur similaire à la hauteur intacte au-dessus de la fissure $B1$ (pour laquelle c = 30mm) vue sur la Figure 3.15. Ce premier calcul met donc bien en évidence l'importance de l'endommagement préalable de la poutre par les fissures dûes à la flexion sur sa résistance au cisaillement.

Nous allons maintenant calculer de manière plus précise cette résistance au cisaillement, en l'étudiant du point de vue des contraintes principales. En effet nous avons jusque là négligé l'effet des contraintes de compression longitudinales dans la section qui « confinent » le matériau, limitant l'ouverture des fissures. Pour cela nous allons d'abord décrire la répartition des contraintes de cisaillement τ et des contraintes longitudinales de compression σ dues à la flexion dans la section fissurée, à partir desquelles nous allons calculer l'intensité des contraintes principales de traction.

La Figure 3.18 illustre de plus près une section fissurée de la poutre, ainsi que la répartition des contraintes de cisaillement τ et d'effort normal σ. Seule la partie non fissurée de la section, de hauteur c, au-dessus de la fissure et de l'axe neutre est comprimée. La hauteur c va dépendre de l'avancée de la fissure de traction et sera comprise entre 56 et 30 mm comme on l'a vu sur la Figure 3.15. Les contraintes de compression dans la zone comprimée sont équilibrées par la tension des fibres situées à l'intrados de la poutre. Ces fibres sont certainement décollées de l'interface au niveau de la fissure, étant donné sa

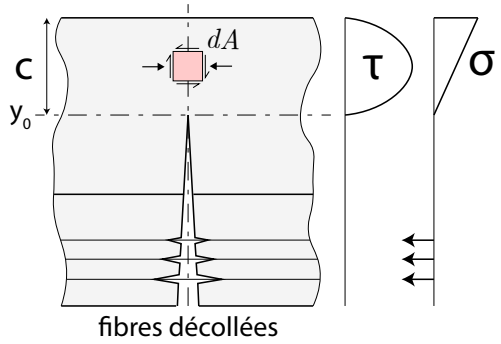


FIGURE 3.18 – Schéma de la section fissurée au niveau du point de chargement et répartition des contraintes τ et σ.

largeur, de l'ordre du millimètre. Les fibres étant donc désolidarisées de la section en ce point, elles ne peuvent donc pas contribuer à reprendre l'effort tranchant V, et les contraintes de cisaillement τ se répartissent dans la partie non fissurée au-dessus de l'axe neutre. La valeur moyenne de τ en tout point d'abscisse y de cette région D peut être calculée à l'aide de la formule de Jouravsky :

$$\tau(y) = \frac{V}{I} \cdot \iint_{D(y)} y dA \cdot \frac{1}{b} \tag{3.9}$$

La grandeur $\iint_{D(y)} y dA$ est le moment statique de la région D où le cisaillement est réparti, par rapport à l'axe passant par son centre géométrique, à ne pas confondre avec l'axe neutre de la section entière. D est rectangulaire, de hauteur c et de largeur b. On a donc :

$$\tau(y) = \frac{V}{I} \cdot \frac{b}{2} \cdot (\frac{c^2}{4} - y^2)) \cdot \frac{1}{b} \tag{3.10}$$

On calcule la contrainte de compression σ de manière usuelle, l'origine de y étant cette fois située au niveau de l'axe neutre réel de la section complète endommagée :

$$\sigma(y) = \frac{My}{I} \tag{3.11}$$

Les contraintes σ et τ étant maintenant connues en tout point de la section en fonction de V et M, on peut définir le couple de contraintes σ et τ dans l'élément dA. La résistance au cisaillement τ du mortier imprimé n'a pas été caractérisée directement, cependant on le rappelle les essais de flexion des poutres non renforcées, où la ruine était due à la traction σ_{tr} à l'intrados de la poutre, nous ont donné une valeur moyenne de résistance à la traction de 6.5 MPa que nous noterons f_t. Nous allons alors étudier la sollicitation du

matériau dans l'élément dA du point de vue des contraintes principales en construisant un cercle de Mohr illustré sur la Figure 3.19, et comparer la valeur de la contrainte principale de traction dans l'élément dA avec f_t.

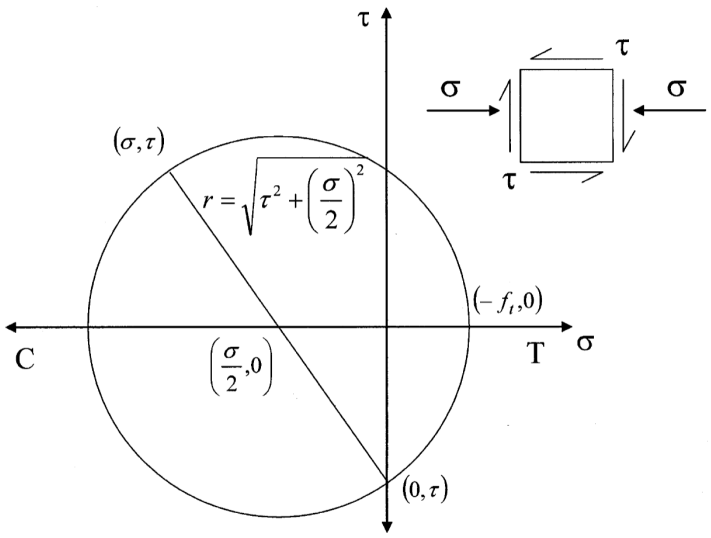


FIGURE 3.19 – Calcul des contraintes principales dans l'élément dA à l'aide du cercle de Mohr, figure reproduite d'après [69].

En effet, un élément dA situé dans la région de la poutre que nous étudions est sujet à une contrainte de cisaillement τ et à une compression axiale σ dans la direction longitudinale. Considérant cet état de contrainte, les contraintes principales peuvent être déterminées. On considère que la rupture est atteinte lorsque la contrainte de traction principale σ_{tr} atteint une valeur limite f_t, comme par exemple celle que nous avons pu calculer via les essais sur les poutres non renforcées. La contrainte de traction principale σ_{tr} peut ainsi être écrite en fonction de la contrainte longitudinale σ et du cisaillement τ à partir de l'équation du rayon du cercle de Mohr :

$$\sigma_{tr} = \sqrt{\tau^2 + \left(\frac{\sigma}{2}\right)^2} - \frac{\sigma}{2} \tag{3.12}$$

Reste à choisir une valeur de c, c'est à dire la hauteur de la zone comprimée, qui est liée à la profondeur de la fissure de traction située en dessous. Pour la fissure B1 (Figure 3.15) on a par exemple 30mm, pour les fissures plus éloignées du point de chargement A1, A2 et A3 on a 57mm. On calcule alors $f(V,y) = \tau$ (Eq. 3.10), $f(M,y) = \sigma_{longi}$ (Eq. 3.11) et enfin $f(\tau, \sigma_{longi}) = \sigma_{tr}$ (Eq. 3.12).

Les données obtenues en prenant $c = 57mm$ (Fissure A1, A2 ou A3) sont illustrées sur la Figure 3.20. On lit sur les graphes 3.20 a, b la répartition des contraintes τ et σ dans la zone comprimée, et sur 3.20 c la valeur de σ_c. On constate que σ_{tr} atteint un maximum

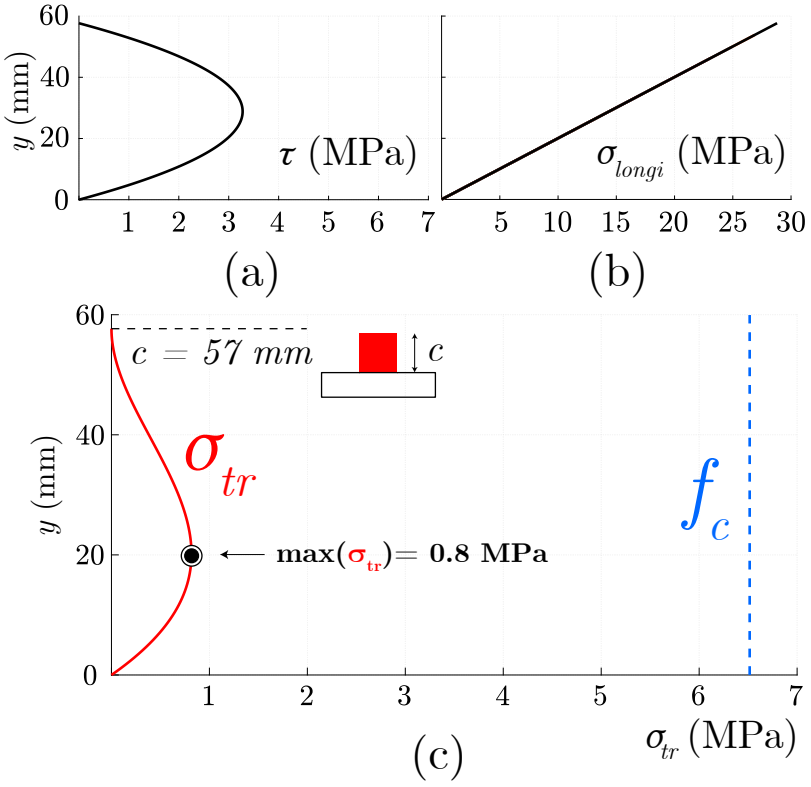


FIGURE 3.20 – (a) Graphe de la répartition de la contrainte de cisaillement τ dans la zone comprimée de la poutre de hauteur $c = 57mm$, (b) Répartition de la compression longitudinale σ, (c) Valeur de σ_{tr} dans la zone comprimée.

de 0.8 MPa à la cote y de 20mm au-dessus de l'axe neutre et que cette valeur est très éloignée de la résistance à la traction f_c estimée d'après les essais de flexion sans renfort (6.5 MPa).

Le calcul est réitéré avec différentes valeurs de c et les résultats obtenus sont illustrés sur la Figure 3.21. Si on prend cette fois $c = 30mm$ comme la fissure B1 (Figure 3.15) σ_{tr} atteint un maximum de 3.8 MPa ce qui reste nettement inférieur à f_c.
$max(\sigma_{tr})$ évolue néanmoins exponentiellement lorsque c baisse, et on atteint rapidement $max(\sigma_{tr}) = f_c$ pour $c = 21$ mm. Par rapport au premier calcul V/S (Eq. 3.7), on obtient donc ici une hauteur c à rupture plus faible, ce qui est logique car nous prenons en compte l'effet de la compression longitudinale dans la section sur sa résistance à l'effort tranchant.

Ce résultat montre que la résistance à la traction que l'on peut calculer avec les tailles de fissures observées lors de l'essai est inférieure à la résistance moyenne à la traction f_t estimée d'après les essais de flexion non renforcée. Cela suggère que les joints froids jouent certainement ici un rôle, et limitent la résistance au cisaillement de la poutre. En effet, les fissures de traction dûes aux contraintes normales dans la poutre se propagent dans la direction perpendiculaire à ces joints froids qui ont donc une importance moindre

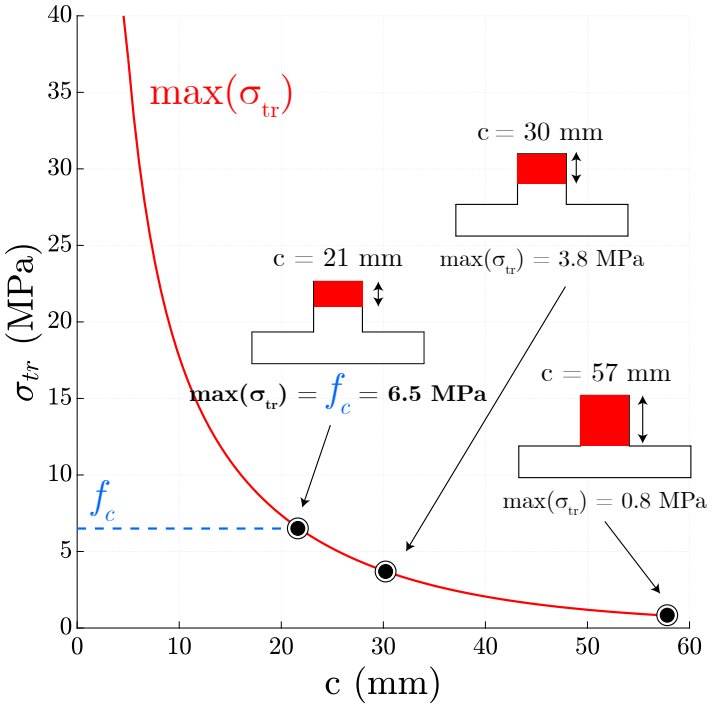


FIGURE 3.21 – Valeur de $max(\sigma_t r)$ en fonction de la hauteur non fissurée c de la poutre. f_c représente la résistance à la traction calculée d'après la rupture par moment fléchissant des poutres non renforcées.

sur le processus de fissuration : l'effet des joints froids n'est pas visible dans ce type de rupture. Au contraire, les fissures de cisaillement que l'on a observé sur la Figure 3.15 ont tendance à se propager au niveau de ces joints froids au niveau de la jointure du T, ainsi qu'en haut de la poutre.

On notera que par souci de simplicité, nous avons supposé qu'au moment de la rupture, la fibre neutre de la poutre se situe au droit des fissures de traction. Cela revient à considérer que la partie tendue de la section est entièrement plastifiée. Il faut cependant souligner que cela n'est pas forcément vrai, car dans le cas du béton anisotrope la fissuration indique l'atteinte du seuil de plasticité, et donc la tension, mais le matériau peut être tendu sans avoir plastifié, et il est donc possible que la fibre neutre se situe au-dessus des fissures. Nous allons donc vérifier que cette hypothèse est raisonnable en calculant le moment fléchissant dans la section.

3.4.5 Moment fléchissant dans la section

Dans cette Sous-Section nous allons définir plus précisément la répartition des contraintes dûes au moment fléchissant dans la section. Ces contraintes longitudinales, qui s'exercent dans la direction des fibres, vont causer la multifissuration du composite dans la partie tendue de la poutre comme on l'a vu lors de l'essai. Les essais réalisés précédemment sur

les petites éprouvettes de traction nous ont permis de constater que ce phénomène peut être modélisé par une loi de comportement plastique durcissant (Figure 3.2), qui bien sûr n'est valable que dans la direction des fibres. On peut donc utiliser cette loi ici, car les fibres et les contraintes dûes au moment sont orientées dans la direction longitudinale.

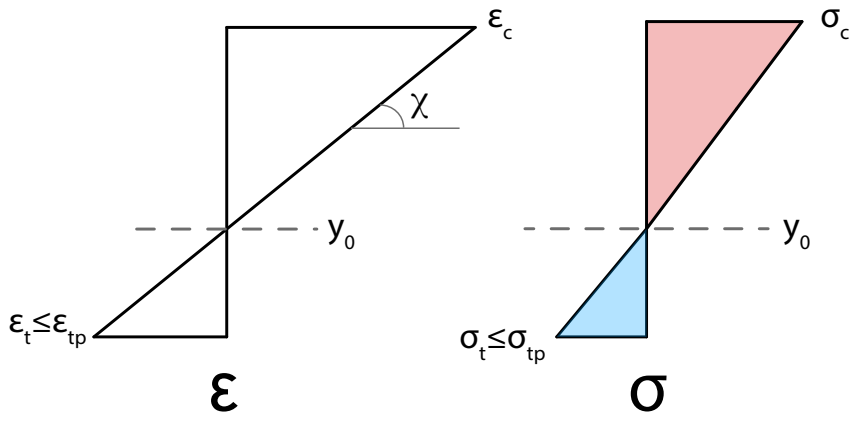


FIGURE 3.22 – Diagramme des déformations et des contraintes dans la section avant la plastification (état entièrement élastique).

La répartition des contraintes longitudinales dans notre poutre en T, avant la plastification, est illustrée sur la Figure 3.22. Les sections sont considérées droites et les contraintes de traction et de compression s'équilibrent autour de l'axe neutre y_0 qui délimite aussi la partie renforcée de la partie non renforcée de la poutre.

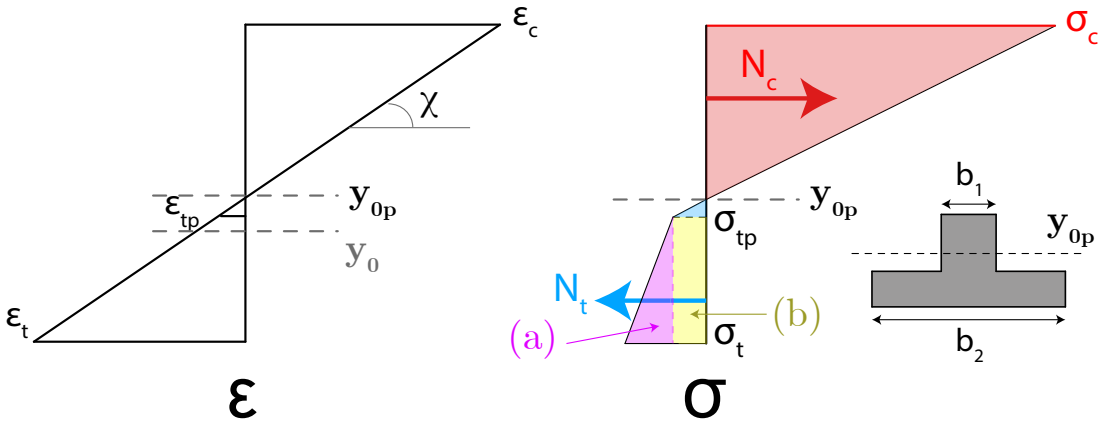


FIGURE 3.23 – Diagramme typique des déformations et des contraintes dans la section après que le seuil de plasticité σ_{tp} ait été atteint dans la partie tendue.

Lorsque la partie tendue de la section commence à plastifier, les contraintes ne sont plus proportionnelles à la déformation et au module de Young. Pour une même déformation, par rapport au matériau intact dans la zone comprimée, les contraintes seront moindres dans le matériau plastifié. L'équilibre statique doit cependant être respecté et on vérifie ce critère en calculant la résultante des contraintes du côté comprimé et tendu, et en vérifiant si le résultat est nul :

$$N_c + N_t = 0 \tag{3.13}$$

Où N_c désigne l'effort normal de compression :

$$N_c = \int_0^{y_0} \sigma_c(z)dz \tag{3.14}$$

On note N_t (en bleu sur la Figure 3.23), la somme des résultantes de traction N_{te} dans la région non plastifié et N_{tp} dans la région plastifiée :

$$N_t = N_{te} + N_{tp} \tag{3.15}$$

N_{te} l'effort normal de traction dans la région non plastifiée :

$$N_{te} = \int_{y_0}^{y_p} \sigma_t(z)dz \tag{3.16}$$

et N_{tp} l'effort normal de traction dans la région plastifiée :

$$N_{tp} = \int_{y_p}^{h} \sigma_p(z)dz \tag{3.17}$$

L'allure du diagramme des contraintes est illustrée sur la Figure 3.23 et indique la manière dont on calculera N_c, N_{te} et N_{tp} :

$$N_c = \frac{1}{2} b_1 \cdot y_0 \sigma_c \tag{3.18}$$

$$N_{te} = \frac{1}{2} b_2 \cdot (y_p - y_0)\sigma_{tp} \tag{3.19}$$

L'aire où se répartit l'effort N_{tp} peut être subdivisée en deux parties, l'une dûe à une contribution parfaitement plastique notée (b) et illustrée en jaune sur la Figure 3.23, de forme rectangulaire, et l'une dûe au durcissement, notée (a) et illustrée en violet sur la même Figure, de forme triangulaire :

$$N_{tp} = b_2 \cdot (h - y_p)\sigma_{tp} + \frac{1}{2} b_2 \cdot (h - y_p)\sigma_t \tag{3.20}$$

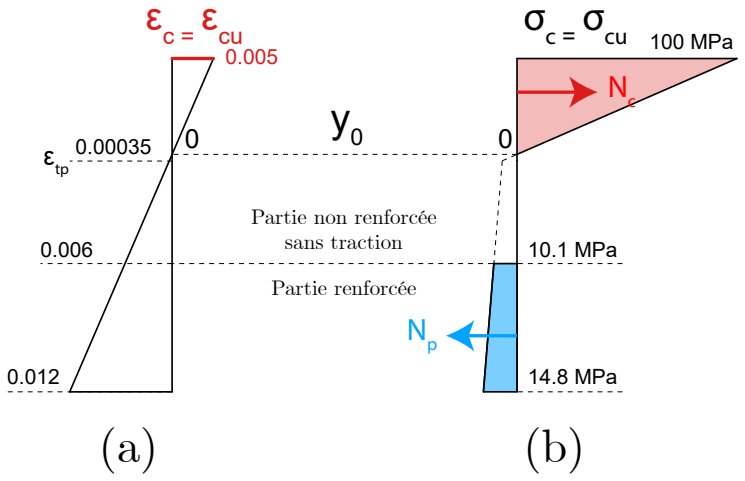


FIGURE 3.24 – Diagramme des déformations (a) et des contraintes (b) dans la section plastifiée en tenant compte du déplacement de $y0$.

L'axe neutre plastique y_{0p} doit se déplacer vers le haut de la section par rapport à la position de y_0 pour garantir l'équilibre du moment dans la section. Pour trouver la position de y_{0p} lors de la ruine, on réalise un calcul itératif illustré sur la Figure 3.24. On initialise le calcul à partir du diagramme des déformations, en mettant que la contrainte maximale de déformation en compression et en traction sont atteintes en haut et en bas de la poutre soit $\sigma_t = \sigma_{tu}$ et $\sigma_c = \sigma_{cu}$. En traçant ces déformations à l'échelle sur le diagramme, on peut déduire graphiquement la position de la fibre neutre comme l'intersection de l'axe de la section et de la diagonale reliant σ_t à σ_c et qui représente la répartition des contraintes. A partir de ce diagramme des déformations, on déduit le diagramme des contraintes en fonction de la loi de comportement du matériau qui relie ϵ à σ (Tableau 3.1), et notamment en prenant en compte le passage en régime plastique durcissant dès lors que la valeur seuil σ_{tp} est dépassée. Enfin on calcule les intégrales de surface où les contraintes s'appliquent, afin de vérifier l'équilibre de la section (Eq. 3.13).

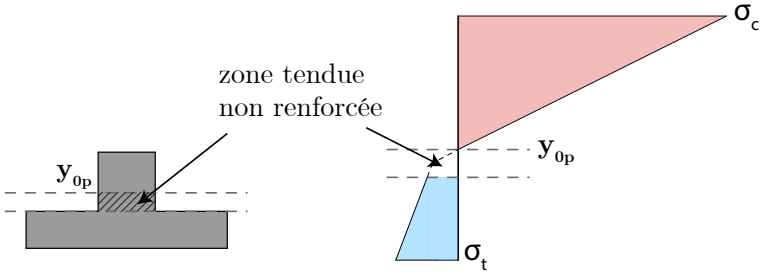


FIGURE 3.25 – Diagramme typique des déformations et des contraintes dans la section après que le seuil de plasticité σ_{tp} ait été atteint dans la partie tendue.

On prend en compte les spécificités de la géométrie de section (T inversé donc à largeur variable) et du matériau qui le compose. En effet comme illustré sur la Figure 3.25 la

région non renforcée de la poutre (c'est-à-dire constituée du mortier sans fibres) peut éventuellement être tendue mais on considérera qu'elle ne peut pas reprendre d'efforts de traction. Dans cette sous-partie de la section la résultante de traction est donc nulle.

Si l'équilibre n'est pas vérifié, le calcul est réitéré en réduisant la valeur de ϵ_t, ce qui revient à déplacer y_0 vers le bas de la poutre, jusqu'à ce que l'équilibre soit atteint. Si ce calcul ne converge pas, ou que l'erreur (c'est à dire la valeur absolue du résultat de l'Eq. 3.13) augmente en réduisant ϵ_t, cela signifie que la capacité de ruine en flexion est limitée par ϵ_t et donc que $\sigma_c \leq \sigma_{cu}$.

Nous avons vérifié cette méthode sur un cas simplifié, une poutre rectangulaire parfaitement plastique (donc « entièrement renforcée »), en comparant le résultat obtenu à celui obtenu avec la formule proposée par *Courbon* [70] qui permet de calculer le moment M_p dans une section rectangulaire partiellement plastifiée en traction :

$$M_p = \frac{2}{3} b h^2 \left(\frac{3\beta - 1}{\beta + 1} \right) \sigma_{tp} \tag{3.21}$$

Où b et h la largeur et la demi-hauteur de la poutre, et β le quotient de la contrainte de compression maximale dans la section σ_c et du seuil plastique σ_{tp} :

$$\beta = \frac{\sigma_c}{\sigma_{tp}} \tag{3.22}$$

Pour vérifier le résultat obtenu avec notre méthode, on récupère les valeurs de σ_{tp} et σ_c issues du calcul pour les injecter dans l'Eq. 3.21, et on compare la valeur du moment M_p calculé « graphiquement » avec notre méthode (la valeur d'une des résultantes du moment, N_c ou N_p multiplié par la distance entre les deux résultantes) et celui de la formule. On constate alors que le moment calculé avec la formule et avec la méthode sont identiques.

Présentons maintenant quelques résultats que l'on peut obtenir avec cette méthode. On peut d'abord imaginer un cas (hypothétique) de ruine en compression. Comme on le voit sur le diagramme des déformations, on considère alors que la déformation maximale du béton en compression ϵ_{cu} est atteinte dans la partie comprimée. La position de la fibre neutre y_0 est alors ajustée pour équilibrer les contraintes dans la partie tendue et comprimée qui sont déduites du diagramme. La partie renforcée et tendue a un comportement plastique-durcissant tel que décrit dans le Tableau 3.1 avec un module de rigidité plastique de 0.7 GPa déduit des valeurs du tableau. on fait l'hypothèse que l'évolution de la contrainte est linéaire avec la déformation. On calcule ainsi un moment de ruine en flexion de 4.5 kN.m. Le moment maximal que nous avions mesuré lors de la ruine au

cisaillement, 2.4 kN.m (Figure 3.13), est bien plus faible : on voit bien que la résistance au cisaillement est un facteur limitant.

Intéressons-nous maintenant au moment fléchissant dans la section lors de la ruine au cisaillement observée. Nous pourrons ainsi estimer la position théorique de la fibre neutre plastique et la comparer à la hauteur des fissures.

Pour ce faire on reprend le calcul précédent en réduisant itérativement non seulement la déformation de traction maximale ϵ_t mais aussi la déformation maximale de compression ϵ_c, en vérifiant l'équilibre et la valeur du moment dans la section dont on cherche à ce qu'elle soit égale à la valeur expérimentale de 2.4 kN.m.

c_{th} (mm)	σ_c (MPa)	σ_t (MPa)	T_t (%)	T_c (%)
42	35.4	7.65	38.2	35.4

TABLE 3.3 – Valeurs déduites du calcul du moment fléchissant dans la section plastifiée, pour un moment de ruine M = 2.4 kN.m (valeur lors de la ruine expérimentale en cisaillement).

Le résultat du calcul est résumé dans le Tableau 3.3. On constate tout d'abord que la distance entre l'axe neutre y_{0p} et le haut de la poutre, notée c_{th}, est plus élevée que la hauteur de fissure c vue expérimentalement. L'hypothèse que nous avons prise dans la Sous-Section précédente, stipulant que l'axe neutre se situe au droit des fissures, est renforcée par ce résultat qui suggère que y_{0p} ne peut pas se situer au dessus. La zone intacte au-dessus des fissures est donc certainement entièrement comprimée. Pour aller plus loin, des mesures d'imagerie pourraient compléter utilement ces calculs afin de vérifier expérimentalement l'hypothèse.

Les valeurs de σ_c et σ_t nous permettent d'apprécier le taux d'utilisation T_c et T_t du matériau, c'est à dire le rapport entre la valeur de contrainte calculée et les valeurs limites (respectivement 100 et 20 MPa) données par la loi de comportement. Plus cette valeur est proche de la limite, plus le matériau est utilisé de manière efficace, du point de vue de la flexion. Ces valeurs d'utilisation relativement faibles, de l'ordre de 30% sont évidemment dûes à la ruine en cisaillement qui est donc un point d'amélioration notable pour utiliser au mieux la matière, par exemple en modifiant le design de la poutre pour que celle ci résiste mieux au cisaillement, ou en utilisant un matériau moins performant (on note ici que l'utilisation d'un mortier imprimable résistant à 50 MPa, ce qui correspond à la résistance d'un béton ordinaire de classe C50, aurait suffi).

3.4.6 Conclusion

Dans cette Section nous avons présenté des essais de flexion réalisés sur des éléments de grande dimension, une plaque et une poutre de 1.20m. La plaque est renforcée avec 3%

de fibres de verre dans la direction longitudinale, et nous proposons un premier design de poutre inspiré du béton armé, où les renforts continus, cette fois en fibre de carbone sont placés dans la partie tendue de la poutre et orientés dans la direction longitudinale, de manière similaire à des armatures de traction traditionnelles. Le composite ainsi obtenu dans la région tendu a un taux de renfort de 2.5%.
Les essais montrent que la plaque et la poutre ont un comportement durcissant. Les photographies de la sous-face des pièces testées, réalisées à posteriori, permettent de constater la multifissuration qui explique ce durcissement. Le comportement de ces structures imprimées est donc similaire à celui des petites éprouvettes monocouche et multicouche (Section 3.2). Pour aller plus loin, il aurait été intéressant de suivre par imagerie l'évolution de la fissuration des poutres au cours des essais pour pouvoir comparer plus en détail le processus de fissuration entre les grandes pièces imprimées et les petites éprouvettes : Cela aurait permis d'analyser l'influence du changement d'échelle sur l'espacement des fissures, leur morphologie et leur éventuelle propagation le long des joints entre les couches, qui sont la principale hétérogénéité induite par le processus d'impression 3D. Cela aurait permis également d'estimer la qualité de l'ancrage fibre matrice.

3.5 Conclusion

Dans ce chapitre nous avons présenté le comportement mécanique à l'état durci du béton anisotrope. Il a été étudié à l'échelle du boudin « monocouche », d'éléments multicouches, et enfin à l'échelle structurelle d'une poutre de 1m20 de portée.

Aux échelles monocouche et multicouche, nous avons d'abord réalisé des essais mécaniques (en traction et en flexion) sur un matériau modèle, puis sur le matériau réel imprimé. Le matériau modèle que nous avons mis au point est simple à réaliser en laboratoire, et facilite l'étude des différents paramètres (nombre de fils, type de matrice...) qui jouent sur les propriétés mécaniques du matériau. Ces expériences ont permis d'identifier les critères pour obtenir un matériau durcissant par multifissuration : l'imprégnation et la qualité d'interface, le taux de renfort, la résistance de la matrice. Cela est similaire à ce que l'on observe dans les composites à matrice cimentaire existants.

A l'échelle structurelle, les essais de flexion 4 points d'une plaque et d'une poutre imprimées d'une portée de 1m20, dont la composition (taux de renfort, matrice...) ont été choisies de manière appropriée, ont montré que le comportement durcissant pouvait être conservé à cette échelle, toujours grâce à la multifissuration du matériau que l'on observe dans la partie tendue de ces structures. Le développement et la réalisation d'éléments de structure renforcés par pultrusion interne est donc prometteur et plusieurs aspects restent à approfondir.

Premièrement lors de l'essai de la poutre, la rupture en cisaillement a montré les limites du design que nous avons proposé. En effet celle ci n'était renforcée que dans son intrados et dans la direction longitudinale, ce qui ne permet pas de résister efficacement à l'effort tranchant et limite donc l'efficacité mécanique de la poutre.

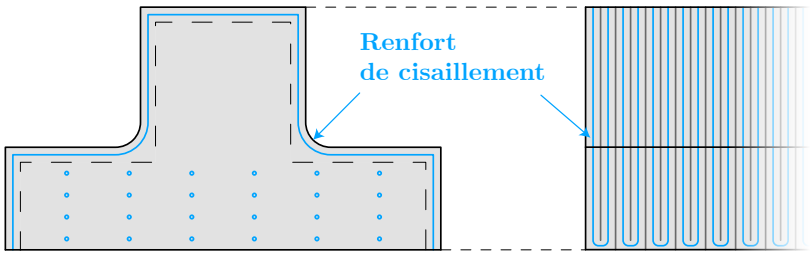


FIGURE 3.26 – Schéma de la section de poutre avec une épaisseur de renforcement additionnelle dans la direction transverse pour améliorer le comportement au cisaillement.

Pour améliorer la résistance finale, une couche de béton anisotrope supplémentaire pourrait être imprimée le long de la poutre en suivant le contour de la section. On s'inspire ici des cages d'armatures transversales utilisées en béton armé (Figure 3.26). Cette stratégie reste néanmoins difficile à appliquer, en raison du besoin d'orienter la buse perpendiculairement à la surface.

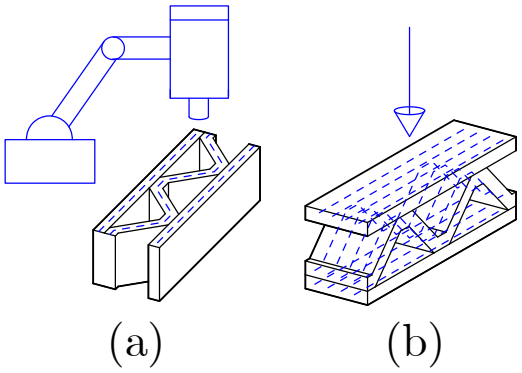


FIGURE 3.27 – Schéma de la fabrication (a) et de la sollicitation (b) d'une poutre treillis imprimée renforcée avec des fibres continues.

On pourrait sinon opter pour un design différent : une poutre treillis [71] pourrait par exemple constituer une alternative intéressante, dont la fabrication et le sens de mise en oeuvre sont illustrés sur la Figure 3.27. Un travail futur pourrait être de tester la réalisation d'une telle poutre et de comparer son efficacité avec celle proposée dans ce chapitre.

Deuxièmement, l'intégration du béton anisotrope dans un cadre réglementaire constituera une étape majeure si l'on souhaite développer son utilisation. Pour mettre au point une

méthode de dimensionnement de ces structures, le béton armé et la norme Eurocode 2 donnent un premier cadre de comparaison, dans lesquels sont définis les états-limites qui sont à vérifier dans la conception d'une poutre. La vérification de l'Etat Limite de Service (ELS) repose notamment sur le calcul des ouvertures de fissures, et le calcul de la flèche de la poutre. A ce titre la réalisation d'essais comparatifs entre des poutres en béton armé et béton anisotrope serait intéressante, pour vérifier par exemple si les critères dimensionnants (taille des fissures et raideur de la poutre post-fissuration) peuvent être satisfaisants par rapport au béton armé tout en permettant une économie de matériau.

Cela dépendra bien sûr au final de la formuation du composite béton anisotrope, qui pourrait être retravaillée pour répondre à un besoin d'augmenter la limite élastique et/ou la raideur post-fissuration. Il est notable que ce dernier paramètre sera certainement lié à la dynamique de fissuration [72] (taille, espacement des fissures) et qu'il faudra aussi étudier plus en détail pour quantifier l'ouverture des fissures, qui peut affecter la durabilité si l'eau s'infiltre autour des renforts. Pour des fibres métalliques, le risque de corrosion est ainsi bien identifié.

Enfin la vérification de l'Etat Limite Ultime (ELU), basée sur un critère de ruine, se calculera différemment avec le béton anisotrope. En effet la ductilité du béton armé est purement structurale, et ne dépend pas d'interactions à l'échelle du matériau : lorsque le béton cède, ce sont seulement les aciers qui reprennent les efforts et il n'y a pas durcissement, à moins d'utiliser des aciers durcissants très spécifiques. Dans l'Eurocode, on considère donc que le béton fissuré ne transmet pas d'efforts, ce qui n'est justement pas le cas avec le béton anisotrope. Notre matériau nécessite d'adopter une approche dite en section plastifiée, qui existe déjà dans la norme nationale NF P18-710 de dimensionnement des structures en Bétons Fibrés Ultra-Hautes Performances (BFUHP) renforcées par fibres courtes. La loi de comportement dite T3, qui correspond à un béton de fibres durcissant en traction, est ce qui se rapproche le plus du béton anisotrope. Pour définir une norme adéquate, il reste enfin à prendre en compte l'anisotropie du renfort, mais aussi les effets du procédé d'impression comme l'anisotropie de la matrice cimentaire [73], les joints froids dont nous avons pu voir l'impact sur la résistance au cisaillement, et qui doit être maîtrisé à l'aide d'un contrôle qualité en production.

Chapitre 4

Mesure du taux de structuration d'un boudin imprimé au très jeune âge

4.1 Introduction

Le contrôle de la rhéologie du mortier est d'une importance capitale dans la conception des systèmes et des structures en impression 3D béton par extrusion. Du point de vue des matériaux, les principales exigences pour une mise en œuvre réussie du procédé sont détaillées dans [74], [75] et brièvement rappelées ici. Le matériau est exposé à plusieurs états de contrainte successifs qui correspondent à des étapes-clés de sa mise en oeuvre :

- Il est pompé du réservoir jusqu'à la tête d'impression, et doit respecter un critère de *pompabilité*.
- Il est mis en forme en un boudin continu et d'aspect homogène, si il vérifie des caractéristiques d'*extrudabilité*,
- Il doit supporter un chargement τ dû au poids des couches successives et conserver sa forme, pour garantir la *constructibilité*.

Le respect de ces différents critères, et en particulier la capacité de transiter d'un état pompable, extrudable puis de posséder la résistance nécessaire à la constructibilité, est lié à la capacité du matériau de passer d'un comportement solide à fluide selon l'état de contrainte : c'est un fluide à seuil. De plus, lorsque le matériau est au repos la valeur critique qui limite la transition solide-liquide évolue dans le temps, et ce grâce à la formation et au renforcement progressif d'une structure interparticulaire résistante à l'intérieur du matériau.

L'évolution de cette structure, appelée structuration, est principalement dûe à des réactions d'hydratation entre le ciment et l'eau. L'évolution de ces réactions dépend de nombreux facteurs intrinsèques à la formulation (type de ciment utilisé, présence d'autres espèces pouzzolaniques réactives telles que la fumée de silice, concentration en solide du mortier et compacité du squelette granulaire [76]). L'ajout d'additifs (retardants, accélérants) permet de modifier le cours de ces réactions, et des facteurs extrinsèques (température, humidité, process) peuvent également les affecter.

En règle générale, l'évolution du mortier ou de toute pâte cimentaire traditionnelle peut être séparée en deux temps : le temps ouvert qui correspond généralement pour un mortier imprimable à la première heure après sa gâchée, que nous appellerons le très jeune âge, puis le temps de prise caractérisé par une accélération exponentielle des réactions d'hydratation et donc de la structuration. Dans le cadre de l'impression 3D, la cinétique de cette évolution mais aussi l'état initial de la structure interne diffèrent selon le type de technologie, que l'on peut classer selon deux catégories dites mono ou bi-composant.

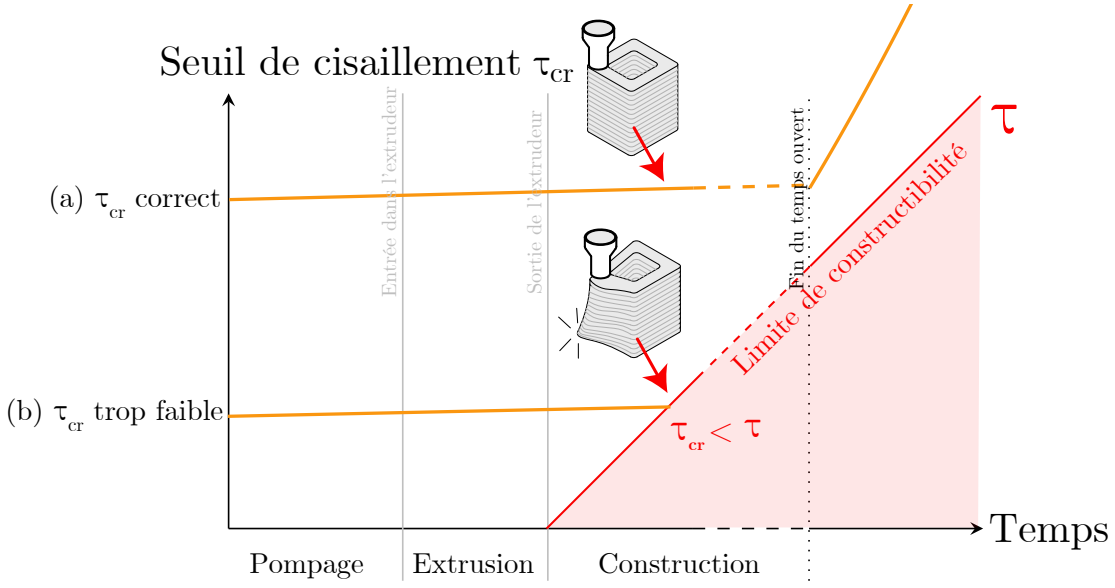


FIGURE 4.1 – Evolution du seuil de cisaillement τ_{cr} d'un matériau imprimé monocomposant par rapport au chargement τ. Lorsque τ_{cr} est suffisant (a) la limite de constructibilité n'est pas dépassée et la structure est imprimable. Si τ_{cr} est trop faible (b) le matériau s'écoulera lors de la construction, causant la ruine de la structure.

Pour les technologies monocomposant, la structuration au cours de l'impression (Figure 4.1) suit le même schéma qu'une pâte cimentaire traditionnelle : la structuration est négligeable au très jeune âge puis accélère à la fin de la période dormante. Elle est principalement liée à l'hydratation autogène du ciment, on n'utilise pas d'additifs accélérants.

En raison de cette lente évolution au très jeune âge (de l'ordre de quelques Pa/s), La limite de résistance ou seuil de cisaillement τ_{cr} que l'on pourra observer juste avant la fin

de la période dormante sera très similaire (à 5-20% près) à celle de l'état initial lors de la gâchée. La résistance doit toutefois rester suffisante à tout moment pour pour garantir la constructibilité, c'est à dire que τ_{cr} doit rester à tout instant supérieur au chargement appliqué τ : cette condition définit la limite de constructibilité illustrée sur la Figure 4.1. Par conséquent, il est nécessaire que le mortier présente un seuil de cisaillement important dès l'extrusion, en général de l'ordre de plusieurs dizaines de KPa. Cette consistance initiale élevée sert de réserve de résistance avant l'accélération de la structuration à la fin de la période dormante.

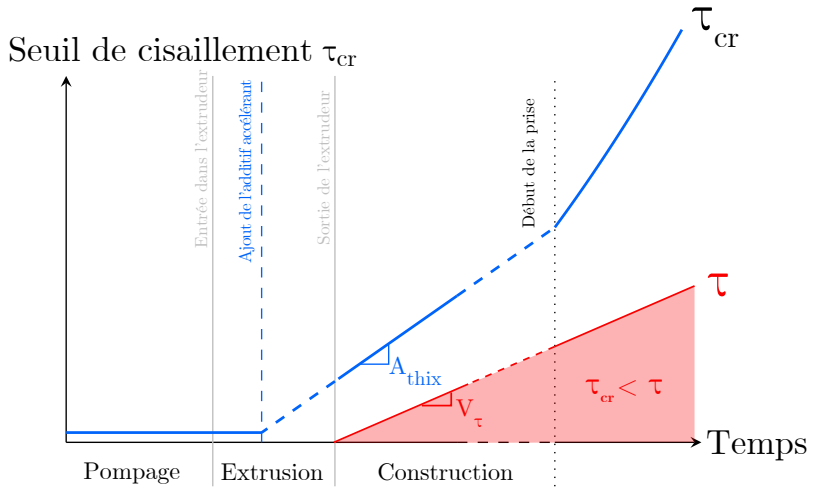


FIGURE 4.2 – Evolution du seuil de cisaillement τ_{cr} d'un matériau imprimé bicomposant

Pour la technologie bi-composant [77] [78], la structuration suit un schéma bien spécifique illustré sur la Figure 4.2. On part d'un mortier faiblement structuré (très fluide) dont la structuration est accélérée au très jeune âge par l'ajout d'un additif via un dispositif de dosage et de mélange situé dans la tête juste avant l'extrusion [27]. D'un point de vue physicochimique, l'ajout d'additif déclenche la formation rapide d'aiguilles d'ettringite dans le mortier, renforçant sa microstructure interne. Cette structuration est ici prépondérante et représentera généralement près de 98% de la résistance τ_{cr} juste avant la fin de la période dormante dûe aux phénomènes classiques d'hydratation. Cela permet de dimensionner non pas la consistance initiale du mortier en fonction des autres critères (pompabilité, extrudabilité), vitesse de chargement V_t et fin de la période dormante, mais d'agir directement sur le taux de structuration au très jeune âge en fonction du dosage de l'additif pour rester au dessus de la limite de constructibilité. Ce phénomène apparaît quasi linéaire comme on le voit sur la Figure 4.2 et on nomme A_{thix} la pente de la droite d'évolution du seuil de cisaillement, d'après la relation définie par *Roussel* dans [66]. La pente est supposée constante pour un dosage d'additif :

$$\tau_{cr}(t) = \tau_0 + t \cdot A_{thix} \tag{4.1}$$

Notons que cette évolution n'est pas forcément linéaire, elle peut être non linéaire selon le matériau, la plage de temps étudiée [79] et le type d'additif. Par souci de simplicité et étant donné que nous étudions le très jeune âge (les premières dizaines de minutes) nous supposerons la linéarité, mais les méthodes que nous développerons pourront s'adapter à d'autres types d'évolution.

Cette technologie a plusieurs avantages par rapport au monocomposant. On peut réaliser rapidement des structures élancées qui ont une vitesse de chargement V_τ élevée en réglant un A_{thix} adapté. Cette fonctionnalité de réglage de la structuration A_{thix} peut aussi être importante dans le contexte du fibrage des pâtes imprimées. L'imprégnation des fibres sera mieux assurée par un matériau fluide, mais là encore une rapide structuration est nécessaire pour la cohésion et la dépose du composite ainsi réalisé. Le procédé de renforcement par fibrage continu *Flow-Based Pultrusion* [36][80], que nous décrivons dans le Chapitre 2, n'utilise que le flux de mortier pour dérouler les bobines de fibres. Cela impose une évolution rapide du seuil d'écoulement pour être en mesure d'exercer suffisamment d'efforts de tirage sur les fibres (voir [81] pour plus de détails). Enfin la fluidité à l'extrusion permet une mise en oeuvre par pressage, offrant une plus grande précision géométrique.

Il reste que le contrôle de ce A_{thix} par ajout d'additifs accélérants en ligne est sujet à difficultés. En effet contrairement à d'autres types d'adjuvants rhéo-modifiants tels que les épaississants, ce genre d'additif agit sur la chimie d'hydratation du mortier, qui dépend de sa formulation (sa teneur en ciment et les sources minéralogiques utilisées pour produire ce dernier [82], les additifs minéraux utilisés dans le mix cimentaire, le dosage d'autres additifs rhéo-modifiants tels que des superplastifiants). On peut estimer un ordre de grandeur mais l'effet du dosage d'additif sur le taux de structuration A_{thix} n'est donc pas connu à priori, il peut varier d'un matériau à l'autre et est sensible à tous les facteurs externes que nous avons évoqué concernant le phénomène de structuration.

Il est donc clair que le contrôle du taux de structuration au très jeune âge A_{thix} est d'un intérêt critique pour la maîtrise du procédé bi-composant et pour garantir sa reproductibilité. La mise au point de méthodes de caractérisation in situ systématiques et représentatives du matériau imprimé permettrait de répondre à ce besoin. Plusieurs méthodes de mesure de la structuration ont été proposées pour les mortiers d'impression en général, notamment en bicomposant [77], mais la question se pose de savoir si elles sont

applicables sous la forme d'essais de contrôle systématiques au très jeune âge représentatifs du vrai process étant donné les nombreux facteurs pouvant jouer sur la structuration.

Ainsi on l'aura compris cette détermination du seuil de cisaillement et de son évolution dûe à l'accélération par ajout d'additifs, est au coeur de ce chapitre. Nous y présentons quelques expériences préliminaires afin d'identifier les fenêtres de mesure puis nous définissons une méthodologie qui permet de proposer un protocole expérimental in situ adapté à la mesure du taux de structuration au très jeune âge d'un matériau accéléré.

Dans une première partie, nous décrirons plus en détail les causes de la structuration du mortier et leur lien au procédé d'impression. Dans une seconde partie, nous rappellerons les principaux essais qui permettent d'identifier la structuration des pâtes cimentaires en général, leurs avantages et leurs limites vis-à-vis de notre problématique (mesure in situ systématique d'un matériau accéléré) et en introduisant notamment la distinction entre les essais de type continu ou sériel.

Dans une troisième partie, nous proposerons une méthode qui permet d'élaborer des protocoles de mesure sérielle pour les matériaux accélérés, et ce pour différents types d'essais. Cette méthode permet notamment de définir une fenêtre de mesure adaptée au type d'essai utilisé et aux propriétés matériau (seuil initial et taux de structuration) attendues. Elle sera illustrée par un essai sériel au cône d'Abrams sur paillasse.

En se basant sur cette même méthode, nous détaillerons dans une quatrième partie le déroulement d'un essai sériel au scissomètre, cette fois en conditions in situ, afin d'identifier les différences de méthode qu'implique ce type de mesure. Toujours avec le scissomètre, nous comparerons des résultats in situ et sur paillasse qui permettront de mieux capter les spécificités du procédé.

Dans une cinquième partie, nous généraliserons notre analyse à différents types d'essais sériels, ce qui nous permettra de comparer un plus large ensemble de moyens de mesure du taux de structuration. On verra quels essais peuvent se recouper et être comparables, ce qui nous permettra enfin dans une dernière partie de présenter des résultats comparatifs.

Cela nous amènera à décrire dans une sixième partie l'essai dont la comparaison semble la plus commode, qui est la mesure continue par pénétrométrie lente.

Ces considérations nous amèneront finalement à tester dans une dernière partie un protocole de mesure couplé scissométrie/pénétrométrie, où des mesures rapides de scissométrie

in situ réalisées directement sur les boudins imprimés permettent de recaler rapidement des essais de pénétrométrie lente à large plage temporelle, ce qui préfigure un test en ligne permettant la qualification systématique d'une impression.

4.2 Retour sur les principaux phénomènes rhéologiques et étapes-clefs du procédé d'impression 3D bicomposant

4.2.1 Introduction

Dans cette partie nous rappelons les phénomènes rhéologiques clefs de l'impression 3D béton (comportement de fluide à seuil, structuration) et détaillons les étapes du process. En effet le procédé d'impression 3D par extrusion bi-composant sollicite le matériau a des degrés et des cadences spécifiques, par rapport auxquels la consistance du matériau (solide ou liquide) doit rester compatible. L'impression s'effectue en trois phases successives : pompage, extrusion et construction couche par couche. Durant les deux premières phases le matériau est à l'état liquide mais après l'extrusion, la contrainte maximale délimitant la liquéfaction du matériau doit être suffisament élevée pour que celui-ci supporte le poids des couches successives (critère de *constructibilité*). C'est un comportement du matériau dit de fluide à seuil qui lui permet de remplir ce cahier des charges. En effet, il peut passer de l'un à l'autre état lorsque la contrainte de cisaillement qui lui est appliquée dépasse une valeur limite appelée seuil de cisaillement statique τ_{cr}. De plus, lorsque le matériau est au repos, cette valeur évolue dans le temps en raison de phénomènes physico-chimiques (floculation et hydratation). Cette évolution, appelée taux de structuration (*structural build-up*) est accélérée artificiellement par ajout d'additifs juste avant l'extrusion (procédé bicomposant). Dans le cadre de cette étude nous nous concentrerons sur le suivi de l'évolution de τ_{cr} au très jeune âge pour qualifier la *constructibilité* du matériau. Le taux de structuration A_{thix} sera donc exprimé en Pa/s. Nous rappelons brièvement les origines du comportement de fluide à seuil des mortiers imprimables, de la structuration ainsi que les étapes-clés du procédé d'impression 3D bicomposant.

4.2.2 Origines du comportement de fluide à seuil

Les mortiers d'impression 3D béton sont des suspensions granulaires polydisperses, c'est à dire qu'elles sont composées de grains de différentes tailles noyés dans une phase liquide aqueuse. Parmi ces grains et par ordre croissant de taille, on pourra compter des particules fines telles que de la fumée de silice (100 nm), du ciment (généralement entre 1 et 100 μm),

des *fillers* (10-100 μm), du sable (1 mm) et éventuellement des granulats centimétriques et des fibres.

Intéressons-nous d'abord au ciment. Les grains de ciment, en raison de leur petite taille ($\leq$ 100 μm), sont sujet à des forces attractives colloïdales qui, lorsque le fluide est au repos et qu'ils sont présents en densité suffisante ϕ_c, provoque leur assemblage en une structure interparticulaire capable de maintenir la suspension dans un état solide. C'est la raison pour laquelle les pâtes cimentaires peuvent avoir un comportement de fluide à seuil : l'application d'un cisaillement suffisant causera la ruine de cette microstructure et marquera le passage d'un état solide à liquide.

En plus du ciment présent en densité suffisante, la présence de particules solides additionnelles dans le mortier, même non colloïdales (sable, petits granulats...) amplifient la résistance au cisaillement. Et au contraire, les adjuvants superplastifiants (aussi appelés défloculants) qui sont ajoutés au mortier pour faciliter le pompage ont l'effet inverse, ils génèrent des interactions microphysiques qui entrent en compétition avec les interactions colloïdales entre grains de ciment.

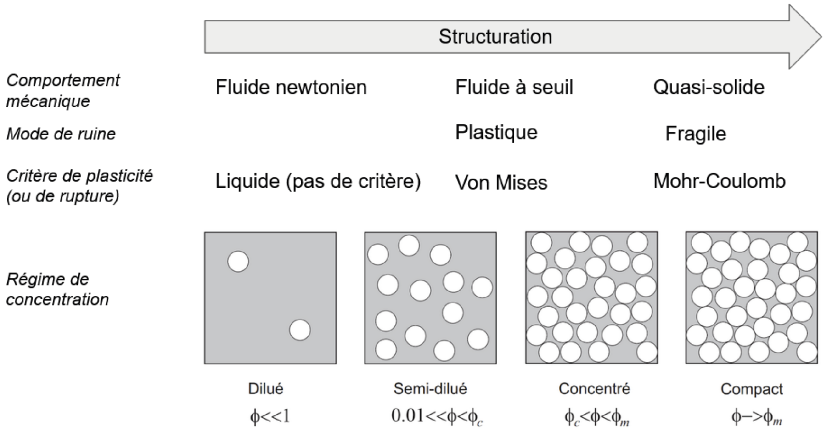


FIGURE 4.3 – Régimes de concentration en fonction de la structuration et propriétés associées. Le régime de concentration illustré ici n'illustre pas les forces interparticulaires.

Le comportement de fluide à seuil est donc caractéristique et résulte d'interactions microphysiques entre les différents composants du mortier. Mais lorsque la fraction solide est suffisamment élevée, on passe d'un comportement de fluide à seuil à quasi-solide fissurant, c'est à dire que la perte de consistance ne peut plus être identifiée comme un écoulement plastique (ou transition solide-liquide) mais plutôt comme une rupture fissurante fragile (Figure 4.3). Ces deux cas asymptotiques sont associés à des critères de plasticité bien différents, respectivement de type Von Mises ou Mohr-Coulomb. Dans le

premier cas, l'identification d'un seuil d'écoulement sera suffisant pour simuler n'importe quel chargement. Dans le second cas, le seuil de rupture devient aussi dépendant à la pression appliquée et il faudra deux paramètres pour le caractériser : une valeur seuil appelée cohésion, ainsi qu'un coefficient appelé angle de friction interne.

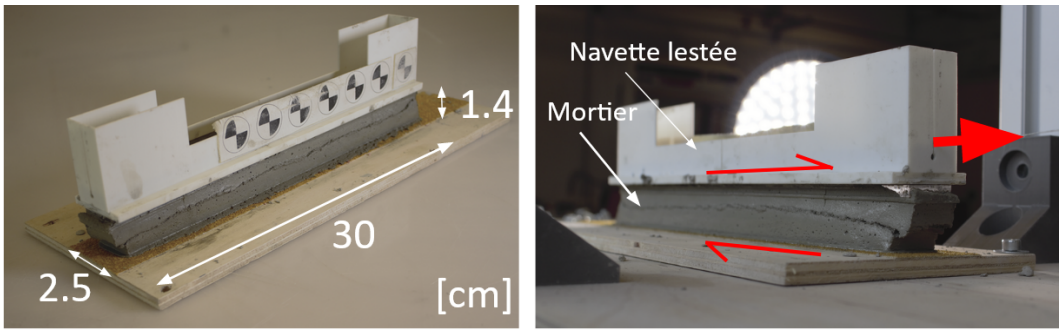
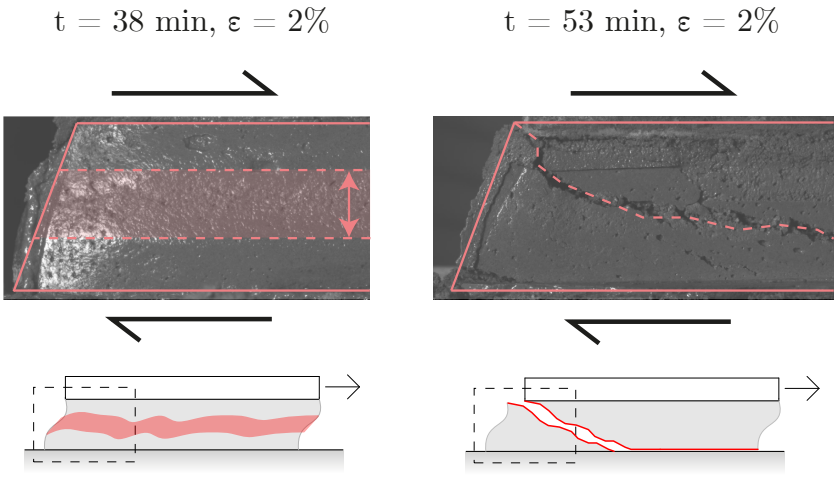


FIGURE 4.4 – Photographies de l'essai de cisaillement direct de boudin. Gauche : Dimensions générales, droite : Principe du dispositif.

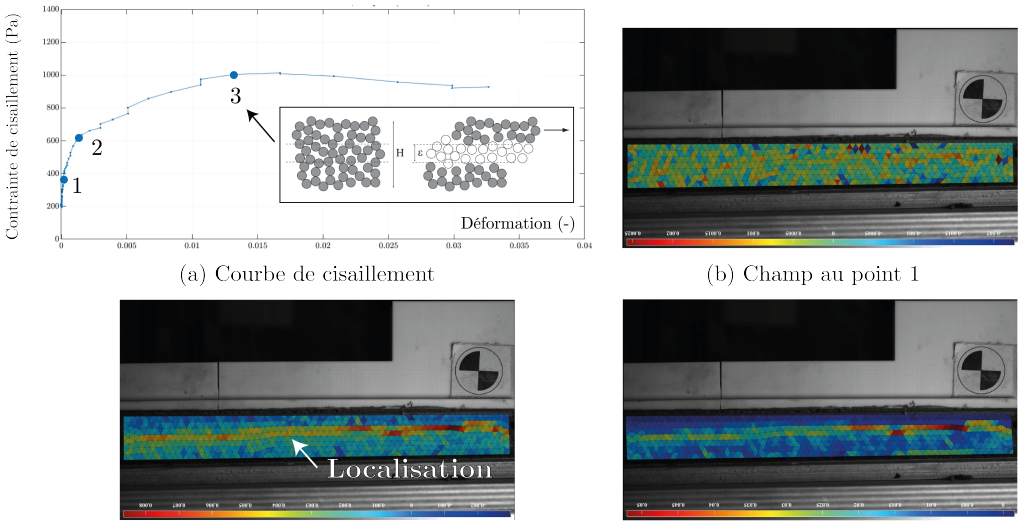
Nous mettons en évidence ces différents phénomènes à l'échelle d'un boudin de mortier imprimable dans l'expérience illustrée sur la Figure 4.4. Celui-ci est placé entre un plateau et une navette reliée par un câble à un banc d'essai instrumenté en force, soumettant le boudin à un cisaillement simple. Les déformations de la face externe du boudin sont suivies par corrélation d'image. Si il est difficile d'en rendre compte sur une image statique (Figure 4.5a), la vidéo dont l'image est extraite met bien en évidence pour un niveau de chargement précis, la formation d'une zone d'écoulement (en rose sur l'image). Sur la vue de droite 4.5b, on peut observer la ruine fragile par fissuration à 45° d'un mortier plus âgé.



(a) Ecoulement plastique (b) Ruine fragile fissurante

FIGURE 4.5 – Détail du profil de boudins de mortier imprimable testés en cisaillement pur, présentant un régime fluide plastique (a) ou solide fragile (b) selon l'âge et témoignant d'une évolution interne du milieu, notamment dûe à la structuration.

L'existence de l'un de l'autre régime dépend donc de la formulation initiale, de la qualité du mélange et aussi de l'état de structuration du mortier. Les mortiers d'impression 3D bicomposant sont formulés pour être plastiques au très jeune âge afin de rendre possible une mise en forme par pressage et favoriser l'adhérence entre couches, puis se densifient et évoluent vers un état solide grâce à la structuration.



(a) Courbe de cisaillement (b) Champ au point 1

(c) Champ au point 2 (d) Champ au point 3

FIGURE 4.6 – Courbe de cisaillement (a) et cartes des champs de cisaillement (b-d) d'un boudin de mortier imprimable au très jeune âge (43 min) lors d'un essai de cisaillement simple.

Une série d'expériences a été réalisée sur des échantillons à différents âges. La Figure 4.6 illustre un résultat typique obtenu durant le temps ouvert ($<$ 45 min). La carte du champ de cisaillement mesuré à l'instant du pic de contrainte montre qu'après une phase de chargement élastique (point 1 de la Figure 4.6a, Figure 4.6b), les déformations se localisent à mi-hauteur dans la direction transverse (point 2 et 3 de la Figure 4.6a, Figure 4.6c et d). Ce comportement est typique d'un fluide à seuil (Insert Figure 4.6 a, tiré de [83]). Lorsque l'âge de l'éprouvette augmente, la taille de la région de localisation se réduit et le matériau passe d'un comportement plastique à fragile fissurant (Figure 4.5).

4.2.3 Origines de la structuration

La structuration des mortiers d'impression 3D est principalement dûe à celle du ciment, qui est son composant réactif principal. On peut en distinguer deux origines physiques différentes illustrées sur la Figure 4.7 :

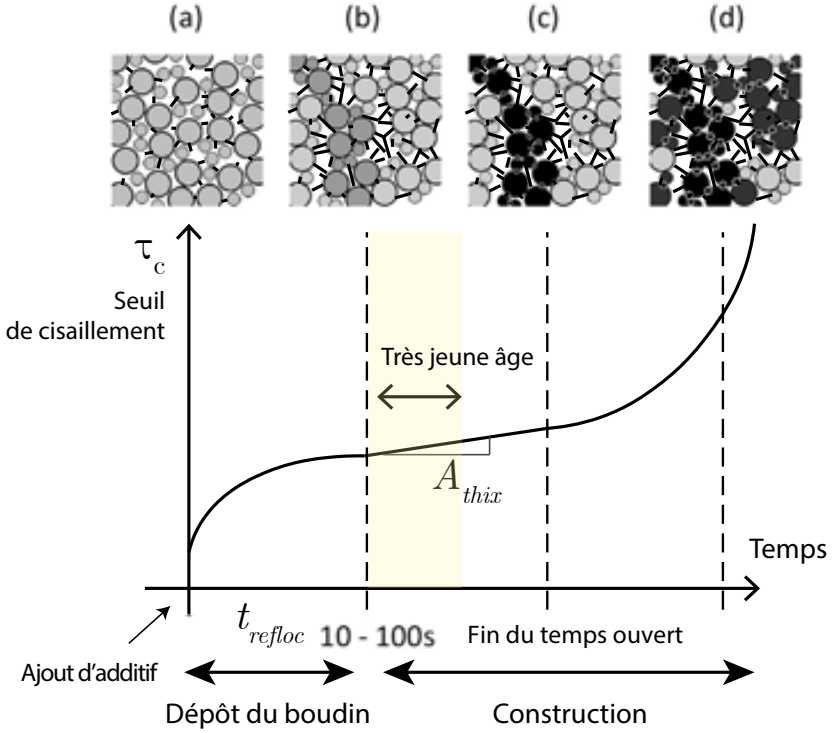
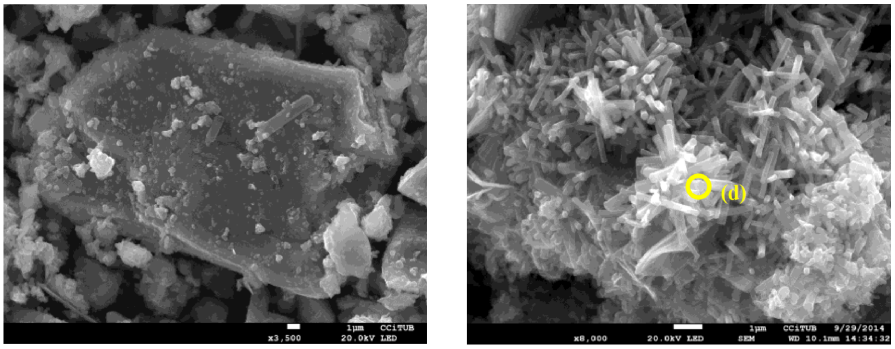


FIGURE 4.7 – Evolution du seuil de cisaillement τ_{cr} avec le temps à l'échelle du mortier bicomposant imprimé en relation avec les phénomènes microscopiques respectifs : (a) Système initialement défloculé par le cisaillement lors du dépôt et formation d'aiguilles d'ettringites autour des grains de ciment, (b) Système floculé par les forces de Van Der Waals, renforcé par quelques ponts CSH et densifié par le développement d'aiguilles d'ettringite, (c) Fin de la période dormante et accélération de la formation des CSH (d) Augmentation significative et irréversible du nombre d'hydrates résultant en une structure interne renforcée et densifiée. Figure reproduite et modifiée d'après [74] et [80].

— La première origine est la floculation du système particulaire représenté par les grains de ciment solides en suspension dans l'eau. Etant initialement dispersées sous l'effet du cisaillement (a) (malaxage, pressage des couches), la mise au repos du système fait que ces petites particules se rapprochent les unes des autres sous l'effet des forces attractives de Van der Waals (b). Cette (re)floculation se produit sur un temps de repos t_{refloc} de l'ordre de quelques secondes [66] : une microstructure de grains rapprochés se forme et donne au matériau son seuil initial. Afin qu'il soit suffisament bas pour garantir le pompage et de l'extrusion, la formulation de notre mortier imprimable comprend un additif superplastifiant de type polycarboxylate (PCE) qui modifie les interactions colloïdales. Les polymères PCE en solution s'adsorbent à la surface des grains de ciment, et la partie de la chaîne du polymère restant en suspension empêche un contact rapproché entre les grains par un effet d'encombrement stérique, réduisant ainsi les forces attractives à l'origine de la floculation du système [84].

— La seconde origine est la formation d'hydrates, en particulier de type CSH aux points de contact entre les grains de ciment précédemment rapprochés par la floculation. Ils créent des liaisons mécaniques entre grains qui rigidifie la microstructure (c) (d). Cette réaction est très progressive durant le très jeune âge et s'accélère à la fin de la période dormante.



(a) (b)

FIGURE 4.8 – Micrographie au microscope électronique des grains d'une pâte de ciment non accélérée (a) et accélérée (b) à l'aide d'un additif non alcalin, à l'âge de 15 min. Figure reproduite d'après [85].

L'ajout d'additifs accélérants agissant sur l'hydratation modifie ces phénomènes en intervenant sur la seconde origine, la formation des hydrates. Plusieurs formulations chimiques existent mais l'on s'intéressera ici aux additifs accélérants non alcalins, tels que les solutions de sulphate d'aluminium *Lafarge Floquat ASL* ou *Sika 40AF* utilisés en impression 3D bicomposant. L'effet principal de ces produits est la formation rapide et massive de cristaux d'ettringite autour des grains de ciment [86] [82]. Ceci est illustré sur la Figure 4.8 où l'on observe par imagerie électronique l'état de surface des grains d'une pâte de ciment non accélérée et accélérée avec ce type de produit, à un âge de 15 minutes [85]. Par la suite ces cristaux grandissent et remplissent progressivement les pores entre les grains de ciment, rendant le milieu de plus en plus dense. La vitesse de réaction permet néanmoins de conserver une certaine plasticité au très jeune âge qui rend possible la mise en forme par pressage et l'adhésion entre couches.

4.2.4 Retour sur les étapes-clés de l'impression 3D bicomposant

Dans cette Sous-Section nous détaillons ces étapes que nous avons déjà mentionné dans l'introduction.

4.2.4.1 Etape 1 : pompage et seuil initial

Une des particularités du procédé bicomposant est que le seuil de cisaillement initial du béton est généralement faible, de l'ordre de 100 Pa. Cela fait que la pompabilité pose rarement problème tant que le matériau n'évolue pas. La formulation peut être modifiée pour adapter la consistance au dosage d'additif attendu, et vérifiée avant pompage à l'aide d'un essai de convenance, tel que le test d'étalement au cône d'Abrams que nous détaillerons plus tard (Sous-Section 4.4.1). On vérifie ainsi que le seuil mesuré se situe dans une gamme exploitable pour le dispositif d'impression : en effet, généralement plus le seuil est élevé, plus le mortier est difficile à pomper. Cette propriété de pompabilité dépend également de la viscosité du mortier, c'est à dire sa résistance à l'écoulement : un mortier trop visqueux se pompe mal. Cette propriété est appréciée qualitativement en manipulant le mortier à la main, que la viscosité rend plus collant.

Son âge ne doit pas dépasser le temps ouvert, et il est également surveillé afin que le mortier ne durcisse pas lors du pompage dans les tuyaux. Enfin le seuil initial ne doit pas être trop faible (il doit être supérieur à 70 Pa) pour éviter que le matériau s'écoule trop facilement, ce qui peut causer des effets d'écoulement gravitaire dans la conduite d'extrusion qui risquent de prendre le dessus sur l'écoulement commandé par la poussée du système de pompage, à débit contrôlé. Si tel est le cas, le contrôle du débit et de la consistance perd en précision, notamment lorsque l'épaisseur de couche est grande. Un symptôme typique de ce défaut est l'apparition d'écoulements cycliques en sortie de buse. On considère donc que le seuil initial doit être entre 70 et 600 Pa pour des mortiers imprimables facilement pompables d'usage général et se limite à 400 Pa pour des mortiers à très haute performance dont la consistance est généralement plus visqueuse en raison de leur grande concentration en solide (Lafarge 3DPG par exemple).

4.2.4.2 Etape 2 : Extrusion et accélération

Après le pompage et juste avant l'extrusion, le seuil de cisaillement et son évolution sont réglés par ajout d'un additif accélérant, afin d'extruder le matériau avec des caractéristiques adaptées à l'extrusion et à la constructibilité. Après avoir correctement dosé et dispersé l'additif par un malaxage en ligne dans la conduite, le seuil du matériau extrudé est donc réglé entre 600-1000 Pa selon les qualités attendues. En effet, l'additif a un premier effet d'augmentation du seuil apparent en sortie, en conditions dynamiques d'extrusion, et l'augmentation du taux de structuration du matériau à l'état statique sera visible plus tard. Ce réglage est déterminant pour la qualité de l'impression, qui dépend aussi d'autres paramètres (débit d'extrusion, vitesse du robot, hauteur de couche)

ajustés conjointement (voir [64] pour plus de détails).
Si le seuil d'extrusion est trop faible, la consistance est insuffisante pour une bonne mise en forme par pressage : un minimum d'environ 100 Pa est nécessaire pour assurer la tenue du cordon. S'il est trop élevé, des fissures peuvent apparaître, et il est fort probable que de tels défauts compromettent la résistance du matériau comme cela a pu être observé dans des procédés d'extrusion analogues [87].
On détaillera plus tard un moyen développé par le Laboratoire Navier, le *slug test* [20], avec lequel on réalise cette mesure sur le matériau extrudé, en conditions dynamiques.

4.2.4.3 Etape 3 : Mise en place statique et chargement progressif

Enfin, après sa mise en place et contrairement aux phases précédentes, le matériau est dans un état statique. On considère que son seuil de cisaillement τ_{cr} évolue linéairement au très jeune âge, d'après l'Equation 4.1 que l'on rappelle ici :

$$\tau_{cr}(t) = \tau_0 + t \cdot A_{thix}$$

Dans le même temps, le matériau est chargé progressivement par le poids des couches successivement déposées. Le cas de charge est celui d'une compression simple et il est nécessaire que la contrainte de cisaillement τ résultant de ce chargement ne dépasse pas le seuil d'écoulement τ_{cr} dans le cas d'un critère Von Mises. La contrainte τ est maximale sur la première couche imprimée car celle-ci supporte le poids de toute la structure. On a donc :

$$\tau_{cr} > \tau = \frac{\rho g h}{\sqrt{3}} \tag{4.2}$$

Où ρ est la densité du mortier et h la hauteur de la structure. La contrainte appliquée augmente plus ou moins vite selon la vitesse à laquelle on empile les couches, c'est-à-dire la vitesse d'élévation $\frac{h}{t}$ de la structure imprimée. Pour une vitesse de dépôt du boudin constante, cette vitesse d'élévation ne dépend que de la longueur totale du boudin déposé couche par couche et est donc liée à l'élancement de l'objet. Par exemple, on réalisera rapidement les couches d'un poteau fin ($\frac{h}{t}$ élevé) contrairement à une poutre ou un mur fabriqué à plat ($\frac{h}{t}$ faible).

Suite à ces considérations sur le chargement τ et la vitesse d'élévation de la structure $\frac{h}{t}$, on peut calculer une vitesse de chargement V_τ en Pa/s, proportionnelle à la vitesse d'élévation :

$$V_\tau = \frac{\rho g h}{\sqrt{3}t} \tag{4.3}$$

Où h est la hauteur finale de la structure et t la durée de fabrication. Par conséquent, si le seuil initial τ_0 est négligeable devant la structuration A_{thix} (ce qui est le cas en bicomposant), celle-ci doit être plus rapide que la vitesse de chargement V_τ [88] [74] :

$$A_{thix} > V_\tau \tag{4.4}$$

Pour réaliser en 20 min une structure de 2 mètres telle que celle présentée en Figure 4.9, on doit donc atteindre un A_{thix} d'au moins 25 Pa/s. Etant donné que les mortiers classiques évoluent à environ 1-2 Pa/s durant leur temps ouvert [89], on voit ici l'intérêt d'une adjuvantation qui permet de réaliser rapidement des structures élancées en accélérant la structuration. De plus le matériau peut rester plastique durant toute la durée du process, cela est aussi mis en évidence sur la Figure 4.9 où la ruine est déclenchée artificiellement en touchant le haut de la structure avec l'extrémité de la tête d'impression, ce qui cisaille le haut de la structure et déclenche sa ruine.

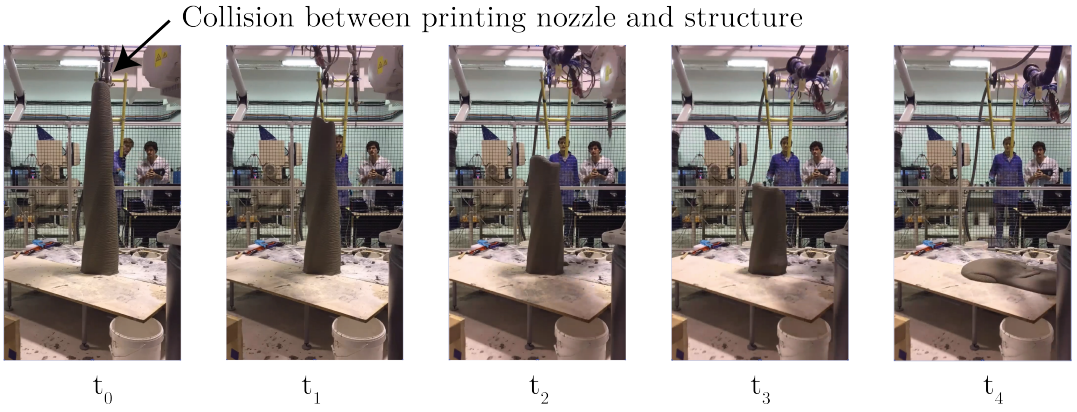


FIGURE 4.9 – Photographies de l'écoulement d'une structure imprimée par voie bi-composant au Build'In Lab, causé juste après la fin de l'impression (ayant duré environ 20 min) par une collision entre la tête d'impression et les dernières couches imprimées.

Dans un second temps, une borne haute du taux de structuration peut être calculée pour limiter la formation de joints froids, c'est à dire d'un plan de faiblesse entre deux couches successives. En effet lorsque la structuration est rapide, d'une couche à l'autre l'état de structuration du matériau peut être très différent. Cette hétérogénéité peut réduire la cohésion entre les couches et dégrader les propriétés du matériau à l'état durci [90]. Cela peut être évité en s'assurant que la résistance d'une couche n'ait pas trop augmenté avant que la suivante soit déposée. Pour limiter toute hétérogénéité excessive il ne faut

donc pas surdimensionner le taux de structuration A_{thix} et bien l'adapter à la vitesse de chargement de l'objet imprimé (Eq. 4.3).

L'importance de ce phénomène, qui existe aussi lorsque l'on coule des couches successives de béton dans un coffrage [91] est aujourd'hui un sujet ouvert. Elle dépend non seulement de la structuration mais aussi sans doute de paramètres environnementaux, tels que des changements de porosité et de perméabilité à la surface des couches, qui peuvent être séchées par l'air ambiant avant le dépôt des couches suivantes. La formulation joue là aussi certainement un rôle car le mortier peut être plus ou moins dense et poreux en fonction du dosage en eau et des grains utilisés.

4.3 Méthodes de caractérisation du taux de structuration

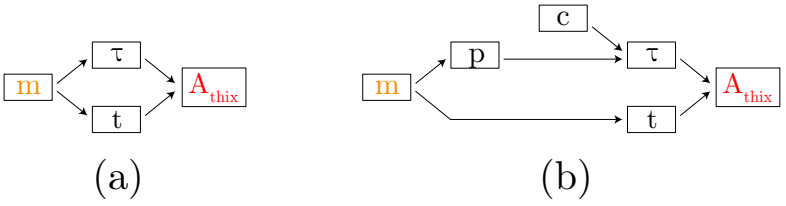


FIGURE 4.10 – Schéma des principes de mesure directe (a) et indirecte (b) du taux de structuration, ici supposé linéaire et donc décrit par un seul paramètre A_{thix}.

La caractérisation du taux de structuration est donc d'un intérêt critique pour l'impression 3D bicomposant. Nous avons vu que dans ce contexte le taux de structuration peut être adapté en modulant le dosage d'additif accélérant ajouté en ligne. Selon l'élancement de l'objet et la vitesse de fabrication, il pourra être nécessaire de viser un taux de structuration rapide ($A_{thix} \simeq 25$ Pa/s). Nous verrons que ce cas typique peut rendre la caractérisation délicate, mais cela dépendra aussi du type d'essai. Afin d'orienter le choix d'une ou plusieurs méthodes adaptées, nous détaillerons dans cette section les contraintes métrologiques induites par cette caractérisation du taux de structuration. Beaucoup de méthodes existent, et nous nous focaliserons sur les techniques dites directes ou destructives (Figure 4.10a). Avec celles-ci, le type d'évolution (linéaire ou non) est identifié et le taux de structuration calculé via une ou plusieurs mesures m qui donne le seuil τ_{cr} associé au démarrage de l'écoulement ou de la rupture, en fonction de l'âge t du matériau. On peut ainsi calculer le paramètre A_{thix} dans le cas d'une évolution linéaire ou les paramètres d'évolution correspondants dans le cas d'une évolution non linéaire [79]. Nous n'aborderons donc pas les techniques indirectes, telles que :

— les mesures ultrason, où le seuil τ_{cr} est calculé en fonction d'une propriété matériau p et de données rhéologiques c propres au matériau et obtenues par un autre essai direct [92] (Figure 4.10b).

— Les mesures mécaniques non destructives, tels que les essais de plaque ou aiguille Vicat statique [93][94] : celles-ci ne mesurent pas directement la contrainte seuil (ou de rupture) liée à la ruine du système granulaire interne, auquel se rattache le critère de constructibilité que nous avons défini plus tôt. L'effort mesuré est dû ici au frottement généré par le retrait plastique d'hydratation et de séchage du mortier qui s'exerce aux bords d'une sonde immergée, qui peut être inférieur ou égal au seuil de cisaillement τ_{cr} mais pas forcément égal. De plus une difficulté s'ajoute dans le cas où le matériau est accéléré, car la formation d'ettringite peut générer un gonflement de la pâte [95] [96] qui entre en compétition avec le retrait.

Notre focus sur les méthodes directes (c'est à dire destructives) étant clarifié, nous allons maintenant introduire la distinction entre mesure sérielle et continue, qui dépendent du type d'essai. Nous introduirons ensuite deux types de mesurage, dits de paillasse et in situ, qui dépendent des moyens de production du matériau accéléré, soit à l'aide de matériel de laboratoire soit à l'aide d'une tête d'impression bicomposant.

4.3.1 Mesure sérielle et continue

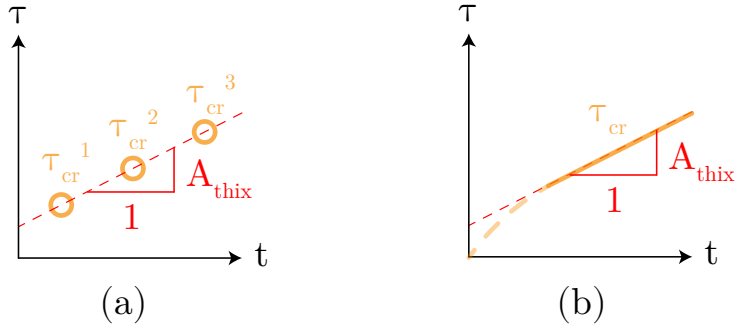


FIGURE 4.11 – Schéma des principes de mesure sérielle (a) et continue (b) du taux de structuration supposée linéaire et décrite par un seul paramètre A_{thix}.

Dans le cas des mesures directes, le taux de structuration peut être caractérisé en suivant deux approches distinctes :

— La première approche consiste à réaliser une mesure sérielle, c'est-à-dire une série de mesures du seuil τ_{cr}^n à différents âges t et sur des échantillons distincts (Figure 4.11a). Dans le cas des mortiers de ciment qui nous intéressent et des fluides à seuil en général, ces mesures peuvent être réalisées sans rhéomètre, grâce des techniques pratiques dont le principe est de déclencher la transition solide-liquide du matériau par une sollicitation mécanique destructive. De nombreux essais dits d'ouvrabilité, qui visent à qualifier empiriquement les propriétés d'écoulement d'un béton, reposent sur ce principe [97] mais seuls certains permettent aujourd'hui de mesurer le seuil de cisaillement grâce à une modélisation physique adaptée, tels que

l'essai d'étalement-affaissement au cône d'Abrams à l'aide du modèle proposé par *Roussel* [62]. Il existe aussi des techniques issues de la mécanique des sols (boîte de cisaillement [98], indentation rapide) ou de l'industrie (essai d'écrasement [99] appelé aussi *squeeze test*) qui se prêtent bien à la mesure du seuil des mortiers et pâtes cimentaires.

— La seconde approche, dite continue, consiste à caractériser continûment τ_{cr} par une unique mesure étendue dans le temps (Figure 4.11b) et réalisée sur un seul échantillon. La pénétrométrie lente [100] correspond à cette typologie. Le principe est de mesurer la force qui s'exerce sur une sonde partiellement ou entièrement immergée dans l'échantillon de matériau. Cette force est causée par un enfoncement très lent de la sonde qui avance dans l'échantillon en détruisant progressivement de nouvelles régions de matériau. L'analyse élastoplastique de l'essai permet de calculer la contrainte-seuil de cisaillement τ_{cr} à partir de la force mesurée.

4.3.2 Mesure de paillasse et in situ

La caractérisation du taux de structuration peut être réalisée sur paillasse ou in situ, c'est à dire soit en produisant le matériau et les essais avec du matériel générique de laboratoire, soit directement avec un dispositif d'impression 3D béton.

La réalisation de mesures de paillasse constitue une étape préalable et a l'avantage de pouvoir être reproduite avec des outils simples (mélangeur de table, balance...). Néanmoins ces mesures reproduisent de manière imparfaite les spécificités du processus d'impression 3D ce qui, nous le verrons, peut amener à des résultats très différents entre mesures de paillasse et in situ.

Les deux types d'essai se déroulent aussi de manière très différente. La différence la plus significative est la possibilité de réaliser plusieurs échantillons au même âge caractéristique de structuration dans le cas in situ. En effet lors de l'essai in situ, du matériau nouvellement accéléré est produit en continu, et donc on peut réaliser un par un des échantillons ayant un historique de structuration identique. Cela permet d'améliorer la précision de notre mesure de la structuration. Au contraire dans l'essai de paillasse l'additif accélérant est ajouté à tout le batch d'un coup, par conséquent tous les échantillons doivent être produits au même moment afin qu'ils partagent un historique de sollicitation (et de structuration) connu et similaire avant la phase d'essais. Dans les deux prochaines sections nous allons expliquer comment se déroule un essai de mesure sérielle dans un cas ou dans l'autre.

4.4 Déroulement d'un essai sériel de paillasse et fenêtre de mesure (Exemple au cône d'Abrams)

Dans la Section précédente nous avons mis au clair les paramètres significatifs de la mesure du taux de structuration (mesure sérielle et continue, mesure de paillasse et in situ). L'enjeu de cette section est de proposer une méthode de dimensionnement pour les essais sériels de paillasse, dont la faisabilité n'est pas triviale pour des matériaux accélérés. A cette fin, nous allons premièrement illustrer la méthode avec un essai de mesure du seuil au cône d'Abrams. Nous allons ensuite le réaliser en série pour mesurer la structuration et identifier les étapes-clefs de ce genre d'essai sériel que nous réaliserons sur paillasse. Par la même occasion nous allons identifier la fenêtre de mesure, c'est à dire l'intervalle de temps dans lequel la série de tests de cône peut être réalisée. D'autres types d'essais (scissomètre, squeeze test...) seront abordés plus tard mais les mêmes étapes-types s'appliqueront. Nous verrons que selon les propriétés du matériau étudié et du type d'essai, il est possible que cette fenêtre soit trop réduite pour que l'essai soit faisable : l'identification de la fenêtre de mesure permet ainsi d'en vérifier la faisabilité. Enfin nous présenterons des résultats expérimentaux pour valider la démarche.

4.4.1 Mesure unitaire du seuil d'arrêt de l'écoulement τ_s au cône d'Abrams

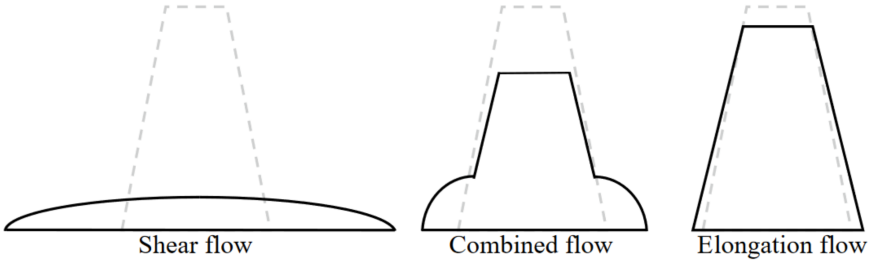


FIGURE 4.12 – Formes d'écoulement lors d'un essai au cône d'Abrams (trait pointillé : forme initiale, trait continu : forme finale)(Source [75])

Dans cette Sous-Section nous décrivons l'essai unitaire de mesure du seuil d'arrêt de l'écoulement τ_s au cône d'Abrams. Nous le verrons ce seuil d'arrêt τ_s n'est pas rigoureusement identique à τ_{cr} mais permet d'en avoir une valeur approchée. Nous réaliserons par la suite cet essai en série pour estimer la structuration.

L'essai d'étalement-affaissement au cône d'Abrams est largement employé sur chantier pour vérifier l'ouvrabilité d'un béton, c'est-à-dire pour vérifier que sa consistance est adaptée au coulage. Il consiste à remplir un moule, généralement conique, qui est ensuite retiré afin de déclencher un écoulement du matériau sous son propre poids. Une fois l'écoulement terminé, on mesure les dimensions du pâton qui a retrouvé un état solide après s'être entièrement ou partiellement écoulé.

Une analyse proposée par *Roussel* permet de déduire de cet essai un seuil de cisaillement [62]. Celle-ci repose sur l'étude des conditions d'arrêt de l'écoulement, c'est-à-dire lorsque les contraintes induites par la gravité sont équilibrées par le seuil de cisaillement du matériau, qui retrouve un état solide. L'écoulement peut se dérouler selon deux cas types dits d'affaissement (*slump* ou *elongation flow*) ou d'étalement (*spread* ou *shear flow*) selon la consistance du matériau. Le cas intermédiaire (*combined flow*) est analysé comme l'affaissement. On détermine le type d'écoulement en observant la forme du pâton à la fin de l'essai (Figure 4.12).

Pour le cas d'affaissement ou mixte, le régime d'affaissement se caractérise par le fait que le rayon R du cylindre est bien plus petit que sa hauteur h. Dans ce cas, les variations de contrainte dans la direction radiale sont négligeables comparées à celles dans la direction de la hauteur. Considérons la contrainte qui s'exerce sur un petit élément de matériau à la hauteur z. On néglige l'angle du cône et on considère que le volume de matériau étudié est cylindrique. Le gradient de volume (et de masse) est donc nul dans le sens de la hauteur, et en tout point z dans la direction verticale la contrainte normale dépend du poids du matériau au-dessus de ce point et est égale à $\sigma = \rho \cdot g \cdot (H - z)$, où H est la hauteur du cylindre. Si l'on considère que l'écoulement démarre ou s'arrête lorsque le critère de Von Mises est atteint, et étant donné que le chargement est équivalent à une compression uniaxiale, le seuil d'arrêt de l'écoulement τ_s, qui sera atteint en bas du cylindre dans la région où le matériau s'est écoulé, peut être exprimé en fonction de la hauteur finale h du cône affaissé :

$$\tau_s = \frac{\rho g h}{\sqrt{3}} \tag{4.5}$$

Décrivons rapidement l'analyse du cas d'étalement. L'analyse de la forme d'étalement d'un volume fini de fluide à seuil sur une surface horizontale, soumis à son poids propre est détaillée par *Coussot* dans [101]. Lorsque le rayon R du cylindre est du même ordre que sa hauteur h, Le seuil d'arrêt de l'écoulement τ_s peut être exprimé en fonction du rayon d'étalement R, du volume de l'échantillon Ω et de la densité du matériau ρ :

$$\tau_s = \frac{225 \rho g \Omega^2}{128 \pi^2 R^5} \tag{4.6}$$

Si l'observation directe n'a pas pu être réalisée, une alternative est de calculer le seuil en étalement et en affaissement et de retenir la valeur la plus faible, qui spécifie le régime d'écoulement le plus caractéristique. L'étendue de mesure est donnée par la géométrie

du cône utilisé (voir Table 4.3), en particulier sa hauteur qui donne la borne haute τ_{max} (Eq. 4.5).

Comme nous l'avons évoqué au début de cette Sous-Section, en toute rigueur, cet essai mesure un seuil d'arrêt τ_s et non pas un seuil de démarrage τ_{cr} de l'écoulement, auquel correspond le critère de constructibilité (la structure n'est plus solide, s'effondre et on ne peut plus donc construire au-dessus). En observant l'arrêt de l'écoulement, le seuil mesuré sera inférieur à la valeur réelle de τ_{cr}. En voici la raison : lorsque le matériau s'est écoulé, le seuil d'arrêt τ_s correspond au phénomène de réagrégation progressive de la microstructure cimentaire, qui s'opère généralement à un niveau de contrainte plus faible que sa désagrégation [83]. Autrement dit, il est plus facile d'arrêter l'écoulement que de le déclencher, et ces deux cas correspondent à des phénomènes physiques différents à l'échelle de la microstructure. Cet essai reste toutefois intéressant car on peut voir le seuil d'arrêt τ_s comme une borne inférieure du seuil d'écoulement τ_{cr}, qui reste conservative vis à vis du critère de constructibilité.

Une autre limitation est que l'on fait l'hypothèse que le matériau n'est pas thixotrope, c'est-à-dire que ses propriétés rhéologiques n'évoluent pas en fonction du temps, ce qui n'est pas le cas en pratique en raison de la structuration du mortier. L'essai est néanmoins rapide (de l'ordre de 4 secondes). Pour l'appliquer on vérifiera donc que l'influence de la structuration est négligeable devant le seuil initial à l'instant de l'essai, par exemple pour un mortier avec un seuil initial $\tau_0 = 1500$ Pa, $A_{thix} = 25$ Pa/s et un essai durant 4s, d'après l'Eq. 4.1, on a $\frac{\tau_{cr}(t)-\tau_0}{\tau_0} = \frac{t \cdot A_{thix}}{\tau_0}$. L'influence de la structuration vaut donc $\frac{25*4}{1500} = 6\%$.

4.4.2 Déroulement de l'essai sériel et définition des bornes de la fenêtre de mesure

Nous allons maintenant décrire comment se déroule l'essai sériel de paillasse au cône d'Abrams. Ce genre d'essai a déjà été proposé pour la mesure du taux de structuration de mortiers autoplaçants dédiés au coulage [102] et de mortiers d'impression 3D non accélérés [103], en utilisant un minicône et en étudiant exclusivement le régime d'étalement (Eq.4.6). Nous proposons ici une méthode similaire en prenant en compte les deux régimes asymptotiques (étalement et affaissement, voir Sous-section 4.4.1). Cela offre une gamme de mesure plus grande, mieux adaptée à l'étude des mortiers d'impression 3D accélérés qui nous intéressent. Le protocole est illustré sur la Figure 4.13.

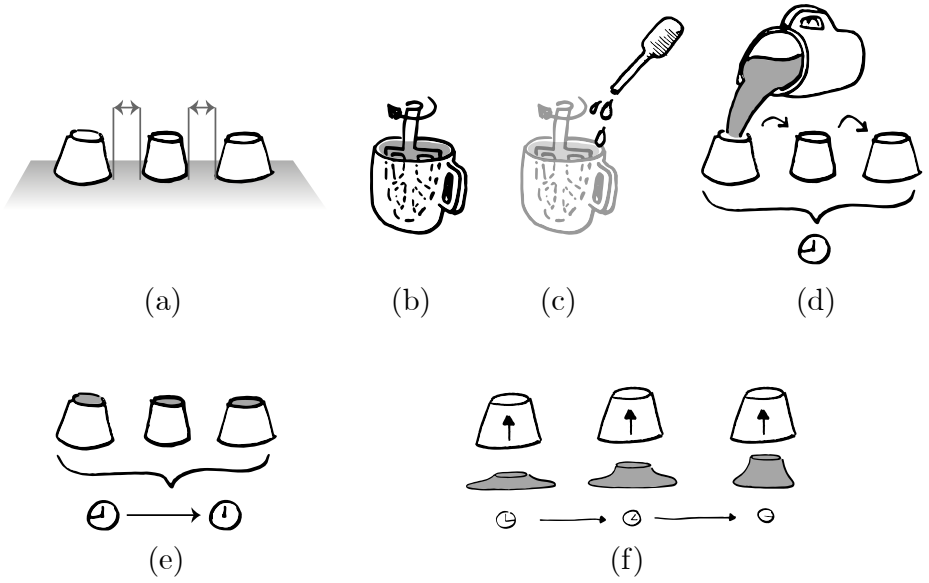


FIGURE 4.13 – Illustration des étapes d'un essai de paillasse au cône d'Abrams : (a) Mise en place des cônes (b) Préparation et malaxage du mortier (c) Ajout de l'additif accélérant (d) Remplissage des éprouvettes en même temps (e) Attente du délai de refloculation (f) Essais successifs.

4.4.2.1 Etapes préalables

Premièrement, on met en place le dispositif (Figure 4.13 a). On dispose les cônes sur un support plan en les écartant suffisamment les uns des autres, ceci afin que les pâtons démoulés ne se touchent pas (prévoir un espacement d'environ 2x le diamètre d'un cône, ou plus si des étalements importants sont attendus). L'intérieur des cônes est légèrement huilé à l'aide d'un pinceau afin de minimiser l'adhérence et le frottement entre le cône et le pâton lors du démoulage.

Deuxièmement, une gâchée de mortier est préparée dans un mélangeur de table. On commence par doser le prémix, c'est à dire un mélange prêt à l'emploi de poudre où tous les composants secs du mortier sont déjà dosés. On dose ensuite la phase liquide, c'est à dire l'eau puis un additif superplastifiant que l'on verse dans l'eau. On mélange ensuite la poudre dans le mélangeur de table à vitesse lente, puis on démarre un chronomètre lorsque l'on commence à verser la phase liquide en filet continu durant 30 secondes. On mélange l'ensemble pendant 6 min (Figure 4.13 b). La mise en contact du prémix avec l'eau initie de premières réactions d'hydratation. Néanmoins comme le matériau est cisaillé à cette étape, il ne structure pas.

Troisièmement, on ajoute l'additif accélérant au mortier mélangé (Figure 4.13 c) puis on mixe 30s supplémentaires pour bien disperser l'accélérant.

Quatrièmement, les éprouvettes sont remplies (Figure 4.13 d). On remplit chaque cône à la suite le plus vite possible, afin que les historiques de sollicitation du matériau soient similaires. On leste chaque cône afin d'éviter qu'il soit soulevé par la poussée hydrostatique du mortier. Le matériau est toujours cisaillé lors du coulage. Si le temps de remplissage est trop long on recisaille toutes les éprouvettes en même temps pour les placer dans un état défloculé de référence, par exemple à l'aide d'une table vibrante.

4.4.2.2 Délai de démarrage de la structuration

On passe désormais aux étapes où le matériau n'est plus cisaillé et entre dans un état statique. Cette mise au repos va déclencher plusieurs phénomènes microphysiques qui prennent un certain temps et après lesquels la structuration aura lieu. On ne peut donc pas mesurer la structuration immédiatement après la mise au repos : il faut attendre qu'elle commence. Dans le protocole expérimental, on respectera donc un délai suffisant pour que la structuration soit déjà initiée à l'instant de la mesure (Figure 4.13 e). Ce délai comprendra une marge de sécurité et sera de 60 secondes. Il couvre le temps nécessaire à la refloculation des grains de ciment dispersés, puis le régime transitoire où les liens colloïdaux entre les grains sont remplacés par des liaisons rigides d'hydrates cimentaires [66]. Le délai réel est généralement de l'ordre de quelques dizaines de secondes et peut varier selon la formulation [66]. Il peut être identifié expérimentalement en suivant l'évolution temporelle du module de cisaillement par mesures infrarouge [104], ou du module élastique par rhéométrie oscillatoire [66].

4.4.2.3 Début de la phase d'essais et définition de la borne temporelle inférieure t_{min} de la fenêtre de mesure

Passé ce délai de mise en route, on démarre un chronomètre et la phase d'essais peut commencer (Figure 4.13 f). L'origine de temps correspondra donc à cet instant. On nomme τ_0 le seuil initial à $t = 0$ au début de la phase d'essai, qui coïncide donc avec le début de la structuration.

On réalise ensuite chaque essai de la série. On déleste et maintient le cône à tester, on tapote 2 fois sur chaque quadrant du cône à l'aide d'une cuiller et on égalise le niveau de mortier avec une spatule. On nettoie le support plan autour du cône. On note le temps indiqué par le chronomètre puis on démoule le pâton en tirant le moule vers le

haut à vitesse constante durant environ 4 secondes. Cette procédure, qui variera selon le type d'essai (minicône, scissomètre...) représente un certain délai qui donne le temps minimum pour réaliser la première mesure t_{min}. Lorsque la série d'essais est terminée on note l'aspect de chaque cône (étalement, affaissement, mixte, renversement), on mesure le poids, la hauteur et l'étalement de chaque pâton. Après avoir vérifié la densité ρ du mortier en comparant la masse d'un certain volume de mortier à un même volume d'eau, on calcule les valeurs de seuil (Eq. 4.6 ou 4.5). On estime ensuite le taux de structuration à partir de ces valeurs en fonction du temps de chaque essai.

4.4.2.4 Définition de la borne de seuil inférieure τ_{min}, borne temporelle supérieure t_{max} et borne de seuil supérieure τ_{max}

Intéressons nous maintenant au seuil mesurable τ_{min} à l'instant du premier essai t_{min}. On considère que le matériau est suffisamment peu sollicité durant ce temps d'essai pour que la structuration puisse être considérée comme statique. Si la loi de structuration est linéaire, le seuil de cisaillement va donc évoluer linéairement en fonction du taux de structuration A_{thix} (Eq.4.1) pendant cette période. Par proportionnalité on en déduit τ_{min} :

$$\tau_{min} = A_{thix} \cdot t_{min} + \tau_0 \tag{4.7}$$

Pour un test de cône, le temps t_{min} qu'il faut pour réaliser le test est de l'ordre de 40 secondes. Si l'on prend par exemple $\tau_0 = 1000[Pa]$ et $A_{thix} = 25[Pa/s]$ (valeurs typiques d'un mortier d'impression accéléré) on obtient $\tau_{min} = 2000[Pa]$.

Pour les bornes supérieures, le seuil maximal mesurable τ_{max} dépend du type d'essai. Par exemple, pour un essai d'écrasement entre deux plateaux [99] le seuil maximal correspond, non pas à la capacité maximale de la machine bien entendu, mais au changement de type de comportement et de ruine, nous reviendrons dessus dans la Section 4.6. Ici, pour le test de cône, τ_{max} correspond à un affaissement nul, et peut être calculé en substituant la hauteur du pâton affaissé h à la hauteur initiale du cône h_0 dans l'équation du seuil en régime d'affaissement (Eq. 4.5) :

$$\tau_{max} = \frac{\rho g h_0}{\sqrt{3}} \tag{4.8}$$

Différentes tailles de cône existent. Pour un mortier d'une densité $\rho = 2.3$, on a $\tau_{max} =$ 3891 Pa avec un cône d'Abrams classique d'une hauteur de 30 cm et $\tau_{max} = 1940$ Pa avec un minicône de 15 cm. On remarque qu'il n'est donc pas possible de réaliser un test

Valeurs matériau		**Unité**
A_{thix}	25	Pa/s
τ_0	1000	Pa
Type d'essai	Cône d'Abrams	
Borne inférieure de la fenêtre		
t_{min}	40	s
τ_{min}	2000	Pa
Borne supérieure		
t_{max}	115.64	s
τ_{max}	3891	Pa

TABLE 4.1 – Bornes de la fenêtre de mesure d'un essai au cône d'Abrams sur un matériau accéléré typique.

de minicône sur un mortier accéléré classique, puisque $\tau_{min} > \tau_{max}$.

Enfin, la borne temporelle t_{max} qui correspond à l'atteinte du seuil τ_{max} dépend de t_{min} et de l'intervalle de seuil mesurable $(\tau_{max} - \tau_{min})$:

$$t_{max} = t_{min} + \frac{\tau_{max} - \tau_{min}}{A_{thix}} \tag{4.9}$$

Avec le cône d'Abrams et un mortier accéléré classique, t_{max} vaut $t_{max} = 60 + \frac{3891-2000}{25} = 114$[s]. La fenêtre de temps $[t_{max} - t_{min}]$ est donc égale à 1 minute 14 secondes.

Nous avons maintenant défini tous les paramètres (t_{min}, τ_{min}) et (t_{max}, τ_{max}) qui nous permettront de délimiter la fenêtre de mesure dans la prochaine Sous-Section. Des valeurs typiques sont données dans le Tableau 4.1 à titre d'exemple, pour un essai au cône d'Abrams classique et un matériau accéléré typique.

4.4.3 Délimitation de la fenêtre de mesure et conséquences sur le choix du type d'essai

Nous allons maintenant délimiter la fenêtre de mesure en fonction des bornes calculées dans la Sous-Section précédente.

Considérons tout d'abord un graphe temps-seuil tel qu'illustré sur la Figure 4.14. Les mesures de seuil successivement réalisées en suivant le protocole décrit dans la partie précédente s'inscrivent dans la fenêtre blanche délimitée par les points (t_{min}, τ_{min}) et (t_{max}, τ_{max}) : il s'agit de la fenêtre de mesure. Intéressons-nous maintenant aux conséquences pratiques de ces bornes. On remarque que certains paramètres qui définissent ces bornes dépendent du matériau (A_{thix} et τ_0). Pour l'impression 3D bicomposant qui

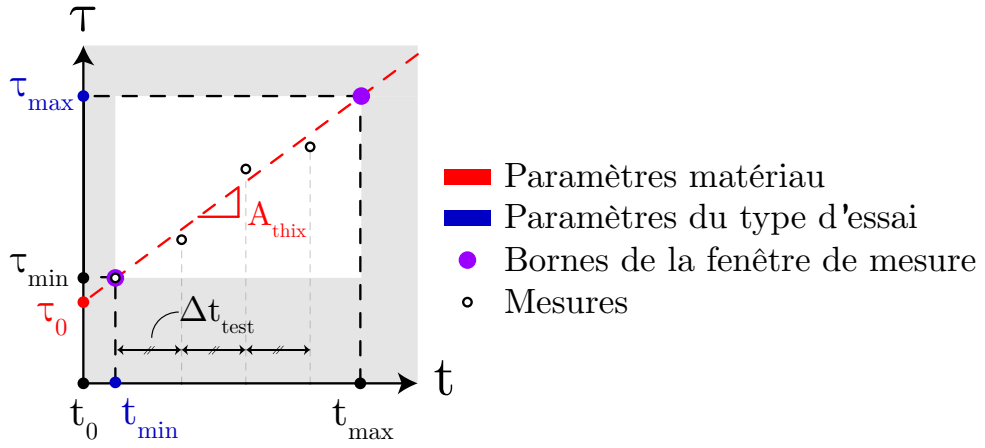


FIGURE 4.14 – Graphe illustrant la fenêtre de mesure délimitée par les points (t_{min}, τ_{min}) et (t_{max}, τ_{max}).

cadre notre étude, A_{thix} est grand car le mortier est accéléré, ce qui réduit la taille de la fenêtre de mesure : en effet t_{max} est inversement proportionnel à A_{thix} (Eq. 4.9). Les autres paramètres t_{min} et τ_{max} dépendent du type d'essai et leur vérification sera déterminante pour trouver des solutions adaptées.

4.4.4 Dimensionnement du délai entre essais Δt_{test} et du nombre d'essais maximum n_{max}

Maintenant que la fenêtre est définie, intéressons-nous au délai entre essais Δt_{test} (voir Figure 4.14) et à la quantité d'essais maximale n_{max} que nous pourrons réaliser. On part du principe que les mesures seront régulièrement espacées de ce délai dans la fenêtre $[t_{min}, t_{max}]$. La durée minimum du délai Δt_{test} dépendra du temps t_{min} que l'on met à réaliser un essai de la série, mais on le verra, aussi de la précision du type d'essai. On en déduira n_{max} selon la taille de la fenêtre de mesure.

Commençons donc par définir la durée minimum de Δt_{test}. Nous allons faire un certain nombre d'essais dans la fenêtre et le délai d'espacement entre essais Δt_{test} sera au moins égal à t_{min}, qui correspond à la durée de réalisation de l'essai. Mais selon la précision du type d'essai, il peut être nécessaire d'augmenter ce délai. En effet, étant donné que la mesure amène des incertitudes, Δt_{test} doit être suffisamment grand pour pouvoir obtenir des mesures suffisamment contrastées. C'est à dire que l'on doit faire en sorte que l'évolution A_{thix} du seuil de cisaillement τ_{cr} ne soit pas masquée par l'incertitude de mesure δ_τ. Pour un test de cône en régime d'affaissement, δ_τ est de l'ordre de 100 Pa (nous justifierons ce résultat plus loin dans la Sous-section 4.4.6). Le ratio incertitude/taux de structuration $\frac{\delta_\tau}{A_{thix}}$ nous permet donc de calculer une valeur minimale pour Δt_{test} :

$$\Delta t_{test} \geq \frac{\delta_\tau}{A_{thix}} \tag{4.10}$$

Pour le test de cône avec un A_{thix} de 25 Pa/s, ce ratio est de $\frac{100}{25} = 4[s]$ ce qui est largement inférieur à t_{min} (40 s). Dans ce cas l'imprécision de mesure n'est donc pas dimensionnante et nous retiendrons $\Delta t_{test} \geq t_{min}$. Au contraire, si A_{thix} est plus faible il peut être nécessaire de prendre $\frac{\delta_\tau}{A_{thix}}$ au lieu de t_{min}. Cela est illustré sur la Figure 4.15. La courbe orange représente $\frac{\delta_\tau}{A_{thix}}$ en fonction de A_{thix}, et le trait horizontal bleu la valeur de t_{min}. La courbe surlignée en jaune illustre la valeur minimale de Δt_{test}, soit $\frac{\delta_\tau}{A_{thix}}$ soit t_{min} et définie selon la plus grande de ces deux valeurs.

On voit donc que la précision de la mesure unitaire au cône ne devient dimensionnante que pour des taux de structuration particulièrement faibles ($A_{thix} < 2.5Pa/s$). La région verte illustre la plage de valeurs de Δt_{test} pour lesquelles le critère Δt_{test} minimum est satisfait.

Nous constaterons plus tard que ce calcul donne des résultats différents selon le type d'essai, comme le scissomètre de poche, où pour $A_{thix} = 25Pa/s$, $\frac{\delta_\tau}{A_{thix}}$ vaut $\frac{2000}{25}$ ce qui donne 80 secondes et excède la durée t_{min} qui est de 20 secondes pour le scissomètre.

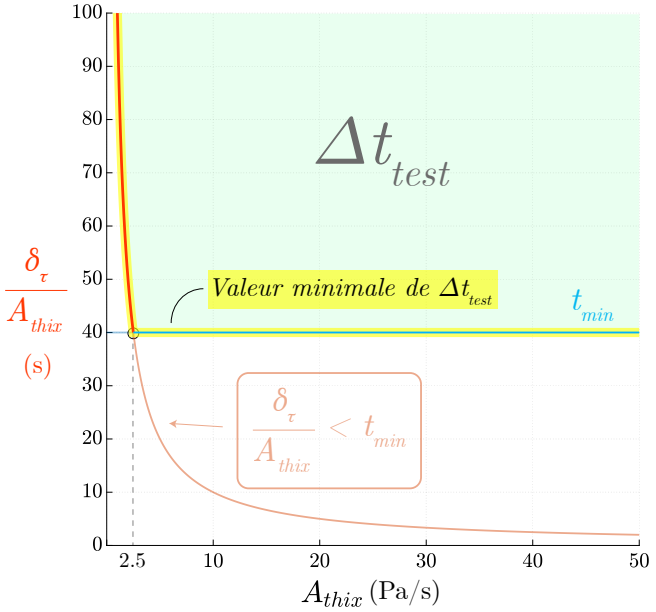


FIGURE 4.15 – Graphe de $\frac{\delta_\tau}{A_{thix}}$ en fonction de A_{thix} pour une série de tests de cône. La région verte illustre le domaine de valeurs pour lesquelles l'Eq. 4.10 et $\Delta t_{test} > t_{min}$ sont respectés.

Prenons maintenant en compte le maximum de Δt_{test}. Si l'opérateur choisit un délai Δt_{test} trop grand, sa série d'essais risque de dépasser la taille de la fenêtre de mesure. En d'autres termes, la fenêtre de mesure $[t_{min}, t_{max}]$ doit être suffisamment grande pour réaliser n mesures espacées du délai Δt_{test} (Eq.4.11) :

$$t_{max} - t_{min} \geq n \cdot \Delta t_{test} \tag{4.11}$$

La valeur minimale de Δt_{test} correspondra au nombre d'essais maximum n_{max} réalisables dans la série, et le maximum de Δt_{test} au nombre d'essais minimum n_{min}. Comme on peut le voir cette dernière variable est limitée par la taille de la fenêtre. Elle est aussi limitée par la précision de l'estimation de A_{thix} attendue, qui n'apparaît pas dans l'Equation 4.11. Dans l'optique de vérifier rapidement l'adaptabilité d'un type d'essai à ce principe de mesure sérielle, nous mettrons de côté l'estimation de la précision de A_{thix} et on réalisera au minimum 3 mesures ($n_{min} = 3$). Le délai maximum Δt_{test} est donc défini en réarrangeant les termes de l'Eq 4.11 (Eq.4.10) et en substituant Δt_{test} et n à leurs maximum et minimum respectifs (Eq. 4.13) :

$$\Delta t_{test} \leq \frac{t_{max} - t_{min}}{n} \tag{4.12}$$

$$\max(\Delta t_{test}) = \frac{t_{max} - t_{min}}{n_{min}} \tag{4.13}$$

On a donc :

$$n_{min} = \frac{t_{max} - t_{min}}{\max(\Delta t_{test})} \tag{4.14}$$

De même on définit n_{max} par rapport au minimum de Δt_{test} :

$$n_{max} = \frac{t_{max} - t_{min}}{\min(\Delta t_{test})} \tag{4.15}$$

Bien sûr Δt_{test} doit toujours respecter le critère minimum et si la taille de la fenêtre $t_{max} - t_{min}$ est trop petite, il est possible qu'on ne puisse pas réaliser au moins 3 essais. C'est le cas où n_{max} devient inférieur ou égal à n_{min}, et dans ce cas l'essai ne peut pas être réalisé. Nous allons étudier cette situation dans la prochaine Sous-Section pour identifier la faisabilité du test de paillasse au cône d'Abrams ou au minicône en fonction du taux de structuration.

4.4.5 Faisabilité du test de paillasse au cône d'Abrams et minicône

Maintenant que nous avons défini une fenêtre de mesure pour un cône et un matériau donnés, réalisons une étude paramétrique pour trouver une taille de cône adaptée à des

matériaux à structuration rapide (A_{thix} grand). Dans un premier temps nous aurons deux tailles de cône à disposition (minicône et cône d'Abrams), τ_0 sera fixé à 1000 Pa et nous ferons varier A_{thix} en observant comment varient deux paramètres importants de la fenêtre de mesure qui nous donnent une idée de la faisabilité. Ces deux paramètres sont la dimension temporelle de la fenêtre que l'on note $[t_{min}, t_{max}]$ et qui correspond au calcul $t_{max} - t_{min}$, et la quantité maximale d'essais réalisables n_{max}. Bien sûr, on le rappelle ces deux paramètres sont liés à tous ceux que nous avons vu dans la partie précédente, notamment le délai minimum entre les mesures $\min(\Delta t_{test})$ pour n_{max}. Nous nous concentrons dessus car leur étude est suffisante pour vérifier la faisabilité, et ce selon deux critères :

— Si la fenêtre $[t_{min}, t_{max}]$ est trop petite cela laisse trop peu de marge de manoeuvre à l'opérateur pour réaliser manuellement les mesures.
— Si nous ne pouvons pas réaliser au moins trois essais ($n_{max} < n_{min} = 3$), la mesure ne sera pas assez précise pour estimer A_{thix}.

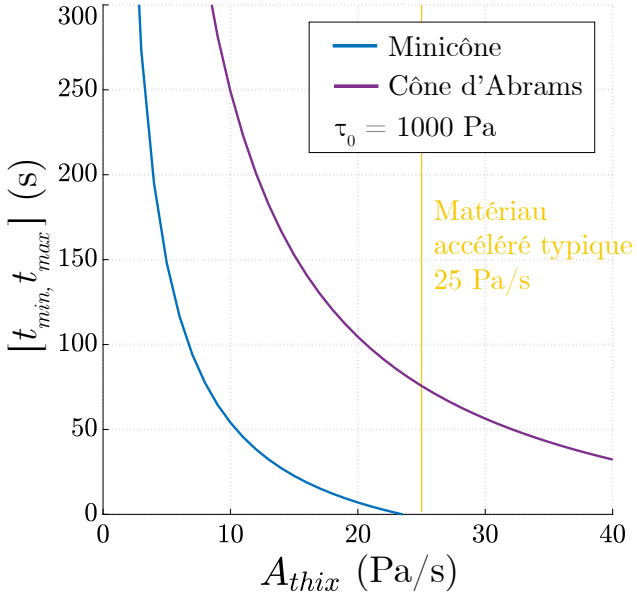


FIGURE 4.16 – Graphe de $[t_{min}, t_{max}]$ en fonction de A_{thix} : le temps ouvert limite la taille maximale de la fenêtre mais n'est pas contraignant dans le cas de tests au minicône ou au cône d'Abrams. La fenêtre peut devenir particulièrement réduite lorsque A_{thix} augmente, rendant la mesure difficile à réaliser en conditions de laboratoire.

Vérifions maintenant le premier critère en étudiant comment varie $[t_{min}, t_{max}]$ en fonction de A_{thix}. Comme nous l'avons vu t_{min} est fixé par le type d'essai et t_{max} est inversement proportionnel à A_{thix}. $[t_{min}, t_{max}]$ variera donc de manière inverse à A_{thix} comme on le voit sur la Figure 4.16. De plus t_{max} étant lié à τ_{max}, pour un même A_{thix} l'intervalle $[t_{min}, t_{max}]$ sera d'autant plus grand que le cône est haut (Eq. 4.8). En effet, comme on le voit toujours sur la Figure 4.16, la courbe du cône d'Abrams se situe plus haut

que celle du minicône qui est plus petit. Enfin, on voit aussi que pour le minicône la taille de la fenêtre de mesure atteint 0 autour de 24 Pa/s. Ici le taux de structuration est tel que le seuil minimum mesurable τ_{min} devient supérieur à τ_{max}, c'est un cas que nous avons déjà évoqué dans la Sous-Section 4.4.2.4. La fenêtre de mesure étant définie proportionnellement et ne pouvant pas être négative, sa taille est donc nulle.

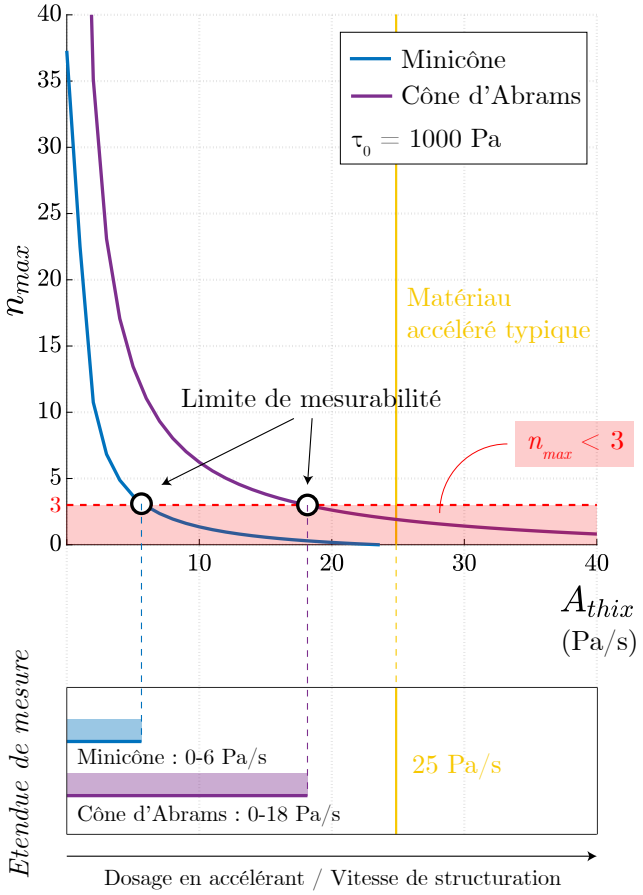


FIGURE 4.17 – Graphe de n_{max} en fonction de A_{thix}. L'étendue de mesure de A_{thix} de chaque cône est limitée par la borne $n_{max} < 3$.

Intéressons-nous maintenant au deuxième critère et au nombre de mesures maximales n_{max}. Il est proportionnel à l'intervalle de temps $[t_{min}, t_{max}]$ (Eq. 4.9) et varie donc de manière inversement proportionnelle à A_{thix}, et il est aussi inversement proportionnel à la valeur minimale de Δt_{test} (Eq. 4.15). La Figure 4.17 représente l'évolution de n_{max} selon A_{thix} et la met en relation avec le deuxième critère : la ligne horizontale en trait pointillé représente la limite où $n_{max} < 3$. L'intersection entre cette ligne et la courbe associée à chaque cône dénote le cas limite où le A_{thix} du matériau devient trop élevé pour être mesurable, car on ne peut pas réaliser suffisamment d'essais unitaires dans la fenêtre de mesure.

On remarque que ce deuxième critère est plus contraignant que le premier : les valeurs limites de A_{thix} sont plus faibles. C'est donc avec celui ci que nous définirons l'étendue de mesure de chaque cône, illustrée en bas de la Figure 4.17. On en déduit que les essais au minicône et au cône d'Abrams sont plutôt adaptés aux matériaux à faible structuration, respectivement de 0-6 Pa/s pour le minicône et 0-18 Pa/s pour le cône d'Abrams. Comme on le constate toujours sur la Figure 4.17 cela est insuffisant pour un matériau accéléré typique (25 Pa/s).

4.4.6 Vérification expérimentale de la faisabilité

Formulation	**NAG3**	**NAG3+Acc2mL/kg**	**NAG3+Acc6mL/kg**
Nb. de séries	3	3	1
Δt_{test} (s)	20-50	20	-
τ_0 moyen (Pa)	500	802	≥ 1940
A_{thix} moyen (Pa/s)	**1.62**	**2.84**	-
Ecart-type A_{thix} (Pa/s)	0.59	0.69	-

TABLE 4.2 – Résumé des résultats expérimentaux sur la série de tests de cône, effectués avec un minicône sur une même formulation de mortier imprimable NAG3 sans et avec un accélérant faiblement dosé (2mL/kg). La structuration du matériau normalement accéléré (6mL/kg) n'est pas mesurable.

Les calculs présentés dans la section précédente montrent que la mesure du taux de structuration d'un matériau accéléré typique (A_{thix} = 25 Pa/s) n'est pas réalisable à l'aide d'un minicône car son étendue de mesure est limitée à 6 Pa/s (voir Figure 4.17). Néanmoins, il reste pertinent de mesurer des taux de structuration de cet ordre. En effet, lors de la fabrication de grandes pièces peu élancées, la vitesse d'élévation de la structure est faible et une structuration plus lente est favorable. On le rappelle, cela est dû au risque de joints froids, c'est à dire à un risque de mauvaise adhésion entre les couches si le matériau se structure trop rapidement ou si la vitesse d'impression est trop lente (voir Section 4.2).

Pour tester notre méthode et les capacités du minicône, nous allons maintenant vérifier expérimentalement la faisabilité des mesures, et ce pour différents A_{thix} présumés mesurables ou non suite à l'étude réalisée dans la Sous-Section précédente 4.4.5. Pour ce faire on réalise plusieurs campagnes de mesure sur un mortier d'impression, en faisant varier le dosage d'accélérant. On part de l'hypothèse que l'accélérant augmente le taux de structuration. Pour pouvoir observer différents A_{thix} on teste premièrement le matériau sans accélérant, puis avec deux dosages : l'un faible (2mL/kg) et l'autre typique (6mL/kg) par rapport au procédé d'impression. Nous le verrons, l'accélérant augmente non seulement le taux de structuration A_{thix} mais aussi la consistance initiale τ_0. Ce

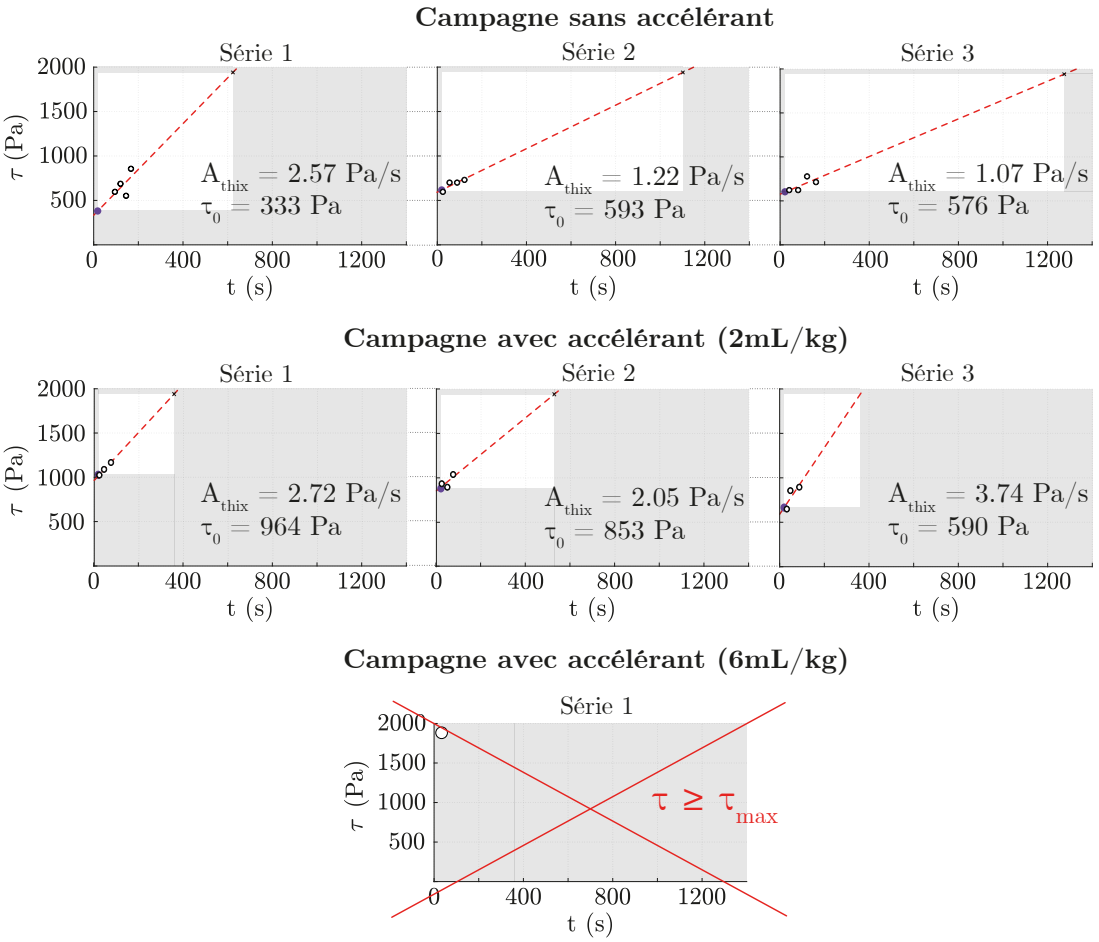


FIGURE 4.18 – Graphes seuil-temps des essais réalisés au minicône avec un matériau non accéléré et accéléré (2 et 6mL/kg).

résultat est analogue à l'augmentation de seuil en sortie de nez mesurable in situ avec le slugs-test, encore une fois en fonction du dosage en accélérant [63][20].

Pour chaque expérience, nous avons donc suivi le protocole présenté en Sous-section 4.4.2. Décrivons maintenant plus en détail la préparation de la gâchée. Les matériaux sont préparés dans un malaxeur Hobart HSM10. L'eau de gâchage est versée en un filet d'eau régulier pendant environ 30 secondes dans le prémix Lafarge NAG3 malaxé. Un superplastifiant Lafarge F9 est dilué à cette eau avant son incorporation. Le mélange est malaxé 6 min à 92 rpm (vitesse 1), puis l'accélérant Lafarge Floquat ASL à base de sulphate d'aluminium est ajouté si nécessaire et le matériau malaxé 30 sec supplémentaires.

Pour obtenir des valeurs moyennes de A_{thix} et τ_0, on réalise 3 séries pour chaque dosage d'accélérant. A_{thix} est donné par la pente obtenue par régression linéaire sur les différents essais de la série et τ_0 est donné par l'intersection de cette droite avec l'axe $t = 0$ (voir Figure 4.17). Les valeurs sont présentées dans le Tableau 4.2. Pour un mortier

imprimable non accéléré, la structuration A_{thix} (1.62 Pa/s) est dans l'ordre de grandeur attendu (entre 0.5 et 2 Pa/s), et croît de 74% avec l'ajout de 2mL/kg d'accélérant. On constate aussi un accroissement de 60% du seuil initial τ_0. Si l'on augmente encore le dosage d'accélérant jusqu'à atteindre une valeur typique de l'impression (6mL/kg), la mesure n'est plus possible. En effet le matériau atteint dès le premier essai de la série une consistance ne créant pas d'affaissement. Cela signifie que son seuil d'écoulement à l'instant de la mesure τ est supérieur ou égal à la valeur τ_{max} (1940 Pa) mesurable avec le minicône (voir Tableau 4.3). Cela est certainement dû aux augmentations conjointes de τ_0 et A_{thix} dûes à l'accélérant. Cette expérience montre donc bien les limites du dispositif sur un matériau accéléré. On peut supposer que le dosage typique ($6mL/kg$) que nous avons utilisé ici a permis d'atteindre le taux de structuration A_{thix} typique (25 Pa/s) que nous avons mis en évidence lors de l'étude quantitative de la Sous-Section précédente, mais cela reste hypothétique. Nous vérifierons cela in situ dans la prochaine Section où nous utiliserons un type d'essai mieux adapté.

Étudions maintenant plus en détail les séries d'essais réalisées pour chaque dosage d'accélérant. Les graphes seuil-temps de chacune et les fenêtres de mesure associées sont illustrés sur la Figure 4.18.

On remarque tout d'abord que les essais ont été réalisés sur une partie réduite des fenêtres. En effet la méthode que nous proposons dans ce Chapitre n'avait pas encore été mise au point au moment des essais, et la délimitation a posteriori des fenêtres met en évidence des pistes d'amélioration de l'expérience. Certes les fenêtres de mesure étaient suffisamment grandes pour réaliser une plus grande quantité d'essais, mais pour des raisons pratiques la quantité de minicônes reste limitée. A défaut de réaliser plus d'essais, ceux-ci auraient pu être répartis sur une plus grande période de temps, afin qu'ils soient plus contrastés et ainsi gagner en précision.

Ensuite, intéressons-nous à la taille des fenêtres. Il a été dit précédemment que pour un mini cône de 15cm le τ_{max} mesurable est de 1940 Pa environ. La connaissance de la pente A_{thix} fixe donc le point d'intersection (t_max,τ_{max}) et donc la taille de la fenêtre. Afin de pouvoir les comparer visuellement, on conserve une échelle identique pour tous les graphes. Ainsi on constate qu'entre les essais sans accélérant et avec 2mL/kg d'accélérant, les fenêtres illustrées en blanc sont plus petites lorsque le matériau est accéléré. Cela est à la fois dû à l'augmentation de A_{thix} comme nous avons pu le prévoir avec l'étude réalisée dans la partie précédente où nous faisions varier A_{thix}, mais aussi à l'augmentation de τ_0. Avec 6mL/kg cette augmentation est telle qu'il n'y a plus de fenêtre de mesure. Comme nous l'avons déjà évoqué précédemment le premier seuil mesuré est égal ou dépasse la capacité du cône τ_{max}. Cela peut être dû à l'augmentation de τ_0 et/ou de A_{thix}. Le prédimensionnement aurait donc pu être amélioré en prenant en compte l'augmentation

de τ_0 mais le couplage entre l'augmentation de A_{thix} et τ_0 n'est pas connu et varie certainement selon la formulation.

Pour conclure, nous l'avions compris dans la Sous-Section précédente, en théorie le minicône n'est pas adapté à la mesure de taux de structuration typiques ($25Pa/s$). Et en pratique, si l'on prend un dosage d'adjuvant typique (6mL/kg) qui devrait apporter un taux de structuration de cet ordre, la mesure n'est pas faisable. Cela est dû à la faible hauteur du minicône, qui limite τ_{max}. Nous proposons dans la prochaine Sous-Section le dimensionnement d'un cône plus adapté, dont la hauteur est optimisée pour cette mesure du matériau à structuration rapide.

4.4.7 Dimensionnement d'un cône optimisé

Dans cette Sous-Section, nous ajustons les dimensions du cône pour faire en sorte qu'il soit adapté à la mesure du taux de structuration typique ($25Pa/s$). En effet, nous avons vu précédemment que l'étendue de mesure du minicône était insuffisante. Nous verrons ici comment modifier la géométrie du cône pour adapter le seuil maximal mesurable τ_{max} et avoir une fenêtre de mesure suffisamment grande lorsque A_{thix} est élevé. Par rapport à un cône d'Abrams classique, nous allons proposer une géométrie allongée, qui sera plus haute pour augmenter τ_{max} et donc l'étendue de mesure, et d'un plus petit diamètre afin de réduire le volume du pâton Ω et le temps de remplissage. Nous comparerons ensuite la fenêtre de mesure pour ce cône optimisé avec le cône d'Abrams. Enfin nous évoquerons les limitations pratiques de cette stratégie d'allongement du cône.

4.4.7.1 Dimensionnement de la hauteur h

Nous avons vu que le seuil maximal mesurable τ_{max} est lié à la géométrie du cône. Il dépend de sa hauteur h_0 (Eq. 4.8). En isolant h_0, on dimensionne la hauteur du cône selon le paramètre τ_{max} voulu :

$$h_0 = \frac{\sqrt{3}\tau_{max}}{\rho g} \tag{4.16}$$

4.4.7.2 Dimensionnement du volume Ω

Afin de réduire la quantité de matière nécessaire, minimisons le volume Ω des cônes. En première approximation on considérera que le cône est un cylindre dont la hauteur h_0 a été fixée précédemment. Le rayon du cylindre R est défini en minimisant son volume Ω

tout en respectant une charge critique de flambement sous poids propre F_{cr} appliquée à mi-hauteur $h_{1/2}$ du cylindre. On a :

$$F_Q < F_{cr} \tag{4.17}$$

où F_Q est la force dûe au poids propre qui s'exerce à mi-hauteur du cylindre. On détaille cette équation en considérant un critère de flambement Eulérien :

$$\rho g h_{1/2} A < \frac{\pi^2 E I}{h_{1/2}^2} \tag{4.18}$$

où ρ est la densité du matériau, I le moment d'inertie du cylindre, E le module de Young du matériau, A l'aire du disque du cylindre que l'on calcule simplement d'après son rayon R.

4.4.7.3 Application numérique

Type de cône	**h**	R_1	R_2	Ω	τ_{max}
	(mm)	(mm)	(mm)	(L)	(Pa), $\rho = 2.3$
Minicône	150	50	25	0.68	1940
Cône d'Abrams	300	100	50	5.49	3891
Cône optimisé	**500**	**40**	**40**	**2.5**	**6513**

TABLE 4.3 – Géométries de cônes et paramètres de l'essai τ_{max} associés. R_1 et R_2 correspondent respectivement aux rayons bas et haut des cônes.

Nous décrivons maintenant le calcul de dimensionnement d'un cône optimisé. On considère un matériau accéléré typique (A_{thix} = 25 Pa/s, τ_0 = 1000 Pa). Pour faciliter la réalisation manuelle de l'essai, on prescrit un délai important entre essais Δt_{test} de 1 minute et un nombre d'essais $n = 3$. Ce délai pourra éventuellement être revu à la baisse et le nombre d'essais augmenté pour gagner en précision. On obtient τ_{max} = 5500 Pa (Eq.4.8) et $h_{\tau max}$ = 0.42 m (Eq. 4.16). En première approximation, on prend une marge d'environ 20% afin de prendre en compte les incertitudes de mesure et s'assurer que τ_{max} est bien mesurable : on retient donc la valeur h_0 = 0.50 m, ce qui est important. Le critère de flambement (Eq. 4.18) est respecté avec une marge d'environ 40% en prenant un diamètre D de 80mm. Les dimensions de cônes usuels (minicône, cône d'Abrams) et du cône optimisé sont indiquées dans le Tableau 4.3.

Comparons maintenant la fenêtre de mesure du cône optimisé aux autres. La Figure 4.19 illustre, pour un matériau accéléré typique, la fenêtre de mesure du cône d'Abrams et du cône optimisé. La valeur τ_{max} étant plus élevée avec le cône optimisé, la fenêtre

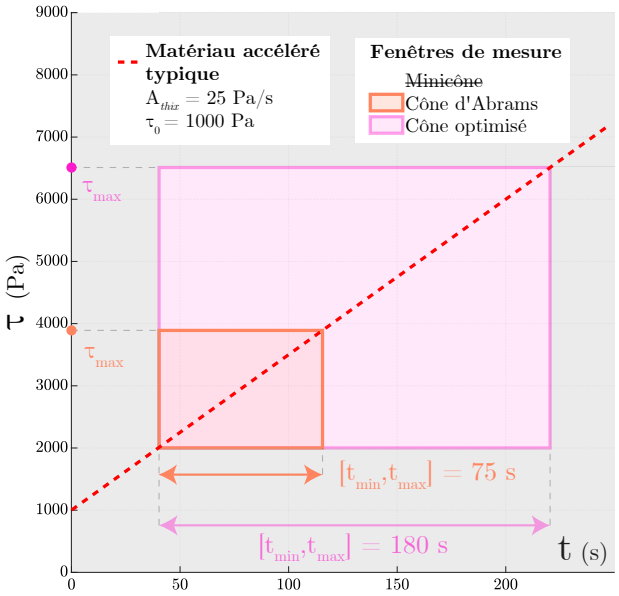


FIGURE 4.19 – Graphe temps-seuil illustrant les fenêtres de mesure du cône optimisé et du cône d'Abrams, lors de la mesure d'un matériau accéléré typique.

de mesure est sensiblement agrandie. La mesure n'étant pas réalisable au minicône, sa fenêtre n'est pas représentée.

4.4.7.4 Limitations pratiques de l'allongement du cône

Du point de vue de la méthode proposée, ce cône optimisé est donc pertinent, la fenêtre de mesure est agrandie et adaptée à des A_{thix} typiques de 25 Pa/s. Néanmoins l'allongement excessif du cône cause des problèmes expérimentaux en amplifiant deux phénomènes perturbant la mesure.

Premièrement, il y a les phénomènes tribologiques (adhérence, frottement...) ayant lieu à l'interface entre le cône et le pâton. Lorsque le cône est allongé, leur influence est plus importante en raison de la plus grande surface de contact entre le volume du pâton et le cône. Ces effets ajoutent des efforts parasites qui perturbent l'équilibre des forces menant à l'arrêt de l'écoulement à partir duquel nous mesurons le seuil. La forme conique et non cylindrique donnée au cône d'Abrams vise d'ailleurs certainement à minimiser ces effets en limitant le contact entre le pâton et le cône lorsqu'il est soulevé. La création d'une interface lubrifiée entre le cône et le pâton permet d'autant plus de minimiser cet effet, grâce au huilage du cône avant l'essai comme indiqué dans le protocole vu dans la Sous-Section 4.4.2. Il est aussi indispensable que la surface du cône soit rigoureusement nettoyée après son utilisation, ceci afin d'éviter que des résidus de mortier y sèchent et donnent au cône un état de surface rugueux favorisant l'adhérence du pâton.

Deuxièmement, l'utilisation d'un cône plus allongé le rendra plus sensible aux petites imperfections de soulèvement du cône, c'est à dire lorsque le cône n'est pas soulevé parfaitement dans l'axe vertical. Ce détail est important car il arrive en pratique que cela provoque des instabilités similaires au flambement. Le cône se renverse alors sur un côté, ou s'étale de manière dissymétrique, au lieu de s'étaler de manière régulière sous son propre poids : la mesure est invalide. Mécaniser le soulèvement du cône pourrait certainement limiter ce risque.

Enfin bien que le cône optimisé présente un volume moindre que le cône d'Abrams (2.5L contre 6L, voir Tableau 4.3), la quantité de matériau et le temps de remplissage reste important, ce qui n'est pas idéal pour un contrôle systématique des propriétés du matériau imprimé.

4.4.8 Conclusion

Dans cette Section, nous avons présenté une méthodologie adaptée à la mesure du taux de structuration au très jeune âge d'un mortier imprimable. Cette méthode peut être appliquée avec des moyens simples de laboratoire, dits « de paillasse ». Le principe est de réaliser une série de mesures du seuil de cisaillement du même matériau à des âges différents, par exemple à l'aide d'un test d'étalement/affaissement au cône d'Abrams.

Nous avons premièrement abordé l'essai unitaire qui nous sert d'exemple, c'est à dire la mesure du seuil d'arrêt de l'écoulement τ_s au cône d'Abrams qui, on le rappelle, ne mesure pas exactement le seuil de démarrage τ_c mais reste conservatif, et donc pertinent vis-à-vis d'un critère de constructibilité propre à l'impression 3D béton par extrusion. En effet nous cherchons à vérifier ce critère via la mesure du taux de structuration.

Nous avons ensuite présenté le déroulement de l'essai sériel en question et défini les bornes $\tau_{min}, \tau_{max}, t_{min}$ et t_{max} qui délimitent la fenêtre de mesure. Les influences du matériau et du type d'essai (test de cône ou autre) sur la taille de la fenêtre ont été abordées, ainsi que les paramètres dimensionnants Δt_{test} (le délai entre essais) et n (le nombre d'essais de la série) qui conditionnent la faisabilité d'un essai sériel.

Ce cadre méthodologique ayant été décrit, une étude paramétrique nous a permis d'étudier la faisabilité du test selon le matériau et le type de cône utilisé (minicône ou cône d'Abrams classique). Nous avons ainsi pu constater que ces instruments étaient adaptés à la mesure de mortiers d'impression 3D faiblement accélérés, ce qui peut être le cas lorsque les pièces fabriquées sont grandes et peu élancées. Il reste qu'ils ne couvrent pas

toute la gamme des taux de structuration de mortier imprimables bicomposant. En effet un taux de structuration typique de $25Pa/s$, qui peut être prescrit pour des pièces élancées, n'est à priori pas mesurable avec ces outils.

Ces prévisions ont ensuite été comparées à des résultats expérimentaux où l'on a fait varier le dosage d'additif accélérant afin de mesurer des taux de structuration A_{thix} différents. L'augmentation du dosage d'accélérant résulte bien en une augmentation de A_{thix}, mais le seuil initial au début de la structuration τ_0 augmente également. Lorsque l'on dose l'accélérant à 6mL/kg, un dosage qui devrait apporter un taux de structuration de l'ordre de $25Pa/s$, la mesure n'est pas faisable. Nous ne pouvons donc encore pas vérifier s'il y a un lien entre des dosages d'accélérants typiques (6mL/kg) et des taux de structuration typiques (25 Pa/s ou plus). L'utilisation d'un moyen de mesure plus adapté, le scissomètre, nous permettra de mettre cela au clair dans la prochaine Section.

Enfin, nous appliquons dans la dernière Sous-Section la méthodologie proposée, pour dimensionner un cône optimisé pour la mesure des mortiers à structuration rapide (25 Pa/s). Le principe est d'allonger le cône. L'application numérique montre bien que la fenêtre de mesure est agrandie et que la mesure devient faisable. Néanmoins, on remarque que cet allongement risque d'amplifier des difficultés expérimentales de l'essai : l'augmentation de la quantité de matériau nécessaire, des effets de frottement et d'adhérence du mortier au cône, ainsi que l'instabilité du pâton lors du démoulage.

Pour conclure, remettons en perspective l'histoire technique du cône d'Abrams. Cet essai inventé par Duff Abrams dans les années 20 apparaît pour vérifier qualitativement l'adaptation d'un béton au coulage et reste très employé sur chantier, en raison de sa praticité. Dans ce cadre la quantité de matière mobilisée pour le test représente généralement peu par rapport aux quantités massives de béton qui sont préparées. Le poids propre du pâton est suffisant pour déclencher un écoulement et distinguer si celui-ci est adapté au coulage ou non : la plage de mesure du cône d'Abrams qui va de 0 à environ 4000 Pa est suffisante pour remplir cette fonction.

Dans le cadre de l'impression 3D, ces types d'essais simples restent pertinents pour faciliter le contrôle in situ. Cependant il est notable que le procédé mobilise des quantités de matière bien moindres que le coulage de pièces massives. Et en effet, le volume d'un seul cône optimisé tel que nous l'avons proposé représente près de 5% d'une gâchée de mortier (50L) lors d'une impression, ce qui est significatif. La quantité de matière utilisée et l'étendue de mesure deviennent des critères importants si l'on veut tester systématiquement des matériaux imprimables.

4.5 Déroulement d'un essai sériel in situ et fenêtre de mesure (Exemple au scissomètre)

Après avoir vu le déroulement d'une mesure de paillasse dans la section précédente, nous allons maintenant, avec la même méthodologie, aborder la mesure in situ qui est au coeur de ce chapitre. Comme nous l'avons vu précédemment, la mesure au cône n'est pas vraiment adaptée car les seuils mesurables sont trop faibles. Il est donc premièrement nécessaire de trouver un instrument adapté. A cette fin, nous décrirons premièrement un nouvel essai unitaire de mesure du seuil au scissomètre de poche (aussi appelé *Torvane*). Après avoir vérifié sa compatibilité avec nos mortiers imprimables, nous allons le réaliser en série mais en suivant un protocole spécifique à la mesure in situ, en identifiant à nouveau les étapes-clefs et la fenêtre de mesure. La fenêtre de mesure sera définie avec les mêmes bornes que pour le test de cône mais celles-ci seront calculées légèrement différemment, en raison de particularités dûes au scissomètre. Nous validerons ensuite le protocole avec des résultats expérimentaux que l'on comparera à des essais sur paillasse.

4.5.1 Mesure unitaire au scissomètre de poche

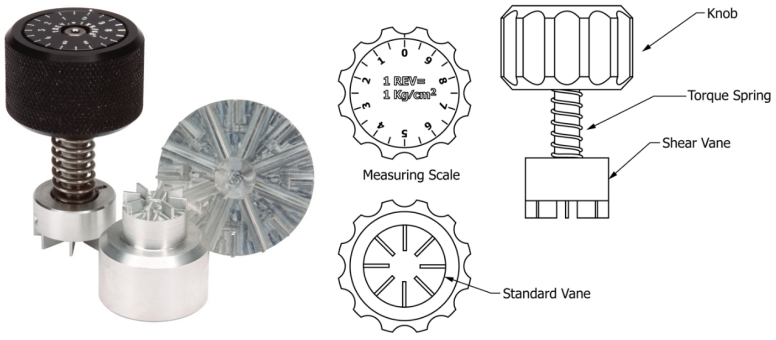


FIGURE 4.20 – A gauche : Photographie d'un scissomètre de poche *Humboldt H-4212MH*, A droite : schéma de l'appareil extrait de la norme ASTM D8121/D8121M [105].

Dans cette Sous-Section nous décrivons la mesure du seuil à l'aide du scissomètre de poche. Le principe est de cisailler un échantillon de matériau en lui appliquant un couple, tout en mesurant la contrainte nécessaire pour déclencher son écoulement ou sa rupture.

Pour appliquer le couple, le scissomètre dispose d'une tête moletée que l'on tourne manuellement. Elle est reliée à un arbre à ailettes (aussi appelé géométrie *Vane*) immergé à une profondeur d'environ 5 mm dans un échantillon de matériau et par lequel le couple est transmis. Il en résulte une contrainte de cisaillement qui s'applique sur la surface des ailettes, et qui est proportionnelle au couple exercé via un coefficient lié à la géométrie des ailettes. On lit cette contrainte sur un cadran gradué rattaché à la molette. Il dispose

Calibre	D (mm)	$[\tau_{min}, \tau_{max}]$ (kPa)	δ (kPa)
Sensible	47.5	1 - 20	1
Standard	25.5	5 - 100	5
Grande Capacité	19	12.5 - 250	12.5

TABLE 4.4 – Données relatives aux différents calibres (ou types d'ailette) du scissomètre de poche. D : Diamètre de la surface cisaillée, $[\tau_{min}, \tau_{max}]$: Intervalle de mesure du seuil (kPa), δ : Précision de la graduation.

d'un pointeur anti-retour indiquant la plus grande contrainte mesurée lors de l'essai, lors du pic de cisaillement avant l'écoulement/rupture.

On a à disposition trois tailles d'arbres à ailettes interchangeables, ou calibres, que l'on choisit selon la gamme de résistance du matériau étudié. Les données relatives à ces différents calibres sont présentées dans le Tableau 4.4. Lorsque l'on prend un plus grand calibre le diamètre de la surface cisaillée décroît, ce qui augmente l'étendue de mesure étant donné que le couple maximal applicable avec l'instrument est fixé et correspond à une rotation complète de la molette (10 graduations). La mesure est aussi moins précise car pour un calibre plus grand, la graduation du cadran représentera une plus grande quantité de cisaillement.

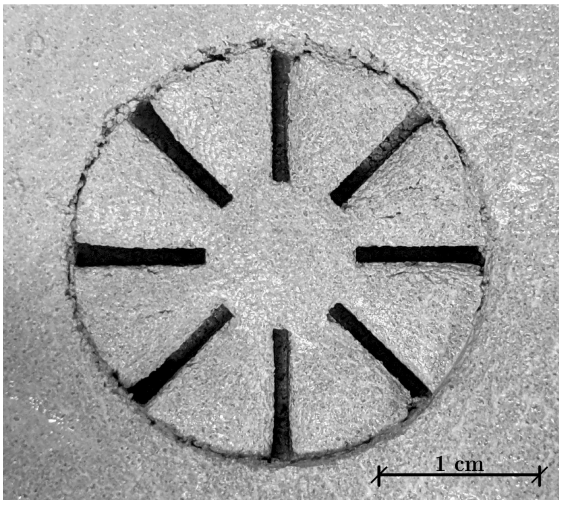


FIGURE 4.21 – Photographie de la zone d'essai d'un mortier imprimable testé au scissomètre de poche avec le calibre Standard au très jeune âge. On distingue l'empreinte des ailettes du scissomètre ainsi que la zone d'écoulement/rupture cylindrique au voisinage des pales.

A notre connaissance, le scissomètre de poche n'a pas encore été utilisé sur des matériaux cimentaires mais seulement sur des sols et autres matériaux argileux [105]. Il est la variante miniaturisée du scissomètre classique [105] (Figure 4.22a) qui est au contraire déjà utilisé pour mesurer le seuil de cisaillement [106] et la structuration [91] de matériaux cimentaires dédiés au coulage. Des types plus spécifiques ont été testés, tels que des bétons autoplaçants avec lesquels les résultats obtenus étaient bien corrélés avec un rhéomètre

[107]. Des mortiers imprimables monocomposant [108] et bicomposant [77] ont aussi été caractérisés avec le scissomètre classique. En raison de sa similarité, le scissomètre de poche est prometteur.

Du point de vue de la mesure, plusieurs différences importantes sont à considérer :

— Premièrement, la géométrie des ailettes. Ce facteur peut avoir une influence sur les résultats. Sur des boues rouges étudiées en mécanique des sols, le changement de diamètre et de profondeur des ailettes a une influence limitée [109]. Ce type de fluide a toutefois une granulométrie beaucoup plus fine que les mortiers usuels. Le nombre d'ailettes est quant à lui un paramètre qui n'a été étudié que récemment à travers des études numériques et sur des fluides modèles, à nouveau de granulométrie très fine comparé à celle des mortiers. Cette question et son lien avec la granulométrie reste donc ouverte pour les mortiers qui nous intéressent. Nous pouvons dans un premier temps vérifier l'adéquation de l'entrefer (l'espacement entre les ailettes) à la granulométrie du matériau. Les mortiers d'impression 3D béton que nous étudions, tels que le *Lafarge NAG3/3DPG*, présentent une granulométrie d'environ 300 micromètres pour les plus larges particules [77]. On considère généralement que la taille de l'interstice entre les ailettes doit être un ordre de grandeur au dessus de cette dimension dans la zone où le cisaillement est maximal, ce qui est le cas pour tous les calibres du scissomètre de poche. De ce point de vue l'outil est donc adapté à la mesure sur des mortiers imprimables.

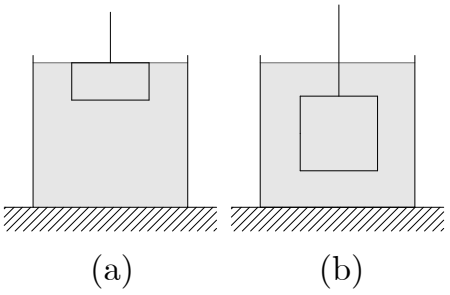


FIGURE 4.22 – Schéma de la zone de mesure avec un scissomètre de poche (a) et le scissomètre classique (b).

— Deuxièmement, la zone caractéristique de l'échantillon étudié. Contrairement au scissomètre classique où le matériau cisaillé est en profondeur, le matériau étudié avec le scissomètre de poche est à la surface de l'échantillon (Figure 4.22). La partie en surface est soumise à des échanges thermiques et hydriques avec l'air ambiant plus importants, ce qui peut occasionner des effets de séchage localisés pouvant à la fois modifier l'état de la microstructure et la dynamique des réactions d'hydratation. Ces effets dits de croûte peuvent être mis en évidence par inspection visuelle d'une tranche d'un échantillon.

Nous allons maintenant décrire comment la contrainte de cisaillement s'applique au matériau. Cette description a été initialement proposée pour les matériaux argileux étudiés en géotechnique [110] et est appelée analogie de Couette en référence au type d'écoulement modélisé. Pour ce faire nous allons faire plusieurs hypothèses sur la mécanique de l'écoulement. Premièrement nous allons considérer que la contrainte d'écoulement s'exerce sur un cylindre inscrit autour des ailettes. En effet il a été montré que pour des fluides à seuil, à l'instant de l'écoulement et à un taux de cisaillement faible, le cylindre de matériau enchâssé dans les ailettes tourne comme un corps rigide et que l'écoulement se localise uniformément dans une fine couche cylindrique au voisinage des extrémités des ailettes [111]. Sur la Figure 4.21 on observe très bien cette zone cylindrique cisaillée par notre instrument utilisé sur un mortier imprimable.

Pour un scissomètre classique, la contrainte s'exercera sur cette surface et le couple mesuré sera du à deux composantes, l'une issue du cisaillement sur le bord courbe latéral et l'autre du cisaillement sur les deux bords horizontaux supérieur et inférieur du cylindre inscrit [109] [112] :

$$T_{cr} = T_s + 2T_e \tag{4.19}$$

Le cas du scissomètre de poche est différent. Les ailettes sont insérées en surface et non pas en profondeur, il n'y a ainsi qu'un bord horizontal cisaillé :

$$T_{cr} = T_s + T_e \tag{4.20}$$

Ces différences sont illustrées sur la Figure 4.23 où l'on voit pour le scissomètre classique (a) et de poche (b) les surfaces où le matériau est cisaillé.

Le couple appliqué T_s est équilibré directement par la contrainte τ_s qui s'applique de manière uniforme sur la surface courbe du cylindre :

$$T_s = (\pi DH)\frac{D}{2}\tau_s \tag{4.21}$$

où πDH représente la surface courbe du cylindre, avec D le diamètre du cylindre, H sa hauteur, et $\frac{D}{2}$ le bras de levier.

Ajoutons à cela la contribution des bords horizontaux T_e. La contrainte qui s'y exerce $\tau_e(r)$ n'est pas connue à priori, sans doute linéaire en r.

Pour le scissomètre classique, l'équilibre du couple exercé lors de l'écoulement est :

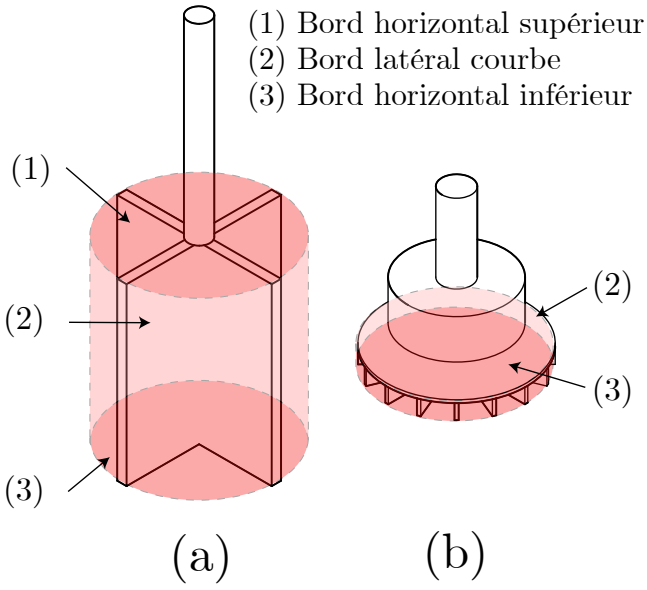


FIGURE 4.23 – Schéma des surfaces cisaillées avec un scissomètre classique (a) et un scissomètre de poche (b).

$$T_{cr} = (\pi DH)\frac{D}{2}\tau_s + 4\pi \int_0^{D/2} \tau_e(r) r^2 dr \tag{4.22}$$

A l'instant de l'écoulement, on part du principe que les contraintes τ_s et τ_e sont uniformes et égales à τ_{cr}. Dans ce cas l'Equation 4.22 se réduit à une forme plus simple où l'on peut directement exprimer T_{cr} en fonction des dimensions des ailettes et de τ_{cr} :

$$T_{cr} = \frac{\pi D^3}{2}(\frac{H}{D} + \frac{1}{3})\tau_{cr} \tag{4.23}$$

Où H est la hauteur des ailettes, et D le diamètre du cylindre. Il en est de même pour le scissomètre de poche, en retirant la contribution d'une des faces du cylindre [105] :

$$T_{cr} = D^2(\frac{\pi D\tau_{cr}}{12} + \frac{\pi H\tau_{cr}}{2}) \tag{4.24}$$

Il est notable qu'ici le matériau est sollicité en cisaillement pur, il n'y a pas de composante élongationnelle ou compressive comme cela peut être le cas pour d'autres types d'essais (pénétrométrie, test de cône). Les différences entre scissomètre classique et de poche semblent avoir un effet limité, car comme nous allons le voir dans la prochaine Sous-Section les mesures obtenues avec les deux instruments sont comparables.



FIGURE 4.24 – Photographie d'un scissomètre classique (Source : mtlabs.co.nz)

4.5.1.1 Comparaison de mesures au scissomètre classique et de poche

Dans cette Sous-Section nous comparons les scissomètre de poche et classique en conditions in situ. Le scissomètre classique est illustré sur la Figure 4.24. Décrivons le protocole : Des échantillons de mortier imprimable ont été préparés sur paillasse dans le laboratoire de la société *XtreeE*, à partir d'un même batch et d'une manière similaire au protocole décrit dans la Section 4.4 avec 10mL/kg d'accélérant. Les instruments sont insérés doucement dans la pâte une fois les échantillons prêts. Après avoir respecté un délai de refloculation et un délai lié à l'âge du matériau attendu pour l'essai, les essais sont réalisés par deux opérateurs, un pour chaque scissomètre, à des temps proches. Dans les deux cas la molette du scissomètre est tournée à vitesse constante (environ 3 rpm) jusqu'à l'écoulement ou la rupture.

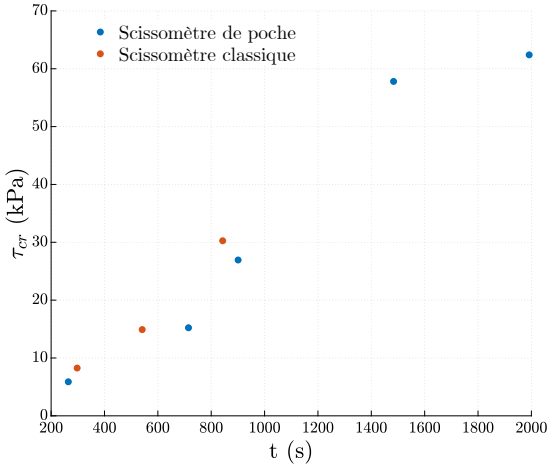


FIGURE 4.25 – Mesures du seuil de cisaillement τ_{cr} à différents âges t d'un même mortier, avec scissomètre de poche et classique.

Les résultats sont présentés dans la Figure 4.25. Les mesures obtenues avec les deux instruments sont comparables. Cela suggère que le scissomètre de poche est adapté à la mesure de la structuration de mortiers imprimables, étant donné que les résultats sont proches de ceux obtenus avec le scissomètre classique utilisé comme référence. Cela sera confirmé par des campagnes de mesure sur paillasse et in situ que nous présenterons ci-après.

4.5.2 Qualification préalable de l'essai au scissomètre de poche sur paillasse

Avant d'aborder la mesure in situ, nous présentons dans cette Sous-Section, des séries de mesures au scissomètre de poche sur paillasse, et ce afin de vérifier la faisabilité et d'estimer la précision que l'on peut attendre du scissomètre selon le calibre.

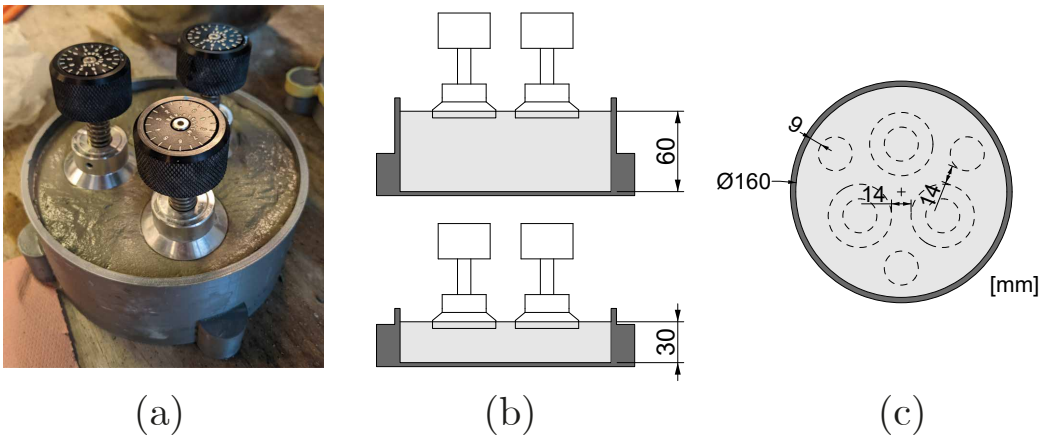


FIGURE 4.26 – Photographie du dispositif de mesure avec trois scissomètres à grand calibre, (b) coupe des deux tailles de récipient utilisées, (c) vue de dessus du récipient et disposition des scissomètres en trait pointillé.

Décrivons le protocole. Il est identique à celui présenté dans la Sous-Section 4.4.1, sauf que le test de cône est remplacé par l'essai au scissomètre illustré sur la Figure 4.26. Au lieu de remplir un cône d'Abrams, on remplit des récipients dans lesquels on insèrera les scissomètres. Pour évaluer d'éventuels effets de paroi, deux profondeurs de récipient (30 et 60mm) ont été testées (Figure 4.26 b), donnant des résultats comparables. Nous négligerons donc ces effets dans la suite. Les essais sont réalisés par lots de 3 pour obtenir une valeur moyennée à chaque temps. Cela permet d'améliorer la précision de la mesure car nous verrons que les résultats obtenus peuvent être assez dispersés. Cette imprécision est certainement dûe au modèle du scissomètre qui possède un faible nombre de graduations. La réalisation d'une plus grande quantité de mesures nous permet de réduire l'importance de ce problème en réduisant l'incertitude.

i_{exp}	Empreintes	Calibre(s)	D_{acc} (mL/kg)	A_{thix} (Pa/s)	$\bar{R}$(Pa)
1	non	Sensible	6	20.3	1373
2	non	Sensible	6	20.2	1029
3	non	Sensible	6	16.5	1453
4	non	Sensible + Standard	6	21.6	1452
5	non	Sensible + Standard	6	20.8	3348
6	**non**	Standard	9	54.2	6533
7	oui	Standard	9	69.9	2989
8	oui	Standard	9	89.6	3003
9	**non**	Standard	12	44.1	30000
10	oui	Standard + HC	12	67.3	5393

TABLE 4.5 – Données expérimentales de laboratoire avec le scissomètre. Notation : i_{exp} : numéro de l'expérience, D_{acc} dosage de l'additif accélérant, $\bar{R}$ résidu moyen de l'estimation de AThix. Les essais où l'absence d'empreintes augmente $\bar{R}$ (et donc l'imprécision) sont mis en évidence en rouge.

La surface exposée du récipient doit ensuite être aplanie au maximum en tapotant à la main ou à l'aide d'une spatule. Cela facilite l'insertion des scissomètres dans le matériau, placés en suivant la disposition illustrée sur la Figure 4.26 c. Celle-ci permet d'espacer suffisamment les points de mesure pour limiter l'influence des effets de bord. En suivant cette disposition on peut réaliser 2 lots de 3 essais par récipient, dont 3 avec le calibre Sensible. Pour le second lot de 3 essais, les scissomètres sont aussi insérés au plus tôt, et si l'on n'a pas suffisamment de scissomètres à disposition, on insère à la place du scissomètre une empreinte en plastique de la forme du calibre qui sera utilisé. Cette étape dite des empreintes est cruciale : les résultats que nous verrons ci-après montrent que si le scissomètre est inséré trop tard cela a tendance a réduire artificiellement le seuil mesuré. La raison est que, inséré trop tardivement, le scissomètre a tendance à endommager le mortier dans la zone de mesure, mortier qui se structure et rend de plus en plus difficile l'insertion du scissomètre. Cela peut être constaté visuellement par l'apparition de fissures autour des empreintes.

Comme pour l'essai de paillasse vu en Section 4.4 on respecte un délai de refloculation puis un délai additionnel qui varie d'un essai à l'autre afin de tester le matériau à différents âges.

Les résultats sont présentés dans le Tableau 4.5. On a réalisé en tout 10 séries à des dosages d'accélérant D_{acc} croissants et typiques du procédé (6,9,12mL/kg). Selon l'essai on réalise ou non l'étape des empreintes lors du remplissage. A_{thix} est calculé avec un modèle de régression linéaire d'après l'Eq. 4.1 et on qualifie la précision de l'essai en calculant le résidu moyen $\bar{R}$ des mesures par rapport au modèle.

On constate qu'à un dosage de 6mL/kg l'estimation du A_{thix} est bien répétable et le résidu moyen varie autour de 1000 Pa lorsque l'on utilise le calibre Sensible et augmente pour les cas où l'on utilise à la fois le calibre Sensible et Standard, ce qui est cohérent avec les valeurs de précision des calibres définies dans le Tableau 4.4.

Les essais à 9mL/kg montrent logiquement une augmentation du A_{thix}. A 12mL/kg, l'effet de l'accélérant semble plafonner. Nous atteignons probablement ici les limites de mesure de l'instrument, le matériau étant dans un état très structuré qui l'amène vers un comportement solide fragile qui est aussi par nature moins prévisible. Il est aussi possible que nous atteignions un dosage de saturation de l'additif accélérant.

D'une manière générale, on constate aussi l'importance de l'étape des empreintes lorsque le dosage d'accélérant augmente. Lorsque nous avons étudié le matériau à 6mL/kg, on a constaté par inspection visuelle des échantillons que ceux-ci n'étaient pas dégradés par l'insertion tardive des scissomètres et que la résistance du matériau à l'insertion manuelle de ceux-ci était acceptable sans qu'il y ait besoin de forcer. C'est pourquoi pour ce dosage nous avons pu passer l'étape de l'ajout des empreintes, et la mesure du A_{thix}, bien qu'effectuée sur des gâchées différentes, reste bien reproductible. Au contraire, à des dosages d'accélérant plus élevés ($D_{acc} = 9$ et 12mL/kg) la résistance et l'endommagement des échantillons devient significative. Par rapport à des essais menés avec l'étape de l'empreinte, pour un même dosage d'accélérant les essais menés sans montrent des valeurs A_{thix} plus faibles et une perte de précision captée par l'augmentation du résidu $\bar{R}$, ce qui confirme l'importance de cette étape. Ces résultats négatifs, n^o 6 et 9, sont mis en évidence en rouge dans le Tableau 4.5.

En somme, les résultats sont cohérents et cette campagne préliminaire nous a donc permis de vérifier la faisabilité de l'essai au scissomètre. En effet, les valeurs les valeurs A_{thix} calculées sont bien répétables et dans l'ordre de grandeur attendu. De plus, l'incertitude expérimentale $\bar{R}$ est similaire à l'incertitude de mesure théorique $\delta\tau$ qui correspond à la valeur des graduations de l'instrument pour chaque calibre indiquées dans le Tableau 4.4.

4.5.3 Déroulement d'un essai sériel in situ et bornes de la fenêtre de mesure

Nous allons maintenant décrire, en utilisant la méthodologie mise en place à la section 4.4 pour un essai sur paillasse, le déroulement d'un essai sériel in situ avec le scissomètre de poche : les étapes du protocole sont illustrées dans la Figure 4.27 et on commence (a) par le remplissage du récipient par la tête d'impression.

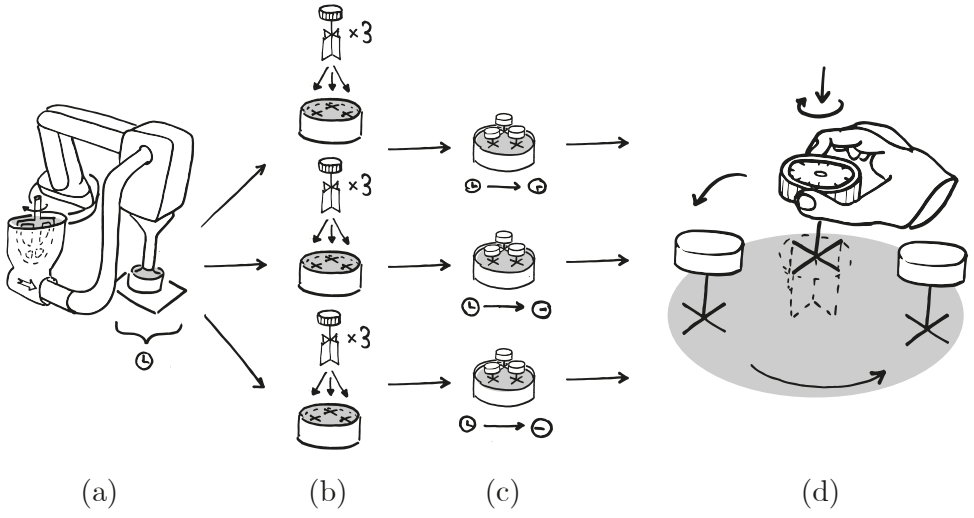


FIGURE 4.27 – Illustration des étapes d'un essai in situ au scissomètre : (a) Préparation de l'échantillon : remplissage d'un récipient avec le matériau imprimé (b) Insertion des scissomètres (c) Attente du délai de refloculation et du délai d'essai respectif pour chaque échantillon indépendamment des autres (d) Réalisation de trois essais pour chaque échantillon.

4.5.3.1 Etape d'impression

On estime juste après impression et avant l'essai, le seuil initial τ_0 à l'aide d'un slugs-test [20] (voir Chapitre 2) : en effet, la structuration ne démarrant qu'après le délai de refloculation, on peut faire l'hypothèse que la consistance initiale au tout début de la structuration τ_0 devrait être identique à celle observée à l'instant de l'extrusion.

Le matériau est ensuite mis en oeuvre de la même manière que pour une impression, conformément aux étapes-clefs du process indiquées dans la Section 4.2 à ceci près qu'il n'est pas déposé sous forme de cordons mais extrudé directement afin de remplir des contenants cylindriques (Figure 4.27 a). Lors du remplissage le contenant est secoué manuellement afin d'homogénéiser le matériau.

Au contraire de l'essai de paillasse où toute la gâchée est accélérée une fois, ici du matériau nouvellement accéléré est produit en continu. En fait, une gâchée unique de matériau non accéléré est préparée, puis une portion de cette gâchée qui constituera l'échantillon est prélevée par pompage dans le système. Elle est ensuite accélérée individuellement par l'injection d'additif accélérant en ligne dans la buse d'impression. Si le dosage d'additif est suffisant et la gâchée utilisée dans son temps ouvert, la structuration due à l'ajout d'additif sera majoritaire. On peut ainsi faire l'hypothèse que chaque échantillon est produit et testé à un âge donné indépendamment des autres, car le phénomène caractéristique de structuration est celui de l'ajout d'additif réalisé éprouvette par éprouvette. Cela est avantageux car on peut gagner en précision en réalisant plusieurs essais au même

temps t, et l'espacement entre les essais Δt_{test} n'est plus contraint par la durée de l'essai unitaire t_{min}. Il faut simplement veiller à ne pas dépasser la fin du temps ouvert (environ 45 min, pouvant varier selon la formulation et le dosage d'additifs ayant un effet retardant tel que certains superplastifiants) où les réactions autogènes d'hydratation deviennent prépondérantes, auquel cas notre hypothèse n'est plus valide.

4.5.3.2 Délai de refloculation et d'essai

Comme pour l'essai de paillasse, on respecte ensuite un délai de refloculation afin que la structuration soit initiée. La fin de cette période marque le début de la phase d'essais (Figure 4.27 c) où l'on attendra un délai supplémentaire afin que l'échantillon continue de structurer et atteigne l'âge requis.

4.5.3.3 Phase d'essais

Enfin on réalise l'essai en enfonçant puis en tournant la molette de chaque scissomètre à une faible vitesse constante (environ 3 rpm) jusqu'à ce que le pic de contrainte soit atteint (Figure 4.27 d). On fait la moyenne des trois mesures pour chaque échantillon et on note l'âge de l'échantillon au moment de l'essai.
On réitère la séquence allant du remplissage de l'échantillon à l'essai pour chaque mesure de la série.

4.5.3.4 Fenêtre de mesure

A l'instar de l'essai de paillasse (Sous-Section 4.4.3), nous décrivons ici comment les bornes t_{min}, τ_{min}, τ_{max} et t_{max} de la fenêtre de mesure sont obtenues pour cet essai in situ, ainsi que le délai entre essais Δt_{test} et le nombre d'essais maximum n_{max}. Nous étudions aussi l'évolution des paramètres-clefs ($[t_{min}, t_{max}]$, Δt_{test}, n_{max}) en fonction de A_{thix} avec les différents calibres afin de vérifier la faisabilité de l'essai sériel au scissomètre, de choisir le calibre le plus adapté à notre application et de comparer ces paramètres à ceux du cône vu précédemment et à ceux de d'autres types d'essais que nous verrons dans la prochaine Section.

Comme vu précédemment, la durée minimale t_{min} dépend du type d'essai et est d'environ 20 secondes pour le scissomètre. Il en est de même pour τ_{max} qui varie selon le calibre du scissomètre choisi : 20, 100 ou 250 kPa. Pour τ_{min}, on prendra la plus grande valeur entre celle qui le relie à A_{thix}, τ_0 et t_{min} donnée par l'Equation 4.7, et le seuil minimal

mesurable par le calibre utilisé (Tableau 4.4). t_{max} dépend de A_{thix} et τ_{max} et est donc calculé comme pour l'essai de paillasse d'après l'Equation 4.9.

Dans certains cas t_{max} est limité non pas par l'instrument mais par le temps ouvert du mortier, en général 45 minutes (cette durée peut varier selon la formulation et le dosage d'additifs ayant un effet retardant tels que certains superplastifiants). En effet lorsque le seuil initial τ_0 et A_{thix} sont assez faibles, le matériau part d'un seuil faible et évolue suffisamment lentement pour ne pas atteindre la limite du calibre utilisé durant le temps ouvert.

4.5.3.5 Taille de la fenêtre de mesure $[t_{min}, t_{max}]$

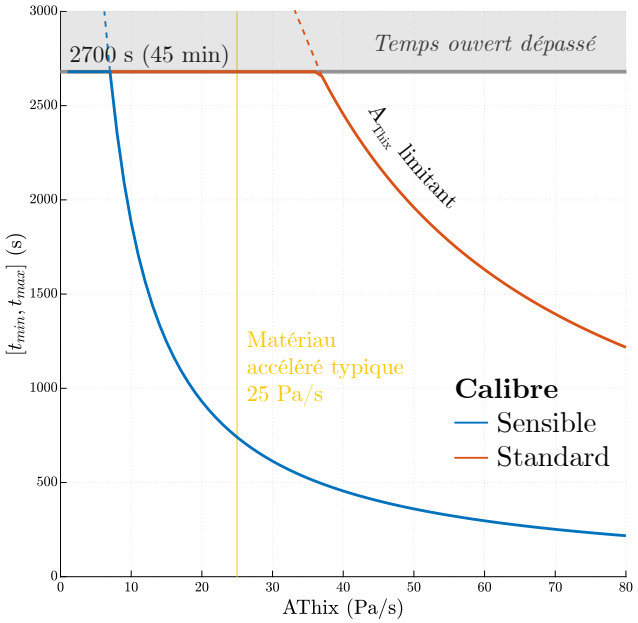


FIGURE 4.28 – Taille de la fenêtre de mesure $[t_{min}, t_{max}]$ pour le calibre Sensible et Standard en fonction de A_{thix} avec $\tau_0 = 1000Pa$.

La taille de la fenêtre de mesure $[t_{min}, t_{max}]$ est donc fonction du taux de structuration du matériau, et du temps ouvert, comme cela est illustré sur la Figure 4.28 qui représente cette taille en fonction de A_{thix} pour un matériau avec $\tau_0 = 1000Pa$, et ce pour deux calibres de mesure (Sensible et Standard) indiqués par les courbes bleue et rouge, respectivement. On voit par exemple qu'avec le calibre Standard, entre 0 et 38 Pa/s environ la courbe a une allure constante et suit la droite qui indique le temps ouvert : la taille de la fenêtre de mesure est limitée par le temps ouvert qui est ici fixé à 45 min et non par la vitesse de structuration. Pour un temps ouvert plus élevé, la courbe suivrait l'allure indiquée en trait pointillé, qui correspond au cas général où la borne τ_{max} limite

la taille de la fenêtre (Eq.4.9). A partir d'environ 38 Pa/s et au delà pour le calibre Standard, la courbe est décroissante, car plus A_{thix} est élevé, plus la borne τ_{max} est atteinte rapidement et donc plus la taille de la fenêtre se réduit.

Comparons maintenant la taille de la fenêtre de mesure selon le calibre. On voit par exemple que lorsque A_{thix} vaut 25 Pa/s, une valeur typique illustrée par la droite verticale jaune sur la Figure 4.28, la taille de la fenêtre est de 750 s (12.5 min) pour le calibre Sensible et 2700 s (45 min) pour le calibre Standard.

La grande fenêtre de mesure du calibre Standard nous amènera parfois à le préférer lors des expériences que nous présenterons par la suite. Premièrement parce que celle-ci permet de conduire le test d'une manière plus souple, moins contrainte par la limite de temps t_{max} que la petite fenêtre du calibre Sensible. De plus, nous pourrions également être obligés d'utiliser le calibre Standard si τ_0 est grand. En effet τ_0 est fixé de manière typique à 1000 Pa pour réaliser le calcul illustré dans la Figure 4.28, mais une valeur plus élevée est possible. Cela peut rendre la fenêtre de mesure du calibre Sensible trop petite car τ_{min} sera élevé (Eq. 4.7).

On peut aussi profiter des avantages des deux calibres en les utilisant successivement, en commençant par le calibre Sensible pour réaliser des mesures plus précises et rapprochées, puis en continuant avec le calibre Standard qui offre une large fenêtre de mesure.

Pour aller plus loin, si l'on imagine des essais plus mécanisés voire automatisés, utiliser uniquement le calibre Sensible est prometteur. L'automatisation permettrait en pratique de réduire et de bien maîtriser le délai entre essais Δt_{test}, on pourrait ainsi s'approcher du délai Δt_{test} minimum lors de l'exécution des essais. Voici un calcul qui illustre ce potentiel : si l'automatisation de la série de mesures rend acceptable de la réaliser entièrement sur une fenêtre de 4 minutes, l'étendue de mesure atteint 80 Pa/s : cela est illustré sur la figure 4.28 où la taille de la fenêtre vaut 4 minutes pour un A_{thix} de 80 Pa/s avec le calibre Sensible.

4.5.3.6 Délai entre essais Δt_{test}

Intéressons-nous maintenant au délai entre essais Δt_{test}. Nous avons vu précédemment dans la Sous-Section 4.4.4 comment calculer le délai minimal entre essais, une valeur supérieure à ce minimum pouvant éventuellement être choisie pour faciliter la réalisation manuelle de l'expérience. Ce minimum était calculé en comparant deux valeurs et en retenant la plus élevée : soit le rapport entre la précision de l'instrument et le taux de structuration $\frac{\delta_\tau}{A_{thix}}$, soit le temps minimum pour réaliser un essai t_{min}. Ici cette condition ne s'applique pas car nous réalisons l'essai in situ. En effet on n'est pas contraint

d'espacer les essais du temps minimum pour les réaliser t_{min} car le matériau est produit en continu, c'est à dire que l'on peut séquencer et espacer librement les essais sans forcément les faire dans l'ordre chronologique du vieillissement d'un échantillon unique de matériau, ce qui était le cas en paillasse et imposait donc un délai minimum t_{min} au cas où celui-ci était plus grand que $\frac{\delta_\tau}{A_{thix}}$.

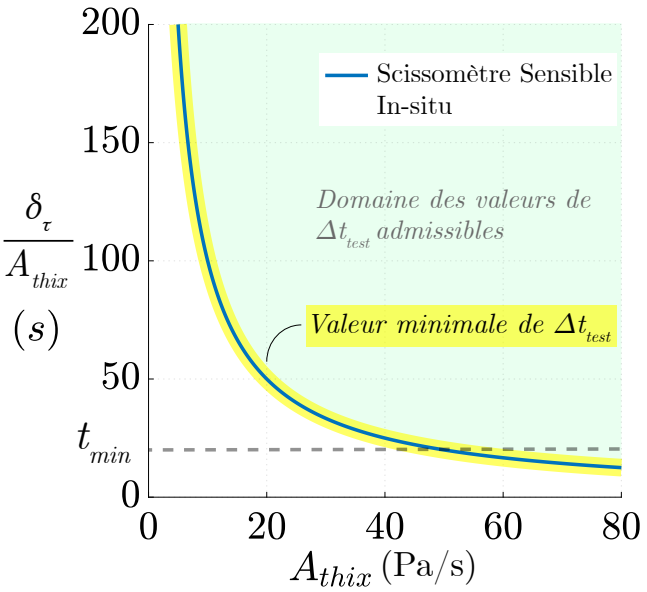


FIGURE 4.29 – Graphe de Δt_{test} en fonction de A_{thix} pour le calibre Sensible.

Cela est illustré sur la Figure 4.29 où la courbe en trait continu et surlignée en jaune représente la valeur minimale de Δt_{test} en fonction de A_{thix}. Comme on le voit c'est toujours $\frac{\delta_\tau}{A_{thix}}$ qui s'applique pour calculer le délai Δt_{test} minimum. Mais si la mesure était réalisée sur paillasse, t_{min} deviendrait limitant autour de 45 Pa/s, la courbe bleue rejoindrait la tendance de la droite représentant la valeur de t_{min} en pointillé comme cela était le cas pour le test de cône sur paillasse.

On remarque par ailleurs qu'avec le test de cône on utilisait généralement toujours t_{min} pour définir la valeur minimale de Δt_{test}, sauf dans les cas où le taux de structuration était très faible. Cela tenait au fait que le test était suffisamment précis (δ_τ était faible), ainsi $\frac{\delta_\tau}{A_{thix}}$ était petit devant t_{min}. Le test au scissomètre est moins précis en comparaison, on a vu précédemment que l'incertitude de mesure au scissomètre δ_τ variait entre 1000 et 12500 Pa selon le calibre, il en est donc de même pour $\frac{\delta_\tau}{A_{thix}}$. C'est pourquoi les valeurs de Δt_{test} minimales sont plus élevées avec le scissomètre qu'avec le cône.

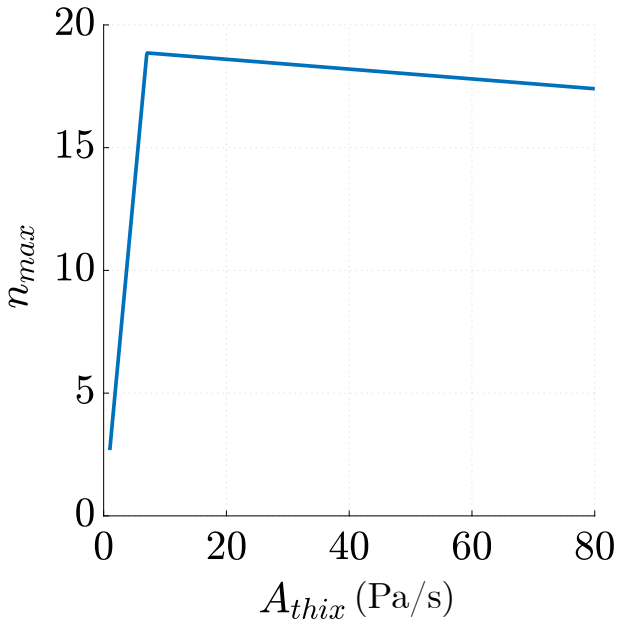


FIGURE 4.30 – Graphe du nombre de mesures maximales n_{max} en fonction de A_{thix} pour le calibre Sensible.

4.5.3.7 Nombre de mesures maximal n_{max}

Intéressons nous maintenant au nombre d'essais maximum n_{max} (Eq. 4.15). Son évolution en fonction de A_{thix} avec $\tau_0 = 1000$ Pa est illustrée sur la Figure 4.30. Par souci de simplicité on prendra comme exemple général le calibre Sensible, les autres suivant une évolution similaire. Comme nous avons pu le voir sur les courbes qui décrivaient la taille de la fenêtre de mesure en fonction de A_{thix} (Figure 4.28), la courbe change aussi d'allure selon que ce soit le temps ouvert ou le taux de structuration A_{thix} qui limite la taille de la fenêtre. C'est pourquoi l'évolution de n_{max} en fonction de A_{thix} suit deux tendances successives de type croissante et linéaire puis légèrement décroissante et linéaire. Décrivons plus en détail ces deux tendances :

— La première tendance croissante et linéaire, qui correspond à la première partie de la courbe, dénote le cas où le taux de structuration est inférieur à $7.5 Pa/s$. Deux causes conjuguées expliquent cette tendance. La première est que la taille de la fenêtre est constante car limitée par le temps ouvert (voir Figure 4.28). La deuxième est liée au calcul de Δt_{test} d'après $\frac{\delta_\tau}{A_{thix}}$ sur cette plage de A_{thix} (voir la Figure 4.29) : dans ce cas plus A_{thix} est élevé plus on peut rapprocher les essais les uns des autres. Et comme n_{max} est inversement proportionnel à Δt_{test}, n_{max} est donc proportionnel à A_{thix}. C'est en raison de cette proportionnalité que la courbe a une allure croissante et linéaire. On peut réaliser de plus en plus d'essais n_{max} dans une fenêtre dont la taille reste constante.

— La deuxième tendance quasiment constante est causée par le fait que la taille de la fenêtre $[t_{min}, t_{max}]$ n'est plus limitée par le temps ouvert mais par la capacité de mesure τ_{max} du calibre utilisé. Pour mieux comprendre cette évolution, rappelons l'expression de n_{max} selon la taille de la fenêtre et le délai entre essais :

$$n_{max} = \frac{[t_{min}, t_{max}]}{\Delta t_{test}}$$

Ensuite détaillons cette équation en faisant apparaître A_{thix} dans chaque terme :

$$n_{max} = \frac{A_{thix}}{\delta_\tau} \cdot \frac{\tau_{max} - \tau_{min}}{A_{thix}} \tag{4.25}$$

$$n_{max} = \frac{1}{\delta_\tau} \cdot (\tau_{max} - A_{thix} \cdot t_{min} + \tau_0) \tag{4.26}$$

L'expression négative de A_{thix} dans le terme de droite explique l'évolution linéaire décroissante observée. Cela signifie que la réduction de la taille de la fenêtre et l'augmentation du délai entre essais Δt_{test} en raison de la dépendance de ces deux termes à A_{thix} ne se compensent que partiellement. En effet le seuil minimum τ_{min} dépend également de A_{thix}.

Maintenant que nous avons décrit comment évolue n_{max} en fonction de A_{thix}, intéressons-nous à la mesurabilité selon A_{thix}. Pour déterminer si la structuration est mesurable pour un taux de structuration A_{thix} donné on vérifie si $n_{max} > 3$, comme nous l'avions fait pour le test de cône (Figure 4.17). Comparer la mesurabilité des différents calibres du scissomètre nous aidera à choisir celui qui convient le mieux à l'impression bicomposant.

Sur la Figure 4.31, la mesurabilité obtenue avec les calibres Sensible et Standard est représentée en superposant les courbes de n_{max} en fonction de A_{thix} au domaine où $n_{max} < 3$. On en déduit graphiquement l'étendue de mesure pour chaque calibre c'est à dire les valeurs de A_{thix} pour lesquelles la structuration est mesurable.

On voit ainsi que les deux calibres permettent de mesurer des taux de structuration très élevés, allant au-delà de 80 Pa/s. Contrairement au test de cône ce n'est pas ici le maximum qui est limitant pour notre application, mais plutôt le minimum : on voit que des A_{thix} faibles (<5.8 Pa/s) qui pourraient être prescrits lors de l'impression de pièces très peu élancées ne sont pas mesurables avec le calibre Standard. Selon ce critère le calibre Sensible est donc préférable car son étendue de mesure est adaptée aux taux de structuration faibles comme aux taux élevés.

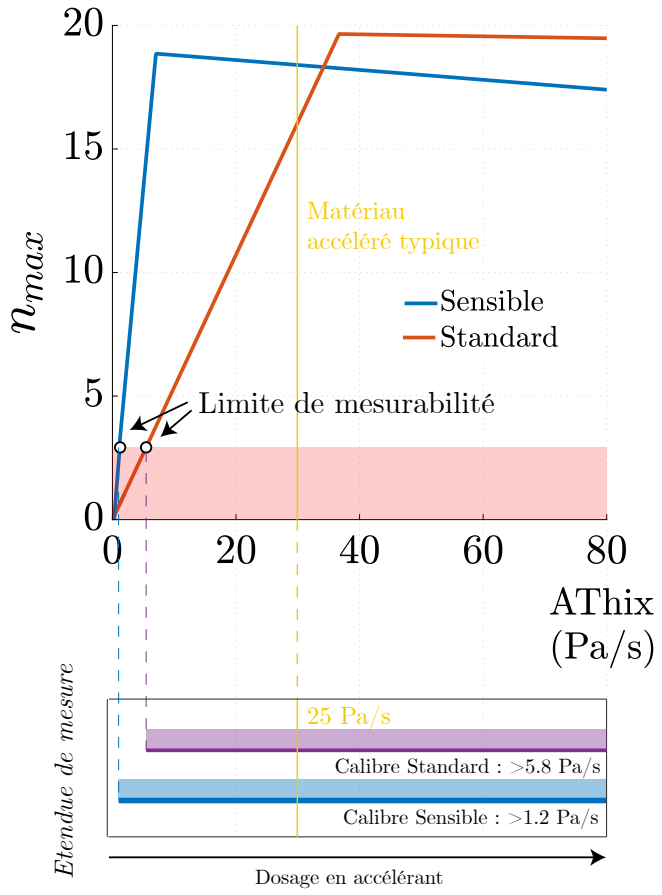


FIGURE 4.31 – Graphe du nombre de mesures maximales n_{max} en fonction de A_{thix} pour les calibres Sensible et Standard.

4.5.3.8 Conclusion

Dans cette Sous-Section, nous avons décrit le déroulement d'un essai sériel in situ au scissomètre, la délimitation de sa fenêtre de mesure et les paramètres-clefs de cette fenêtre.

Pour le déroulement de l'essai, il suit toujours trois étapes comme dans le cas de paillasse, un temps de préparation des échantillons où le matériau est cisaillé et n'évolue donc pas, puis un délai de refloculation nécessaire pour initier la structuration, et enfin la réalisation de l'essai unitaire au scissomètre à proprement parler pour mesurer le seuil à un instant t après le début de la structuration. Néanmoins, les conditions de l'essai in situ sont différentes de l'essai de paillasse car du matériau accéléré est produit en continu par la tête d'impression. tant que l'on ne dépasse pas le temps ouvert, on peut donc séquencer et espacer librement les essais sans forcément les faire dans l'ordre chronologique du vieillissement d'un échantillon unique de matériau. Cette caractéristique donne plus de liberté, par exemple elle permet de gagner en précision en réalisant plusieurs essais au

même temps d'évolution t depuis l'ajout de l'additif, et l'espacement entre les essais est moins contraint. Par rapport au scissomètre, les fenêtres de mesure sont beaucoup plus grandes qu'avec les tests de cône si bien que si A_{thix} est suffisamment faible, elles peuvent être limitées par le temps ouvert et non pas par la capacité de mesure du seuil τ_{max} de l'instrument. Enfin nous avons étudié les limites de mesurabilité avec n_{max} de la même façon qu'avec le cône et avons remarqué que ce paramètre n'était pas dimensionnant avec le scissomètre, hormis pour des seuils faibles. Le choix du calibre dépendra donc principalement de la taille de la fenêtre $[t_{min}, t_{max}]$, qui varie beaucoup selon le calibre utilisé et les propriétés A_{thix}, τ_0 du matériau mesuré.

4.5.4 Résultats de mesures in situ lors d'impressions

La Figure 4.32 présente les résultats obtenus lors de 2 campagnes d'essais après impression, nommés batch 1 et batch 2. Une partie du batch 1 a également été accéléré et testé sur « paillasse » avec le même dosage d'accélérant, afin de comparer avec le process in situ via la tête d'impression.
Sur tous les essais la tendance observée est bien linéaire. La dispersion des mesures réalisées à un temps donné avec ce scissomètre de poche est importante, et cela est sans doute dû au caractère très manuel de l'instrument. Cela montre l'intérêt de répéter les mesures par lots de 3 comme indiqué dans le protocole.

Pour le batch 1, bien que les dosages utilisés soient identiques, on constate que le A_{thix} du matériau imprimé (in situ), $70,3 Pa/s$, est bien plus élevé que pour le matériau de « paillasse », $14,3 Pa/s$.

On a observé la même chose au sein du laboratoire de la société XtreeE ou une autre série de mesure a été réalisée, avec un dispositif d'impression 3D du même type mais un batch de mix différent (Figure 4.33).

Il est donc clair qu'un matériau réalisé sur paillasse et en conditions d'impression in situ n'ont pas les mêmes propriétés. Cela montre l'importance de réaliser ces mesures in situ, qui sont plus représentatives et permettent de capter des effets dûs au procédé. Plusieurs causes peuvent expliquer cette différence :

— Premièrement, des effets rhéo-mécaniques sur la microstructure du mortier. Le taux de cisaillement subi par le mortier au sein de la vis moineau qui équipe la tête est probablement plus élevé que celui du malaxeur de table : le matériau est ainsi mieux défloculé. On peut faire l'hypothèse que cette meilleure défloculation va augmenter la surface spécifique des grains de ciment disponible au sein de la pâte cimentaire, permettant une meilleure disponibilité des réactifs d'hydratation

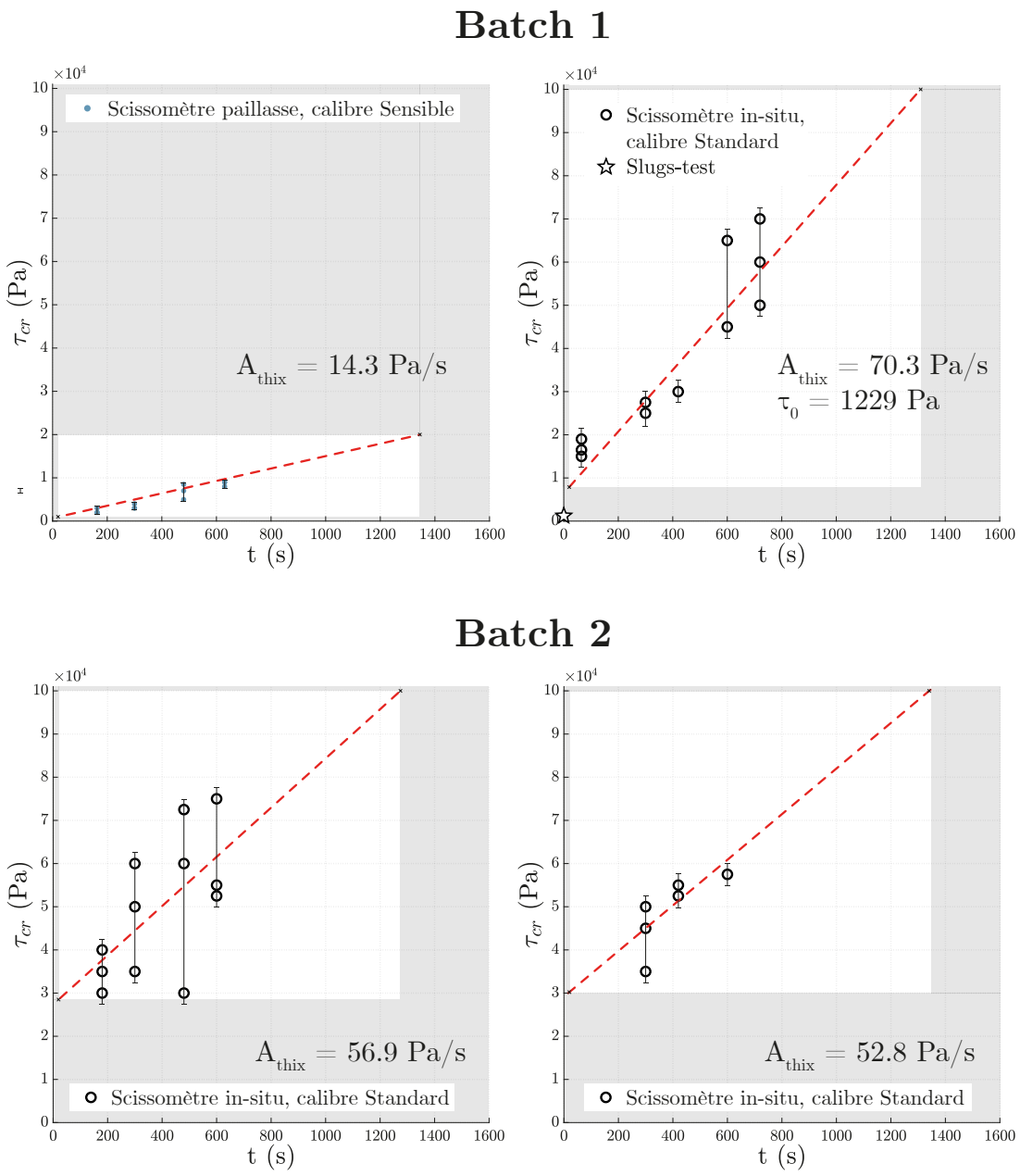


FIGURE 4.32 – Graphes temps-seuil des essais réalisés in situ et sur paillasse avec un matériau accéléré à un dosage typique pour l'impression (6mL/kg).

menant à la formation d'ettringite. De la même manière il est plausible que la qualité du mélange et de la dispersion de l'additif accélérant à l'aide du système breveté par XtreeE ne soit pas la même qu'avec le malaxeur de table.

— Deuxièmement, le réchauffement du matériau dans la pompe et la tête d'impression. En effet les frottements de pompage peuvent faire monter le matériau en température, ce qui accélère les réactions d'hydratation [113].

Enfin, afin de simplifier le protocole comparons maintenant les résultats in situ si l'on réalise l'essai sur des récipients remplis à l'aide du robot comme sur la Figure 4.26 ou

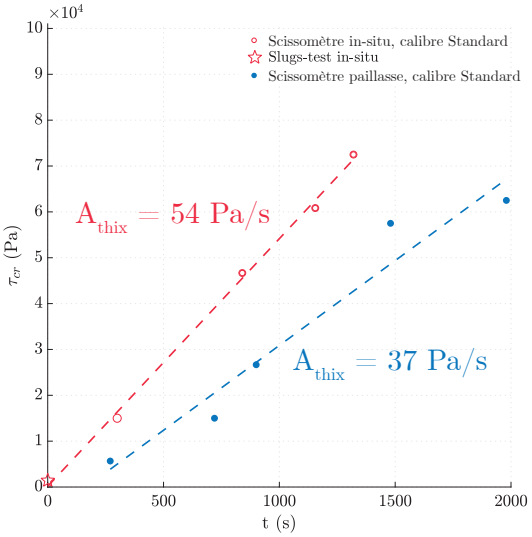


FIGURE 4.33 – Graphes temps-seuil des essais réalisés in situ et sur paillasse à partir d'une même gâchée de mortier imprimable, avec un matériau accéléré à un dosage élevé pour l'impression (10mL/kg) dans le laboratoire de la société XtreeE. Par souci de clarté, les mesures indiquées sont la moyenne des trois mesures réalisées au même temps avec trois scissomètres.

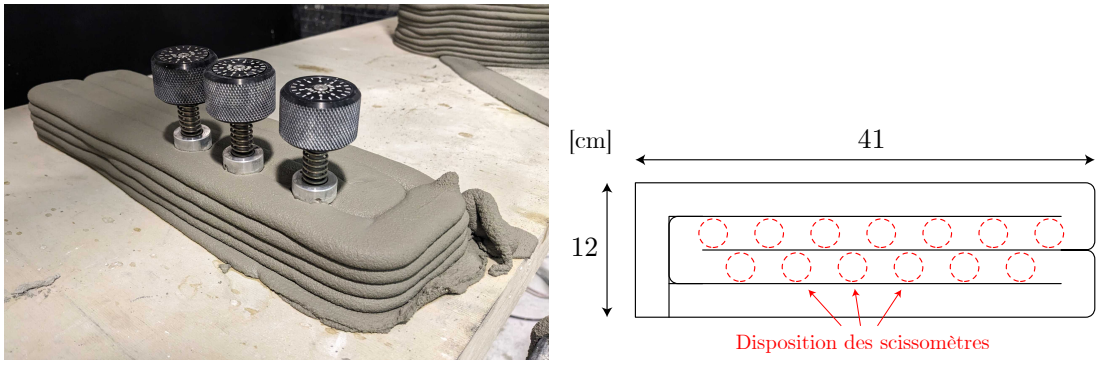


FIGURE 4.34 – Gauche : Photographie d'un échantillon imprimé dédié à la variante de mesure sur boudin. Droite : Disposition des scissomètres sur l'échantillon imprimé.

bien directement sur des boudins imprimés. Afin de pouvoir réaliser la mesure à l'échelle d'un seul boudin, il faut que la largeur de couche soit supérieure au diamètre du calibre de scissomètre utilisé. Nous utilisons donc ici le calibre Standard (diamètre 25.5 mm) et la largeur du boudin est réglée pour être de l'ordre de 30 mm, une valeur courante avec notre système. Pour éviter tout effet de bord, l'espacement des boudins de l'échantillon est paramétré pour que ceux-ci soient imprimés de manière jointive et les scissomètres seront disposés d'après le schéma illustré sur la Figure 4.34.

La Figure 4.35 illustre la tendance obtenue en regroupant des mesures réalisées avec un récipient ou sur boudin imprimé. Les résultats obtenus via les deux méthodes sont comparables, la mesure réalisée dans le récipient est donc bien représentative des boudins imprimés et cela est avantageux. En effet cette dernière peut être réalisée facilement à

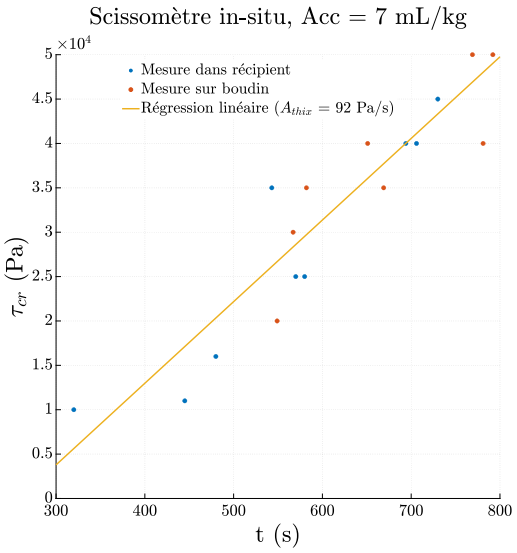


FIGURE 4.35 – Mesures in situ du seuil de cisaillement τ_{cr} à différents âges, en réalisant la mesure sur du matériau issu d'un récipient rempli avec le robot ou sur des boudins directement imprimés.

la volée avant l'impression car il n'y a pas besoin de programmer le robot, il suffit de prélever du matériau en sortie de buse.

4.5.5 Conclusion

Dans cette partie nous avons abordé la mesure in situ à l'aide du scissomètre de poche. L'instrument en question, issu du domaine géotechnique, a été décrit et on a étudié son applicabilité aux mortiers imprimables. Des essais préalables sur paillasse nous ont permis d'évaluer la faisabilité de l'estimation du A_{thix} de matériaux accélérés avec cet instrument. Contrairement au cône d'Abrams et au minicône vus dans la Section précédente, le scissomètre remplit cette fonction de manière satisfaisante et il est donc possible d'envisager des mesures in situ avec cet outil. Celles-ci ont ensuite été réalisées à l'aide d'un protocole adapté par lequel nous avons mis en lumière les importantes différences quantitatives entre mesure de paillasse et in situ, et par là l'intérêt de la mesure in situ pour qualifier le matériau du process de manière réaliste. La délimitation théorique des fenêtres de mesure pour l'instrument est cohérente avec les résultats expérimentaux obtenus et donne des perspectives pour la réalisation d'essais plus optimisés, adaptés à la mesure de A_{thix} dans des plages de temps réduites. Elle servira également de base de comparaison du scissomètre à d'autres instruments et à la mesure continue par pénétrométrie que nous aborderons dans la prochaine Section. Enfin, un avantage très important par rapport à d'autres types d'essais est sa faisabilité à des états où le seuil est élevé et où le matériau a un comportement solide fissurant.

4.6 Revue d'essais sériels existants

4.6.1 Introduction

Dans les sections précédentes nous avons explicité et analysé la problématique des mesures directes de seuils, en série, et l'avons illustrée sur le cas du test de cône et sur celui du test au scissomètre. Dans cette section nous passons en revue, avec la même grille de lecture, les autres essais existants. On peut les classer selon le mode de sollicitation qu'ils induisent dans la pâte :

- Les essais gravitaires ou d'écoulement libre, tels que le test de cône, la L-box ou le plan incliné.
- Les essais compressifs, tels que le *squeeze test* [114] [99], ou les essais de compression uniaxiale de cylindres à plus grande échelle réalisés par *Wolfs* [89].
- Les essais élongationnels ou de traction, le squeeze-test inversé, l'essai de traction simple [115].
- Les essais de cisaillement rotationnel, tels que le scissomètre (Section 4.5) [108] [77], le test de cylindres coaxiaux, la rhéométrie cône-plan ou plan-plan.
- Les essais de cisaillement droit, tels que la boîte de cisaillement [116] ou le test de cisaillement ouvert présenté dans la Section 4.2.
- Les essais de pénétrométrie lente ou rapide [117].

Nous allons brièvement passer en revue chacun de ces essais afin d'identifier leurs paramètres intrinsèques τ_{max} (le seuil maximum mesurable par l'essai), t_{min} (le temps minimum pour réaliser l'essai) et δ_τ (la précision de l'essai) qui dimensionneront, avec les paramètres du matériau testé, la fenêtre de mesure. Nous pourrons ainsi comparer les paramètres de chaque essai pour en évaluer les avantages et les limites.

4.6.2 Description des essais existants

4.6.2.1 Essais gravitaires par écoulement libre

Les essais gravitaires désignent les essais où le matériau s'écoule sous son propre poids, comme pour le test de cône décrit dans la partie précédente. Ce type d'essai est simple à réaliser, mais le principal inconvénient est que le chargement (et donc τ_{max}) dépend de la hauteur de l'échantillon. Cela est une contrainte importante dans notre contexte d'impression 3D bicomposant car nous étudions des mortiers à structuration rapide dont le seuil peut vite atteindre des valeurs importantes. En effet pour un matériau avec un taux de structuration $A_{thix} = 25$ Pa/s et un seuil initial $\tau_0 = 1000$ Pa, on aura 13 000 Pa au bout d'un temps de repos de 8 minutes. En partant du principe que le matériau

obéit à un critère de plasticité Von Mises et qu'il est d'une densité typique ρ de 2300 kg/m3, il sera nécessaire d'en élever une colonne d'1m pour déclencher l'écoulement (Eq. 4.16). A moins de mobiliser de grandes quantités de matériau, ce qui est peu pertinent dans le contexte de l'impression 3D, ce type d'essai donnera donc généralement de petites fenêtres de mesure et devra être réalisé le plus rapidement possible.

Parmi les tests qui correspondent à cette typologie, il y a donc le test de cône que nous avons décrit dans la Section 4.4, qui consiste à remplir sur une table un moule cônique du matériau à tester, retirer ce moule et mesurer la forme d'arrêt de l'écoulement du pâton sous son poids propre. Nous avons vu que les deux tailles de cône typiques, le minicône et le cône d'Abrams, ne permettaient que d'étudier des matériaux d'un taux de structuration relativement faible pour l'impression bicomposant (A_{thix} = 6 Pa/s et 18 Pa/s au maximum, respectivement). La géométrie du cône peut certes être agrandie et élancée pour agrandir la plage des A_{thix} mesurables mais les limites pratiques sont vite atteintes comme on l'a vu dans la Sous-Section 4.4.7). Enfin comme nous l'avons déjà mentionné dans la Sous-Section 4.4.1, les essais d'écoulement libre mesurent l'arrêt de l'écoulement et non le démarrage. Ils permettent donc de déterminer une valeur inférieure (conservative) du seuil de démarrage τ_{cr}, car le seuil d'arrêt de l'écoulement est généralement inférieur au seuil de démarrage.

Décrivons brièvement les autres essais du même type :

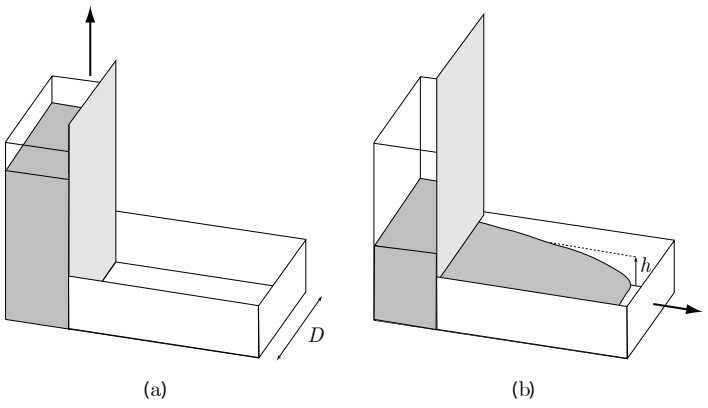


FIGURE 4.36 – Schéma du principe de la L-Box. La boîte derrière la trappe est remplie avec le mortier (a) puis la trappe est ouverte pour déclencher l'écoulement du mortier dans la conduite horizontale (b). Figure reproduite d'après [118].

— Au lieu de remplir un moule, on peut remplir un réservoir et ouvrir une trappe qui déclenchera l'écoulement du matériau dans une conduite horizontale. C'est le cas pour l'essai de L-Box et de la LCPC Box pour lesquels on mesure, comme pour le slump, les dimensions du pâton après l'arrêt de l'écoulement. Par rapport au cône il est notable qu'ici les conditions aux limites sont plus restreintes, l'écoulement a

lieu dans une conduite fermée. Cela retire le risque de flambement et limite celui d'un écoulement irrégulier du pâton qui perturberait la mesure.

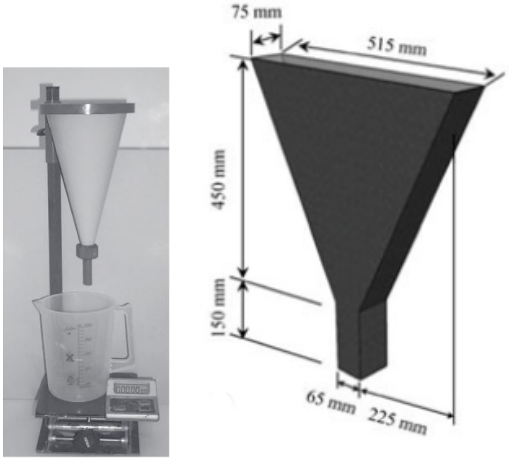


FIGURE 4.37 – A gauche : Dispositif d'essai au cône de Marsh, Figure reproduite d'après [119]. A droite : Géométrie V-funnel (d'après [88]).

— Un autre sous-ensemble d'essais consiste à étudier le temps que prend un volume de fluide à s'écouler d'une conduite verticale. Afin d'isoler la composante seuil de la composante visqueuse de la contrainte de cisaillement, il est nécessaire de le réaliser avec plusieurs tailles de conduite afin d'obtenir des débits différents. La géométrie de la conduite est également un paramètre important, si le seuil du fluide est trop élevé par rapport à la taille de la conduite l'écoulement n'a pas lieu [119]. Le cône de Marsh (Figure 4.37 gauche), un instrument communément utilisé pour évaluer qualitativement la « fluidité » d'un mortier, ne permet par exemple que de mesurer des seuils très faibles qui ne sont pas adaptés à l'impression ($<$ 100 Pa), il est plutôt adapté à des matériaux à consistance autoplaçante [119]. D'autres géométries existent néanmoins, on peut citer celle de l'essai ORIMET, [97] adapté aux matériaux autoplaçants, le O-Funnel et le V-funnel (Figure 4.37 droite). D'une manière générale ces essais ressemblent au principe du rhéomètre capillaire qui consiste à forcer l'extrusion du matériau dans une conduite [120], mais ici c'est bien le poids propre qui sert de moteur à l'écoulement.

— Un dernier type d'essai, aussi plutôt adapté aux seuils très faibles, consiste à déclencher l'écoulement du pâton avec un plan incliné. Le réglage de l'angle d'inclinaison permet d'appliquer le poids propre de manière plus tangentielle à la surface du plan. Ainsi plus l'angle est élevé, plus on amplifie la composante cisaillement de la contrainte appliquée. Cette composante dépend de la hauteur du pâton et évolue en sinus de l'angle d'inclinaison α [121] :

$$\tau(\alpha) = \rho g h \sqrt{1 + 2sin^2\alpha} \tag{4.27}$$

Ce principe a été appliqué avec succès à des mortiers autoplaçants [102] mais n'est pas adapté à notre application car la fenêtre de mesure est trop faible. En effet, pour un pâton de 24 mm de haut et d'une densité ρ de 2300 g/m3, la contrainte de cisaillement τ varie de 541.5 (τ_{min}) à 765.8 Pa (τ_{max}). Si A_{thix} vaut 25 Pa/s, la fenêtre de mesure $[t_{min}, t_{max}]$ ne sera que de 8 secondes.

4.6.2.2 Essais de compression

Nous désignons comme essais de compression des essais rhéométriques ou mécaniques permettant d'obtenir une mesure directe du seuil d'écoulement par compression uniaxiale du matériau. Le principe est de comprimer un échantillon entre deux plateaux cylindriques rapprochés dans un banc d'essai ou un rhéomètre. Une particularité intéressante est que cette compression est le type de chargement qui correspond à l'élévation couche par couche des structures imprimées en 3D. Cependant l'état de contrainte réel de ces structures dépendra aussi de leur géométrie, du pressage et des paramètres d'impression choisis.

Dans la littérature ce type d'essai se trouve sous deux formes :

— Premièrement, des essais rhéométriques réalisés sur de petits cylindres de matériau appelés *squeeze-tests* qui visent à identifier le seuil de cisaillement de pâtes cimentaires [99] ou d'autres fluides à seuil (dentifrices, terres et matériaux argileux...).
— Deuxièmement, des essais de compression réalisés sur des cylindres élancés de matériau frais, plus typiques de la mécanique des matériaux solides [92] [115].

Selon l'une ou l'autre forme, le seuil de cisaillement peut être calculé de deux manières.

La première approche rhéologique repose sur une étude détaillée de l'écoulement radial du matériau. La mesure consiste soit à imposer une force donnée et mesurer l'épaisseur h finale d'un l'échantillon cylindrique de diamètre D, soit à mesurer la force normale associée pour un écrasement imposé jusqu'à une certaine épaisseur. Le choix d'une géométrie d'échantillon suffisamment peu élancée ($h << D$) permettra d'utiliser l'hypothèse de lubrification qui simplifiera fortement les équations gouvernant l'écoulement. Les hypothèses de calcul dépendront du type de revêtement des plateaux (glissant ou adhérent) et du type d'essai (à surface ou à aire constante). Cet écoulement radial est imposé par un gradient de pression qui augmente rapidement lorsque l'épaisseur de couche décroît [83]. Ainsi cette typologie d'écoulement comporte non seulement une composante de cisaillement, mais aussi une composante hydrostatique qui, nous le verrons, peut provoquer une consolidation modifiant le critère de plasticité du matériau.

Le mode de réalisation d'un squeeze test peut être défini d'après trois paramètres :

— Les conditions aux limites (glissantes ou adhérentes) données par le type de revêtement des plateaux,

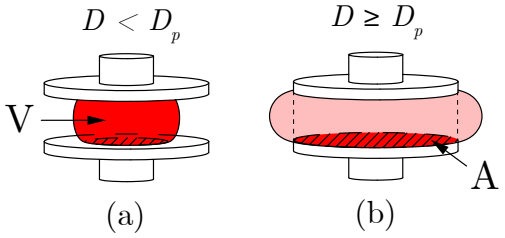


FIGURE 4.38 – Schéma du *squeeze test* réalisé en volume constant (a) ou en aire constante (b) selon le rapport entre le diamètre de l'échantillon D et le diamètre des plateaux D_p.

— Les dimensions initiales de l'échantillon par rapport aux plateaux. Les deux cas possibles sont illustrés dans la Figure 4.38, dits à volume ou à aire constante. Dans le premier cas on parle d'essai à volume constant car le diamètre de l'échantillon reste inférieur à celui des plateaux durant toute la durée de l'écrasement, le volume de matériau testé reste donc bien constant. Dans le deuxième cas, au contraire le diamètre de l'échantillon est égal à celui des plateaux au début de l'essai, et ainsi une partie du volume initial sera expulsé en dehors des plateaux. Cependant l'aire par laquelle la contrainte est appliquée reste donc constante durant tout l'essai.

— Le mode de contrôle de l'essai, en déplacement ou en force.

Détaillons maintenant la seconde approche mécanique qui correspond aux échantillons élancés. Le seuil est calculé via une approche mécanique simple telle que proposée par *Wolfs* pour les mortiers imprimables ou *Cardoso* et *Min* [122]. Elle passe par l'identification directe du démarrage d'un écoulement radial ou d'une rupture. En effet au premier ordre, une contrainte seuil τ_{cr} équivalente peut être calculée simplement à partir de cet essai de compression à l'apparition du phénomène caractéristique d'écoulement. La contrainte normale est d'abord calculée telle que $\sigma = F/A$ où F est la force critique et A l'aire de l'échantillon dans la région de l'écoulement. Ensuite, une contrainte de cisaillement équivalente peut être définie d'après le critère de Von Mises ou le cercle de Mohr, soit respectivement $\tau_{cr} = \frac{1}{\sqrt{3}}\sigma$ ou $\tau_{cr} = \frac{1}{2}\sigma$ [122].

On remarque qu'il est ici important d'avoir une mesure fiable de l'aire de l'éprouvette dans la région d'écoulement, car l'aire évoluera avec le carré du diamètre de l'échantillon. A cette fin *Wolfs* propose une solution de suivi par imagerie des déformations dont nous nous inspirons pour mener une campagne d'essais préliminaires.

Nous décrivons maintenant une brève étude expérimentale pour vérifier si l'approche mécanique simple est applicable pour caractériser le taux de structuration d'un mortier

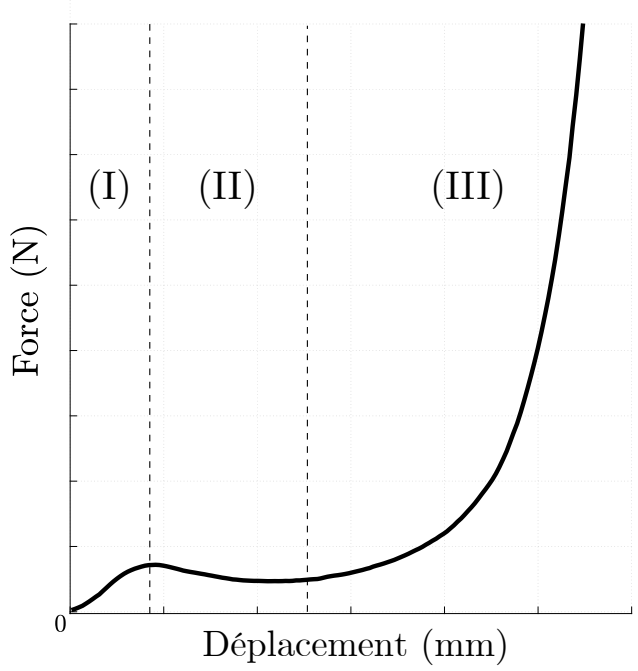


FIGURE 4.39 – Courbe Force-déplacement typique d'un *squeeze test* contrôlé en déplacement effectué sur un mortier imprimable, illustrant les 3 étapes de comportement : I Phase quasi-linéaire de mise en place et de sollicitation élastique II Plateau de la phase parfaitement plastique III durcissement, phase plastique frictionnelle. Figure inspirée de [123].

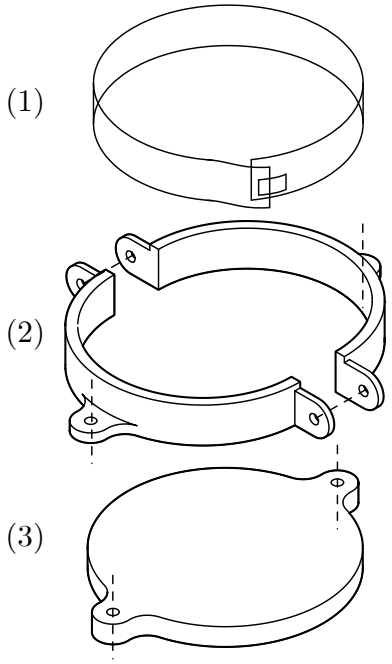


FIGURE 4.40 – Dessin et assemblage des pièces du moule cylindrique : (1) film rhodoïde cylindrique, (2) faces latérales du moules assemblées par boulonnage (en trait pointillé) (3) Face inférieure du moule assemblée également par boulonnage.

imprimable. Celle-ci est réalisée sur un échantillon peu élancé afin d'économiser du matériau et de rendre sa réalisation plus plausible in situ. Nous allons aussi identifier les paramètres dimensionnants de l'essai pour la fenêtre de mesure. Le mortier est préparé sur paillasse comme dans la Section 4.4. Afin de pouvoir bien identifier visuellement le diamètre de l'échantillon, celui-ci doit avoir la forme la plus régulière possible. A cette fin, il est coulé dans un moule cylindrique démontable illustré sur la Figure 4.40. Afin d'éviter que le mortier n'adhère aux parois lors du démoulage et ainsi préserver la géométrie du cylindre de matériau, une feuille de film rhodoïde est insérée entre le bord courbe du moule et le mortier.

Pour réaliser l'essai, on procède d'abord à la mise en place de l'échantillon moulé sur le plateau du banc, en suivant ces étapes afin qu'il reste intact : positionnement du plateau amovible du banc d'essai sur le dessus du moule, retournement de l'ensemble, désassemblage du moule puis du film rhodoïde. A ce stade, l'échantillon est donc entièrement démoulé sur le plateau. Le plateau supportant l'échantillon est ensuite installé dans la partie inférieure du banc, le plateau supérieur du banc est ensuite rapproché pour être mis en contact avec l'échantillon.

L'essai est ensuite démarré à vitesse constante et rapide (1mm/s) afin de limiter l'influence du drainage [99]. L'évolution du diamètre de l'éprouvette est suivie et analysée par corrélation d'image à l'aide d'une caméra placée face au banc d'essai.

Une courbe force-déplacement typique est illustrée dans la Figure 4.39 pour un matériau non accéléré. On constate un comportement en trois étapes : une phase linéaire (I), une phase de quasi-plateau (II) et une phase de durcissement (III) :

- La phase linéaire (I) correspond à la mise en place de l'essai et au chargement élastique du matériau.
- La phase de quasi-plateau (II) est liée à l'apparition d'un écoulement radial dans l'éprouvette et permet la caractérisation du seuil d'écoulement.
- Lors de la phase de durcissement (III), l'écoulement radial s'arrête et le matériau ne présente plus un comportement parfaitement plastique. Cela est dû à une consolidation similaire à celle étudiée en mécanique des sols, c'est à dire que l'accroissement de la pression hydrostatique dans le matériau comprimé entraîne une migration de l'eau et des modifications locales de la microstructure, entraînant des frottements mécaniques entre grains qui donnent lieu à un comportement frictionnel [99]. Par conséquent le comportement devient plus proche d'un critère plastique frictionnel de type Drucker-Prager.

Intéressons-nous maintenant à l'évolution du comportement du matériau non accéléré dans le temps. A cette fin plusieurs essais d'écrasement ont été réalisés sur le même matériau, à des âges différents. L'observation des courbes force-déplacement obtenues

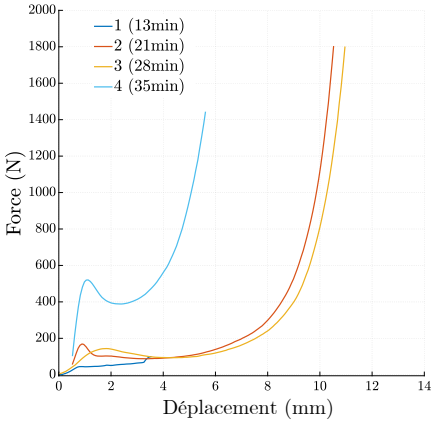


FIGURE 4.41 – Courbes force-déplacement obtenues pour un mortier imprimable non accéléré à différents âges t_{mix} depuis le début de la gâchée.

(Figure 4.41) nous donne de premiers résultats qualitatifs. La phase I linéaire, qui correspond au chargement élastique, devient de plus en plus pentue, ce qui suggère un matériau de plus en plus raide. Cette observation est bien expliquée par les mécanismes de la structuration vus en Section 4.2, les réactions d'hydratation rigidifiant les liens micromécaniques au sein du matériau.

La phase II, le plateau plastique correspondant à l'atteinte de τ_{cr}, augmente avec le temps. Enfin la phase III semble également arriver de plus en plus tôt, c'est à dire pour une épaisseur d'échantillon de plus en plus grande, en d'autres termes une déformation critique de plus en plus petite.

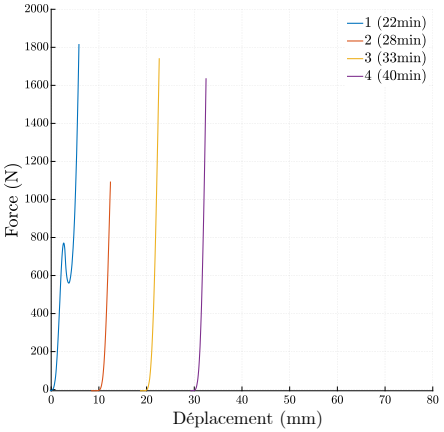


FIGURE 4.42 – Courbes force-déplacement obtenues pour un mortier imprimable accéléré à différents âges t_{mix} depuis le début de la gâchée. Les courbes sont décalées les unes des autres le long de l'axe X afin d'être lisibles individuellement.

Pour le matériau accéléré (Figure 4.42), on n'observe qu'une phase de durcissement (III) sans phase d'écoulement radial (II). Cela peut être expliqué par la densification de la microstructure dûe à la précipitation d'ettringites causée par l'accélérant, donnant lieu à un comportement plastique frictionnel en compression. Un tel comportement est très

favorable à la stabilité de la structure lors de l'empilement couche par couche. Néanmoins il n'est pas certain que ce résultat directement applicable au matériau imprimé, premièrement parce que les échantillons sont relativement larges par rapport à un boudin. En effet le changement d'échelle peut relativiser cet effet de consolidation, et donner des modes de rupture en compression variés (fissures de cisaillement, fissures de renflement longitudinales) comme cela peut être le cas lors d'essais de compression réalisés sur des géométries plus élancées, typiques des essais de résistance de bétons durcis [92] [115]. Deuxièmement car comme on l'a évoqué l'état de contrainte réel et la consolidation peut être influencée par d'autres facteurs (vitesse de chargement, pressage des couches, retrait plastique dû à la prise et aux pertes d'eau du mortier) liés aux paramètres d'impression.

Pour conclure, l'avantage de cet essai est qu'il permet d'identifier les caractéristiques en compression du matériau, qui est le type de sollicitation dominante dans l'impression couche par couche. Mais l'inconvénient principal est que selon la microstructure et les dimensions de l'échantillon, le matériau peut avoir un comportement plastique frictionnel et dans ce cas il n'est pas possible de mesurer le seuil de cisaillement τ_{cr} à un instant t qui permet d'identifier le taux de structuration. Pour cet essai, le seuil maximal mesurable τ_{max} qui limite la taille de la fenêtre de mesure dépend donc du passage d'un comportement parfaitement plastique à un comportement plastique frictionnel en compression, en fonction de la géométrie de l'échantillon et des propriétés du matériau étudié. Cependant l'essai sera difficilement applicable in situ, car la procédure sera trop longue en raison du temps minimum de réalisation de l'essai t_{min} qui est important, de 2 à 5 minutes (démoulage de l'échantillon, mise en place dans le banc, etc), sachant qu'il est nécessaire de réaliser au moins trois essais pour mesurer le taux de structuration.

4.6.2.3 Essais de traction

De manière moins commune, le matériau peut également être testé en traction. Dans le domaine de la rhéologie ce type d'essai est parfois désigné comme élongationnel, en référence non pas aux contraintes mais à la manière dont le matériau est déformé. Nous allons évoquer ici le test de goutte, les essais de traction directe sur boudins ainsi que le squeeze test inversé.

Le test de goutte correspond à cette typologie. Il a été proposé initialement par *Coussot* et *Gaulard* [124] qui ont montré qu'un écoulement discontinu goutte à goutte pouvait apparaître pour un fluide à seuil, si le seuil de cisaillement τ_{cr} est suffisamment grand par rapport à la viscosité et que la taille de la conduite est suffisamment grande. Il a été tout récemment appliqué par notre équipe pour l'impression de mortier par *Ducoulombier* [63] et renommé *slugs-test* car les gouttes que nous obtenons sont assez allongées et

ressemblent plus à des limaces ! Le principe de mesure repose sur l'observation de la séparation du fluide en gouttes distinctes : cette séparation est liée au dépassement de la contrainte seuil τ_{cr} dans le matériau extrudé, qui est chargé par son poids propre. La masse des gouttes sera donc proportionnelle au seuil et on peut donc mesurer le seuil du fluide à partir de la masse de ses gouttes. En considérant que le fluide obéit à un critère de plasticité Von Mises et en négligeant les effets visqueux, la contrainte seuil τ_{cr} est reliée à la masse moyenne des gouttes M_s par l'expression $\tau_{cr} = \frac{gM_s}{\sqrt{3}A}$ où g est l'accélération de la gravité et A l'aire de la buse. Nous réalisons ce test systématiquement in situ à la sortie de la buse pour caractériser le matériau à l'instant de l'impression [20]. Mais selon les résultats présentés dans le Chapitre 2, cet essai ne permet pas de caractériser directement en ligne le taux de structuration d'un mortier imprimable. En effet dans les conditions de l'impression le matériau est fortement cisaillé/re-cisaillé à l'intérieur de la conduite et au passage du nez juste avant la mesure. Ce seuil mesuré alors, si il est bien un paramètre process très utile pour qualifier l'impression, n'est pas représentatif du matériau « au repos ». Nous expliquons plus en détail dans le Chapitre en question les raisons qui expliquent ce phénomène.

Une caractérisation indirecte est tout de même faisable dans le cas d'un mortier stocké en cartouche et extrudé suffisamment lentement, en effet dans ce cas précis une dépendance du seuil des gouttes au temps de repos a été montrée par *Ducoulombier* [80]. Cela s'explique par un débit d'extrusion très lent qui limite l'influence du cisaillement, dans ces conditions le matériau est quasiment au repos et une couche lubrifiante garantissant un écoulement bouchon se forme facilement dans la conduite. Ce phénomène propre aux fluides granulaires correspond à une migration de la phase liquide aux bords de la conduite, et cela permet d'avoir une région au coeur de l'écoulement qui n'est pas cisaillée. Plus généralement les fluides à seuil présentent des profils d'écoulement analogues, contrairement aux écoulements en conduite visqueux classiques de type Poiseuille où tout le matériau dans la conduite est cisaillé. Néanmoins, la largeur et l'existence du bouchon va dépendre du rapport entre la contrainte seuil et les contraintes visqueuses subies par le fluide, défini par le nombre de Bingham $Bm = \frac{\tau L_c}{\mu v}$ où τ est la contrainte seuil, L_c une longueur caractéristique (ici le diamètre de la conduite), μ la viscosité dynamique et v la vitesse moyenne du fluide [125]. Ainsi un mortier fortement visqueux et/ou extrudé très vite, sera plus fortement cisaillé à coeur et cette hypothèse d'écoulement bouchon n'est plus forcément appropriée. De plus la réduction de diamètre des buses d'impression (le nez) cisaille fortement le matériau, et l'hypothèse du bouchon n'est pas appropriée.

Finalement, la nature « dynamique » de cet essai (le phénomène d'extrusion en conduite fermée et l'élongation dûe à la réduction de diamètre en fin de conduite) peut potentiellement perturber la microstructure et donc la structuration que l'on cherche à mesurer. L'influence de cette perturbation est liée aux propriétés d'écoulement qui dépendent à la

fois de toutes les caractéristiques rhéologiques du fluide (seuil et viscosité dynamique) et des conditions d'extrusion (taille de la conduite, débit). Cela rend difficile l'application du *slugs-test* à la mesure de la structuration en conditions in situ.

Des essais de traction directe ont également été réalisés sur des boudins imprimés dans des moules adaptés en forme d'éprouvette haltère [115]. Contrairement aux essais de compression, ici le matériau n'est pas consolidé. Ainsi comparativement à un essai de compression la résistance critique τ_{cr} mesurée est généralement plus faible. Il est nécessaire de prévoir un ancrage ou un revêtement adapté pour éviter tout glissement des boudins.

Enfin des essais d'écrasement inversés ou *probe tack test* existent [126]. Ce sont des essais d'écrasement inversés utilisés pour mesurer les propriétés adhésives de mortiers.

En conclusion, L'essai de traction par test de goutte semble peu adapté à notre application en raison de phénomènes perturbateurs dûs à l'extrusion, il est difficile de s'assurer que le matériau soit bien à l'état statique pour qu'il structure de la même manière que s'il était déposé. Des essais de traction directe ou d'écrasement inversé (probe tack test) ont également été réalisés dans la littérature et ont montré de bons résultats. Cependant pour ces deux derniers la mise en place sera longue car l'échantillon doit être préparé pour être placé dans un banc d'essai spécifique et le banc doit être nettoyé entre chaque essai : Cette procédure prend de 2 à 5 minutes ce qui impacte directement le temps minimum de réalisation de l'essai t_{min}. Sachant qu'il est nécessaire de réaliser plusieurs essais (au moins trois) pour estimer le taux de structuration, la procédure sera trop longue, rendant ce type d'essai difficilement applicable in situ.

4.6.2.4 Essais de cisaillement rotationnel

Les essais rotationnels consistent à cisailler le matériau par torsion, ils représentent une manière commode et très répandue de mesurer la résistance au cisaillement et donc la contrainte critique τ_{cr}. En effet, le matériau est sollicité en pur cisaillement. Trois types de géométries existent, les cylindres parallèles, la géométrie à ailettes ou *Vane*, enfin les plaques parallèles et la géométrie cône-plaque. Les plaques parallèles et la géométrie cône-plaque utilisées sur les rhéomètres sont peu adaptées en raison de la taille de l'entrefer qui est généralement trop faible par rapport à la taille des grains.

Un phénomène perturbateur courant est le glissement au parois, une solution possible étant d'avoir une surface rugueuse aux parois de l'instrument, comme par exemple à l'aide d'un papier ponce dont la finesse est choisie selon la taille caractéristique des grains. Une seconde solution est de remplacer la géométrie de l'instrument par une géométrie

équivalente permettant d'y ancrer le mortier de manière plus forte qu'avec une surface rugueuse. C'est le principe du scissomètre, où le matériau est ancré entre les ailettes et la surface de cisaillement et le calcul de la contrainte critique sont équivalents à l'essai de cylindres coaxiaux, comme on l'a vu dans la Section 4.5.



FIGURE 4.43 – Rhéomètre à géométrie *Vane* 0.2 Pa - 210 KPa Broofield RST-SST.

Certains rhéomètres (Figure 4.43) possèdent cette géométrie *Vane*. Grâce à leur commande et mesure numérique, ils offrent une grande précision sur une large plage de mesure. C'est pour cette même raison qu'ils peuvent être contrôlés de manière plus sophistiquée, et cela rend possible d'autres méthodes d'identification du seuil limite τ_{cr} que la méthode directe (chargement jusqu'à atteindre la contrainte limite) qui cadre notre étude, tels que la rhéométrie oscillatoire.

4.6.2.5 Essais de cisaillement droit

Les essais de cisaillement droit consistent à cisailler le matériau de manière orthogonale. Ce type d'essai est généralement conduit à l'aide d'une boîte de cisaillement. Ce type d'instrument peut avoir deux formes différentes :

- La première variante (Jenike Cell) se compose de deux demi-boîtes assemblées l'une au dessus de l'autre en laissant une petite ouverture dans l'axe transversal. Cette ouverture définira la zone dans laquelle se formera le plan de cisaillement. Cet essai a été réalisé sur des mortiers classiques et imprimables [116] [89].

- La deuxième variante est une boîte fermée articulée autorisant la rotation des bords verticaux. Le matériau est donc cisaillé dans sa globalité.

La préparation de ces essais requiert une mise en place précise pour remplir sans vides la boîte de cisaillement, assembler et aligner le mécanisme sans salissures, ce qui est peu

adapté à une réalisation in situ et demande un temps de préparation important qui limite la quantité d'essais réalisables et la taille de la fenêtre de mesure.

Une possibilité de développement in situ est la réalisation de cet essai en cisaillement ouvert sur boudin (Section 4.2) qui met en évidence la transition d'un régime plastique à un régime fissurant. La bonne adhérence du mortier aux plateaux est un enjeu clef qui demande un soin particulier, cet essai est sensible au glissement qui peut rendre la mesure difficile.

4.6.2.6 Essais de pénétrométrie

Les essais de pénétrométrie consistent à enfoncer une sonde (aiguille, cône, sphère) dans un échantillon de matériau, à vitesse ou à force constante.

Pour identifier le seuil de cisaillement τ_{cr}, dans le cas d'une sonde suffisamment fine (plaque ou aiguille) on peut faire l'hypothèse qu'une force tangentielle (et donc une contrainte de cisaillement) s'exerce à la surface de la sonde. C'est cette approche qui a été proposée pour revisiter l'essai d'identification du début de prise à l'aiguille Vicat [117] qui consiste à enfoncer à force constante une très fine aiguille (1.13 mm) dans un échantillon. Néanmoins cette méthode n'a pas donné de résultats satisfaisants sur notre mortier imprimable. De manière secondaire, si l'on enregistre l'enfoncement de l'aiguille en fonction du temps par tout moyen (capteur de déplacement, imagerie) cet essai à force contrôlée reste intéressant pour identifier des gradients de propriétés à l'intérieur du matériau, tels que la formation d'une croûte en surface d'un échantillon de mortier imprimable stocké à l'atmosphère ambiante.

Les essais de pénétrométrie rapide utilisés sur le béton projeté reposent sur le même principe [117], la pointe est plus épaisse, l'essai est réalisé manuellement [127] ou de manière automatisée [115] à vitesse élevée, ce qui permet de réaliser rapidement et de répéter facilement la mesure. Ce type d'essai est normalisé (norme BS EN 14488-2) pour évaluer la structuration au très jeune âge de bétons projetés accélérés d'une manière similaire à notre béton imprimable couche par couche [127]. Un inconvénient est que les effets dynamiques peuvent perturber les résultats et réduire la précision.

Enfin d'autres essais de pénétrométrie réalisés à vitesse très lente ont été proposés pour caractériser la structuration. Contrairement à la pénétrométrie rapide, l'avantage est qu'ici le matériau est sollicité en conditions quasi-statiques. Le principe est de forcer le déplacement d'une sonde à l'intérieur d'un échantillon de matériau et de mesurer la force nécessaire, la sonde peut avoir une forme de sphère [76] [128], de cône [100] ou de plaque [129] en enfoncement ou extraction. Pour la sphère et le cône les zones sollicitées ne sont

pas sur la surface de l'indenteur mais projetée légèrement en avant et autour. Ainsi lors de l'enfoncement, la sonde est mise en contact continuellement avec de nouvelles régions de matériau vierges ce qui permet une caractérisation de la structuration en continu, au fur et à mesure de l'enfoncement. Ce n'est pas le cas avec une plaque, car la zone cisaillée est la surface de la plaque qui s'endommage elle au premier écoulement, et ne permet donc qu'une seule mesure.

4.6.3 Conclusion

Essai	t_{min}	τ_{max} (Pa)	Critère définissant τ_{max}
Minicône	+	1940	Poids propre du pâton
Cône d'Abrams	+	3891	Poids propre du pâton
Squeeze test	++	-	Consolidation
Scissomètre	-	>100 000	Instrument
Rhéomètre vane	+	>100 000	Instrument
Boîte de cisaillement	++	>100 000	Instrument
Pénétrométrie rapide	-	>100 000	Instrument
Pénétrométrie lente	+++	>100 000	Instrument

TABLE 4.6 – Tableau résumant les paramètres de fenêtre de mesure t_{min} et τ_{max} pour chaque type d'essai unitaire.

Dans cette Section nous avons passé en revue les principaux essais directs de mesure du seuil d'écoulement τ_{cr} existants pour les mortiers imprimables. Ceux-ci ont été classés selon le mode de sollicitation qu'ils induisaient dans la pâte et analysés par rapport à notre problématique de mesure en série et d'identification de la structuration. Nous avons ainsi remarqué qu'ils pouvaient être plus ou moins adaptés à cette application, selon le temps nécessaire pour réaliser l'essai (le paramètre t_{min} de la fenêtre mesure défini dans la Section 4.4), le seuil maximal mesurable τ_{max} et le critère qui le limite. Ces paramètres sont résumés pour chaque essai dans le Tableau 4.6.

Comme nous l'avons vu dans la Section 4.4 les essais au minicône et au cône d'Abrams bénéficient d'un temps d'exécution relativement faible mais sont limités par le poids propre du pâton qui n'offre qu'une plage de mesure réduite.

Le *squeeze test* nécessite une préparation plus minutieuse et plus longue qui pourrait certainement être optimisée. Le principal problème est que la mesure du seuil est limitée par les effets de consolidation qui peuvent rendre les résultats difficiles à exploiter, en particulier dans le cas d'éprouvettes de matériau accéléré et de forme peu élancée comme nous avons pu le montrer.

Les essais au scissomètre peuvent être facilement réalisés en série grâce à un faible temps d'exécution t_{min} et donnent des résultats satisfaisants (Sous-Section 4.4.2). Les essais

au rhéomètre à géométrie *Vane* suivent le même principe mais sont commandés numériquement, ce qui améliore certainement la précision. Ce sont cependant des outils de laboratoire moins adaptés à une utilisation in situ.

La boîte de cisaillement nécessite un temps de préparation particulièrement long qui rend difficile sa réalisation en série.

La pénétrométrie rapide réalisée avec un appareil portatif bénéficie des mêmes avantages que le scissomètre, soit un temps de réalisation rapide. L'influence des effets dynamiques sur cet instrument reste une question ouverte.

Enfin les essais de pénétrométrie lente nécessitent un temps d'exécution long en raison du chargement élastique du matériau qui précède l'atteinte de la contrainte critique de cisaillement τ_{cr} dans l'échantillon, ce qui peut durer une dizaine de minutes pour les plus petites vitesses (v = 0.005 mm/s). Ici encore des optimisations du protocole telles que l'application d'une précharge à vitesse rapide dans le domaine élastique suivi d'un chargement lent réduira certainement cette durée. Cette mesure pourrait avantageusement être réalisée en série en mode extraction : on remplit un contenant intégrant déjà l'indenteur, une plaque par exemple, et on extrait à un temps donné pour une unique mesure ponctuelle du seuil car la zone cisaillée est la surface de la plaque qui s'endommage on l'a dit au premier écoulement. On évite ainsi la phase de chargement élastique trop longue pour notre besoin. Nous avons réalisé quelques essais dans ce sens qui n'ont pas donné satisfaction mais cette méthode mériterait certainement qu'on s'y attarde davantage.

4.7 Mesure continue par pénétrométrie lente

Afin de comparer les résultats obtenus avec le scissomètre et l'indentation, des essais de pénétrométrie lente ont été réalisés sur des matériaux de référence (pâtes d'argile et de ciment) et un mortier d'impression 3D Lafarge NAG3. Ce type d'essai on l'a vu plus haut consiste à enfoncer continûment une sonde (généralement un cône, une plaque ou une sphère) dans le matériau à une vitesse lente, en mesurant la force nécessaire pour déplacer la sonde. Il est utilisé dans de nombreux domaines industriels pour caractériser le comportement de fluides viscoplastiques [130], dont les bétons traditionnels. Son usage s'est récemment étendu aux matériaux d'impression 3D [128] [131]. Nous reprenons ici le dispositif et la méthodologie proposés par *Reiter* [131], spécialement étudiée pour l'impression 3D, en l'adaptant pour la mesure au très jeune âge.

4.7.0.1 Matériaux et méthodes

Matériaux On utilisera deux matériaux de référence formulés à partir de poudres simples (ciment et kaolin) et un prémix de mortier d'impression 3D Lafarge NAG3. Les dosages, ainsi que les valeurs initiales du seuil de cisaillement τ_0 de chaque matériau et moyens de mesure respectifs sont indiqués dans le Tableau 4.7. Les matériaux sont préparés dans un malaxeur Hobart N50. L'eau de gâchage est versée en un filet d'eau régulier pendant environ 30 secondes dans la poudre malaxée. Pour le mix 3, un superplastifiant Lafarge F9 est dilué à cette eau avant son incorporation. le mix 1 est malaxé 2 min à 140 rpm puis 3 min à 280 rpm, le mix 3 durant 6 min à 140 rpm. A la suite du mélange, un essai d'étalement au minicône ou un slugs-test est réalisé pour obtenir une mesure du seuil initial τ_0 de comparaison.



FIGURE 4.44 – Photographie du dispositif d'essai de pénétrométrie lente sur pâtes simples (capacité 50N).

Protocole

Dispositif d'essai sur pâtes simples Les essais ont été premièrement réalisés sur des pâtes d'argile et de ciment en déplacement contrôlé (v = 0.005mm/s) à l'aide d'un banc d'essai universel Instron. Une sonde conique, fabriquée par impression 3D de plastique PLA, est rattachée à un dynamomètre Mecmesin AFG 25N fixé sur le plateau haut du banc, la gamme de mesure de ce capteur ayant été dimensionnée pour l'étude des propriétés au très jeune âge de pâtes simples avec une bonne précision. Le plateau bas mobile supporte un récipient cylindrique du matériau caractérisé, de dimensions suffisamment grandes (ø130 mm, hauteur 210 mm) pour minimiser l'influence des effets de bord [131].

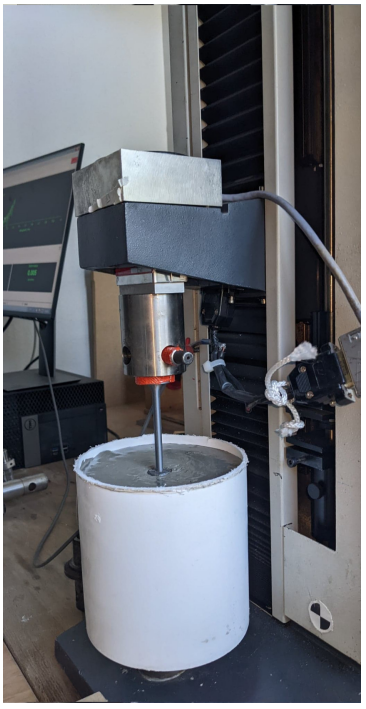


FIGURE 4.45 – Photographie du dispositif d'essai de pénétrométrie lente sur mortiers d'impression 3D (capacité 2kN).

N.	**Type de poudre**	M_{SP} **(g)**	M_{eau} **(g)**	M_{poudre} **(g)**	**E/P**	τ_0 **(Pa)**	**Mesure** τ_0
1	Ciment CEM I 52.5 R	-	875	2500	0.35	1107	Minicône
2	Kaolin	-	1450	2000	0.725	1189	Slugs-test
3	Mortier Lafarge NAG3	9.1	245	2500	0.10	843	Minicône

TABLE 4.7 – Dosage des formulations de référence pour l'essai de pénétrométrie.

Dispositif d'essai sur mortiers d'impression 3D Dans un second temps, pour étudier le comportement d'un mortier d'impression 3D (Lafarge NAG3) plus résistant à l'indentation, un montage similaire a été réalisé sur un banc d'essai Instron avec une cellule de force de plus grande capacité (2kN). Contrairement à l'essai précédent, ici le récipient de matériau est fixe et l'aiguille fixée sur le plateau mobile. Les autres paramètres (récipient, indenteur, vitesse) restent identiques.

Protocole

- Insertion complète du cône dans le matériau à 1 mm/s
- Le pot est légèrement vibré manuellement, jusqu'à disparition de la force résiduelle
- Démarrage de la mesure de force et de l'indentation à 0.001 mm/s, on note l'âge de la pâte depuis le mélange.

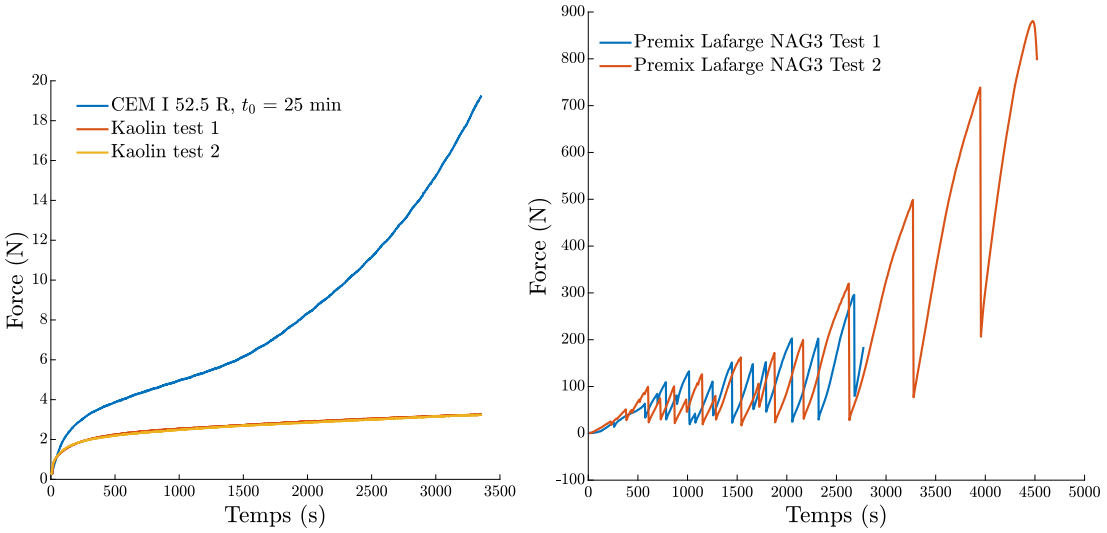


FIGURE 4.46 – Mesures brutes obtenues lors d'essais de pénétrométrie lente (v = 0.005 mm/s) sur kaolin et pâte de ciment (gauche) et sur prémix d'impression 3D non accéléré (droite)

4.7.0.2 Résultats

Essais sur pâtes simples La Figure 4.46 met en évidence la différence de comportement entre la pâte de Kaolin et le ciment. Pour le kaolin, à la suite d'une courte phase de montée qui correspond à la mise en place, la force se stabilise en un plateau très légèrement croissant. Cette augmentation est certainement dûe à l'enfoncement du cône et à une évolution très lente des propriétés, dûe au séchage. Cet effet sera corrigé par la prise en compte de la surcharge dûe à l'enfoncement lors du calcul du seuil de cisaillement. La pâte de ciment, après la mise en place, présente une évolution en deux phases : linéaire entre 500-1500 secondes depuis le début de l'essai, puis exponentielle. Cette transition est typique de la fin de la période dormante.

Calcul du seuil de cisaillement et du taux de structuration A_{thix} Afin de remonter au seuil de cisaillement τ_{cr}, nous reprenons le cadre théorique proposé par *Reiter* [131], inspiré de la mécanique des sols :

$$\tau = \frac{F}{N_c S} - \rho g d \tag{4.28}$$

Le premier terme représente la contrainte apparente de résistance à la pénétration, où F est la force de pénétration mesurée en N, S la section du cône en m^2, N_c un facteur adimensionnel de capacité portante (identifié comme égal à 9 dans le cas d'une sonde conique telle que celle que nous utilisons). Le second terme soustrait $\rho g d$ représente la

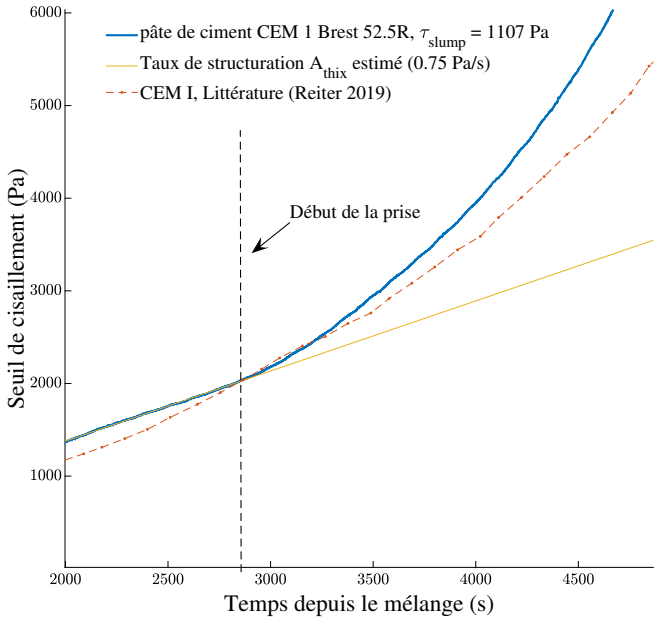


FIGURE 4.47 – Comparaison de l'essai de pénétrométrie effectué sur une pâte de ciment et la littérature et estimation du taux de structuration A_{thix}.

surcharge dûe au matériau déplacé, où ρ est la densité du matériau, g l'accélération de la gravité et d la profondeur d'enfoncement.

On identifie ensuite le taux de structuration A_{thix} en ajustant un modèle de régression linéaire sur les mesures comprises entre la phase de mise en place initiale et la fin de la période dormante (voir Figure 4.47). L'axe des ordonnées représente ici le temps depuis le mélange du mortier, qui sert généralement de référence pour identifier la fin de la période dormante. Elle arrive ici particulièrement tôt (50 min), ce qui est un résultat cohérent, le ciment utilisé étant à prise rapide.

Conclusion Les mesures de pénétrométrie effectuées avec la méthode présentée ici sur des pâtes simples donnent des résultats cohérents avec la littérature (voir Figure 4.47) et permet bien d'identifier le seuil de cisaillement du matériau et son évolution. La particularité est que nous introduisons ici l'utilisation d'un capteur dimensionné de manière adaptée à l'identification du taux de structuration A_{thix} d'une pâte de ciment au très jeune âge.

Essai sur mortier d'impression 3D, avec et sans accélérant En comparaison avec les essais sur la pâte de ciment (Figure 4.46), on constate que la force augmente plus vite, globalement en deux phases linéaire et exponentielle, mais une différence remarquable est que la force chute par intermittence. Cette tendance, ainsi que les observations directes durant l'essai, nous amènent à associer cet effet à un enfoncement par à-coups

du cône dans le matériau. Dans le cas de milieux granulaires simples, Il a été montré que l'apparition de ce type de phénomène est lié à la localisation de l'écoulement dans des régions particulières (bandes de cisaillement) du matériau. Ce phénomène est d'autant plus marqué que la compacité du milieu est élevée [132]. Les mortiers ultra-haute performance d'impression 3D du type que nous utilisons sont également très compacts, car formulés avec des particules fines (fumées de silice, cendres volantes...) permettant d'atteindre de bien plus grandes compacités qu'une pâte de ciment ou de kaolin.

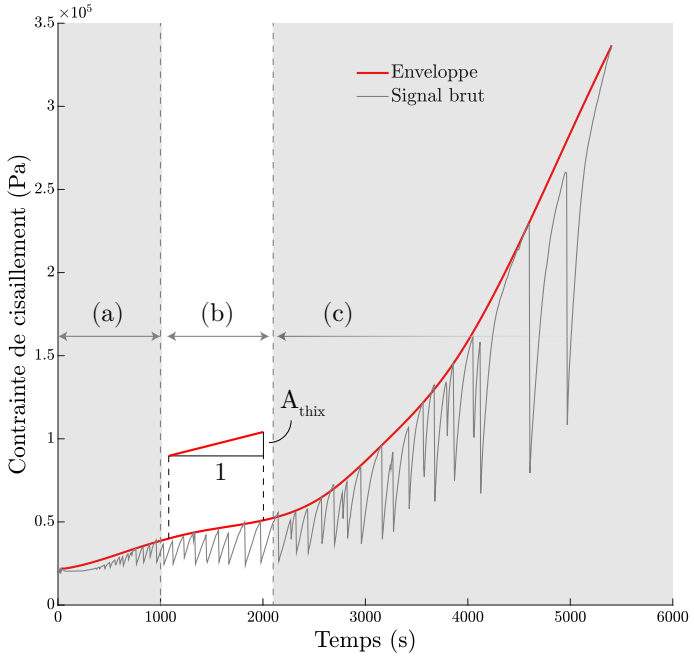


FIGURE 4.48 – Traitement des données d'un signal avec pics de force. (a) Phase de mise en place et de pré-chargement élastique, (b) Chargement en régime plastique, valable pour le calcul du paramètre A_{thix} (c) Fin de la période dormante.

Traitement des données sur mortier d'impression 3D Si des pics de force sont observés, il est nécessaire de traiter les données pour calculer correctement le paramètre A_{thix}. La Figure 4.48 présente un exemple. Les pics du signal brut représentent les instants où le seuil de cisaillement est dépassé, et sont suivis d'une décharge et d'un rechargement élastique de la structure interne du milieu. On cherche donc à obtenir l'enveloppe haute du signal, qui est représentative de l'évolution du seuil de cisaillement. La fonction enveloppe(x, 'peak') du logiciel MATLAB est utilisée ici, et consiste à interpoler une fonction spline entre des maximums locaux du signal détectés dans une fenêtre d'échantillons. La taille de la fenêtre d'interpolation est choisie itérativement par inspection visuelle du signal d'enveloppe ainsi obtenu. Le paramètre A_{thix} est ensuite calculé comme décrit précédemment.

4.8 Mesures comparatives scissomètre-pénétromètre

Dans cette Section nous réalisons des mesures comparatives du seuil de cisaillement et de la structuration au scissomètre et au pénétromètre. Par souci de simplicité ces mesures seront réalisées sur paillasse. Il y a plusieurs raisons pour lesquelles ces mesures comparatives sont utiles.

Tout d'abord, les deux instruments sollicitent le matériau de manière différente. Le scissomètre cisaille le matériau par torsion sans le comprimer, tandis que le pénétromètre comprime et cisaille simultanément le matériau : il le poinçonne.

Si le matériau testé respecte un critère Von Mises, le seuil calculé à partir des deux essais devraient être équivalents : en connaissance de tout type de chargement nous pouvons définir la contrainte de cisaillement équivalente à la rupture. Néanmoins s'il respecte un critère Mohr-Coulomb alors que l'on fait l'hypothèse d'un Von Mises, la résistance au cisaillement apparente mesurée sera certainement surestimée. Dans ce cas les résultats ne seront donc pas forcément comparables. Néanmoins, nous l'avons vu précédemment le matériau peut passer d'un état à l'autre au cours de la structuration. Ainsi si l'on réalise les deux mesures sur la même plage de temps et que l'on détecte une divergence entre le scissomètre et le pénétromètre, cela peut être expliqué par une transition du matériau vers un comportement plastique à critère Mohr-Coulomb. Par cet essai croisé on identifierait donc non seulement le seuil, taux de structuration du mortier mais également le temps de transition Von Mises-Mohr Coulomb.

Deuxièmement, les deux essais ne sont pas exactement réalisables sur les mêmes plages de temps. Le scissomètre est plutôt adapté au début du très jeune âge tandis que la mesure au pénétromètre n'est effective qu'au bout d'une dizaine de minutes, selon la déformabilité du matériau. Une fois démarré, l'essai au pénétromètre peut durer jusqu'à la fin de la période dormante voire au-delà. Les deux mesures se chevauchent et se complètent donc, leur réalisation en parallèle sur un mortier imprimable accéléré nous donnera une vue plus globale de l'effet de l'additif accélérant sur la structuration au très jeune âge.

Nous allons tout d'abord comparer des mesures de seuil réalisées avec l'un ou l'autre instrument sur des suspensions kaolin-sable. Contrairement au mortier imprimable ces fluides à seuil ne structurent pas. Nous allons donc simplement y mesurer un seuil de cisaillement, qui n'évoluera pas dans le temps. Nous réaliserons ensuite les mesures comparatives sur du mortier imprimable afin d'identifier et comparer A_{thix} et τ_0, sur paillasse et in situ.

4.8.1 Mesures comparatives sur des pâtes kaolin-sable

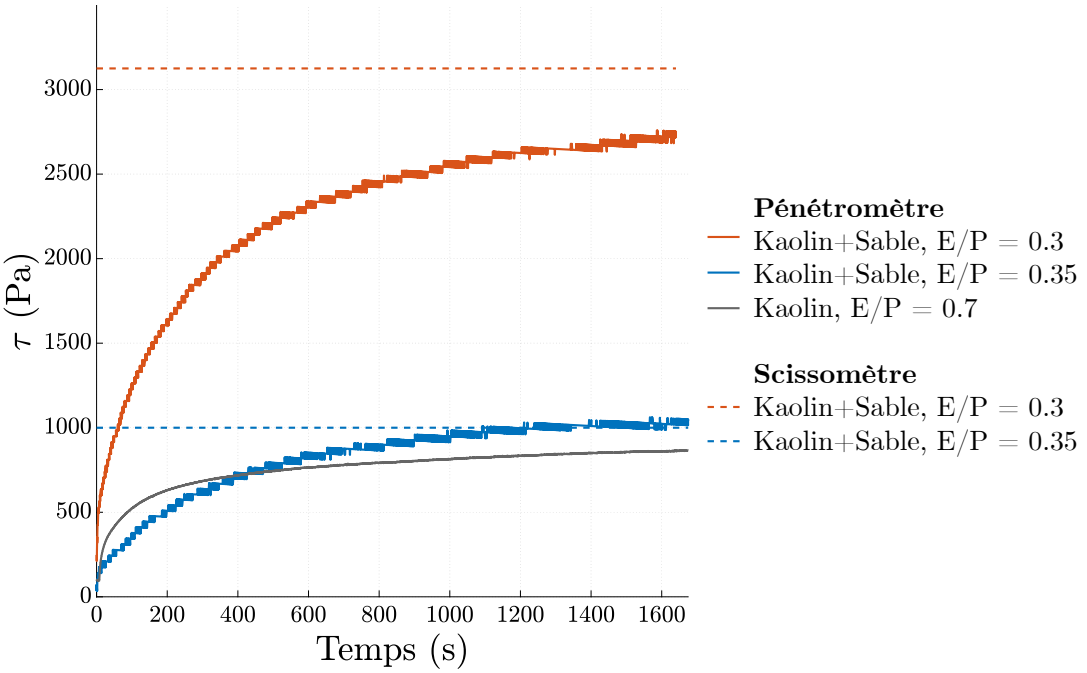


FIGURE 4.49 – Graphe temps-seuil des essais de pénétrométrie et de scissométrie comparatifs sur les mélanges kaolin-sable.

La Figure 4.49 illustre les résultats de mesures comparatives entre le scissomètre et le pénétromètre sur deux pâtes de kaolin-sable avec différents dosages en eau. Leurs résistances au cisaillement τ calculées tout au long de l'essai de pénétration d'après l'Equation 4.28 sont représentées par les courbes en trait continu, bleue ou rouge selon le dosage en eau. La courbe de l'essai réalisé précédemment sur une pâte de kaolin pur est également représentée en gris pour comparaison. La valeur moyenne de résistance au cisaillement τ_{cr} mesurée au scissomètre est représentée par une ligne horizontale en trait pointillé, de même bleue ou rouge selon le dosage en eau.

La courbe de pénétrométrie de la pâte kaolin-sable formulée avec un rapport Eau/Poudre de 0.3 suit une tendance croissante similaire à celle de la pâte plus diluée (rapport E/P de 0.35), avec une pente plus prononcée, ce qui est attendu et bien rendu par le pénétromètre. L'aspect crénelé des courbes est dû à l'utilisation d'un capteur de force de plus faible résolution que l'essai sur kaolin pur. Comme pour le kaolin pur vu précédemment et réillustré ici, on observe une courte phase de chargement rapide qui correspond à la mise en place de l'essai, c'est à dire au chargement élastique du matériau avant le dépassement de la contrainte de plasticité. Pour les pâtes de kaolin+sable la courbe reste aussi légèrement croissante après la période de chargement rapide, mais de manière plus marquée. Cela est certainement dû à la nature granulaire du sable ajouté à la formulation. En effet, le comportement de fluide à seuil du kaolin est dû à des interactions colloïdales « molles » entre des grains très fins. Les grains de sable beaucoup plus grands peuvent

glisser les uns par rapports aux autres comme le kaolin mais également se coincer ou frotter, en particulier en compression.

Pour les deux dosages, on observe également que les valeurs obtenues par pénétrométrie sont proches des résultats de l'essai au scissomètre après la phase de mise en place. Ces essais de scissométrie différencient donc également bien les dosages utilisés lors de l'expérience et sont, en valeur absolue, comparables au pénétromètre. Les différences observées entre les deux méthodes sont certainement en partie dûes aux effets granulaires et de compression que nous avons évoqué, qui ne concernent pas l'essai au scissomètre sollicitant le matériau en cisaillement pur. Il est à noter en faveur du scissomètre l'instantanéité de la mesure. Il faut avec le pénétromètre 15 à 20 minutes pour obtenir une valeur convergée sur la pâte la plus seuillée, ce qui n'est pas vraiment compatible avec la mesure in situ recherchée. Pour le mélange le moins seuillé la convergence n'est pas encore atteinte après 30'.

4.8.2 Mesures comparatives de paillasse sur mortier imprimable

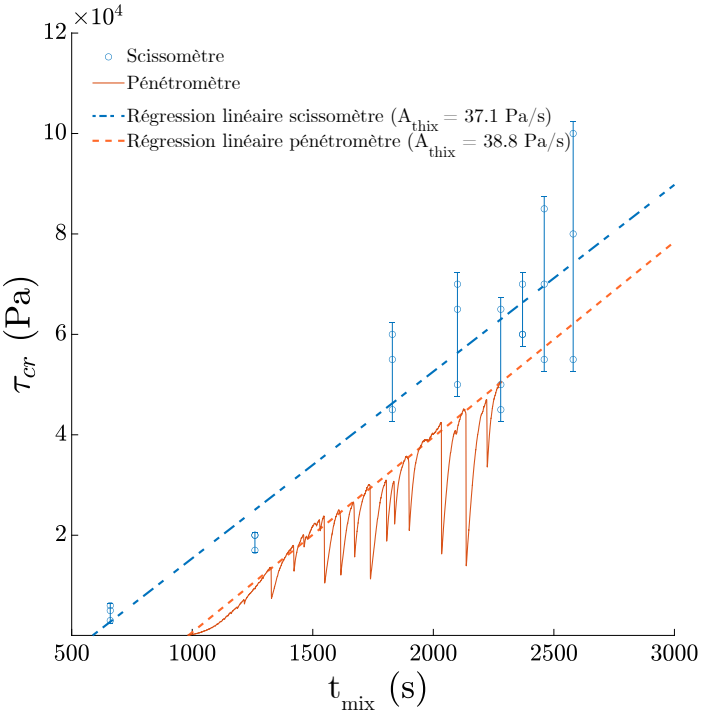


FIGURE 4.50 – Graphe temps-seuil des essais de pénétrométrie et de scissométrie comparatifs (accélérant dosé à 6mL/kg).

Après avoir étudié la mesure du seuil de pâtes à base de kaolin qui ne structurent pas avec le temps, intéressons-nous maintenant à la mesure du taux de structuration de mortiers imprimables avec les deux méthodes. La Figure 4.50 illustre les résultats de mesures comparatives de paillasse au scissomètre et au pénétromètre réalisées sur un mortier

imprimable accéléré à 6mL/kg. Afin d'avoir une échelle de temps t_{mix} commune aux deux essais, nous prenons ici comme origine de temps le début de la gâchée. Les mesures sérielles réalisées au scissomètre à différents âges sont représentées par les points. La mesure par pénétrométrie, effectuée en parallèle et démarrée plus tardivement que les essais au scissomètre (à partir de 1000s) est représentée par la courbe en trait continu.

Les deux types d'essais captent bien une évolution du seuil de cisaillement τ_{cr} linéaire et croissante au très jeune âge. En valeur absolue le seuil mesuré au scissomètre est plus élevé, le taux de structuration A_{thix} capté par les deux essais est similaire.

La mesure au scissomètre comporte ici des artefacts qu'il est important d'évoquer. On a pu remarquer en inspectant visuellement le matériau testé qu'il était très hétérogène. Cela peut s'expliquer par le fait qu'une grande quantité de matériau ait été préparée. Cela était nécessaire pour réaliser les deux essais à la fois. En raison du grand volume et de la faible vitesse de mélange, il était plus difficile de disperser l'additif accélérant de manière homogène avant qu'il commence à réagir avec le mortier.

Cette hétérogénéité est confirmée par une forte dispersion inhabituelle des mesures au scissomètre. En effet ces mesures sont réalisées d'un point à l'autre de l'échantillon de matériau préparé, elles permettent donc de capter des variations de propriétés à l'échelle de tout l'échantillon. Ce n'est pas le cas du pénétromètre, qui réalise la mesure sur une zone plus restreinte. Cet aspect met en lumière l'importance d'une bonne homogénéité du matériau pour viabiliser cette technique de mesure croisée. Sur paillasse, il y a plusieurs pistes d'amélioration : réduire le volume de matériau testé, et/ou modifier le protocole de préparation du mortier en augmentant la vitesse de malaxage du mélangeur lors de l'ajout d'additif. Cette seconde piste aura néanmoins certainement un effet sur le seuil de cisaillement mesuré. En effet, l'énergie de malaxage agit sur la mécanique de défloculation des grains, et donc sur le seuil de cisaillement de la pâte. Plus l'énergie de malaxage est importante, mieux les grains seront dispersés et défloculés et plus faible sera le seuil. Les mesures réalisées à partir d'un matériau plus fortement malaxé ne seront donc pas forcément comparables avec les mesures antérieures.
Notre problématique étant la mesure in situ sur un matériau imprimé et mélangé de manière très différente par l'extrudeur, nous allons dans le paragraphe suivant réitérer les comparaisons scissomètre/indentation directement sur des cordons d'impression.

4.8.3 Mesures comparatives in situ sur mortier imprimable

Dans cette Sous-Section, afin d'être aussi représentatifs que possible du procédé mais aussi d'éviter les problèmes d'homogénéité vus sur paillasse, nous allons réaliser les mesures comparatives en conditions in situ.

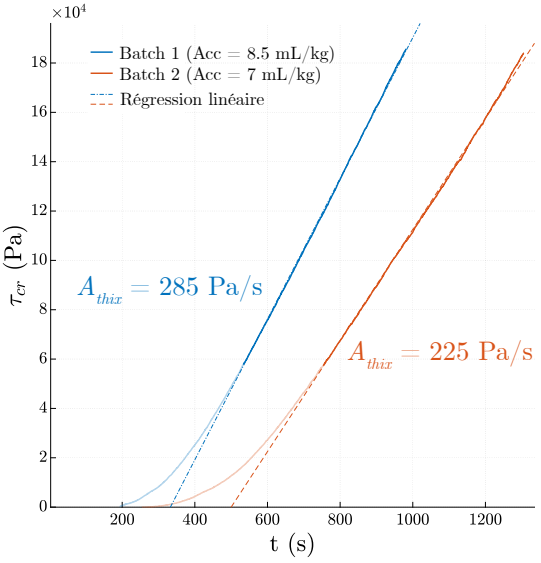


FIGURE 4.51 – Graphes temps-seuil des essais de pénétrométrie in situ réalisés avec deux dosages d'accélérant différents.

Tout d'abord, sur la Figure 4.51 la pénétrométrie nous permet de constater que nous n'avons plus d'effets de pics sur le matériau testé in situ, les courbes obtenues sont lisses et bien linéaires après une courte phase de mise en place (en transparence sur la figure). Cela a certainement à voir avec l'efficacité de la dispersion de l'accélérant et pourrait être expliqué par une formation plus importante et/ou plus homogène d'ettringite qui permet d'amortir les phénomènes granulaires de localisation du cisaillement que nous avons évoqué dans la Section 4.7.

Toujours sur la Figure 4.51, on constate que les taux de structuration mesurés sont particulièrement élevés et bien au dessus de l'ordre de grandeur attendu qui est de 20-60 Pa/s : pour des dosages en accélérant de 7 et 8.5 mL/kg on a un taux de structuration de 225 et 285 Pa/s, respectivement. Cela suggère que le matériau est sensible à la compression provoquée par l'essai, en effet cela n'est pas pris en compte dans notre calcul qui considère un matériau de type argile saturée en eau, à critère de plasticité Von Mises. D'éventuels effets de confinement dûs à la compression peuvent donc augmenter le seuil apparent.

Comparons maintenant l'essai au pénétromètre et au scissomètre, sur le matériau imprimable Lafarge NAG3 et avec un dosage d'accélérant de 7 mL/kg. Les résultats sont illustrés sur la Figure 4.52. Les deux types d'essais ont été réalisés sur deux plages de temps proches et qui se recouvrent afin d'être comparables. En valeur absolue les mesures obtenues au scissomètre et au pénétromètre sont comparables et le taux de structuration mesuré au scissomètre est notablement plus faible.

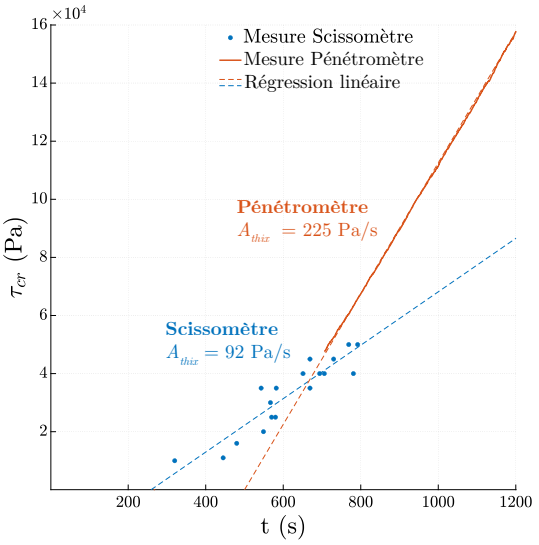


FIGURE 4.52 – Graphes temps-seuil des essais de pénétrométrie et de scissométrie in situ comparatifs réalisés sur le même batch et avec le même dosage d'accélérant (7mL/kg).

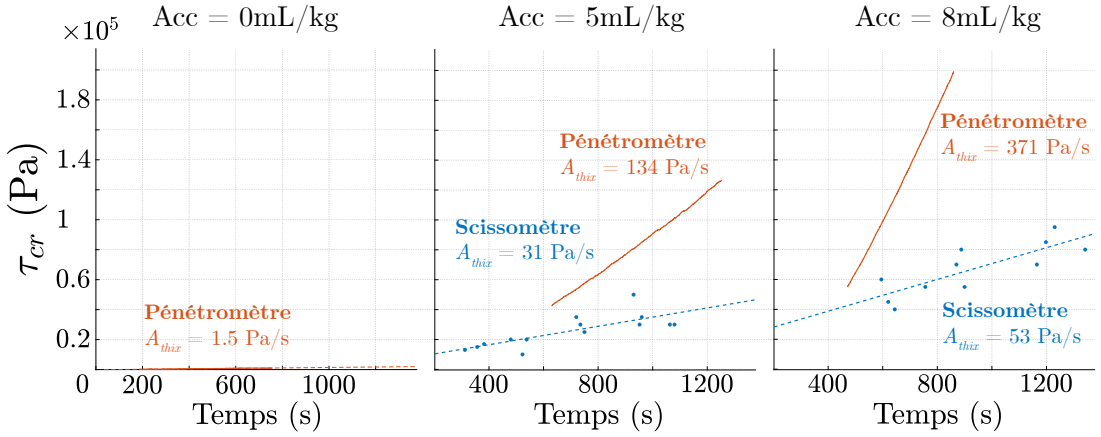


FIGURE 4.53 – Graphes temps-seuil des essais de pénétrométrie et de scissométrie in situ comparatifs réalisés avec deux dosages d'accélérant différents (5 et 8 mL/kg) sur le mix Navier.

Pour des raisons pratiques, nous avons poursuivi l'investigation avec un mortier imprimable différent baptisé Navier dont la composition est décrite dans le Tableau 4.8. L'essai comparatif a été mené sans accélérant puis avec plusieurs dosages d'accélérant différents, 5 mL et 8 mL par kg. Les résultats sont illustrés sur la Figure 4.53 : sans accélérant, la mesure au scissomètre n'a pas pu être réalisée car la consistance initiale du matériau, quasiment autoplaçante et de l'ordre de 50 Pa n'était pas adaptée (le seuil minimum mesurable au scissomètre est de 1000 Pa). Le seuil mesuré au pénétromètre est de 1.5 Pa/s ce qui est dans l'ordre de grandeur attendu (voir Section 4.7). Pour les deux dosages de 5 et 8 mL/kg, les valeurs de seuil obtenues au pénétromètre et au scissomètre sont cohérentes et on constate également que les essais au pénétromètre donnent des taux de

Composant	**Poids (kg) pour 100 kg de poudre**
Ciment CEM I 52.5 R	17.79
Filler calcaire Omya Betoflow D	7.19
Filler calcaire Omya Betocarb HP	7.19
Filler calcaire Omya Betocarb UF	9.79
Sable Sibelco HN 34	24.65
Sable Sibelco HN 0.4/0.8	33.40
Eau	10.29
Superplastifiant PCE Sika	0.48

TABLE 4.8 – Tableau des dosages de la formulation Navier utilisée in situ.

structuration plus grands. Cet effet s'amplifie en augmentant le dosage d'additif accélérant. En effet avec 5mL/kg on mesure un taux de structuration de 31 Pa/s au scissomètre et 134 Pa/s au pénétromètre, celui mesuré au pénétromètre est donc 4.3x plus élevé. Ensuite avec 8mL/kg, on mesure 53 Pa/s au scissomètre et 371 Pa/s au pénétromètre, ce qui est 7x plus élevé.

Ces résultats comparatifs in situ montrent donc bien une certaine divergence des mesures au scissomètre et au pénétromètre qui augmente avec le dosage d'accélérant. Cela est certainement dû à une sensibilité du matériau à la compression.

4.8.4 Conclusion

Dans cette Section nous avons réalisé conjointement des mesures au scissomètre et au pénétromètre. L'objectif était de comparer les mesures de seuil τ_{cr} obtenues sur des pâtes de kaolin-sable, un matériau qui ne structure pas, et le taux de structuration A_{thix} mesuré sur un mortier imprimable sur paillasse et in situ.

Les résultats montrent que les deux méthodes permettent de mesurer de manière comparable le seuil de cisaillement de pâtes de kaolin-sable, et pour le mortier imprimable l'évolution A_{thix} de ce seuil au très jeune âge en conditions de paillasse comme in situ. En conditions in situ, la conduite de l'essai avec différents dosages d'accélérant montre que les deux instruments captent bien l'effet de l'accélérant qui augmente le taux de structuration.

Les mesures effectuées sur le mortier imprimable sur paillasse ont également montré que des hétérogénéités de propriétés dans l'échantillon étudié pouvaient causer des problèmes. En effet cette hétérogénéité n'est pas forcément captée par le pénétromètre qui mesure très localement, Pour le scissomètre, la mesure est effectuée en plusieurs points de l'échantillon et l'hétérogénéité sera visible à travers la dispersion des mesures. La dispersion des mesures au scissomètre peut donc ici nous donner un indicateur de la fiabilité

de la mesure localisée au pénétromètre. En conditions in situ les mesures au scissomètre sont plus homogènes, certainement en raison d'un meilleur mélange de l'accélérant.

Il est aussi intéressant de souligner que sur paillasse, sur la plage de temps étudiée (0-2200s), nous n'observons pas de divergence entre les mesures au pénétromètre et au scissomètre, donc il n'y a pas à priori de changement de critère de plasticité dans ce laps de temps, le matériau conserve un comportement Von Mises. Cela n'est plus le cas en conditions in situ, car le taux de structuration mesuré au pénétromètre est plus élevé qu'au scissomètre et que cette divergence s'amplifie également avec le dosage d'accélérant. L'hypothèse que nous retenons est qu'en étant plus accéléré, la fraction solide du matériau est plus importante et celui-ci passe d'un critère parfaitement plastique à un comportement plastique frottant sensible à la compression générée par le pénétromètre, ce qui nous amène dans ces conditions à surestimer le seuil étant donné que notre calcul ne prend pas cela en compte.

4.9 Conclusion

Dans ce Chapitre nous avons étudié la mesure du taux de structuration d'un mortier imprimable au très jeune âge. Après avoir rappelé les principaux phénomènes rhéologiques à l'oeuvre et les étapes-clés de l'impression 3D bicomposant dans une première partie, les méthodes qui permettent de caractériser cette structuration ont été abordées.

Nous avons introduit les distinctions entre mesure sérielle et continue, ainsi qu'entre une mesure dite « de paillasse » (réalisée en laboratoire) et in situ (avec le dispositif d'impression). Un résultat notable est que les taux de structuration mesurés in situ sont généralement plus élevés, la question de la représentativité d'une mesure de paillasse se pose donc. La caractérisation in situ amène des différences de méthode que nous avons illustré en présentant successivement une mesure de paillasse au cône d'Abrams et une mesure in situ au scissomètre. En analysant des critères liés au matériau et au type d'essai qui permettent ou non une mesure sérielle, nous avons défini une méthode générale d'élaboration de protocoles pour ces mesures. Cette méthode consiste à délimiter une fenêtre temporelle dans laquelle la série d'essais sera réalisée, adaptée au type d'essai et aux propriétés matériau (seuil initial et taux de structuration) attendues.

Grâce à cette méthode, nous avons ensuite pu comparer différents types d'essais par rapport à notre application. Cela a mis en évidence les qualités du scissomètre de poche (rapidité d'exécution, grande plage de mesure) qui est un outil prometteur de caractérisation systématique in situ du matériau imprimé. Nous avons vu quels essais pouvaient se recouper pour la mesure du taux de structuration, ce qui dans l'optique de réaliser des

mesures croisées plus précises, nous a amené à aborder la mesure continue par pénétrométrie lente. La faisabilité de ce type de mesure sur des mortiers accélérés a été étudiée, et nous avons ensuite présenté des résultats comparatifs avec le test sériel au scissomètre. Cette comparaison en conditions in situ suggère que les mesures obtenues avec l'un ou l'autre instrument divergent en augmentant le dosage d'accélérant. Cela est certainement dû à une réponse plastique frottante du matériau, à laquelle le test de pénétrométrie est sensible car le matériau s'y trouve non seulement cisaillé mais aussi comprimé. En effet, l'additif accélérant cause une rapide d'ettringites autour des grains de ciment, ce qui augmente la fraction solide du matériau et favorise ce type de comportement mécanique que l'on peut par ailleurs observer lors d'essais de compression uniaxiale comme le *squeeze test*.

Ces résultats préfigurent des tests en ligne permettant la qualification systématique d'une impression. L'essai sériel au scissomètre permet de mesurer simplement le taux de structuration A_{thix}. Il est simple et rapide à réaliser manuellement en conditions de production : il suffit de récupérer un échantillon de matériau dans un bac et de chronométrer la série d'essais que l'on réalise, en les espaçant d'un délai adéquat au taux de structuration attendu. Il permet également de mesurer l'homogénéité du matériau. Afin d'identifier en plus le temps ouvert, ainsi que la composante frottante du comportement matériau qui joue un rôle dans la stabilité des pièces imprimées, La mesure de pénétrométrie lente pourrait compléter les mesures rapides au scissomètre sur le temps long. Enfin, un point important qui reste à développer pour maîtriser le contrôle qualité des impressions est la mesure de l'évolution de la raideur du matériau. Cet aspect est critique pour la stabilité des pièces imprimées qui peuvent s'effondrer par flambement. Pour ce paramètre, un test de scissomètre sériel « digital » par lequel on obtiendrait une courbe contrainte-déformation serait un bon candidat. On pourrait ainsi effectuer une double mesure (raideur et seuil de cisaillement) tout en conservant un test simple.

Chapitre 5

Conclusion générale et perspectives

Conclusions

Les matériaux cimentaires sont et resteront massivement utilisés pour construire, les prospectives jusqu'en 2050 en attestent (voir l'étude *Prospectives 2035 et 2050 de consommation de matériaux pour la construction neuve et la rénovation énergétique BBC* publiée par l'*ADEME* [133]), et ce malgré des impacts environnementaux importants, la fabrication du ciment contribuant à environ 5% des émissions de CO2 dûes à l'activité humaine [1]. Réduire la consommation de ciment et l'utiliser de manière plus efficace, est donc un enjeu important, et c'est dans ce cadre que se situe notre étude. Depuis une vingtaine d'années de nouvelles technologies, dites de fabrication additive, ont émergé pour la construction en béton. Suite aux travaux fondateurs de *Khoshnevis* [4] et *Pegna* [5], des alternatives potentiellement plus efficaces à la production d'éléments de structures en béton coulés ont été proposées. Ces technologies dites d'impression 3D béton, ont en commun un principe de déposition sélective de matière, à l'aide de machines plus élaborées afin d'obtenir des formes plus optimales, et d'éviter les coffrages qui représentent un déchet de construction très important. Il reste néanmoins nécessaire de savoir renforcer ces éléments, pour qu'ils aient, comme les bétons armés conventionnels, un comportement ductile compatible avec leur utilisation dans des structures.

Le travail présenté ici participe ainsi à la mise au point d'un procédé de renforcement pour l'impression 3D de béton par extrusion. Quatre angles ont été successivement adoptés. Dans le premier Chapitre, après des rappels sur le fonctionnement de l'impression 3D par extrusion, sur le comportement mécanique des bétons et leur renforcement, nous avons essayé de compiler et analyser les méthodes de renforcement existantes. Trois approches idéalisées ont été proposées, selon que l'on s'applique à renforcer le matériau à l'échelle de la structure avec des armatures, à l'échelle du boudin, ou à une échelle caractéristique

du matériau avec des fibres dont la taille est similaire à celle des granulats présents dans le mortier imprimé. Cette séparation orientée selon l'échelle du renfort met en lumière la plus grande efficacité des renforts les plus fins, ainsi que la cohérence entre un renfort fin et la finesse des objets imprimés, généralement surfaciques, dont l'épaisseur des parois est de l'ordre du diamètre de la buse d'impression. Les renforts les plus fins se présentent généralement sous forme de fibres, courtes, ou continues. Les fibres continues donnent généralement de meilleures performances mécaniques dans la direction du renfort, et nécessitent une technologie spécifique pour les intégrer au boudin extrudé. C'est pourquoi nous avons finalement passé en revue les technologies de renforcement par fibrage continu, et enfin fait un focus sur la technologie *Flow-Based Pultrusion* qui est au cœur de cette thèse.

Le deuxième Chapitre du mémoire fut consacré à notre contribution à la mise au point du procédé, dont l'ambition est de fournir une méthode de renforcement continu efficace, ayant le potentiel de renforcer le matériau à des taux relativement élevés (2-10% en volume) et d'obtenir une ductilité adéquate à l'utilisation structurale du béton imprimé. A cette fin, le cahier des charges du procédé a été étoffé en décrivant les effets du taux de renfort sur les paramètres du process (seuil de cisaillement du mortier, pertes de charge). Le dispositif *Flow-Based Pultrusion* a été amélioré pour atteindre un taux de renfort de l'ordre de 5% et imprimer des objets de grande dimension en extrudant jusqu'à 100 m de boudin renforcé. Enfin pour mieux comprendre la physique du processus, l'évolution du seuil de cisaillement du mortier accéléré à l'intérieur de la buse a été mesurée à l'aide de *slugs-tests* en série, ainsi que la force de tirage générée par le flux de mortier sur divers types de fibres fixées à l'intérieur de la buse à l'aide de capteurs de force. Suite à ces expériences, un prototype industriel du dispositif de pultrusion interne a été réalisé, co-conçu avec la société XtreeE. Nous avons également étudié le comportement du cordon extrudé à l'état frais, qui s'apparente à un câble et qui ouvre de nouvelles possibilités de mise en forme.

Le troisième Chapitre traite de la mise au point du matériau obtenu, nommé béton anisotrope, et de ses propriétés à l'état durci. Nous avons travaillé sur un matériau-modèle pour identifier les critères d'obtention d'un matériau ductile et durcissant, puis sur le matériau réel imprimé. Le comportement mécanique en traction et en flexion a été caractérisé à plusieurs échelles, allant du boudin imprimé monocouche jusqu'à une poutre d'1m20 de portée. On a ainsi vu que l'imprégnation et la qualité d'interface, le taux de renfort, la résistance de la matrice sont des paramètres majeurs du comportement mécanique, qui sont similaires à ceux des composites à matrice cimentaire usuels. Pour l'essai de poutre « échelle 1 », nous avons proposé un design de poutre original en forme de T inversé qui montre que le comportement durcissant est conservé à cette échelle,

grâce à la multifissuration du matériau que l'on observe dans la partie tendue de la poutre.

Enfin le dernier Chapitre fut consacré à la mise au point d'une méthode de mesure in-situ du taux de structuration du mortier imprimé au très jeune âge, essentielle pour la maîtrise du procédé. Aucune technique connue, développée pour les mortiers classiques, n'est directement adaptable aux mortiers imprimés. Ceci est dû au fait qu'il faut intervenir in situ pour être certain de tester le matériau issu du process, et que les propriétés évoluent rapidement, rendant compliquée la préparation des échantillons. Ceci est encore plus critique pour les technologies dites bicomposant (2K) où la structuration du béton est fortement accélérée. Il y a là un vrai challenge qui a représenté une grande part de ce travail de thèse. Nous avons rappelé les principaux phénomènes rhéologiques à l'oeuvre et les étapes-clés de l'impression 3D bicomposant dans une première partie, puis comparé les méthodes qui permettent de caractériser cette structuration en introduisant les distinctions entre mesure directe et indirecte, sérielle et continue, ainsi qu'entre une mesure dite « de paillasse » (réalisée en laboratoire) et in situ (avec le dispositif d'impression). Nous avons proposé une méthode pour élaborer des protocoles de mesure sérielle directe, adaptés au type d'essai rhéométrique et aux propriétés matériau (seuil initial et taux de structuration) attendues. La caractérisation in situ a des particularités que nous avons illustré en présentant successivement une mesure de paillasse au cône d'Abrams et une mesure in situ au scissomètre. Nous avons aussi par là pu constater que les taux de structuration mesurés in situ sont généralement plus élevés, ce qui questionne la représentativité des mesures sur paillasse dans le cas où l'on emploie un procédé d'impression de type bicomposant, nécessaire à la mise en oeuvre du procédé *Flow-Based Pultrusion*. La méthode proposée nous a ensuite permis de comparer différents types d'essais par rapport à notre application. Nous avons ainsi mis en évidence l'intérêt du scissomètre de poche comme outil rapide et efficace pour la caractérisation in situ du matériau imprimé. Enfin, des mesures comparatives par pénétrométrie lente ont mis en évidence des divergences avec les résultats obtenus au scissomètre lorsque le dosage d'accélérant augmente, ce qui peut être expliqué par un comportement plastique frottant du matériau. In fine notre proposition méthodologique utilisant un scissomètre de poche s'avère un très bon candidat pour une mesure précise dans un cadre industriel pour assister le contrôle qualité par exemple.

En conclusion nos apports vis à vis de l'état de l'art sont les suivants :

- Mise au point d'un dispositif fonctionnel pour le fibrage continu de pièces de moyenne dimension (jusqu'à 100m de boudin renforcé avec 10 fils).
- Réalisation de plusieurs expériences relatives au tirage des fibres par le fluide extrudé, qui suggèrent une évolution initialement très rapide puis stable du seuil de cisaillement dans la conduite d'extrusion d'un système d'impression bicomposant

(mesure de la force exercée sur des fils immergés dans la conduite, mesure qualitative de l'évolution des propriétés rhéologiques de la pâte à l'aide d'un malaxeur de table et d'un wattmètre, mesure in situ de l'évolution du seuil de cisaillement dans la conduite à l'aide de slugs-tests en série).

— Développement d'un matériau-modèle de boudin imprimé, vérification de l'influence de la résistance de la matrice, de son seuil d'écoulement à l'état frais et du taux de renfort sur les propriétés mécaniques du matériau imprimé durci à l'échelle du boudin.

— Proposition d'un concept de poutre renforcée et vérification expérimentale de sa capacité ductile.

— Proposition d'un essai de mesure in situ du taux de structuration du matériau imprimé pour la fabrication additive par extrusion.

Perspectives

Nous concluons cette discussion sur ce qu'il reste à faire pour intégrer le procédé dans un cadre industriel et réglementaire, un travail qui est poursuivi dans la thèse de Victor De Bono en collaboration avec la société XtreeE.

Développement du contrôle qualité

Premièrement, notons que l'utilisation structurelle du matériau que l'on vise avec son renforcement nécessitera à terme la mise au point d'un contrôle qualité spécifique à l'impression. Plusieurs travaux portent aujourd'hui sur les propriétés du béton imprimé non renforcé à l'état durci, dont quelques uns sur des technologies d'impression bicomposant [134], mettant en lumière l'influence de nombreux paramètres : conditions atmosphériques (température et humidité), cure, géométrie des cordons [73]. Pour le béton renforcé, l'étude des propriétés du matériau durci a été engagé dans le Chapitre 3, à l'échelle du boudin. Grâce à une compréhension globale du procédé et du comportement mécanique des éléments imprimés durcis, renforcés ou non, le lien entre les paramètres d'impression et les performances devront être identifiés. On pourra ainsi à l'aide d'un ensemble de tests en usine garantir les propriétés mécaniques des éléments produits, et réduire les coefficients de sécurité appliqués à leur dimensionnement. En définitive cela permettra de tirer tout le bénéfice des économies de matière permises par la fabrication additive. Le développement d'essais in situ tel que celui à l'aide du scissomètre de poche que nous proposons dans l'avant-dernier Chapitre de ce mémoire, s'inscrit donc dans cette démarche. Il faut maintenant essayer ce test dans d'autres laboratoires, et d'un point de

vue plus industriel, développer son automatisation. Des mesures inline, telles que la mesure de la perte de charge dans le fût d'extrusion comme suggéré dans le Chapitre 2, ou l'inspection par imagerie des boudins imprimés [135], sont aussi à développer pour le contrôle qualité. On notera par ailleurs que des groupes de travail sont aujourd'hui formés au sein d'associations techniques telles que la RILEM, au sujet de l'évaluation des propriétés du matériau imprimé à l'état durci et à l'état frais, pour fédérer le travail de plusieurs laboratoires et aboutir à la proposition de pré-normes d'ici quelques années.

Développement du dispositif

En ce qui concerne le dispositif de fibrage, le travail que nous avons poursuivi à partir de la thèse de Nicolas Ducoulombier ouvre plusieurs perspectives d'approfondissement. Pour confronter les hypothèses que nous avons proposées pour la perte de charge (Chapitre 2), une étude expérimentale de celle-ci pourrait maintenant être réalisée. Nous avons à cette fin testé quelques solutions techniques, et de premiers essais préliminaires en utilisant des capteurs de pression dits affleurants sont prometteurs, ceux-ci étant déjà suffisamment sensibles pour capter la perte de charge à l'intérieur de la buse lors de l'impression de matériau non renforcé. Pour une utilisation industrielle, il est également important de simplifier la préparation et la mise en route du procédé, de le rendre plus robuste face à tout problème technique au niveau de la buse ou ailleurs dans le système. Le travail sur le prototype présenté dans le Chapitre 2 se poursuit donc pour faciliter son installation/désinstallation, ainsi que l'insertion des fibres « à chaud » sur la tête d'impression, en testant notamment d'autres méthodes d'insertion plus agiles. Dans un second temps, un travail spécifique visant l'automatisation pourrait porter sur les tâches de routage, d'insertion et de découpe des fibres, qui sont aujourd'hui réalisées manuellement. Enfin, il reste un point à mieux documenter sur la répartition des fibres dans les boudins imprimés, en particulier lorsque ceux ci prennent une trajectoire courbe. les premières observations montrent une répartition assez homogène, mais l'installation de capteurs pour mesurer la longueur de fibre déroulée, pourrait permettre de mieux comprendre comment les fibres se positionnent dans la section. L'utilisation de techniques d'imagerie (tomographie par exemple [21]) sur des échantillons imprimés pourrait être une solution pour observer directement cette répartition. Si la répartition est trop inégale, un dispositif de septième axe sur le robot, permettant de contrôler l'orientation du boudin, pourrait s'avérer nécessaire pour assurer un bon placement des fibres.

Ensuite, afin de réaliser de plus grandes pièces renforcées, le développement technologique du routage des fibres est à poursuivre. La capacité du dispositif actuel est limitée par l'encombrement des bobines qui sont directement embarquées sur la buse. Des solutions alternatives sont à envisager en s'inspirant des dispositifs existants dans l'industrie des

composites, par exemple le placement de fibre robotisé où les bobines sont généralement situées en retrait sur le bras robot ou ailleurs dans l'atelier [136]. Pour notre procédé où le mortier extrudé tire les fibres, on l'a vu dans les Chapitres 1 et 2 nous devrons bien sûr conserver une approche de conception qui consiste à limiter un maximum les frottements. Si ceux là s'avèrent trop importants, l'intégration de servomoteurs pour assister le tirage des fibres ou garantir un « mou » en permanence, pourrait être envisagé. Après calibration, de tels servomoteurs (un par fibre) fonctionneraient de manière autonome pour simplement limiter la résistance au tirage, qui reste « pilotée » par le flux de mortier. L'augmentation du niveau de complexité doit cependant rester acceptable et garantir un dispositif robuste dans un environnement de travail difficile (poussières, projections).

Développement des applications

Concernant les applications de la technologie, le prototype de poutre de 1.2m présenté dans le Chapitre 3 est une première étape vers la fabrication de grands composants, qui pourra aboutir à la fabrication d'un objet architectural. Le développement futur d'un prototype industriel de fibrage capable de réaliser des pièces de très grande taille constituera alors une brique indispensable pour aborder les problématiques de la construction de structures en béton anisotrope. On pourra par exemple réaliser des treillis 2D ou 3D [9], voire des pièces multicouches ou stratifiées ce qui amènera probablement à étudier des phénomènes spécifiques à cette échelle comme les propriétés d'interface entre couches et les phénomènes de délaminage. On pourra également qualifier le fonctionnement non seulement des composants structurels eux mêmes comme nous avons commencé à le faire avec une poutre simple, mais aussi élaborer des systèmes constructifs complets dont on étudiera le fonctionnement à plusieurs échelles : comportement de structure global (portiques, planchers, grilles de poutres, panneaux...), conception et essai d'assemblages. On peut déjà entrevoir plusieurs spécificités de la mise en oeuvre de telles structures allégées : l'isolation phonique n'est plus forcément assurée par la seule structure (ce rôle étant habituellement dévolu à la masse du béton armé) et le comportement dynamique doit aussi être vérifié, l'allègement pouvant rendre la structure sensible à une mise en résonance et être source de fatigue prématurée. Dans cette optique d'allègement, on pourra aussi continuer à améliorer les performances mécaniques du matériau comme vu dans le Chapitre 3, pour en utiliser moins. Un travail important sur la formulation d'une matrice cimentaire adaptée et sur-mesure, qui plus est bas carbone, a été initié dans la thèse de Victor De Bono et permettra certainement d'aller plus loin dans la maîtrise des propriétés mécaniques du matériau durci. Enfin l'utilisation d'autres types de fibre au comportement plastique, tels que des fils multibrins métalliques ou polymères par exemple, pourrait être testé et comparé.

Il est aussi notable que des dispositifs d'impression plus simples, comportant moins de fibres ou ayant une capacité d'emport plus faible, pourraient aussi être imaginés pour s'adapter à des applications plus ciblées [36] [19]. Par exemple, le renforcement de moules de coffrage imprimés destinés à être remplis de béton coulé, qui subissent des contraintes particulières (telles que la poussée hydrostatique lors du coulage, puis des contraintes thermiques dûes à l'hydratation [137]) pouvant entraîner des fissures. De même, le procédé de renforcement peut s'appliquer spécifiquement pour répondre aux contraintes de tenue du matériau à l'état frais, dans les cas où l'on imprime des formes à double courbure inverse dans laquelle le matériau peut être contraint en traction (corolles...) ce qui peut générer des fissures à l'état frais, ou plus généralement pour protéger les pièces réalisées d'éventuelles fissures de retrait. Aussi, comme nous l'avions vu dans le Chapitre 2, un fibrage très léger avec une ou quelques fibres suffit pour mettre en forme le boudin comme un câble, à partir duquel on peut imaginer la fabrication d'éléments à double courbure positive sans moule qui pourraient servir à la réalisation de coques.
Toutes ces idées sont bien évidemment à évaluer plus précisément, mais elles ouvrent considérablement le champ du possible de la construction béton en proposant des nouvelles façons de construire qui peuvent aider à faire face aux enjeux considérables qui attendent le secteur dans les prochaines décennies, et notamment en aidant à l'industrialisation via la robotisation et la fabrication hors-site.

Table des figures

1 Schéma illustrant les étapes générales et les objets associés à chaque étape d'un procédé d'impression 3D de béton par extrusion. 4

1.1 Exemples d'objets réalisés en impression 3D béton par extrusion au Build'In Lab de l'Ecole des Ponts ParisTech, dont un dôme et une arche imprimées sans support [10]. 7
1.2 Photographie du dépôt de boudin lors de l'impression et courbe de chargement associée au dépôt de plusieurs couches successives [19]. 10
1.3 Schéma illustrant la nécessité d'orienter le boudin imprimé dans le plan s'il est rectangulaire afin d'éviter toute torsion [26]. 11
1.4 Photographie du système d'impression monocomposant de l'université technique d'Eindhoven et détail de la buse d'impression. 12
1.5 Dessin général du système d'impression bicomposant du Build'In Lab (Ecole des Ponts ParisTech) fourni par la société XtreeE. 13
1.6 Courbe contrainte-déformation typique lors d'essais de compression (a) ou de traction (b) uniaxiale et phases de fissuration associées. Figures reproduites d'après [30]. 16
1.7 Schéma de la distribution des contraintes lors d'une ouverture de fissure en traction (à gauche) et phénomène de pontage qui permet la transmission des contraintes et de limiter leur concentration à l'aide d'un renfort (à droite). 18
1.8 Gauche : Multifissuration d'une pâte de ciment renforcée à l'aide de fibres de carbone (Figure reproduite d'après [13]), droite : Courbe contrainte-déformation d'un béton fibré multifissurant de type ECC et d'un béton non renforcé. La largeur de fissure est également indiquée pour le béton fibré (Figure reproduite d'après [34]). 18
1.9 Vues en coupe de boudins avec le même taux de renfort, mais avec des éléments de renfort de diamètre ϕ différents. La surface spécifique du renfort, c'est à dire l'aire de contact S entre le renfort et le mortier augmente avec la baisse du diamètre. Tiré de [36] 19
1.10 Plancher en béton allégé grâce à l'impression de coffrages permanents en béton. Gauche : Vue de la face supérieure du plancher avant le coulage, mettant en évidence les armatures de renfort, Droite : vue de la sous-face du plancher et des évidements. [37] 20
1.11 Prototype de poutre de 3m de long à coffrages imprimés en béton [38]. . . 21
1.12 Poutre renforcée extérieurement par des barres métalliques [40]. 22
1.13 Schéma de la stratégie de renforcement par ajout de vis entre les couches et courbes force-déplacement en essai de flexion multicouche mettant en évidence une amélioration de la ductilité par le renforcement. 22

1.14 Stratégies de renforcement par ajout de clous ou de vis entre les couches. [42] . . . 23
1.15 Impression sur textile 2D (gauche), Esquisse d'un procédé de renforcement par dépôt d'un textile 3D entre les couches [44] (centre) et dépôt d'un grillage dans la direction transverse [45] (droite). . . . 24
1.16 Schéma du procédé LabMorTex. . . . 24
1.17 Système d'entrainement de renfort motorisé développé à TU Eindhoven [16] 25
1.18 Coulage de béton fibré dans un moule imprimé en 3D [48]. . . . 26
1.19 Schéma de principe de l'extrusion d'un matériau renforcé avec des fibres courtes, mettant en évidence l'orientation préférentielle des fibres et photographie d'une impression d'un matériau fibré. [15] . . . 26
1.20 Courbe contrainte-déformation lors d'un essai en traction directe de boudin imprimé renforcé à l'étape du batch de mortier à l'aide de fibres courtes [50] et photographie du dispositif d'essai, taux de renfort entre 1 et 1.5%, matériau renforcé avec des fibres polymères. . . . 27
1.21 Rouleau de stratifil de fibres de basalte (a) et image au microscope électronique des monofilaments (b, c) qui le composent. Figure reproduite d'après [52]. . . . 27
1.22 Schéma du système de préimprégnation du procédé MCF (a) [18] et photographie d'une version motorisée (b) du système. . . . 28
1.23 Vue générale (a) et détaillée (gauche) de la buse MCF avec routage motorisé du renfort sous le boudin extrudé. . . . 29
1.24 Vue détaillée de la variante du procédé MCF baptisée *ProfiCarb* avec intégration du renfort dans la buse sans motorisation (gauche) et vue de la buse utilisée (droite) [55] [56] . . . 29
1.25 Schéma du procédé I3DCP et système d'insertion de renfort . . . 30
1.26 A gauche : Schéma illustrant le procédé d'impression 3D par extrusion renforcée *Flow-Based Pultrusion* dans son ensemble. En gris clair : le mortier fluide pompé jusqu'à la tête d'impression, en bleu : l'additif accélérant ajouté en sortie de buse, et en rouge les fils de renfort. A droite : Illustration du principe du procédé avec les phases d'imprégnation et de tirage à l'intérieur de la tête d'impression. . . . 31
1.27 Schéma des empilements de boudins du matériau isotrope transverse (béton anisotrope) obtenu. . . . 31
1.28 Vue au microscope électronique à balayage d'un stratifil imprégné avec une matrice cimentaire, Figure reproduite d'après [58]. . . . 33
1.29 Équilibre d'un élément de renfort continu, Figure tirée de [19]. . . . 34
1.30 Illustration de la zone d'écoulement bouchon lors de l'écoulement en conduite cylindrique fermée d'un mortier fluide. Figure modifiée d'après [60] . . . 35
1.31 Géométrie de la buse (brevetée) a) Coupe transversale et longitudinale b) Photographie d'une première expérience. Figure reproduite d'après [19]. . 36
1.32 Schéma de la buse de pultrusion interne (en bleu) et de l'écoulement de mortier (orange) durant l'impression, où l'aire en coupe du matériau extrudé dans la buse A_{nozzle} est égale à celle du boudin déposé A_{lace} en raison de l'inextensibilité des fibres (en trait pointillé). Pour que cette condition soit garantie les vitesses V_r et V_{flow} doivent être égales. . . . 36

2.1 Evolution de la contrainte de cisaillement τ à un taux de cisaillement faible et constant, mettant en évidence un seuil statique τ_{cr} et dynamique τ_{eq}. Figure reprise et modifiée d'après [65]. 85
2.2 (a) Buse modulaire pour essais de goutte à différentes longueurs, ici 6 rallonges grises (b) Vue d'ensemble du dispositif d'impression avec emplacement de la buse modulaire. 86
2.3 Graphe du seuil de cisaillement du mortier en fonction de son temps de transport dans le système d'impression, mesuré avant son entrée à l'aide de tests d'étalement puis en sortie à l'aide de tests de goutte en utilisant des longueurs de buse variables. 87
2.4 Puissance utilisée par le malaxeur en fonction du temps pour plusieurs dosages de superplastifiant (SP). 90
2.5 Schéma du dispositif de mesure de la force de tirage. Note : le dispositif est mis en oeuvre verticalement (direction normale d'impression) et présenté ici horizontalement pour la lisibilité. 93
2.6 (a) Vue générale du dispositif de mesure, les capteurs et les fils sont mis en surbrillance en rouge. (b) Vue détaillée du capteur de force, (c) vue de l'insertion du stratifil basalte 400 tex dans la conduite avec un tube en PTFE. 94
2.7 Force de tirage pour différentes longueurs de fil nylon (Diamètre 0.5mm). Les barres d'erreur représentent l'écart-type au-dessus et en-dessous de la valeur moyenne de chaque point de mesure en rouge. 95
2.8 Force de tirage pour différentes longueurs de stratifil basalte 400 tex. Les barres d'erreur représentent l'écart-type au-dessus et en-dessous de la valeur moyenne de chaque point de mesure en rouge. 96
2.9 Contrainte de cisaillement pour différentes longueurs et débits selon le fil utilisé : (a) Nylon $D = 0.5$mm et (b) stratifil basalte 400 Tex ($D \sim 1mm$). 97
2.10 Schéma des formes de buse testées, avec insertion en aval (a), insertion en amont (b) et raccourcie (c). 99
2.11 Schéma de la buse du prototype académique (a) et améliorations apportées au prototype industriel (b). 100
2.12 Illustration du changement de comportement au jeune âge du matériau renforcé : (a) « câble » de béton anisotrope extrudé librement à la sortie de la buse, (b) Schéma de l'expérience de mise en forme par extrusion libre et notation des efforts qui s'exercent sur le câble : R réaction du support, P poids propre du câble, E poussée dûe à l'extrusion et Vr avance du robot. 101
2.13 Schéma de la rupture du cordon par décohésion : (a) état initial où les fils sont majoritairement entraînés par l'écoulement dans la conduite, (b) étape transitoire où la rupture plastique du mortier se localise à la sortie de la buse, (c) rupture et chute du cordon extrudé entraînant avec lui les fibres. 102
2.14 Longueur des cordons extrudés en fonction du nombre de fils de renfort intégrés par pultrusion interne. 103
2.15 Allure du câble extrudé. 104

3.1 Schéma de la section de plaque et localisation des renforts. 144
3.2 Lois de comportement du mortier imprimé non renforcé (a) et renforcé (b), et lois de comportement d'un béton non armé (c) et des aciers (d). . . 146

3.3 Schéma de la section de poutre, localisation des renforts et distribution des déformations ϵ dans la section en régime élastique. 148
3.4 Distribution des déformations ϵ et des contraintes σ dans une section renforcée ayant plastifié. 148
3.5 Photographie de la plaque fléchie durant l'essai. 149
3.6 Courbe Force-flèche de la plaque et détail des mesures DIC. 150
3.7 Fissures en sous-face de la plaque. En rouge : fissures courantes, En jaune : fissure ouverte élargie. 150
3.8 Photographie de la poutre montée sur le banc d'essai de flexion. 151
3.9 Courbes force-flèche des poutres de référence (non renforcées). 152
3.10 Courbe force-flèche de la poutre renforcée. 154
3.11 Evolution du moment M_{max} et de la contrainte de traction σ_{tr} en fonction de la flèche de la poutre renforcée lors de l'essai. 155
3.12 Fissures en sous-face de la poutre. 155
3.13 Courbe du moment M_{max} et de l'effort tranchant V_{max} de la poutre en fonction de la flèche, lors du deuxième essai de cycles de chargement. . . . 156
3.14 Photographie et repérage en vue frontale des fissures de cisaillement dues à l'effort tranchant sur la poutre. 157
3.15 Photographie des fissures de cisaillement près du point de chargement. . . 158
3.16 Schéma de la poutre et diagramme de l'effort tranchant et du moment fléchissant. 159
3.17 Graphe du cisaillement maximal dans la section en fonction de la hauteur de section intacte c. 160
3.18 Schéma de la section fissurée au niveau du point de chargement et répartition des contraintes τ et σ. 161
3.19 Calcul des contraintes principales dans l'élément dA à l'aide du cercle de Mohr, figure reproduite d'après [69]. 162
3.20 (a) Graphe de la répartition de la contrainte de cisaillement τ dans la zone comprimée de la poutre de hauteur $c = 57mm$, (b) Répartition de la compression longitudinale σ, (c) Valeur de σ_{tr} dans la zone comprimée. . . 163
3.21 Valeur de $max(\sigma_t r)$ en fonction de la hauteur non fissurée c de la poutre. f_c représente la résistance à la traction calculée d'après la rupture par moment fléchissant des poutres non renforcées. 164
3.22 Diagramme des déformations et des contraintes dans la section avant la plastification (état entièrement élastique). 165
3.23 Diagramme typique des déformations et des contraintes dans la section après que le seuil de plasticité σ_{tp} ait été atteint dans la partie tendue. . . 165
3.24 Diagramme des déformations (a) et des contraintes (b) dans la section plastifiée en tenant compte du déplacement de $y0$. 167
3.25 Diagramme typique des déformations et des contraintes dans la section après que le seuil de plasticité σ_{tp} ait été atteint dans la partie tendue. . . 167
3.26 Schéma de la section de poutre avec une épaisseur de renforcement additionnelle dans la direction transverse pour améliorer le comportement au cisaillement. 171
3.27 Schéma de la fabrication (a) et de la sollicitation (b) d'une poutre treillis imprimée renforcée avec des fibres continues. 171

4.1 Evolution du seuil de cisaillement τ_{cr} d'un matériau imprimé mono-composant par rapport au chargement τ. Lorsque τ_{cr} est suffisant (a) la limite de constructibilité n'est pas dépassée et la structure est imprimable. Si τ_{cr} est trop faible (b) le matériau s'écoulera lors de la construction, causant la ruine de la structure. 174
4.2 Evolution du seuil de cisaillement τ_{cr} d'un matériau imprimé bicomposant 175
4.3 Régimes de concentration en fonction de la structuration et propriétés associées. Le régime de concentration illustré ici n'illustre pas les forces interparticulaires. 179
4.4 Photographies de l'essai de cisaillement direct de boudin. Gauche : Dimensions générales, droite : Principe du dispositif. 180
4.5 Détail du profil de boudins de mortier imprimable testés en cisaillement pur, présentant un régime fluide plastique (a) ou solide fragile (b) selon l'âge et témoignant d'une évolution interne du milieu, notamment dûe à la structuration. 180
4.6 Courbe de cisaillement (a) et cartes des champs de cisaillement (b-d) d'un boudin de mortier imprimable au très jeune âge (43 min) lors d'un essai de cisaillement simple. 181
4.7 Evolution du seuil de cisaillement τ_{cr} avec le temps à l'échelle du mortier bicomposant imprimé en relation avec les phénomènes microscopiques respectifs : (a) Système initialement défloculé par le cisaillement lors du dépôt et formation d'aiguilles d'ettringites autour des grains de ciment, (b) Système floculé par les forces de Van Der Waals, renforcé par quelques ponts CSH et densifié par le développement d'aiguilles d'ettringite, (c) Fin de la période dormante et accélération de la formation des CSH (d) Augmentation significative et irréversible du nombre d'hydrates résultant en une structure interne renforcée et densifiée. Figure reproduite et modifiée d'après [74] et [80]. 182
4.8 Micrographie au microscope électronique des grains d'une pâte de ciment non accélérée (a) et accélérée (b) à l'aide d'un additif non alcalin, à l'âge de 15 min. Figure reproduite d'après [85]. 183
4.9 Photographies de l'écoulement d'une structure imprimée par voie bi-composant au Build'In Lab, causé juste après la fin de l'impression (ayant duré environ 20 min) par une collision entre la tête d'impression et les dernières couches imprimées. 186
4.10 Schéma des principes de mesure directe (a) et indirecte (b) du taux de structuration, ici supposé linéaire et donc décrit par un seul paramètre A_{thix}. 187
4.11 Schéma des principes de mesure sérielle (a) et continue (b) du taux de structuration supposée linéaire et décrite par un seul paramètre A_{thix}. . . 188
4.12 Formes d'écoulement lors d'un essai au cône d'Abrams (trait pointillé : forme initiale, trait continu : forme finale)(Source [75]) 190
4.13 Illustration des étapes d'un essai de paillasse au cône d'Abrams : (a) Mise en place des cônes (b) Préparation et malaxage du mortier (c) Ajout de l'additif accélérant (d) Remplissage des éprouvettes en même temps (e) Attente du délai de refloculation (f) Essais successifs. 193
4.14 Graphe illustrant la fenêtre de mesure délimitée par les points (t_{min}, τ_{min}) et (t_{max}, τ_{max}). 197

4.15 Graphe de $\frac{\delta_\tau}{A_{thix}}$ en fonction de A_{thix} pour une série de tests de cône. La région verte illustre le domaine de valeurs pour lesquelles l'Eq. 4.10 et $\Delta t_{test} > t_{min}$ sont respectés. 198
4.16 Graphe de $[t_{min}, t_{max}]$ en fonction de A_{thix} : le temps ouvert limite la taille maximale de la fenêtre mais n'est pas contraignant dans le cas de tests au minicône ou au cône d'Abrams. La fenêtre peut devenir particulièrement réduite lorsque A_{thix} augmente, rendant la mesure difficile à réaliser en conditions de laboratoire. 200
4.17 Graphe de n_{max} en fonction de A_{thix}. L'étendue de mesure de A_{thix} de chaque cône est limitée par la borne $n_{max} < 3$. 201
4.18 Graphes seuil-temps des essais réalisés au minicône avec un matériau non accéléré et accéléré (2 et 6mL/kg). 203
4.19 Graphe temps-seuil illustrant les fenêtres de mesure du cône optimisé et du cône d'Abrams, lors de la mesure d'un matériau accéléré typique. . . . 207
4.20 A gauche : Photographie d'un scissomètre de poche *Humboldt H-4212MH*, A droite : schéma de l'appareil extrait de la norme ASTM D8121/D8121M [105]. 210
4.21 Photographie de la zone d'essai d'un mortier imprimable testé au scissomètre de poche avec le calibre Standard au très jeune âge. On distingue l'empreinte des ailettes du scissomètre ainsi que la zone d'écoulement/-rupture cylindrique au voisinage des pales. 211
4.22 Schéma de la zone de mesure avec un scissomètre de poche (a) et le scissomètre classique (b). 212
4.23 Schéma des surfaces cisaillées avec un scissomètre classique (a) et un scissomètre de poche (b). 214
4.24 Photographie d'un scissomètre classique (Source : mtlabs.co.nz) 215
4.26 Photographie du dispositif de mesure avec trois scissomètres à grand calibre, (b) coupe des deux tailles de récipient utilisées, (c) vue de dessus du récipient et disposition des scissomètres en trait pointillé. 216
4.27 Illustration des étapes d'un essai in situ au scissomètre : (a) Préparation de l'échantillon : remplissage d'un récipient avec le matériau imprimé (b) Insertion des scissomètres (c) Attente du délai de refloculation et du délai d'essai respectif pour chaque échantillon indépendamment des autres (d) Réalisation de trois essais pour chaque échantillon. 219
4.28 Taille de la fenêtre de mesure $[t_{min}, t_{max}]$ pour le calibre Sensible et Standard en fonction de A_{thix} avec $\tau_0 = 1000Pa$. 221
4.29 Graphe de Δt_{test} en fonction de A_{thix} pour le calibre Sensible. 223
4.30 Graphe du nombre de mesures maximales n_{max} en fonction de A_{thix} pour le calibre Sensible. 224
4.31 Graphe du nombre de mesures maximales n_{max} en fonction de A_{thix} pour les calibres Sensible et Standard. 226
4.32 Graphes temps-seuil des essais réalisés in situ et sur paillasse avec un matériau accéléré à un dosage typique pour l'impression (6mL/kg). 228
4.33 Graphes temps-seuil des essais réalisés in situ et sur paillasse à partir d'une même gâchée de mortier imprimable, avec un matériau accéléré à un dosage élevé pour l'impression (10mL/kg) dans le laboratoire de la société XtreeE. Par souci de clarté, les mesures indiquées sont la moyenne des trois mesures réalisées au même temps avec trois scissomètres. 229

4.34 Gauche : Photographie d'un échantillon imprimé dédié à la variante de mesure sur boudin. Droite : Disposition des scissomètres sur l'échantillon imprimé. 229
4.35 Mesures in situ du seuil de cisaillement τ_{cr} à différents âges, en réalisant la mesure sur du matériau issu d'un récipient rempli avec le robot ou sur des boudins directement imprimés. 230
4.36 Schéma du principe de la L-Box. La boîte derrière la trappe est remplie avec le mortier (a) puis la trappe est ouverte pour déclencher l'écoulement du mortier dans la conduite horizontale (b). Figure reproduite d'après [118]. 232
4.37 A gauche : Dispositif d'essai au cône de Marsh, Figure reproduite d'après [119]. A droite : Géométrie V-funnel (d'après [88]). 233
4.38 Schéma du *squeeze test* réalisé en volume constant (a) ou en aire constante (b) selon le rapport entre le diamètre de l'échantillon D et le diamètre des plateaux D_p. 235
4.39 Courbe Force-déplacement typique d'un *squeeze test* contrôlé en déplacement effectué sur un mortier imprimable, illustrant les 3 étapes de comportement : I Phase quasi-linéaire de mise en place et de sollicitation élastique II Plateau de la phase parfaitement plastique III durcissement, phase plastique frictionnelle. Figure inspirée de [123]. 236
4.40 Dessin et assemblage des pièces du moule cylindrique : (1) film rhodoïde cylindrique, (2) faces latérales du moules assemblées par boulonnage (en trait pointillé) (3) Face inférieure du moule assemblée également par boulonnage. 236
4.41 Courbes force-déplacement obtenues pour un mortier imprimable non accéléré à différents âges t_{mix} depuis le début de la gâchée. 238
4.42 Courbes force-déplacement obtenues pour un mortier imprimable accéléré à différents âges t_{mix} depuis le début de la gâchée. Les courbes sont décalées les unes des autres le long de l'axe X afin d'être lisibles individuellement. 238
4.43 Rhéomètre à géométrie *Vane* 0.2 Pa - 210 KPa Broofield RST-SST. 242
4.48 Traitement des données d'un signal avec pics de force. (a) Phase de mise en place et de pré-chargement élastique, (b) Chargement en régime plastique, valable pour le calcul du paramètre A_{thix} (c) Fin de la période dormante. 250
4.49 Graphe temps-seuil des essais de pénétrométrie et de scissométrie comparatifs sur les mélanges kaolin-sable. 252
4.50 Graphe temps-seuil des essais de pénétrométrie et de scissométrie comparatifs (accélérant dosé à 6mL/kg). 253
4.51 Graphes temps-seuil des essais de pénétrométrie in situ réalisés avec deux dosages d'accélérant différents. 255
4.52 Graphes temps-seuil des essais de pénétrométrie et de scissométrie in situ comparatifs réalisés sur le même batch et avec le même dosage d'accélérant (7mL/kg). 256
4.53 Graphes temps-seuil des essais de pénétrométrie et de scissométrie in situ comparatifs réalisés avec deux dosages d'accélérant différents (5 et 8 mL/kg) sur le mix Navier. 256

Liste des tableaux

3.1 Tableau des valeurs caractéristiques de la loi de comportement du mortier imprimable non renforcé et du béton anisotrope utilisé pour la poutre. . . 146
3.2 Caractéristiques des poutres testées. 151
3.3 Valeurs déduites du calcul du moment fléchissant dans la section plastifiée, pour un moment de ruine M = 2.4 kN.m (valeur lors de la ruine expérimentale en cisaillement). 169

4.1 Bornes de la fenêtre de mesure d'un essai au cône d'Abrams sur un matériau accéléré typique. 196
4.2 Résumé des résultats expérimentaux sur la série de tests de cône, effectués avec un minicône sur une même formulation de mortier imprimable NAG3 sans et avec un accélérant faiblement dosé (2mL/kg). La structuration du matériau normalement accéléré (6mL/kg) n'est pas mesurable. 202
4.3 Géométries de cônes et paramètres de l'essai τ_{max} associés. R_1 et R_2 correspondent respectivement aux rayons bas et haut des cônes. 206
4.4 Données relatives aux différents calibres (ou types d'ailette) du scissomètre de poche. D : Diamètre de la surface cisaillée, $[\tau_{min}, \tau_{max}]$: Intervalle de mesure du seuil (kPa), δ : Précision de la graduation. 211
4.5 Données expérimentales de laboratoire avec le scissomètre. Notation : i_{exp} : numéro de l'expérience, D_{acc} dosage de l'additif accélérant, $\bar{R}$ résidu moyen de l'estimation de AThix. Les essais où l'absence d'empreintes augmente $\bar{R}$ (et donc l'imprécision) sont mis en évidence en rouge. 217
4.6 Tableau résumant les paramètres de fenêtre de mesure t_{min} et τ_{max} pour chaque type d'essai unitaire. 244
4.8 Tableau des dosages de la formulation Navier utilisée in situ. 257

Bibliographie

[1] Daniel Andrés Salas, Angel Diego Ramirez, Carlos Raúl Rodríguez, Daniel Marx Petroche, Andrea Jael Boero et Jorge Duque-Rivera : Environmental impacts, life cycle assessment and potential improvement measures for cement production : A literature review. *Journal of Cleaner Production*, 113:114–122, février 2016. ISSN 0959-6526.

[2] Ernst Worrell, Lynn Price, Nathan Martin, Chris Hendriks et Leticia Ozawa Meida : Carbon Dioxide Emissions from the Global Cement Industry. *Annual Review of Energy and the Environment*, 26(1):303–329, 2001.

[3] Robbie M. Andrew : Global CO2 emissions from cement production. Preprint, Data, Algorithms, and Models, août 2017.

[4] Behrokh Khoshnevis : Automated construction by contour crafting—related robotics and information technologies. *Automation in Construction*, 13(1):5–19, janvier 2004. ISSN 09265805.

[5] Joseph Pegna : Exploratory investigation of solid freeform construction. *Automation in Construction*, 5(5):427–437, février 1997. ISSN 0926-5805.

[6] Markus Taubert et Viktor Mechtcherine : Mix Design for a 3D-Printable Concrete with Coarse Aggregates and Consideration of Standardisation. *In* Richard Buswell, Ana Blanco, Sergio Cavalaro et Peter Kinnell, éditeurs : *Third RILEM International Conference on Concrete and Digital Fabrication*, RILEM Bookseries, pages 59–64, Cham, 2022. Springer International Publishing. ISBN 978-3-031-06116-5.

[7] Amal Bakchan, Beatriz C. Guerra, Kasey M. Faust et Fernanda Leite : BIM-Based Estimation of Wood Waste Stream : The Case of an Institutional Building Project. *In Computing in Civil Engineering 2019*, pages 185–192, Atlanta, Georgia, juin 2019. American Society of Civil Engineers. ISBN 978-0-7844-8242-1.

[8] EPA Agency : Advancing Sustainable Materials Management : 2015 Fact Sheet. 2015.

[9] Romain Duballet, Olivier Baverel et Justin Dirrenberger : Design of Space Truss Based Insulating Walls for Robotic Fabrication in Concrete. *In* Klaas De Rycke, Christoph Gengnagel, Olivier Baverel, Jane Burry, Caitlin Mueller, Minh Man Nguyen, Philippe Rahm et Mette Ramsgaard Thomsen, éditeurs : *Humanizing Digital Reality : Design Modelling Symposium Paris 2017*, pages 453–461. Springer, Singapore, 2018. ISBN 978-981-10-6611-5.

[10] Paul Carneau, Romain Mesnil, Nicolas Roussel et Olivier Baverel : An exploration of 3d printing design space inspired by masonry. octobre 2019.

[11] Gieljan Vantyghem, Wouter De Corte, Emad Shakour et Oded Amir : 3D printing of a post-tensioned concrete girder designed by topology optimization. *Automation in Construction*, 112:103084, avril 2020. ISSN 0926-5805.

[12] S. Lim, R. A. Buswell, T. T. Le, S. A. Austin, A. G. F. Gibb et T. Thorpe : Developments in construction-scale additive manufacturing processes. *Automation in Construction*, 21:262–268, janvier 2012. ISSN 0926-5805.

[13] Victor C. Li et Hwai-Chung Wu : Conditions for Pseudo Strain-Hardening in Fiber Reinforced Brittle Matrix Composites. *Applied Mechanics Reviews*, 45(8):390–398, août 1992. ISSN 0003-6900, 2379-0407.

[14] Victor C. Li, Freek P. Bos, Kequan Yu, Wes McGee, Tsz Yan Ng, Stefan Chaves Figueiredo, Karsten Nefs, Viktor Mechtcherine, Venkatesh Naidu Nerella, Jinlong Pan, Gideon P. A. G. van Zijl et P. Jacques Kruger : On the emergence of 3D printable Engineered, Strain Hardening Cementitious Composites (ECC/-SHCC). *Cement and Concrete Research*, 132:106038, juin 2020. ISSN 0008-8846.

[15] Hiroki Ogura, Venkatesh Naidu Nerella et Viktor Mechtcherine : Developing and Testing of Strain-Hardening Cement-Based Composites (SHCC) in the Context of 3D-Printing. *Materials*, 11(8):1375, août 2018. ISSN 1996-1944.

[16] Freek P. Bos, Zeeshan Y. Ahmed, Evgeniy R. Jutinov et Theo A. M. Salet : Experimental Exploration of Metal Cable as Reinforcement in 3D Printed Concrete. *Materials (Basel, Switzerland)*, 10(11), novembre 2017. ISSN 1996-1944.

[17] Freek Bos, Steven Dezaire, Zeeshan Ahmed, Anne Hoekstra et Theo Salet : Bond of Reinforcement Cable in 3D Printed Concrete. *In* Freek P. Bos, Sandra S. Lucas, Rob J.M. Wolfs et Theo A.M. Salet, éditeurs : *Second RILEM International Conference on Concrete and Digital Fabrication*, RILEM Bookseries, pages 584–600, Cham, 2020. Springer International Publishing. ISBN 978-3-030-49916-7.

[18] Viktor Mechtcherine, Albert Michel, Marco Liebscher et Tobias Schmeier : Extrusion-Based Additive Manufacturing with Carbon Reinforced Concrete : Concept and Feasibility Study. *Materials*, 13(11):2568, janvier 2020.

[19] Nicolas Ducoulombier : *Bétons anisotropes : Composites à matrices cimentaires renforcées par fibres continues pour la fabrication additive à grande échelle, procédé de fabrication, caractérisations et modélisations mécaniques.* Thèse de doctorat, Université Paris-Est, 2020.

[20] Nicolas Ducoulombier, Romain Mesnil, Paul Carneau, Léo Demont, Hela Bessaies-Bey, Jean-François Caron et Nicolas Roussel : The "Slugs-test" for extrusion-based additive manufacturing : Protocol, analysis and practical limits. *Cement and Concrete Composites*, 121:104074, août 2021. ISSN 0958-9465.

[21] Nicolas Ducoulombier, Camille Chateau, Michel Bornert, Jean-François Caron, Patrick Aimedieu, Timm Weitkamp, Jonathan Perrin, Andrew King et Mario Scheel : X-ray tomographic observations of microcracking patterns in fibre-reinforced mortar during tension stiffening tests. *Strain*, 56(6):e12347, 2020.

[22] Norman Hack et Harald Kloft : Shotcrete 3D Printing Technology for the Fabrication of Slender Fully Reinforced Freeform Concrete Elements with High Surface Quality : A Real-Scale Demonstrator. *In* Freek P. Bos, Sandra S. Lucas, Rob J.M. Wolfs et Theo A.M. Salet, éditeurs : *Second RILEM International Conference on Concrete and Digital Fabrication*, RILEM Bookseries, pages 1128–1137, Cham, 2020. Springer International Publishing. ISBN 978-3-030-49916-7.

[23] Paul Carneau, Romain Mesnil, Nicolas Ducoulombier, Nicolas Roussel et Olivier Baverel : Characterisation of the Layer Pressing Strategy for Concrete 3D Printing. *In* Freek P. Bos, Sandra S. Lucas, Rob J.M. Wolfs et Theo A.M. Salet, éditeurs : *Second RILEM International Conference on Concrete and Digital Fabrication*, RILEM Bookseries, pages 185–195, Cham, 2020. Springer International Publishing. ISBN 978-3-030-49916-7.

[24] Samir Mokéddem : Contrôle de la rhéologie d'un béton et de son évolution lors du malaxage par des mesures en ligne à l'aide de la sonde Viscoprobe. page 177.

[25] B. Cazacliu et N. Roquet : Concrete mixing kinetics by means of power measurement. *Cement and Concrete Research*, 39(3):182–194, mars 2009. ISSN 0008-8846.

[26] Freek Bos, Rob Wolfs, Zeeshan Ahmed et Theo Salet : Additive manufacturing of concrete in construction : Potentials and challenges of 3D concrete printing. *Virtual and Physical Prototyping*, 11(3):209–225, juillet 2016. ISSN 1745-2759.

[27] C. Gosselin, R. Duballet, Ph. Roux, N. Gaudillière, J. Dirrenberger et Ph. Morel : Large-scale 3D printing of ultra-high performance concrete – a new processing route for architects and builders. *Materials & Design*, 100:102–109, juin 2016. ISSN 0264-1275.

[28] Jean-Michel Torrenti : Comportement multiaxial du béton : aspects expérimentaux et modélisation. juin 1987.

[29] Zdeněk P. Bažant, Joško Ožbolt et Rolf Eligehausen : Fracture Size Effect : Review of Evidence for Concrete Structures. *Journal of Structural Engineering*, 120(8):2377–2398, août 1994. ISSN 0733-9445.

[30] Jan G. M. van Mier : Framework for a generalized four-stage fracture model of cement-based materials. *Engineering Fracture Mechanics*, 75(18):5072–5086, décembre 2008. ISSN 0013-7944.

[31] JGM Van Mier : FAILURE OF CONCRETE UNDER UNIAXIAL COMPRESSION : AN OVERVIEW. *In FRAMCOS-3*, janvier 1998.

[32] S P Shah et C Ouyang : Fracture Mechanics for Failure of Concrete. *Annual Review of Materials Science*, 24(1):293–320, août 1994. ISSN 0084-6600.

[33] T. W. Clyne et D. Hull : *An Introduction to Composite Materials*. Cambridge University Press, juillet 2019. ISBN 978-0-521-86095-6.

[34] M B Weimann et V C Li : Hygral Behavior of Engineered Cementitious Composites (ECC). 2003.

[35] Domenico Asprone, Costantino Menna, Freek P. Bos, Theo A. M. Salet, Jaime Mata-Falcón et Walter Kaufmann : Rethinking reinforcement for digital fabrication with concrete. *Cement and Concrete Research*, 112:111–121, octobre 2018. ISSN 0008-8846.

[36] Jean-François Caron, Léo Demont, Nicolas Ducoulombier et Romain Mesnil : 3D printing of mortar with continuous fibres : Principle, properties and potential for application. *Automation in Construction*, 129:103806, septembre 2021. ISSN 0926-5805.

[37] Jane Burry, Jenny Sabin, Bob Sheil et Marilena Skavara : *Fabricate 2020 : Making Resilient Architecture*. UCL Press, avril 2020. ISBN 978-1-78735-811-9 978-1-78735-812-6.

[38] Sébastien Maitenaz, Romain Mesnil, Nicolas Metge, Paul Onfroy et Jean-François Caron : Sustainable Reinforced Concrete Beams : Mechanical Optimisation and 3D-Printed Formwork. *In* Sandra S. Lucas, Rob J.M. Wolfs, Freek P.

Bos et Theo A.M. Salet, éditeurs : *Second RILEM International Conference on Concrete and Digital Fabrication*, volume 28, pages 1164–1173. Springer International Publishing, Cham, 2020. ISBN 978-3-030-49915-0 978-3-030-49916-7.

[39] Li Wang, Yu Yang, Yuanyuan Hu et Guowei Ma : Interfacial Properties of Three-Dimensional-Printed Permanent Formwork with Cast-in-Place Concrete. *3D Printing and Additive Manufacturing*, novembre 2022. ISSN 2329-7662.

[40] Domenico Asprone, Ferdinando Auricchio, Costantino Menna et Valentina Mercuri : 3D printing of reinforced concrete elements : Technology and design approach. *Construction and Building Materials*, 165:218–231, mars 2018. ISSN 0950-0618.

[41] Martin Classen, Johannes Classen et Rahul Sharma : Konzeptionierung eines praxisorientierten 3D-Druckverfahrens für den Verbundwerkstoff Stahlbeton (AMoRC). *Beton- und Stahlbetonbau*, 115(12):934–942, décembre 2020. ISSN 0005-9900, 1437-1006.

[42] Lauri Hass, F. P. Bos et T. A. M. Salet : Characterizing the bond properties of automatically placed helical reinforcement in 3D printed concrete. *Construction and Building Materials*, 355:129228, novembre 2022. ISSN 0950-0618.

[43] Lauri Hass et Freek Bos : Bending and Pull-Out Tests on a Novel Screw Type Reinforcement for Extrusion-Based 3D Printed Concrete. *In* Freek P. Bos, Sandra S. Lucas, Rob J.M. Wolfs et Theo A.M. Salet, éditeurs : *Second RILEM International Conference on Concrete and Digital Fabrication*, RILEM Bookseries, pages 632–645, Cham, 2020. Springer International Publishing. ISBN 978-3-030-49916-7.

[44] Viktor Mechtcherine et Venkatesh Naidu Nerella : Integration der Bewehrung beim 3D-Druck mit Beton. *Beton- und Stahlbetonbau*, 113(7):496–504, juillet 2018. ISSN 00059900.

[45] Taylor Marchment et Jay Sanjayan : Mesh reinforcing method for 3D Concrete Printing. *Automation in Construction*, 109:102992, janvier 2020. ISSN 0926-5805.

[46] Matthias Kalthoff, Michael Raupach et Thomas Matschei : Extrusion and Subsequent Transformation of Textile-Reinforced Mortar Components—Requirements on the Textile, Mortar and Process Parameters with a Laboratory Mortar Extruder (LabMorTex). *Buildings*, 12(6):726, mai 2022. ISSN 2075-5309.

[47] Matthias Kalthoff, Michael Raupach et Thomas Matschei : Investigation of Rheological Test Methods for the Suitability of Mortars for Manufacturing of

Textile-Reinforced Concrete Using a Laboratory Mortar Extruder (LabMorTex). *Construction Materials*, 2(4):217–233, décembre 2022. ISSN 2673-7108.

[48] Nadja Gaudillière, Romain Duballet, Charles Bouyssou, Alban Mallet, Philippe Roux, Mahriz Zakeri et Justin Dirrenberger : Large-Scale Additive Manufacturing of Ultra-High-Performance Concrete of Integrated Formwork for Truss-Shaped Pillars. *In* Jan Willmann, Philippe Block, Marco Hutter, Kendra Byrne et Tim Schork, éditeurs : *Robotic Fabrication in Architecture, Art and Design 2018*, pages 459–472. Springer International Publishing, Cham, 2019. ISBN 978-3-319-92293-5 978-3-319-92294-2.

[49] Pierre Rossi, Antonio Arca, Edouard Parant et Patricia Fakhri : Bending and compressive behaviours of a new cement composite. *Cement and Concrete Research*, 35(1):27–33, janvier 2005. ISSN 0008-8846.

[50] Egor Ivaniuk, Martin Friedrich Eichenauer, Zlata Tošić, Steffen Müller, Daniel Lordick et Viktor Mechtcherine : 3D printing and assembling of frame modules using printable strain-hardening cement-based composites (SHCC). *Materials & Design*, 219:110757, juillet 2022. ISSN 0264-1275.

[51] Binrong Zhu, Jinlong Pan, Behzad Nematollahi, Zhenxin Zhou, Yang Zhang et Jay Sanjayan : Development of 3D printable engineered cementitious composites with ultra-high tensile ductility for digital construction. *Materials & Design*, 181:108088, novembre 2019. ISSN 0264-1275.

[52] S.M.M. Sabet : The Effect of Thermal Treatment on Tensile Properties of Basalt Fibers. (03), 2015.

[53] S M Fijul Kabir, Kavita Mathur et Abdel-Fattah M. Seyam : A critical review on 3D printed continuous fiber-reinforced composites : History, mechanism, materials and properties. *Composite Structures*, 232:111476, janvier 2020. ISSN 0263-8223.

[54] Viktor Mechtcherine, Albert Michel, Marco Liebscher, Kai Schneider et Christoph Grossmann : Mineral-impregnated carbon fiber composites as novel reinforcement for concrete construction : Material and automation perspectives. *Automation in Construction*, 110:103002, février 2020. ISSN 0926-5805.

[55] Egor Ivaniuk, Steffen Müller, Tobias Neef et Viktor Mechtcherine : Strategies for Integrating Reinforcement Into 3D Concrete Printing at the TU Dresden. *Open Conference Proceedings*, 1:23–34, février 2022. ISSN 2749-5841.

[56] Tobias Neef et Viktor Mechtcherine : Simultaneous Integration of Continuous Mineral-Bonded Carbon Reinforcement Into Additive Manufacturing With Concrete. *Open Conference Proceedings*, 1:73–81, février 2022. ISSN 2749-5841.

[57] Norman Hack, Inka Dressler, Leon Brohmann, Stefan Gantner, Dirk Lowke et Harald Kloft : Injection 3D Concrete Printing (I3DCP) : Basic Principles and Case Studies. *Materials*, 13(5):1093, janvier 2020.

[58] Björn Banholzer : Bond Behaviour of a Multi-Filament Yarn Embedded in a Cementitious Matrix. http ://publications.rwth-aachen.de/record/59781/files/Banholzer_Bjoern.pdf, 2004.

[59] Alexandre Pierre, Daniel Weger, Arnaud Perrot et Dirk Lowke : Penetration of cement pastes into sand packings during 3D printing : Analytical and experimental study. *Materials and Structures*, 51(1):22, janvier 2018. ISSN 1871-6873.

[60] Dimitri Feys, Geert De Schutter et Ronny Verhoeven : Parameters influencing pressure during pumping of self-compacting concrete. *Materials and Structures*, 46(4):533–555, avril 2013. ISSN 1359-5997, 1871-6873.

[61] D. Kaplan : *Pompage Des Betons*. Thèse de doctorat, décembre 1999.

[62] N. Roussel et P. Coussot : "Fifty-cent rheometer" for yield stress measurements : From slump to spreading flow. *Journal of Rheology*, 49(3):705–718, mai 2005. ISSN 0148-6055.

[63] Nicolas Ducoulombier, Paul Carneau, Romain Mesnil, Léo Demont, Jean-François Caron et Nicolas Roussel : "The Slug Test" : Inline Assessment of Yield Stress for Extrusion-Based Additive Manufacturing. *In* Freek P. Bos, Sandra S. Lucas, Rob J.M. Wolfs et Theo A.M. Salet, éditeurs : *Second RILEM International Conference on Concrete and Digital Fabrication*, RILEM Bookseries, pages 216–224, Cham, 2020. Springer International Publishing. ISBN 978-3-030-49916-7.

[64] Paul Carneau, Romain Mesnil, Olivier Baverel et N. Roussel : Layer pressing in concrete extrusion-based 3D-printing : Experiments and analysis. *Cement and Concrete Research*, page 106741, mars 2022.

[65] Dirk Lowke, Thomas Kränkel, Christoph Gehlen et Peter Schiessl : Effect of Cement on Superplasticizer Adsorption, Yield Stress, Thixotropy and Segregation Resistance. *In* Kamal Henri Khayat et Dimitri Feys, éditeurs : *Design, Production and Placement of Self-Consolidating Concrete*, pages 91–101. Springer Netherlands, Dordrecht, 2010. ISBN 978-90-481-9663-0 978-90-481-9664-7.

[66] Nicolas Roussel : A thixotropy model for fresh fluid concretes : Theory, validation and applications. *Cement and Concrete Research*, 36(10):1797–1806, octobre 2006. ISSN 0008-8846.

[67] K. L. Johnson et Kenneth Langstreth Johnson : *Contact Mechanics*. Cambridge University Press, août 1987. ISBN 978-0-521-34796-9.

[68] Marc-André. Studer et François Frey : *Introduction à l'analyse des structures*. Presses polytechniques et universitaires romandes, Lausanne, réimpression corrigée édition, 2017. ISBN 978-2-88074-328-4.

[69] A Koray Tureyen et Robert J Frosch : Concrete Shear Strength : Another Perspective. *ACI Structural Journal*, 2003.

[70] Jean Courbon : Plasticité appliquée au calcul des structures. *Techniques de l'Ingénieur*, mai 1985.

[71] Luca Breseghello et Roberto Naboni : Toolpath-based Design for 3D Concrete Printing of Carbon-efficient Architectural Structures. *Additive Manufacturing*, page 102872, mai 2022. ISSN 2214-8604.

[72] Barzin Mobasher : *Mechanics of Fiber and Textile Reinforced Cement Composites*. CRC Press, septembre 2011. ISBN 978-1-4398-0660-9.

[73] Romain Mesnil, Valentin Poussard, Karam Sab et Jean-François Caron : On the geometrical origin of the anisotropy in extrusion-based 3d printed structures. *Engineering Structures*, 275:115082, janvier 2023. ISSN 01410296.

[74] Nicolas Roussel : Rheological requirements for printable concretes. volume 112 de *SI : Digital Concrete 2018*, pages 76–85, octobre 2018.

[75] Timothy Wangler, Robert J. Flatt, Nicolas Roussel, Arnaud Perrot, Mohammed Sonebi, Rob Wolfs, Freek Bos, Dirk Lowke, Niklas Freund, Dietmar Stephan, Ursula Pott, Lex Reiter, Steffen Grünewald, Wilson Ricardo Leal da Silva et Geert De Schutter : Printable Cement-Based Materials : Fresh Properties Measurements and Control. *In* Nicolas Roussel et Dirk Lowke, éditeurs : *Digital Fabrication with Cement-Based Materials*, volume 36, pages 99–136. Springer International Publishing, Cham, 2022. ISBN 978-3-030-90534-7 978-3-030-90535-4.

[76] Dirk Lowke : Thixotropy of SCC—A model describing the effect of particle packing and superplasticizer adsorption on thixotropic structural build-up of the mortar phase based on interparticle interactions. *Cement and Concrete Research*, 104:94–104, février 2018. ISSN 0008-8846.

[77] V. Esnault, A. Labyad, M. Chantin et F. Toussaint : Experience in Online Modification of Rheology and Strength Acquisition of 3D Printable Mortars. *In* Timothy Wangler et Robert J. Flatt, éditeurs : *First RILEM International*

Conference on Concrete and Digital Fabrication – Digital Concrete 2018, RILEM Bookseries, pages 24–38, Cham, 2019. Springer International Publishing. ISBN 978-3-319-99519-9.

[78] Vivien Esnault : Online control of rheology of building material for 3D printing, décembre 2017.

[79] Thibaut Lecompte et Arnaud Perrot : Non-linear modeling of yield stress increase due to SCC structural build-up at rest. *Cement and Concrete Research*, 92:92–97, février 2017. ISSN 0008-8846.

[80] Nicolas Ducoulombier, Léo Demont, Camille Chateau, Michel Bornert et Jean-François Caron : Additive Manufacturing of Anisotropic Concrete : A Flow-Based Pultrusion of Continuous Fibers in a Cementitious Matrix. *Procedia Manufacturing*, 47:1070–1077, 2020. ISSN 23519789.

[81] Léo Demont, Nicolas Ducoulombier, Romain Mesnil et Jean-François Caron : Flow-based pultrusion of continuous fibers for cement-based composite material and additive manufacturing : Rheological and technological requirements. *Composite Structures*, 262:113564, avril 2021. ISSN 02638223.

[82] Renan P Salvador, Sergio H P Cavalaro, Ángel Rueda et Antonio D de Figueiredo : Effect of cement composition on the reactivity of alkali-free accelerating admixtures for shotcrete. page 12, .

[83] Philippe Coussot : *Rhéophysique la matière dans tous ses Etats*. EDP Sciences, décembre 2012. ISBN 978-2-7598-0860-1.

[84] Delphine Marchon, Shiho Kawashima, Hela Bessaies-Bey, Sara Mantellato et Serina Ng : Hydration and rheology control of concrete for digital fabrication : Potential admixtures and cement chemistry. *Cement and Concrete Research*, 112: 96–110, octobre 2018. ISSN 0008-8846.

[85] Renan P Salvador, Sergio H P Cavalaro, Ignacio Segura, Antonio D de, Jorge Pérez, Jordi Girona, Professor Almeida Prado et São Paulo : Early age hydration of cement pastes with different types of accelerating admixtures for sprayed concrete. page 29, .

[86] C Paglia, F Wombacher et H BoÈhni : The influence of alkali-free and alkaline shotcrete accelerators within cement systems I. Characterization of the setting behavior. *Cement and Concrete Research*, page 6, 2001.

[87] CT ISENHOUR : Influence of die design on the quality of extrudate. 1979.

[88] Timothy Wangler, Ena Lloret, Lex Reiter, Norman Hack, Fabio Gramazio, Matthias Kohler, Mathias Bernhard, Benjamin Dillenburger, Jonas Buchli, Nicolas Roussel et Robert Flatt : Digital Concrete : Opportunities and Challenges. *RILEM Technical Letters*, 1:67–75, octobre 2016. ISSN 2518-0231.

[89] R. J. M. Wolfs, F. P. Bos et T. A. M. Salet : Early age mechanical behaviour of 3D printed concrete : Numerical modelling and experimental testing. *Cement and Concrete Research*, 106:103–116, avril 2018. ISSN 0008-8846.

[90] Babak Zareiyan et Behrokh Khoshnevis : Interlayer adhesion and strength of structures in Contour Crafting - Effects of aggregate size, extrusion rate, and layer thickness. *Automation in Construction*, 81:112–121, septembre 2017. ISSN 0926-5805.

[91] N. Roussel et F. Cussigh : Distinct-layer casting of SCC : The mechanical consequences of thixotropy. *Cement and Concrete Research*, 38(5):624–632, mai 2008. ISSN 0008-8846.

[92] R. J. M. Wolfs, F. P. Bos et T. A. M. Salet : Correlation between destructive compression tests and non-destructive ultrasonic measurements on early age 3D printed concrete. *Construction and Building Materials*, 181:447–454, août 2018. ISSN 0950-0618.

[93] S Amziane, A Perrot et T Lecompte : A novel settling and structural build-up measurement method. *Measurement Science and Technology*, 19(10):105702, octobre 2008. ISSN 0957-0233, 1361-6501.

[94] Hassan Sleiman, Arnaud Perrot et Sofiane Amziane : A new look at the measurement of cementitious paste setting by Vicat test. *Cement and Concrete Research*, 40(5):681–686, mai 2010. ISSN 00088846.

[95] Taylor HFW : *Cement Chemistry*. Second édition, 1997.

[96] I. Odler et J. Colán-Subauste : Investigations on cement expansion associated with ettringite formation. *Cement and Concrete Research*, 29(5):731–735, mai 1999. ISSN 0008-8846.

[97] Bartos, M. Sonebi et Tamimi : *Workability and Rheology of Fresh Concrete : Compendium of Tests*. janvier 2002. ISBN 978-2-912143-32-7.

[98] Joseph J. Assaad, Jacques Harb et Yara Maalouf : Measurement of yield stress of cement pastes using the direct shear test. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 214:18–27, décembre 2014. ISSN 0377-0257.

[99] Zahia Toutou, Nicolas Roussel et Christophe Lanos : The squeezing test : A tool to identify firm cement-based material's rheological behaviour and evaluate their extrusion ability. *Cement and Concrete Research*, 35(10):1891–1899, octobre 2005. ISSN 0008-8846.

[100] Lex Reiter, Timothy Wangler, Nicolas Roussel et Robert J. Flatt : The role of early age structural build-up in digital fabrication with concrete. *Cement and Concrete Research*, 112:86–95, octobre 2018. ISSN 0008-8846.

[101] Philippe Coussot, Sébastien Proust et Christophe Ancey : Rheological interpretation of deposits of yield stress fluids. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 66(1):55–70, septembre 1996. ISSN 0377-0257.

[102] K. H. Khayat, A. F. Omran, S. Naji, P. Billberg et A. Yahia : Field-oriented test methods to evaluate structural build-up at rest of flowable mortar and concrete. *Materials and Structures*, 45(10):1547–1564, octobre 2012. ISSN 1871-6873.

[103] Mohammad Amin Moeini, Masoud Hosseinpoor et Ammar Yahia : Effectiveness of the rheometric methods to evaluate the build-up of cementitious mortars used for 3D printing. *Construction and Building Materials*, 257:119551, octobre 2020. ISSN 0950-0618.

[104] Didier Lootens : *Ciments et suspensions concentrees modeles. Ecoulement, encombrement et floculation.* Thèse de doctorat.

[105] ASTM : Standard Test Method for Approximating the Shear Strength of Cohesive Soils by the Handheld Vane Shear Device. https ://www.astm.org/d8121_d8121m-18.html, 2019.

[106] Simon Austin, Peter Robins et Chris Goodier : *Workability, Shear Strength and Build of Wet-Process Sprayed Mortars.* Loughborough University, janvier 1999. ISBN 978-0-7277-2825-8.

[107] A. F. Omran : Portable Vane Test to Assess Structural Buildup at Rest of Self-Consolidating Concrete. *ACI Materials Journal*, 108(6), 2011. ISSN 0889-325X.

[108] T. T. Le, S. A. Austin, S. Lim, R. A. Buswell, A. G. F. Gibb et T. Thorpe : Mix design and fresh properties for high-performance printing concrete. *Materials and Structures*, 45(8):1221–1232, août 2012. ISSN 1871-6873.

[109] Nguyen Q. Dzuy et D. V. Boger : Direct Yield Stress Measurement with the Vane Method. *Journal of Rheology*, 29(3):335–347, juin 1985. ISSN 0148-6055.

[110] Lyman Cadling et Sten Odenstad : *Vane Borer. An Apparatus for Determining the Shear Strength of Clay Soils Directly in the Ground.* Statens geotekniska institut, 1950.

[111] M. Keentok, J. F. Milthorpe et E. O'Donovan : On the shearing zone around rotating vanes in plastic liquids : Theory and experiment. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 17(1):23–35, janvier 1985. ISSN 0377-0257.

[112] D.V. Boger : Rheology and the Minerals Industry. *Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review*, 20(1):1–25, janvier 2000. ISSN 0882-7508, 1547-7401.

[113] Barbara Lothenbach, Frank Winnefeld, Corinne Alder, Erich Wieland et Peter Lunk : Effect of temperature on the pore solution, microstructure and hydration products of Portland cement pastes. *Cement and Concrete Research*, 37 (4):483–491, avril 2007. ISSN 0008-8846.

[114] A. Perrot, D. Rangeard et A. Pierre : Structural built-up of cement-based materials used for 3D-printing extrusion techniques. *Materials and Structures*, 49 (4):1213–1220, avril 2016. ISSN 1871-6873.

[115] Linus K. Mettler, Falk K. Wittel, Robert J. Flatt et Hans J. Herrmann : Evolution of strength and failure of SCC during early hydration. *Cement and Concrete Research*, 89:288–296, novembre 2016. ISSN 0008-8846.

[116] Roshan Jayathilakage, Jay Sanjayan et Pathmanathan Rajeev : Direct shear test for the assessment of rheological parameters of concrete for 3D printing applications. *Materials and Structures*, 52(1):12, février 2019. ISSN 1359-5997, 1871-6873.

[117] D. Lootens, P. Jousset, L. Martinie, N. Roussel et R.J. Flatt : Yield stress during setting of cement pastes from penetration tests. *Cement and Concrete Research*, 39(5):401–408, mai 2009. ISSN 00088846.

[118] Philippe Coussot : *Rheometry of Pastes, Suspensions, and Granular Materials : Applications in Industry and Environment.* John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, NJ, USA, mai 2005. ISBN 978-0-471-72057-7 978-0-471-65369-1.

[119] Nicolas Roussel et Robert Le Roy : The Marsh cone : A test or a rheological apparatus ? *Cement and Concrete Research*, 35(5):823–830, mai 2005. ISSN 0008-8846.

[120] Arnoud Perrot, Yannick Mélinge, Damien Rangeard, Francesca Micaelli, Patrice Estellé et Christophe Lanos : Use of ram extruder as a combined rheotribometer to study the behaviour of high yield stress fluids at low strain rate. *Rheologica Acta*, 51(8):743–754, août 2012. ISSN 1435-1528.

[121] Romain Duballet, Romain Mesnil, Nicolas Ducoulombier, Paul Carneau, Leo Demont, Mahan Motamedi, Olivier Baverel, Jean-François Caron et Justin Dirrenberger : Free Deposition Printing for Space Truss Structures. *In* Freek P. Bos, Sandra S. Lucas, Rob J.M. Wolfs et Theo A.M. Salet, éditeurs : *Second RILEM International Conference on Concrete and Digital Fabrication*, RILEM Bookseries, pages 873–882, Cham, 2020. Springer International Publishing. ISBN 978-3-030-49916-7.

[122] B. H. Min, L. Erwin et H. M. Jennings : Rheological behaviour of fresh cement paste as measured by squeeze flow. *Journal of Materials Science*, 29(5):1374–1381, mars 1994. ISSN 1573-4803.

[123] Fábio A. Cardoso, Vanderley M. John et Rafael G. Pileggi : Rheological behavior of mortars under different squeezing rates. *Cement and Concrete Research*, 39(9):748–753, septembre 2009. ISSN 0008-8846.

[124] P. Coussot et F. Gaulard : Gravity flow instability of viscoplastic materials : The ketchup drip. *Physical Review E*, 72(3):031409, septembre 2005. ISSN 1539-3755, 1550-2376.

[125] Eugene Cook Bingham : *Fluidity and Plasticity*. New York, McGraw-Hill, 1922.

[126] A. Kaci, R. Bouras, V. T. Phan, P. A. Andréani, M. Chaouche et H. Brossas : Adhesive and rheological properties of fresh fibre-reinforced mortars. *Cement and Concrete Composites*, 33(2):218–224, février 2011. ISSN 0958-9465.

[127] Inka Dressler, Niklas Freund et Dirk Lowke : The Effect of Accelerator Dosage on Fresh Concrete Properties and on Interlayer Strength in Shotcrete 3D Printing. *Materials*, 13(2):374, janvier 2020. ISSN 1996-1944.

[128] Ursula Pott, Clemens Ehm, Cordula Jakob et Dietmar Stephan : Investigation of the Early Cement Hydration with a New Penetration Test, Rheometry and In-Situ XRD. *In* Viktor Mechtcherine, Kamal Khayat et Egor Secrieru, éditeurs : *Rheology and Processing of Construction Materials*, RILEM Bookseries, pages 246–255, Cham, 2020. Springer International Publishing. ISBN 978-3-030-22566-7.

[129] Jalila Boujlel : Déplacement d'un objet à travers un fluide à seuil : couche limite, contrainte seuil et mouillage. page 173.

[130] D. Picart, R. Manceau et J. P. Fauré : A Penetroviscosimeter for Newtonian and Visco-Plastic Fluids. *Instrumentation Science & Technology*, 29(3):169–184, juin 2001. ISSN 1073-9149.

[131] Lex Reiter : *Structural Build-up for Digital Fabrication with Concrete - Materials, Methods and Processes*. Thèse de doctorat, ETH Zurich, juillet 2019.

[132] Franco Tapia, David Espíndola, Eugenio Hamm et Francisco Melo : Effect of packing fraction on shear band formation in a granular material forced by a penetrometer. *Physical Review E*, 87(1):014201, janvier 2013.

[133] Philippe LEONARDON, Sylvain LAURENCEAU, Mathilde LOUERAT, CORE E, ADEME, CSTB et TBC innovations : Prospectives 2035 et 2050 de consommation de matériaux pour la construction neuve et la rénovation énergétique BBC, décembre 2012.

[134] Yaxin Tao, A. V. Rahul, Karel Lesage, Kim Van Tittelboom, Yong Yuan et Geert De Schutter : Mechanical and microstructural properties of 3D printable concrete in the context of the twin-pipe pumping strategy. *Cement and Concrete Composites*, 125:104324, janvier 2022. ISSN 0958-9465.

[135] Rodrigo Rill-García, Eva Dokladalova, Petr Dokládal, Jean-François Caron, Romain Mesnil, Pierre Margerit et Malo Charrier : Inline monitoring of 3D concrete printing using computer vision. *Additive Manufacturing*, 60:103175, décembre 2022. ISSN 2214-8604.

[136] M. Uhart, O. Patrouix et Y. Aoustin : Improving manufacturing of aeronautical parts with an enhanced industrial Robotised Fibre Placement Cell using an external force-vision scheme. *International Journal on Interactive Design and Manufacturing (IJIDeM)*, 10(1):15–35, février 2016. ISSN 1955-2505.

[137] Michiel Bekaert, Kim Van Tittelboom et Geert De Schutter : Printed Concrete as Formwork Material : A Preliminary Study. *In* Freek P. Bos, Sandra S. Lucas, Rob J.M. Wolfs et Theo A.M. Salet, éditeurs : *Second RILEM International Conference on Concrete and Digital Fabrication*, RILEM Bookseries, pages 575–583, Cham, 2020. Springer International Publishing. ISBN 978-3-030-49916-7.

Publications associées

Articles de journal

— Léo Demont, Romain Mesnil, Nicolas Ducoulombier et Jean-François Caron : Affordable inline structuration measurements of printable mortar with a pocket shear vane. *Construction and Building Materials*. Article soumis pour publication

— Jean-François Caron, Léo Demont, Nicolas Ducoulombier et Romain Mesnil : 3D printing of mortar with continuous fibres : Principle, properties and potential for application. *Automation in Construction*, 129 :103806, septembre 2021. ISSN 0926-5805

— Léo Demont, Nicolas Ducoulombier, Romain Mesnil et Jean-François Caron : Flow-based pultrusion of continuous fibers for cement-based composite material and additive manufacturing : Rheological and technological requirements. *Composite Structures*, 262 :113564, avril 2021. ISSN 02638223

Articles de conférence

— Léo Demont, Malo Charrier, Pierre Margerit, Nicolas Ducoulombier, Romain Mesnil et Jean-François Caron : Flow-Based Pultrusion of Anisotropic Concrete : Mechanical Properties at Hardened State. *In* Richard Buswell, Ana Blanco, Sergio Cavalaro et Peter Kinell, éditeurs : *Third RILEM International Conference on Concrete and Digital Fabrication*, RILEM Bookseries, pages 385-390, Cham, 2022. Springer International Publishing. ISBN 978-3-031-06116-5