

Thèse

Préparée et soutenue publiquement en vue d'obtenir le grade de

DOCTEUR

En

Mécanique des solides, des matériaux, des structures et des surfaces

Par

Maria TALEB

**CARACTERISATION MULTIPHYSIQUE ET MULTIECHELLE DE BETONS
IMPRIMES EN FONCTION DES CONDITIONS DE SECHAGE**

Soutenue le 28 Septembre 2022 devant le jury d'examen

Président :	Pr. Emmanuel ROZIERE, Ecole centrale de Nantes
Rapporteur :	Pr. Marie-José PAC, Université Haute Alsace
Rapporteur :	Pr. Eric GARCIA-DIAZ, IMT Mines d'Alès
Examineur :	MCF Olivier BARTIER, Université de Rennes 1
Examineur :	MCF HDR Alex MONTAGNE, ENSAM de Lille
Directeur de thèse :	Pr. Didier CHICOT, Université de Lille
Co-directeur de thèse :	Pr. David BULTEEL, IMT Nord Europe
Co-encadrante :	Pr. Francine ROUDET, Université de Lille

Ecole doctorale : Sciences de l'ingénierie et des systèmes - EDENGSYS 632

Laboratoire : Laboratoire de Génie Civil et géo-Environnement - LGCgE ULR4515

REMERCIEMENTS

Tout d'abord, je tiens à remercier mes deux rapporteurs de thèse, Marie-José PAC et Eric GARCIA-DIAZ d'avoir accepté de rapporter ce mémoire. Je suis également très honorée que Olivier BARTER et Emmanuel ROSIERE fassent parti des membres du jury pour leur expertise dans le domaine.

J'aimerais remercier particulièrement mes deux directeurs de thèse, Didier CHICOT et David BULTEEL. Merci, à tous les deux de m'avoir choisi et de m'avoir accompagné durant cette thèse. Ces trois années de thèse à vos côtés ont été très enrichissantes d'un point de vue personnel et professionnel. Vous m'avez fait découvrir ce que peuvent être de bonnes relations de confiance et de bienveillance avec son directeur de thèse. Votre présence ainsi que votre disponibilité quand j'avais besoin de vos conseils ont fait de ce travail une excellente expérience pour moi. Je remercie l'équipe du CERI MP de l'IMT Nord Europe pour leur aide tout au long de mon travail, Damien en particulier, pour les longues heures passées devant le MEB. Je tiens à remercier Alex MONTAGNE, Maître de conférences à l'ENSAM de Lille, de m'avoir aidé à réaliser les essais d'indentation instrumentée. Je remercie aussi Francine ROUDET, mon encadrante de thèse, pour ses conseils et les bons moments passés ensemble à Lorient lors du congrès « Indentation ». Merci à mes collègues de bureau, Estelle et Marwa d'avoir supporté ma mauvaise humeur le matin, mais aussi d'avoir partagé de bons moments ensemble. Marwa, ma copine, mon soutien, ma confiante, ces trois ans au labo n'auraient jamais été les mêmes sans toi. Je me rappellerai toujours des moments où on a rigolé jusqu'à en pleurer. Merci infiniment pour ta présence et ton amitié !

J'aimerais remercier ma famille, en particulier ma Maman et mon Papa. Les deux êtres qui ont fait de leur mieux pour que je puisse me construire une nouvelle vie, même si c'était loin d'eux. Passer ces trois ans loin de vous, loin de mon pays, était la chose la plus dure à faire. À mes deux frères Khaled et Ziad, je ne vous le dirais pas assez, mais je vous aime beaucoup ! Merci pour les voyages qu'on a fait durant toute cette période, je vous souhaite que du bonheur dans vos vies respectives. A mes amis d'enfance, Ghazal, Julie, Cynthia, Natalia, Abdel, Walid, ce n'était pas forcément facile de continuer ma vie loin de vous mais soyez certains et certaines que votre

présence, même à travers les messages et les appels Vidéo m'ont beaucoup aidé. J'espère que l'on se reverra bientôt pour effacer notre éloignement dû à ma thèse en plus du Covid.

Merci à vous tous !

SOMMAIRE

INTRODUCTION GENERALE.....	1
Chapitre 1: Synthèse bibliographique et axes de recherche	7
1.1 Introduction.....	7
1.2 Impression 3D.....	7
1.2.1 Généralités.....	7
1.2.2 L'impression 3D dans le BTP : Application sur des matériaux cimentaires.....	8
1.2.3 Le mortier d'impression : Propriétés et composition.....	12
• Propriétés du mortier d'impression.....	12
• Composition du mortier d'impression.....	13
1.2.4 Paramètres d'impression.....	14
1.3 Interface Béton / Béton.....	16
1.3.1 Interface entre béton de différentes durées de séchage.....	16
1.3.2 Interface entre deux couches imprimées.....	19
1.3.3 Influence des paramètres de fabrication sur l'adhérence.....	23
1.4 Caractérisation mécanique à l'état durci.....	30
1.4.1 Caractérisation mécanique globale de l'interface entre couches.....	30
• Echelle macroscopique.....	32
• Echelle microscopique.....	35
1.4.2 Caractérisation mécanique par indentation.....	36

• Généralités.....	36
• Notion de dureté : Indentation classique et instrumentée.....	39
• Effet de taille en indentation.....	43
• Indentation interfaciale.	47
1.5 Conclusions et méthodologie de travail.....	51
1.5.1 Matériaux et méthodologie expérimentale.....	55
1.5.2 Etude multiphysique multiéchelle en fonction du temps d'attente entre les couches.	55
1.5.3 Influence des conditions thermo-hygrométriques sur la qualité de l'interface entre les couches.....	56
Chapitre 2 : Matériaux et méthodologie expérimentale.....	57
2.1 Introduction.....	57
2.2 Matériaux, formulation et conditions opératoires.....	57
2.2.1 Matériaux.....	57
• Ciment.....	58
• Sable.....	58
• Superplastifiant.....	58
2.2.2 Formulation et malaxage du mortier imprimable.....	58
2.2.3 Différents temps d'attente entre les couches : Mesures à l'état frais.....	59
2.2.4 Variations des conditions thermo-hygrométriques.....	61

2.3	Elaboration des échantillons.	62
2.3.1	Impression manuelle des échantillons au pistolet.	62
2.3.2	Nouveau protocole : imprimé moulé.	64
2.3.3	Conservation / préparation des échantillons.	66
2.4	Caractérisation physico-chimique et mécanique.	67
2.4.1	Imagerie par microscope optique numérique.	67
2.4.2	Observation et analyse par microscopie électronique à balayage « MEB ».	68
	• Préparation des échantillons.	68
	• Description générale.	69
	• Mise en condition de travail.	70
2.4.3	Analyse mécanique.	70
	• Indentation classique et instrumentée.	70
	• Essais de compression.	74
2.5	Conclusion.	75
	Chapitre 3 : Etude multiphysique multiéchelle en fonction du temps d'attente entre les couches	77
3.1	Introduction.	77
3.2	Analyse chimique de mortier imprimé par pistolet.	78
3.2.1	Analyse chimique de l'échantillon témoin : P ₇ 4h.	78
3.2.2	Analyse chimique comparative des zones interfaciales pour différents TAC.	84

3.3	Caractérisation mécanique du mortier imprimé par pistolet.....	87
3.3.1	Étude des couches supérieure (CS) et inférieure (CI).....	88
	• Couche supérieure (CS).....	88
	• Couche inférieure (CI).....	93
	• Comparaison entre couches supérieure (CS) et inférieure (CI).....	95
	• Etude mécanique d'un mortier obtenu par impression 3D automatisée.....	97
3.3.2	Effet de bord.....	100
3.3.3	Étude de l'interface.....	106
	• Macroducté de l'interface.....	106
	• Profil de dureté à l'interface - Critère de fragilité interfaciale.....	108
	• Relation critère de fragilité interfaciale – temps d'attente entre deux couches.....	110
3.4	Analyse chimique du mortier imprimé moulé.....	114
3.5	Caractérisation mécanique du mortier imprimé moulé.....	116
3.5.1	Influence de TAC et répétabilité des résultats.....	116
3.5.2	Comparaison entre les deux modes d'impression.....	119
3.6	Comportement mécanique de l'interface et adhérence.....	120
3.6.1	Résistance à la compression – adhérence interfaciale.....	120
3.6.2	Adhérence par macroindentation interfaciale instrumentée.....	123
	• Influence de l'épaisseur de l'échantillon.....	125
	• Variation de la charge « P_{max} » en fonction du « TAC ».....	126

•	Modes de rupture et critère de fissuration.	127
3.7	Conclusion.	131
Chapitre 4 : Influence des conditions thermo-hygro-métriques sur la qualité de l'interface entre les couches.....		135
4.1	Introduction.....	135
4.2	Résultats pour différentes températures et humidités relatives.....	135
4.2.1	Evolution de la masse des échantillons en fonction des conditions de séchage. ..	135
4.2.2	Profils d'indentation et application de « IWC ».	137
•	T=20°C / HR=50%.	138
•	T=35°C / HR=15%.	139
•	T=10°C / HR=50%.	141
•	Comparaison de profils pour un « TAC » spécifique.	142
•	Application du critère de fragilité interfaciale « IWC ».	143
4.2.3	Comportement mécanique de l'interface et adhérence.	144
•	Essais de compression.	144
•	Essais de macroindentation instrumentée.....	148
•	Critère de fissuration.	149
•	Dépouillement avancé des résultats de macroindentation.....	153
4.3	Conclusion.	165
CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES		167

LISTE DES REFERENCES	171
Annexe A : Fiche technique du ciment	182
Annexe B : Fiche technique du sable	183
Annexe C : Fiche technique du superplastifiant	184
Résumé / Abstract	

LISTE DES FIGURES

Figure 1-1: Nombre normalisé d'articles, de brevets et de projets sur le 3DCP par extrusion depuis 1997. (Ma <i>et al.</i> 2022).....	8
Figure 1-2: (a) Maison imprimée et assemblée par WinSun (Wangler <i>et al.</i> 2016), (b) Immeuble multiétage en Chine imprimé par WinSun (https://www.cnet.com/), (c) Château imprimé en 3D (Bos <i>et al.</i> 2016), (d) Bureau imprimé à Dubaï par WinSun (Ghaffar <i>et al.</i> 2018), (e) Modèle réel de la Maison de Canal (https://3dprintcanalhouse.com/), (f) L'intérieur de l'hôtel imprimé aux Philippines (Ghaffar <i>et al.</i> 2018), (g) Maison de 400 m ² imprimée à Beijing - Chine (www.primante3d.com).....	10
Figure 1-3: Schéma de l'impression 3D par extrusion. (Wangler <i>et al.</i> 2019)	11
Figure 1-4 : Surface de contact entre deux couches de formes géométriques différentes : circulaire et carrée.....	15
Figure 1-5 : Approche microstructurale de l'interface selon Hui-cai <i>et al.</i> 2002.....	18
Figure 1-6 : Illustration du processus de génération d'interface entre deux couches. (Geng <i>et al.</i> 2020).....	22
Figure 1-7 : La macro/micro interface entre deux couches. (Geng <i>et al.</i> 2020).....	23
Figure 1-8 : Mode de rupture des échantillons soumis à un essai de traction :(a) TAC = 15 min (b) TAC= 4 heures. (Le <i>et al.</i> 2012(b)).....	25
Figure 1-9: Objets imprimés à différents intervalles de temps entre les couches : (a) 1 min, (b) 5 min, (c) 10 min, (d) 20 min. (Tay <i>et al.</i> 2019).....	26
Figure 1-10: Variation de l'humidité de surface en fonction du temps d'attente entre les couches, comparant des échantillons de béton imprimé en 3D et conventionnel. (Sanjayan <i>et al.</i> 2018) ..	28
Figure 1-11: Schéma représentatif d'un filament cylindrique lors de son extrusion en 3D illustrant le phénomène de migration induite par cisaillement.	29

Figure 1-12: Essai de compression tridirectionnel sur un échantillon imprimé en 3D suivant le plan d'interfaces. (Tay <i>et al.</i> 2017).....	31
Figure 1-13: Illustration schématique de la configuration du : (a) Test de compression classique (Van Der Putten <i>et al.</i> 2019(a)) ; (b) Essai de traction par fendage.....	32
Figure 1-14: Illustration du test de résistance en traction direct de la liaison intercouches. (Panda <i>et al.</i> 2018)	33
Figure 1-15: Essais pour étudier l'adhérence entre les couches : (a) Essai de flexion 3-points ; Essais de compression (b) classique ; (c) avec lames métalliques à l'interface entre les deux couches et (d) avec des angles métalliques. (Keita <i>et al.</i> 2019)	33
Figure 1-16: Cavité entre deux couches dans un béton à 28 jours et avec 10 minutes d'attente entre les couches montrant une présence de portlandite dans cette zone de décollement. (Nerella <i>et al.</i> 2017)	35
Figure 1-17 : Zone interfaciale pour un béton à 1 jour et avec 10 minutes d'attente entre les couches montrant qu'il n'y a pas de différence de microstructure avec le cœur du matériau. (Nerella <i>et al.</i> 2017)	36
Figure 1-18 : Forme géométrique d'une pointe Vickers. (https://www.flickr.com/photos/fluor_doublet/6864844960/).....	40
Figure 1-19 : Courbe de chargement – déchargement typique en indentation instrumentée. (Oliver et Pharr 1992)	41
Figure 1-20 : Courbe charge-déplacement. (Pöhl 2019).....	42
Figure 1-21 : Variation du nombre de dureté en fonction de la charge appliquée.....	43
Figure 1-22 : (a) Schématisation du principe de l'essai d'indentation interfaciale ; (b) Exemple d'un essai d'indentation interfaciale où la pointe est placée dans le plan d'interface substrat - revêtement avec une fissure visible entre les deux. (Démarécaux <i>et al.</i> 1996)	48

Figure 1-23 : Représentation bilogarithmique de la longueur de fissure et de la dureté apparente en fonction de la charge appliquée, et définition du point critique (P_{c,a_c}) utilisé pour calculer la ténacité interfaciale (Choulier 1989)	49
Figure 1-24 : Méthodologie de travail.	54
Figure 2-1: Résultat de l'essai à la sonde de Vicat manuel réalisé sur le mortier à l'état frais. ...	60
Figure 2-2: Essai au prisomètre automatique de Vicat déterminant les temps de prise initial et final du mortier.	61
Figure 2-3: Enceinte climatique Vötsch 340 Litres.	62
Figure 2-4: Pistolet utilisé pour l'impression 3D manuelle.....	63
Figure 2-5: (a) Vue en coupe d'un spécimen imprimé ; (b) Cordons de mortier imprimé manuellement avant sciage.	64
Figure 2-6: Protocole d'impression moulée proposée reproduisant l'impression 3D.....	65
Figure 2-7: Illustration schématique d'échantillons imprimés moulés.	66
Figure 2-8: Echantillon prélevé comportant l'interface entre deux couches.	66
Figure 2-9: Le microscope optique numérique « Zeiss Axio Zoom. V16. (https://www.microscope-concept.fr/)	68
Figure 2-10: Echantillon inclus dans une résine : poli, métallisé et avec de la laque d'argent pour assurer sa conductivité. (Le 2015)	69
Figure 2-11: Microscope électronique à balayage.	69
Figure 2-12: Le duromètre « DURAMIN ».	70
Figure 2-13: Principe de l'essai d'indentation classique.	71

Figure 2-14: Empreintes perpendiculaires réalisées dans la zone interfaciale et leurs positionnements par rapport au plan de l'interface.	72
Figure 2-15: Indenteur instrumenté utilisé en macroindentation.	73
Figure 2-16: Schématisation 3D d'un test d'indentation instrumentée au niveau de l'interface de deux couches imprimées.	73
Figure 2-17: (a) Échantillon cubique scié ; (b) Sens de chargement par rapport à l'interface des couches imprimées.	74
Figure 2-18: La presse hydraulique couplée « 3R » utilisée pour réalisation des essais de compression.	75
Figure 3-1 : (a) Image optique à faible grossissement ; (b) et (c) images MEB des couches inférieure et supérieure respectivement de l'échantillon P ₇ 4h obtenu par impression 3D.	79
Figure 3-2 : (a) Image MEB d'une zone interfaciale proche du bord de l'échantillon ; (b) Image MEB d'une zone interfaciale centrale ; (c) Analyse cartographique en coups des éléments silicium, soufre, calcium et aluminium pour la zone interfaciale centrale et (d) Profil perpendiculaire à l'interface représentant la variation des pourcentages atomiques des éléments en fonction de la distance.	81
Figure 3-3 : (a) Image MEB d'une zone de bord du côté de la couche inférieure ; (b) Analyse cartographique en coups des éléments silicium, soufre, calcium et aluminium (c) Profil perpendiculaire à la zone du bord représentant la variation des pourcentages atomiques des éléments en fonction de la distance.	83
Figure 3-4: (a) Image MEB de la zone interfaciale pour P ₇ 8h ; (b) Analyse cartographique en coups des éléments silicium, soufre, calcium et aluminium (c) Profil perpendiculaire à la zone interfaciale représentant la variation des pourcentages atomiques des éléments en fonction de la distance.	85
Figure 3-5: (a) Image MEB de la zone interfaciale pour P ₇ 24h ; (b) Analyse cartographique en coups des éléments silicium, soufre, calcium et aluminium (c) Profil perpendiculaire à la zone	

interfaciale représentant la variation des pourcentages atomiques des éléments en fonction de la distance.	86
Figure 3-6: Indication des différentes zones étudiées dans un échantillon prélevé après impression manuelle de cordons ayant un temps d'attente de 4 heures entre les couches successives.	88
Figure 3-7: Lieu des différentes empreintes d'indentation effectuées dans la matrice cimentaire dans la couche supérieure (CS).	89
Figure 3-8: a) Dureté Vickers « HV » en fonction de la charge appliquée « P » obtenue dans la couche supérieure (CS), (b) Représentation de la charge appliquée « P » en fonction de la diagonale « d » en échelle bi-logarithmique et représentation du rapport P/d et \sqrt{P} respectivement en fonction de la diagonale « d » pour (CS1) selon Li et Bradt (c) et Bull <i>et al.</i> (d).	90
Figure 3-9: Diagonales moyennes d'empreinte de la couche supérieure « CS ₁ » en fonction de celles de « CS ₂ ».	93
Figure 3-10: Diagonales moyennes d'empreinte de la zone CI ₁ en fonction de celles mesurées dans la zone CI ₂	94
Figure 3-11 : Échantillon à 6 couches obtenu par impression automatisée.	98
Figure 3-12: Image au microscope optique numérique de l'interface entre les couches 2 et 3.	98
Figure 3-13: (a) Variation de la dureté Vickers « HV » en fonction de la charge appliquée « P » pour la couche 2, (b) Représentation de la loi de Meyer, (c) Représentation de la loi de Bull <i>et al.</i> et (d) Représentation de la loi de Li et Bradt.	99
Figure 3-14: Observations au niveau de la zone extérieure du cordon divisée en deux zones : Surface (S) et Sub-Surface (SS).	101
Figure 3-15: Image en microscopie optique illustrant la série d'empreintes réalisées en surface (S) et en sub-surface (SS).	102

- Figure 3-16: Profil dureté-distance obtenu avec une charge d'indentation de 0,025 kgf effectué de la surface externe vers le cœur du matériau dans la couche inférieure (CI). 103
- Figure 3-17: Profil dureté-distance obtenu avec une charge d'indentation de 0,025 kgf effectué de la surface externe vers le cœur du matériau dans la couche supérieure (CS). 104
- Figure 3-18: Image de microscopie optique montrant l'interface entre deux couches successives avec les empreintes de l'échantillon P₇ 4h réalisées au niveau de la ligne d'interface avec la charge P=2 kgf. 106
- Figure 3-19: (a) Variation de la dureté Vickers au niveau de l'interface en fonction de la charge appliqué, traduisant l'effet de taille et (b) Empreinte à l'interface. 107
- Figure 3-20: Profil de dureté pris perpendiculairement à l'interface mesurée avec une charge P=0,025 kgf pour l'échantillon P₇ 4h (TAC=4 heures). 108
- Figure 3-21: Représentation schématique du profil dureté-distance dans la zone interfaciale pour le calcul du critère de fragilité interfaciale « IWC »..... 109
- Figure 3-22: Profils dureté-distance pris perpendiculairement à l'interface mesurée avec une charge P=0,025 kgf pour les échantillons imprimés au pistolet : (a) TAC=0 min, (b) TAC = 20 min, (c) TAC=1 h, (d) TAC=4 h, (e) TAC=8 h et (f) TAC=24 h. 111
- Figure 3-23: Représentation logarithmique du critère de fragilité interfaciale « IWC » en fonction du temps d'attente entre les couches « TAC »..... 113
- Figure 3-24: (a) Image MEB de la zone interfaciale pour l'échantillon E₇ 4h ; (b) Analyse cartographique en coups des éléments silicium, soufre, calcium et aluminium (c) Profil perpendiculaire à la zone interfaciale représentant la variation des pourcentages atomiques des éléments en fonction de la distance. 115
- Figure 3-25: Profils dureté-distance représentant la variation de la dureté Vickers en fonction de la distance de l'interface pour les échantillons imprimés moulés pour différents TAC : (a) 20 min ; (b) 1h ; (c) 4h ; (d) 8h ; (e) 24h. 117

Figure 3-26: Comparaison des valeurs du critère de fragilité interfaciale « IWC » entre 3 zones pour 3 « TAC » différents pour les échantillons imprimés moulés.	118
Figure 3-27: Représentation du critère de fragilité interfaciale « IWC » en fonction du TAC pour les deux types d'échantillons imprimés.	119
Figure 3-28: Résultats des essais de compression montrant la variation de la résistance à la compression « R_c » en fonction du temps d'attente entre les couches pour les directions D_1 et D_2 sur les échantillons imprimés moulés.	121
Figure 3-29: (a) Schématisation de l'essai d'indentation interfaciale réalisé dans le plan de l'interface entre deux couches successives, (b) Vue de l'échantillon imprimé moulé avec TAC=24 h rompu par indentation interfaciale et visualisation de la fissure localisée dans le plan de l'interface.	124
Figure 3-30: Courbe d'indentation représentant la variation de la charge d'indentation appliquée « P » en fonction de la profondeur d'indentation « h » pour un échantillon avec un TAC = 4h.	124
Figure 3-31: Variation de la charge de rupture « P_{max} » en fonction de l'épaisseur de l'échantillon imprimé moulé avec un « TAC=4h ».	126
Figure 3-32: Variation de la charge de rupture « P_{max} » en fonction du temps d'attente entre les couches « TAC ».	126
Figure 3-33: Différence du mode de rupture en fonction des temps d'attente entre les couches « TAC » sur des échantillons imprimés moulés.	129
Figure 3-34: Propagation de la fissure à l'interface et dans une couche pour l'échantillon « TAC=1h » et paramètres utilisés pour le calcul du critère de fissuration « C_f ».	130
Figure 3-35: Variation du critère de fissuration « C_f » en fonction du temps d'attente entre les couches « TAC » pour des échantillons imprimés moulés.	130

1	Figure 4-1: Pourcentage de perte de masse des éprouvettes pour les différentes conditions de temps, température et d'humidité.	136
	Figure 4-2: Profils dureté-distance pris perpendiculairement à l'interface mesurés avec une charge $P = 0,025$ kgf pour les échantillons : (a) TAC=20 min, (b) TAC=1 h, (c) TAC=4 h et (d) TAC=24 h ; $T=20^{\circ}\text{C}$ / HR=50%.	139
	Figure 4-3: Profils dureté-distance pris perpendiculairement à l'interface mesurés avec une charge $P=0,025$ kgf pour les échantillons : (a) TAC=20 min, (b) TAC=1 h et (c) TAC=4 h ; $T=35^{\circ}\text{C}$ / HR=15%.	140
	Figure 4-4: Profils dureté-distance pris perpendiculairement à l'interface mesurés avec une charge $P= 0,025$ kgf pour les échantillons : (a) TAC=20 min et (b) TAC=1 h ; $T=10^{\circ}\text{C}/\text{HR}=50\%$	141
	Figure 4-5: Profils dureté-distance pris perpendiculairement à l'interface mesurés avec une charge $P=0,025$ kgf pour les échantillons : (a) TAC = 1 h et (b) TAC= 4 h ; pour différents T et HR.	142
	Figure 4-6: Comparaison du critère de fragilité interfaciale « IWC » pour différents « TAC », et ceci pour différents T et HR.	144
	Figure 4-7: Résultats des essais de compression montrant la variation de la résistance en compression « R_c » en fonction du TAC pour les directions D_1 et D_2 ; $T=20^{\circ}\text{C}$ / HR=50%.	145
	Figure 4-8: Résultats des essais de compression montrant la variation de la résistance en compression « R_c » en fonction du TAC pour les directions D_1 et D_2 ; $T=35^{\circ}\text{C}$ / HR=15%.	145
	Figure 4-9: Résultats des essais de compression montrant la variation de la résistance en compression « R_c » en fonction du TAC pour les directions D_1 et D_2 ; $T=10^{\circ}\text{C}$ / HR=50%.	146
	Figure 4-10: Comparaison de résultats d'essais de compression pour $T=20^{\circ}\text{C}$ / HR = 100 %, $T=20^{\circ}\text{C}$ / HR = 50 %, $T=35^{\circ}\text{C}$ / HR = 15 % et $T=10^{\circ}\text{C}$ / HR = 50 % dans la direction perpendiculaire à l'interface « D_1 ».	147

Figure 4-11: Comparaison de résultats d'essais de compression pour $T=20^{\circ}\text{C}$ / HR = 100 %, $T=20^{\circ}\text{C}$ / HR = 50 %, $T=35^{\circ}\text{C}$ / HR = 15 % et $T=10^{\circ}\text{C}$ / HR = 50 % dans la direction parallèle à l'interface « D_2 ».....	147
Figure 4-12: Variation de la charge de rupture « P_{\max} » en fonction du temps d'attente entre les couches « TAC » ; pour $T=20^{\circ}\text{C}$ / HR=50 %, $T=35^{\circ}\text{C}$ / HR=15 % et $T=10^{\circ}\text{C}$ / HR=50 %.....	148
Figure 4-13: Variation de la charge de rupture « P_{\max} » en fonction du temps d'attente entre les couches « TAC » ; pour différents T et HR.....	149
Figure 4-14: Différence du mode de rupture en fonction du « TAC » pour $T=20^{\circ}\text{C}$ / HR=50 %.	150
Figure 4-15: Différence du mode de rupture en fonction du « TAC » pour $T=35^{\circ}\text{C}$ / HR=15 %.	151
Figure 4-16: Différence du mode de rupture en fonction du « TAC » pour $T=10^{\circ}\text{C}$ / HR=50 %.	151
Figure 4-17: Variation du critère de fissuration « C_f » en fonction du « TAC », pour les différentes conditions de température et d'humidité relative.	152
Figure 4-18: Variation de la dureté dynamique « H_{md} » en fonction de la profondeur d'indentation « h_i » pour l'échantillon 1 (TAC=0 min / $T= 20^{\circ}\text{C}$ / HR=100%).	154
Figure 4-19: Variation de la dureté Vickers interfaciale « HV_{int} » en fonction de la dureté Martens « $H_{\text{md}}(1)$ » pour toutes les conditions en utilisant la première méthode de calcul.	156
Figure 4-20: Variation de la dureté Martens « H_{md} » en fonction de la profondeur « h » pour l'échantillon 2 (TAC=0 min / $T = 20^{\circ}\text{C}$ / HR=100%) : (a) en considérant tous les points ; (b) après élimination de points sous 5 N.....	157
Figure 4-21: Variation de la dureté Vickers interfaciale « HV_{int} » en fonction de la dureté Martens « $H_{\text{md}}(2)$ » pour toutes les conditions en utilisant la deuxième méthode de calcul.	158

Figure 4-22: Variation de la dérivée « $\frac{dP}{dh}$ » en fonction de la profondeur d'indentation « h ». 159

Figure 4-23: Variation de la pente « Δ » en fonction de la moyenne de la profondeur d'indentation « h_x » pour l'échantillon 1 (TAC=0 min / T=20°C / HR=100%) en considérant (a) 2 points, (b) 5 points, (c) 10 points, (d) 15 points et (e) 20 points. 161

Figure 4-24: Variation de la pente « Δ » en fonction de la moyenne de la profondeur sur 20 points « h_{20} » (Echantillon 1 : TAC=0 min / T=20°C / HR=100%). 162

Figure 4-25: Courbe de chargement de l'échantillon 1 (TAC=0 min / T = 20°C / HR=100%).. 162

Figure 4-26 : Schéma du phénomène observé dans la zone de perturbation de la courbe charge-déplacement. 163

Figure 4-27: Variation de la dureté Vickers interfaciale « HV_{int} » en fonction de la dureté Martens « $H_{md}(3)$ » pour toutes les conditions en utilisant la troisième méthode de calcul. 164

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1-1 : Principe et nombre de dureté des principaux essais de dureté classiques. (Pertuz 2003).....	40
Tableau 2-1: Composition du mélange pour l'obtention d'un mortier imprimable.....	59
Tableau 3-1: Macroducté « HV_0 » et paramètres caractéristiques de l'effet de taille en indentation « d_0 » ou « Δ_{ISE} » pour les différentes zones d'indentation de la couche supérieure (CS) selon les modèles ISE.....	92
Tableau 3-2: Macroducté « HV_0 » pour les différentes zones d'indentation de la couche inférieure (CI) selon les modèles ISE.	94
Tableau 3-3: Tableau récapitulatif des valeurs de macroducté pour les couches supérieure (CS) et inférieure (CI).	95
Tableau 3-4: Tableau récapitulatif des résultats de macroducté Vickers « HV_0 » des différentes couches pour les 2 modèles ISE.....	100
Tableau 3-5: Tableau comparatif des valeurs de macroducté et des paramètres caractéristiques de l'effet de taille en indentation (d_0) ou (Δ_{ISE}) pour les modèles de Li et Bradt et de Bull <i>et al.</i> obtenues pour la surface (S) et la sub-surface (SS).	101
Tableau 3-6: Tableau comparatif des valeurs de dureté Vickers moyenne entre la surface (S) et la sub-surface (SS) des deux couches supérieure (CS) et inférieure (CI).....	105
Tableau 3-7 : Valeurs de macroducté et des paramètres liés à l'effet de taille à l'interface.	107
Tableau 3-8: Tableau récapitulatif des valeurs entrant dans le calcul du paramètre de fragilité interfaciale « IWC » ainsi que la valeur correspondante de ce critère.....	112

INTRODUCTION GENERALE

La fabrication additive vient bouleverser les techniques de fabrication dites traditionnelles vue sa rapidité et sa rentabilité. Elle s'est développée rapidement dans de nombreux secteurs industriels (automobile, aéronautique, médecine ...), et est devenu un moyen de production utilisé quotidiennement pour fabriquer des produits allant des plastiques aux métaux et aux céramiques à grande échelle. L'un des principaux avantages du procédé est de permettre la réalisation rapide de pièces uniques, de forme complexe, adaptées à un usage ou un utilisateur spécifique. Jusqu'à récemment, les techniques de fabrication additive étaient limitées à des secteurs spécifiques tels les industries aéronautiques et biomédicales mais elle impacte désormais de nombreux domaines et viendra progressivement compléter les procédés de fabrication.

Depuis plusieurs années, des expérimentations ont été engagées pour appliquer ce procédé au domaine de la construction, sauf que dans ce cas-là les exigences de l'encre d'impression ainsi que la sensibilité de l'interface entre couches peuvent être des faiblesses face à son utilisation. Toutefois, pour être considéré comme imprimable, un matériau cimentaire doit répondre à un cahier des charges très exigeant. Il doit tout d'abord être suffisamment fluide avant dépôt pour faciliter le pompage et pour pouvoir être extrudé sans subir de blocage ni de filtration et aussi il doit raidir rapidement afin d'être constructible A l'état durci, il doit posséder des propriétés mécaniques compatibles avec les exigences de la construction.

Les propriétés de ce composant imprimé en 3D sont donc très étroitement liées aux paramètres de fabrication (composition et rhéologie du matériau imprimé, vitesse d'impression, temps d'attente entre les couches, etc.) et aux conditions environnementales (humidité relative et température). En ce qui concerne par exemple l'effet du temps d'attente entre les couches, il doit être suffisamment long pour assurer que la couche déposée soit stable et soit capable de supporter le poids des couches ultérieures, mais encore suffisamment court pour éviter un séchage excessif qui pourrait compromettre la qualité de l'interface.

Le coulage multicouche a été largement étudié, où les soi-disant « joints froids » pourraient se former. Mais, paradoxalement, seulement quelques études ont porté sur l'adhérence des couches de béton frais, bien qu'il soit désigné comme le « talon d'Achille » de l'impression 3D. Il est donc nécessaire d'étudier les propriétés et le comportement mécanique des bétons imprimés. Pour cela, certains essais mécaniques permettent d'accéder à une propriété ou

caractéristique mécanique représentative du comportement global du matériau. Parmi eux, on trouve les essais de compression, de traction ou de flexion qui renseignent sur l'anisotropie de l'élément imprimé même si parfois, ils ne sont pas en mesure de détecter la présence de l'interface. Ces essais n'offrent que des grandeurs macroscopiques qui ne sont pas forcément pertinentes pour étudier des problèmes locaux liés aux interfaces entre couches, par exemple. Une alternative possible consisterait alors à utiliser des essais plus locaux par rapport à ceux cités précédemment comme des observations et/ou des analyses MEB-EDS pour montrer des hétérogénéités de composition.

Pour une approche plus mécanicienne, il nous semble plus intéressant de se focaliser sur les propriétés mécaniques locales, plus précisément la mesure de dureté. Pour cela, l'essai d'indentation, considéré plus ou moins à juste titre comme un essai non destructif à l'échelle de l'échantillon, semble être une technique appropriée. Cet essai est devenu en quelques années un moyen de caractérisation mécanique incontournable grâce à son approche multiéchelle.

L'objectif de ce travail de thèse vise donc à étudier principalement le lien entre les paramètres d'impression et la qualité de la liaison entre les couches imprimées successivement. Nous chercherons tout d'abord à déterminer les propriétés mécaniques à l'interface entre deux passages de buse de l'impression 3D, en fonction des propriétés du matériau dans la masse et des conditions de séchage. La qualité de l'interface sera évaluée à l'aide d'essais d'indentation classique et instrumentée à différentes échelles de mesure. Tout d'abord à l'échelle nano-micro particulièrement utile dans le cas de matériaux fortement hétérogènes et cela pour caractériser la dureté des différentes couches grâce à une dureté dite absolue qui s'affranchit des problèmes récurrents en indentation (l'effet de taille entre autres). Puis à l'échelle macro pour remonter enfin au comportement global avec des essais de compression. Les essais seront réalisés sur des corps d'épreuve imprimés dans différentes conditions de fabrication et différentes conditions environnementales.

Le premier chapitre « Synthèse bibliographique et axes de recherche » est consacré à l'état de l'art sur l'impression 3D de béton. Les interfaces entre bétons de différents âges pour aborder ensuite les interfaces entre les différentes couches de béton imprimé. Nous présentons les paramètres recensés dans la littérature qui influencent les propriétés mécaniques du béton imprimé et de ses interfaces, le mécanisme d'adhérence ainsi qu'un référencement des études existantes sur la caractérisation mécanique de ces zones interfaciales à l'état durci. Par la

suite, la technique d'indentation est présentée avec un bref rappel de la théorie, de l'analyse des résultats avec ses spécificités comme en particulier l'effet de taille bien connu en indentation, et de l'indentation instrumentée pour une étude localisée de l'adhérence entre couches. La méthodologie de l'étude est décrite aussi à la fin de ce chapitre.

Le second chapitre « Matériaux et méthodologie expérimentale » concerne les matériaux et méthodes de fabrication et de caractérisation. C'est une présentation des différents matériaux utilisés dans la thèse et de la méthodologie employée. La caractérisation de l'interface, en variant les conditions d'impression, va principalement s'appuyer sur les techniques d'indentation classique ainsi qu'instrumentée, et ceci en comparaison avec les essais mécaniques classiques telle la compression. Des investigations via des observations MEB avec des analyses EDS vont également être réalisées pour étudier la présence ou non d'hétérogénéités de composition chimique à l'interface. La préparation des matériaux est décrite aussi dans ce chapitre, surtout l'introduction d'une méthode d'impression dans des moules. Celle-ci est introduite pour simuler l'impression 3D, en plus de l'impression manuelle à l'aide du pistolet, et ceci afin d'obtenir des éprouvettes plus régulières, répétables et susceptibles de servir comme échantillon pour les essais de compression. De même, chacun des tests réalisés dans cette étude ainsi que leurs démarches expérimentales sont présentées.

Le troisième chapitre « Etude multiphysique multiéchelle en fonction du temps d'attente entre les couches » présente les résultats d'une caractérisation locale des différentes zones du matériau, notamment l'interface entre les couches, pour identifier éventuellement des zones de fragilité. Nous avons cherché à tester aussi différents protocoles expérimentaux permettant d'évaluer la liaison entre les couches successives, afin d'établir un lien entre le temps d'attente entre les couches « TAC » et le comportement mécanique de cette interface, en d'autres termes la qualité de liaison entre les couches. L'étude de l'interface en particulier est réalisée à l'aide d'essais d'indentation classique et instrumentée aux échelles micro et macroscopiques, corrélées avec des essais de compression bidirectionnels. Différents critères caractérisant mécaniquement l'interface ont été déduits de cette partie de l'étude, notamment le critère de fragilité interfaciale « IWC » et le critère de fissuration « C_f ». Des analyses MEB-EDS sous forme de cartographies élémentaires et de profils de variation des pourcentages atomiques des éléments perpendiculairement à l'interface sont réalisées aussi pour une étude chimique approfondie de la zone interfaciale. Tout ce processus de

caractérisation mécanique a été réalisé sur des échantillons issus de deux protocoles de mise en place (pistolet et imprimé dans des moules), ainsi nous proposons une nouvelle méthode de mise en place du béton 3D pour contourner le problème de forme et de planéité de surface des échantillons imprimés manuellement. Ceci dans le but de les adapter à nos différents essais notamment les essais de compression.

Le quatrième chapitre « Influence des conditions thermo-hygrométriques sur la qualité de l'interface entre les couches » est consacré aux résultats d'une caractérisation mécanique d'éprouvettes imprimées moulées dans différentes conditions de temps, température et d'humidité relative. En outre, nous présenterons des analyses plus poussées des résultats de macroindentation interfaciale, avec une interprétation des courbes charge-décharge.

Pour conclure, une synthèse des résultats obtenus est présentée, ainsi que les perspectives envisagées au vu de ces conclusions.

L'ensemble de ce travail a conduit à plusieurs travaux :

Une publication :

- **Taleb, M.,** Bulteel, D., Betrancourt, D., Roudet, F., Rémond, S., Chicot, D. (2022). "Interfacial weakness criterion by indentation in 3D printed concrete". *3D Printing and Additive Manufacturing*. <https://doi.org/10.1089/3dp.2021.0128>

Des communications à des congrès :

- **Taleb, M.,** Bulteel, D., Betrancourt, D., Roudet, F., Rémond, S., Chicot, D. "Multiscale characterization of the interface in 3D printed concrete using the indentation technique". *Congrès Indentation 2021*, 13-15 Octobre 2021, Lorient - France.
- **Taleb, M.,** Bulteel, D., Betrancourt, D., Roudet, F., Rémond, S., Chicot, D. "Mechanical characterization of the interface in 3D printed concrete by classical indentation". *European Congress and Exhibition on Advanced Materials and Processes - EUROMAT 2021*, 12-17 Septembre 2021, Graz - Autriche. (Poster + Vidéo)

- **Taleb, M.** “Caractérisation multi-échelle de l’interface entre bétons imprimés : Zone de fragilité”. *RUGC 2022*, 23-25 Mai 2022, Lille - France.

Chapitre 1: Synthèse bibliographique et axes de recherche

1.1 *Introduction.*

Le premier chapitre de ce manuscrit est dédié à une étude bibliographique permettant d'introduire les différents aspects abordés durant ce travail de thèse. Après une introduction sur l'impression 3D, nous détaillons l'application de cette technique d'impression 3D dans le secteur du Bâtiment et des Travaux Publics (BTP) ainsi que ses applications sur des matériaux cimentaires. C'est pourquoi, le mortier d'impression est présenté. Un accent sera porté sur les propriétés spécifiques que doit avoir le mortier pour être imprimable, ainsi que sur les paramètres et les conditions d'impression qui peuvent avoir une influence significative par la suite sur les propriétés mécaniques du matériau ainsi obtenu.

Il est important aussi de présenter les interfaces entre bétons de différents âges pour aborder ensuite les interfaces entre les différentes couches de béton imprimé. Nous présentons les paramètres recensés dans la littérature qui influencent les propriétés mécaniques du béton imprimé et de ses interfaces, le mécanisme d'adhérence ainsi que les méthodes disponibles dans la littérature, de caractérisation mécanique de ces zones interfaciales à l'état durci.

Dans ce travail, une innovation dans la caractérisation mécanique du matériau étudié est apportée avec l'utilisation de l'indentation classique pour la détermination de la dureté de différentes zones susceptibles d'être altérées par le mode d'obtention du béton imprimé (taux d'humidité, temps de passage entre les couches...) et de l'indentation instrumentée pour une étude localisée de l'adhérence entre couches. C'est pourquoi la technique d'indentation est présentée avec un bref rappel de la théorie, de l'analyse des résultats avec ses spécificités comme en particulier l'effet de taille bien connu en indentation.

1.2 *Impression 3D.*

1.2.1 Généralités.

De nos jours, la fabrication additive (généralement AM pour « *Additive Manufacturing* ») est considérée comme étant l'une des techniques de production des plus répandues. La fabrication additive est définie comme un processus d'assemblage de matériaux pour fabriquer des objets à partir de données de modèle numérique 3D, généralement « couche par

couche » (ASTM 2013). L'impression 3D est une des techniques de fabrication additive (Khalil 2018).

Elle se développe dans le monde entier et dans tous les domaines, de la plasturgie à la médecine, ou de l'agroalimentaire à la construction, bouleversant les techniques de fabrication dites traditionnelles. Désormais, les plastiques, les métaux, la céramique et d'autres matériaux peuvent être imprimés à grande échelle.

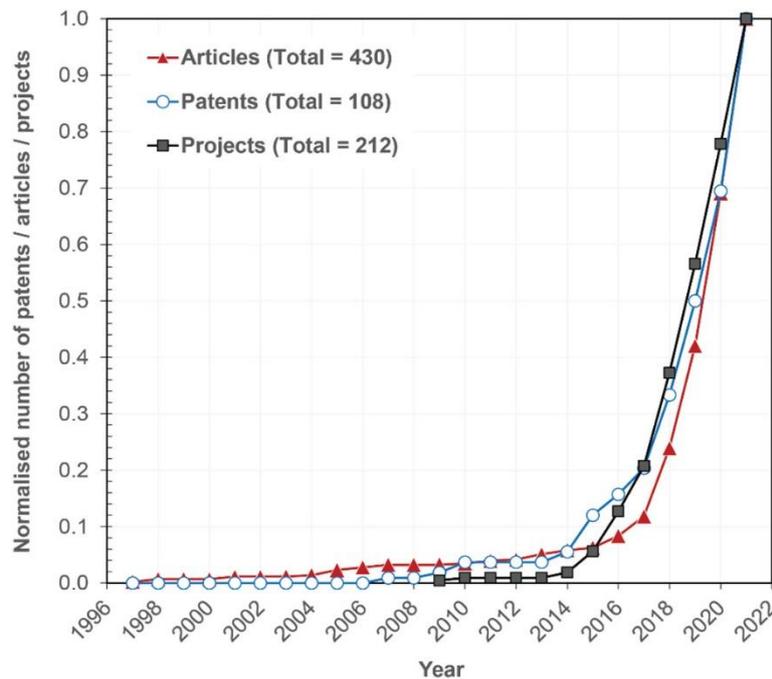


Figure 1-1: Nombre normalisé d'articles, de brevets et de projets sur le 3DCP par extrusion depuis 1997. (Ma et al. 2022)

L'intérêt pour l'impression 3D a considérablement augmenté ces dernières décennies, où elle a fait l'objet de nombreuses recherches par plusieurs instituts de recherche et entreprises au cours de la dernière décennie, dans l'espoir d'optimiser la méthode de production pour une utilisation dans de nombreuses industries (automobile, aéronautique, médicale, alimentaire ...) (Figure 1-1).

1.2.2 L'impression 3D dans le BTP : Application sur des matériaux cimentaires.

La première tentative d'utilisation de matériaux à base de ciment dans une approche de fabrication additive a été proposée par Pegna 1997. Le but était de construire des objets et des structures à l'échelle 1, soit des bâtiments réels, en déposant continuellement des mortiers, avec une faible résolution de dépôt. Le béton avait, dès le début, toutes les qualités requises

pour être convenable à la fabrication additive. C'est le matériau de construction le plus utilisé au monde pour plusieurs raisons. Les matières premières utilisées dans la production de béton sont disponibles et facilement accessibles dans le monde entier. De plus, par rapport à d'autres matériaux de construction, la production de béton est relativement peu coûteuse (Wangler *et al.* 2019). Il a aussi la capacité de se comporter comme un liquide avant durcissement, de durcir en n'importe quelle forme et à supporter une fois durci des charges relativement importantes. Ses propriétés font de lui un matériau de construction viable pour la fabrication additive (Wangler *et al.* 2019).

L'innovation et la recherche joueront un rôle clé dans le changement systémique et radical de l'industrie de construction vers un secteur réactif et durable, surtout en profitant de l'utilisation des technologies et des outils numériques les plus avancées, ce qui renforcera de nombreux avantages concurrentiels avec la construction traditionnelle. L'impression 3D a prouvé son efficacité pour fabriquer des composants à grande échelle pour des applications dans le secteur du BTP dans différents pays du monde et pour des besoins variés, montrant un grand potentiel dans l'amélioration des techniques et des méthodologies de construction (Khoshnevis 2004 ; Khoshnevis *et al.* 2006 ; Lim *et al.* 2009 ; Hager *et al.* 2016 ; Wangler *et al.* 2016 ; Malaeb *et al.* 2019). Donnée à titre d'exemple, la Figure 1-2 montre quelques bâtiments imprimés en 3D avec du béton.



Figure 1-2: (a) Maison imprimée et assemblée par WinSun (Wangler et al. 2016), (b) Immeuble multiétage en Chine imprimé par WinSun (<https://www.cnet.com/>), (c) Château imprimé en 3D (Bos et al. 2016), (d) Bureau imprimé à Dubaï par WinSun (Ghaffar et al. 2018), (e) Modèle réel de la Maison de Canal (<https://3dprintcanalhouse.com/>), (f) L'intérieur de l'hôtel imprimé aux Philippines (Ghaffar et al. 2018), (g) Maison de 400 m² imprimée à Beijing - Chine (www.primante3d.com)

La méthode d'impression basée sur l'extrusion est l'une des principales techniques de fabrication additive dans le domaine de la construction (Van Der Putten *et al.* 2019(b)). C'est une pratique innovante et émergente produisant automatiquement des composants de construction avec des géométries complexes sans intervention humaine (Zareiyan et Khoshnevis 2017(a) ; Panda *et al.* 2018). En bref, dans le processus d'extrusion, un matériau cimentaire est extrudé à partir d'une buse montée sur un portique ou un bras robotique pour imprimer une structure, couche par couche (Buswell *et al.* 2007). Un schéma montrant le processus d'extrusion est illustré par la Figure 1-3.

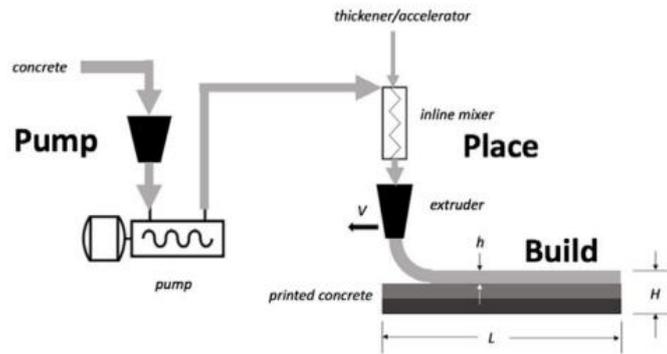


Figure 1-3: Schéma de l'impression 3D par extrusion. (Wangler *et al.* 2019)

La première étape de tout processus d'impression du béton est le mélange du béton frais. Le béton frais est ensuite ajouté à une trémie qui alimente une pompe le livrant au système de pompage. Le béton frais se déplace ensuite à travers le système de tuyauterie jusqu'à la buse d'extrusion. Une fois arrivé au niveau de la buse, le béton est extrudé sous forme d'un filament de hauteur (h). Les filaments sont ensuite placés successivement jusqu'à atteindre la hauteur finale de construction (H). L'adoption des techniques de fabrication additive dans le domaine de la construction est bénéfique en présentant de nombreux avantages potentiels par rapport à la construction traditionnelle. Entre sa rapidité (Buswell *et al.* 2007 ; Perrot *et al.* 2016) et la variété des formes architecturales qu'elle permet de réaliser (plus d'aisance et de flexibilité vue la possibilité de création de structures géométriquement plus complexes) (Buswell *et al.* 2007 ; Wolfs et Salet 2016), l'impression 3D laisse envisager un secteur du BTP plus économe avec une réduction du coût de construction et de matières premières (Wolfs et Salet 2016). Aussi, l'impression en 3D offre une amélioration globale de la sécurité sur le chantier (Ashrafi *et al.* 2019).

Mais, à tous ces avantages présentés plus haut, certains inconvénients s'opposent et empêchent encore un développement plus large de cette technique. En effet, étant une technique récente, il n'existe pas encore de codes de construction, de normes ou des références auxquelles on pourrait avoir recours. De plus, après impression, la structure finale est stratifiée avec une finition rugueuse de la surface étant donné que les éléments imprimés donnent au final une déposition de couches successives superposées avec un aspect irrégulier (Wolfs et Salet 2016 ; Wangler *et al.* 2016 ; Van Der Putten *et al.* 2019(a)). En outre, alors qu'il est reconnu que le béton est un candidat viable pour l'impression, le caractère contradictoire de certaines de ces propriétés recherchées notamment l'imprimabilité, la constructibilité, la maniabilité, etc... rend complexe et difficile la tâche de trouver le

compromis le plus judicieux entre ces propriétés (Ashrafi *et al.* 2019). De plus, un des défis parmi les plus importants de l'impression 3D par extrusion est l'incorporation de barres d'acier de ferrailage conventionnelles au sein de la structure imprimée pour le rendre plus rigide. En effet, il est reconnu que la résistance à la traction du béton est intrinsèquement faible (Marchment *et al.* 2017).

1.2.3 Le mortier d'impression : Propriétés et composition.

- Propriétés du mortier d'impression.

Pour l'impression en 3D du béton dans le secteur de la construction, le mortier à imprimer doit être suffisamment fluide avant dépôt pour faciliter le pompage et pour pouvoir être extrudé sans subir de blocage ni de filtration (De Schutter *et al.* 2018). Il doit raidir suffisamment rapidement (limite de cisaillement élevé) pour assurer la constructibilité et la stabilité de la structure, tout en conservant sa forme sous son propre poids puis sous celui des couches supérieures ajoutées ultérieurement (De Schutter *et al.* 2018). Une autre contrainte concerne cette fois-ci le temps nécessaire entre les dépôts successifs. Celui-ci doit être suffisamment long pour résister à l'affaissement des couches via le raidissement de l'encre cimentaire et suffisamment court pour éviter un séchage excessif qui pourrait compromettre la qualité de l'interface. De même à l'état durci, il doit répondre à certaines propriétés mécaniques compatibles avec les exigences de la construction et des résistances comparables à celles des mortiers traditionnels (Le *et al.* 2012(b)).

Les quatre critères (pompabilité, extrudabilité, ouvrabilité et constructibilité) définissent le cahier des charges très exigeant des encres cimentaires :

- Pompabilité : Elle est considérée comme étant la capacité du béton frais fluide à être transporter facilement à travers le système de pompage en s'écoulant dans les tuyaux tout en conservant ses propriétés (Malaeb *et al.* 2019).
- Extrudabilité : Elle fait référence à la capacité du béton frais à être pompé vers une buse où il doit être extrudé aisément sous forme de filament continu sans blocage, ni ségrégation et ni de filtration (Le *et al.* 2012(a) ; Van Der Putten *et al.* 2019(a)).
- Ouvrabilité : C'est la période de temps durant laquelle la facilité et l'homogénéité avec lesquelles le mélange peut être malaxé, pompé et mis en place ou extrudé (Lim *et al.* 2012). Elle peut être évaluée selon Van Der Putten *et al.* 2019(a) par l'essai Vicat soit manuellement soit automatiquement. Un maximum d'ouvrabilité doit être conçu tout en

visant une résistance à la compression maximale. Ceci semble contradictoire mais peut être obtenu en minimisant le rapport eau sur ciment E/C tout en maintenant la fluidité ainsi que l'ouvrabilité avec des adjuvants (Malaeb *et al.* 2019).

- Constructibilité : La constructibilité est considérée comme la résistance d'un matériau cimentaire à l'état frais à son affaissement et sa capacité à conserver sa forme sous une certaine charge qui peut être son propre-poids ou le poids des couches suivantes (Wangler *et al.* 2019). Le *et al.* 2012(a) vérifient cette constructibilité en extrudant une série de 4 ou 5 couches successives où aucune déformation des couches inférieures ne doit avoir lieu. Au fur et à mesure que le processus d'impression se poursuit, chaque filament de béton frais doit gagner en rigidité afin de pouvoir supporter le poids des couches déposées au-dessus. Les contraintes dans les couches inférieures dues au poids de celles au-dessus augmentent à mesure que la structure croît en hauteur avec la déposition des couches.

- Composition du mortier d'impression.

Il n'existe pas de normes pour la quantification des composants pour un mortier d'impression 3D. C'est un travail de formulation par itérations successives qui est nécessaire afin d'obtenir la composition finale optimale. Ce mélange optimal est défini selon Malaeb *et al.* 2019 comme étant le compromis avec le rapport E/C le plus faible tout en répondant à toutes les exigences d'extrudabilité, de pompabilité, d'ouvrabilité et de constructibilité. Le matériau doit principalement comprendre des matériaux en poudre pour répondre à l'imprimabilité requise, avec un volume de pâte élevé. La plupart des mélanges dans la littérature sont réalisés à base de ciment portland. De plus, l'encre doit avoir un squelette granulaire relativement fin (sans gros granulats ni de sable grossier), afin d'être facilement extrudable au niveau de la buse. Tout comme l'intégration d'une certaine quantité d'adjuvants (superplastifiant, retardateur de prise, accélérateurs de prise) et/ou d'additions minérales (comme les cendres volantes et la fumée de silice, ...) peut entrer dans la composition du béton qui peut ainsi offrir des contributions positives pour ajuster le comportement rhéologique et de raidissement des matériaux à imprimer (Le *et al.* 2012(a) ; Nerella *et al.* 2016 ; Kazemian *et al.* 2017 ; Ma *et al.* 2018 ; Panda *et al.* 2018).

Donc, une sélection méticuleuse des composants du mélange d'impression est essentielle, et une grande importance doit être donnée à sa rhéologie et à ses propriétés de raidissement puis de durcissement. Une formulation optimisée dans laquelle le temps de prise de la pâte, la stabilité de forme des premières couches et la liaison entre les couches doivent être

maximalisées (Ghaffar *et al.* 2018). Alors, étant donné toutes ces exigences du matériau d'impression, plusieurs essais préliminaires en partant d'un mélange initial sont nécessaires pour pouvoir s'assurer de la compatibilité de ces propriétés avec le cahier des charges.

1.2.4 Paramètres d'impression.

L'obtention de bonnes propriétés mécaniques du matériau imprimé est très étroitement liée aux paramètres de l'imprimante et aux conditions de fabrication. Toute sélection inappropriée de ces paramètres peut avoir une influence significative sur l'objet final imprimé en 3D entraînant une mauvaise qualité d'impression et parfois pouvant causer une défaillance catastrophique de la structure (Tay *et al.* 2017 ; Zareiyan et Khoshnevis 2017(a)). Ces paramètres peuvent être le débit de la pompe, la vitesse d'impression, la géométrie de la buse et sa hauteur, le temps d'attente entre les couches, les conditions environnementales (température et humidité relative), etc.

- Temps d'attente entre les couches : Tay *et al.* 2019 définissent en impression 3D le temps entre deux extrusions consécutives comme le temps nécessaire pour que la buse, en traçant le profil bidimensionnel d'une couche, puisse atteindre la même position sur la couche suivante. La taille de l'objet à imprimer joue un rôle primordial vu qu'une grande pièce à imprimer induit une augmentation de l'écart temporel entre les couches (Diggs-McGee *et al.* 2019). Certaines irrégularités ou interruptions peuvent avoir lieu lors de l'impression, telles que l'installation du système d'impression, l'étalonnage, la préparation du matériau, des impressions tests, une relocalisation de l'imprimante, l'ajustement du matériau livré à la pompe. Un nettoyage peut parfois être nécessaire en cas de tuyau ou de buse bloqué, une pause pour le placement du ferrailage si c'est le cas, un entretien préventif de certaines pièces du système d'impression, une adaptation de la vitesse d'impression, des démarrages et arrêts difficiles de l'imprimante ainsi que les conditions météorologiques où des retards dus à la pluie peuvent avoir lieu (Diggs-McGee *et al.* 2019). En outre, un temps d'attente trop long entre les couches peut induire des défauts d'interfaces.

- La buse : La forme géométrique de la buse peut varier. Normalement, les formes circulaires ou elliptiques fournissent une meilleure liberté pendant l'impression mais créent une faible surface de contact entre les couches successives à cause de leur forme arrondie (Figure 1-4) ce qui pourrait influencer la constructibilité et la stabilité de l'objet, ainsi que la liaison et l'adhérence entre les couches. La buse avec la forme carrée ou rectangulaire assure une large surface de contact entre les couches ce qui peut avoir des influences positives sur la

stabilité et assurer la bonne cohésion entre les dépositions consécutives (Paul *et al.* 2018 ; Tay *et al.* 2019). La hauteur de la buse au-dessus de la surface d'impression peut avoir aussi une influence considérable sur la géométrie et les propriétés du produit imprimé.

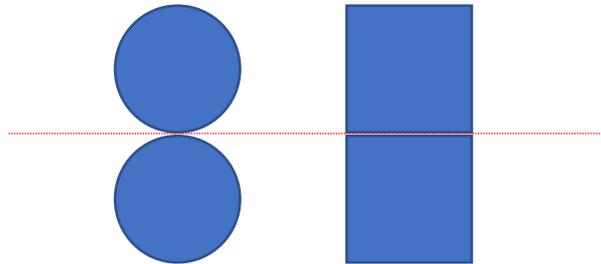


Figure 1-4 : Surface de contact entre deux couches de formes géométriques différentes : circulaire et carrée.

- Vitesse d'impression : Elle doit donc être suffisamment lente pour que le matériau ait le temps de se structurer entre deux couches pour garantir sa constructibilité mais en même temps suffisamment rapide pour éviter tout séchage excessif qui viendrait compromettre la qualité de la liaison entre les couches (Paul *et al.* 2018). D'après Diggs-McGee *et al.* 2019, la vitesse d'impression est contrôlée concrètement par deux éléments : *i*) La vitesse de l'imprimante elle-même (le bras d'extrusion) et *ii*) le débit du matériau de la pompe vers la buse. En outre, la vitesse d'impression joue un rôle important en déterminant la dimension des filaments extrudés en impression 3D du béton. Pour un débit constant ainsi qu'un diamètre constant de la buse, un mouvement trop lent de la buse peut déposer plus de matériaux et alors augmenter la dimension du filament aboutissant à une dimension du filament supérieure à celle du diamètre de la buse et un renflement inutile (over-printing). De même, un mouvement d'impression trop rapide peut entraîner une déposition d'une quantité insuffisante de matière dans certaines zones du filament réduisant ainsi sa dimension par rapport au diamètre de la buse (Under-printing). Ceci peut causer des irrégularités de forme (Tay *et al.* 2017).

- Débit : Le débit d'impression dépend en grande partie du diamètre de la buse d'après Lim *et al.* 2012, et dépend également de la viscosité du béton, qui est à son tour fonction de la composition du mélange de béton et du rapport eau/ciment (Bos *et al.* 2016). Ainsi, le débit de la pompe, le diamètre de la buse, et la vitesse d'impression sont trois paramètres étroitement liés.

- Les conditions environnementales : Celles-ci, surtout en ce qui concerne la température et l'humidité relative, varient selon que l'on imprime hors-site ou sur-site. Ceci

aura un effet direct sur la vitesse de séchage du matériau extrudé ainsi que sur l'adhésion entre les couches successives surtout en cas d'attente entre deux passages (Diggs-McGee *et al.* 2019). Cependant la sensibilité des matériaux et des procédés aux conditions ambiantes est un inconvénient qui peut gêner les travaux sur site. Une solution alternative serait de fabriquer les composants hors-site dans un environnement climatisé pour les transporter par la suite (Lim *et al.* 2012). Diggs-McGee *et al.* 2019 ajoutent également qu'une attention particulière doit être portée à la qualité des matériaux lors des opérations de nuit où lorsque des grandes variations de température sont présentes. À mesure que la température change, les paramètres d'impression voire le matériau doivent être ajustés car les facteurs environnementaux affecteront le comportement du matériau.

1.3 Interface Béton / Béton.

1.3.1 Interface entre béton de différentes durées de séchage.

Des interfaces se produisent normalement entre un béton durci et un béton frais déposé au-dessus, généralement en cas de réparation ou de réhabilitation de structures en béton, en fournissant une couche protectrice à un substrat endommagé afin de prolonger leurs durées de vie. Ceci peut également se produire dans le cas de coulées multiples décalées dans des projets de construction in situ ou dans le cas de combinaison de pièces préfabriquées et coulées. Dans ce cas, la deuxième couche de béton est mise en place après que la première soit déjà suffisamment hydratée, où le mixage entre l'ancien et le nouveau béton devient quasi-impossible. D'après Roussel et Cussigh 2008, ce phénomène trouve son origine dans l'absence de remixage au niveau de l'interface entre les couches, due à la thixotropie du mélange qui induit une augmentation rapide de la consistance de la première couche ne permettant pas lors du coulage de la deuxième couche de réinitier l'écoulement de la première au niveau de l'interface. Ceci induit la formation d'un joint froid à l'interface entre les deux couches.

Le terme « adhérence » décrit la connexion dans la couche limite entre deux matériaux qui sont mis en présence et liés l'un à l'autre avec une interface commune, de telle sorte qu'une force, énergie extérieure ou un mouvement d'origine thermique est requise pour rompre le lien ou séparer le substrat de la couche d'apport. Les mécanismes de liaison entre deux couches de béton, l'une durcie et l'autre fraîche, se déroulant à l'interface entre bétons d'âges différents sont donc complexes et variés. Celles-ci peuvent être divisées essentiellement en une liaison mécanique liée principalement à la rugosité macroscopique, à une liaison

physique liée à une interaction de type Van der Waals et à la tension superficielle ainsi qu'à une liaison chimique qui consiste en des réactions chimiques entre le substrat et le matériau frais (Courard 1998).

Une large gamme de paramètres de matériaux et de conditions environnementales peut influencer la qualité de cette liaison. Les raisons possibles de ces défaillances comprennent la préparation de la surface du substrat (Rugosité, humidité et état de carbonatation), le choix et l'application des matériaux de revêtement, les procédures de durcissement, les propriétés des matériaux en fonction du temps et les influences environnementales (Bissonnette *et al.* 2014). Santos *et al.* 2011 ajoutent que cette force d'adhérence des interfaces béton-béton est fortement influencée par les conditions de cure, qui peuvent créer des contraintes supplémentaires à l'interface entre les deux couches. En comparant deux conditions de durcissement, une diminution significative d'environ 19% de la force de liaison a été observée en comparant le durcissement en laboratoire à un durcissement en conditions extérieures.

Austin *et al.* 1995, qui ont expérimenté dans le domaine de réparation de béton, affirment qu'une surface propre, solide et rugueuse du béton de substrat ainsi que son état d'humidité sont nécessaires pour une bonne adhérence avec la couche de réparation ajoutée. La surface du béton de substrat présente toujours une certaine rugosité, due à la présence des pores et des cavités ouvertes dites microrugosités ainsi qu'une texture de surface ou macro-rugosité. Des ancrages mécaniques sont formés entre les deux matériaux lorsque le matériau d'apport est coulé en remplissant les pores ouverts et les cavités à la surface du substrat (Beushausen et Alexander 2008). Ils ont souligné l'importance de la préparation et de la géométrie de la surface du substrat. En effet, quand le substrat a une faible macro-rugosité, ils ont observé une perte de force de liaison avec le temps. Plus tard, Santos et Júlio 2011 ont démontré que la force de liaison de l'interface béton-béton augmentait avec l'augmentation de cette rugosité de surface.

Selon la littérature, de nombreuses idées contradictoires ont été mentionnées concernant l'effet de l'humidité de surface sur la liaison entre du béton coulé conventionnellement de différents âges. Beushausen et Alexander 2008 déclarent que la force de liaison est fonction des conditions d'humidité de la surface du béton déjà existant. Mais Pigeon 1992 considère cette idée comme fautive en comparant l'interface entre l'ancien et le nouveau béton à la liaison entre les granulats et la pâte de ciment. L'interface est alors considérée comme un

effet de paroi qui existe entre l'ancienne et la nouvelle couche, résultant en une zone de transition. Selon Gillette 1963, l'eau libre à la surface de la couche existante diminue l'adhérence entre l'ancien et le nouveau béton déposé.

Quant à Mallat et Alliche 2011, ils ont montré que la force de liaison est affaiblie dans l'interface suite à une surface trop sèche ou trop humide du substrat. Dans le cas d'une surface très sèche, une partie de l'eau du mélange de réparation sera aspirée dans le substrat avant que les composants solubles et réactifs de la pâte de ciment ne se forment causant une mauvaise adhérence avec le substrat. D'un autre côté, une surface saturée en eau avant l'application du mortier augmentera le rapport eau/ciment à la limite du mortier frais et diminuera ses propriétés mécaniques.

Hui-cai *et al.* 2002 expliquent le comportement des interfaces qui se produit entre deux couches de béton d'âges différents en considérant une approche microstructurale, montrant à l'échelle nanométrique différents produits de réaction qui peuvent se produire dans la zone interfaciale, divisée en 3 sous-couches : La couche pénétrante, la couche fortement affectée et la couche faiblement affectée (Figure 1-5).

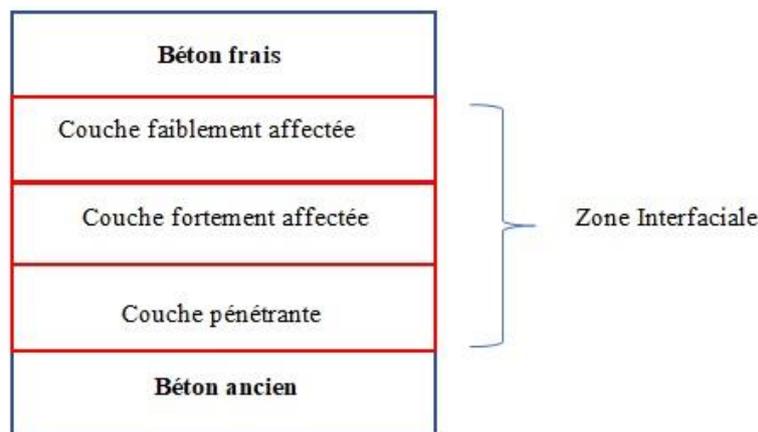


Figure 1-5 : Approche microstructurale de l'interface selon Hui-cai et al. 2002.

La première couche de la zone interfaciale nommée la « couche pénétrante » se trouve à l'intérieur du béton ancien et n'a aucune influence néfaste sur la résistance de l'interface. Le béton frais pénètre dans le béton ancien et réagit avec, formant des produits d'hydratation qui remplissent les pores, principalement des silicates de calcium hydratés « C-S-H » et peu d'ettringite (trisulfoaluminate de calcium hydraté). La microstructure de cette couche est

dense et son épaisseur dépend de la nature du béton frais ainsi que de la porosité de l'ancienne couche de béton.

La « couche fortement affectée » est située à la limite des deux couches de béton ancien et frais. Le coulage du béton frais entraîne un fort débit d'eau en direction du béton ancien, entraînant une augmentation locale du rapport eau/ciment, ce qui augmente la taille et la quantité de cristaux d'ettringite et de portlandite (hydroxyde de calcium « Ca(OH)_2 »). Ces derniers sont les principaux produits d'hydratation de cette couche, en plus de la présence d'eau et des fissures. Les aiguilles d'ettringite sont orientées perpendiculairement au plan de l'interface, ce qui rend cette couche plus poreuse. Cette couche est considérée comme plus faible que le matériau d'origine et la plus faible entre les trois couches d'interface, ce qui la rend décisive dans les performances interfaciales.

La « couche faiblement affectée » se situe dans la couche fraîchement déposée et est plus résistante que la « couche fortement affectée ». La quantité et la forme des cristaux de cette couche sont similaires à la couche de béton frais.

Généralement, ce type d'interfaces a été largement étudié mais, au contraire, peu de recherches ont été effectuées sur l'adhésion de deux couches fraîches jusqu'à ce que l'impression 3D apparaisse et donne à ce sujet un point d'intérêt pour beaucoup de chercheurs.

1.3.2 Interface entre deux couches imprimées.

En général, le concept de l'impression 3D de matériaux cimentaires, vu la nature de la fabrication additive, consiste à déposer du béton frais sur du béton frais, et cela avant le temps de début de prise des deux couches. Les structures imprimées en 3D sont donc constituées de plusieurs couches introduisant de nombreuses interfaces, surtout avec des retards pouvant survenir entre les dépositions successives des couches.

Le sujet de la liaison interfaciale et du mécanisme de cohésion de couches de mortier, résultantes d'un processus de fabrication additive, présentent un intérêt particulier pour les chercheurs et font l'objet de recherches continues et approfondies.

Selon Ngo *et al.* 2018, l'adhérence intercouches est un défi majeur de la technique d'impression 3D, et d'une importance cruciale pour une mise en œuvre réussie de la construction automatisée. Cette force de liaison entre les couches imprimées est donc une

propriété mécanique critique des objets imprimés (Marchment *et al.* 2017). Les couches doivent s'adhérer d'une manière optimale afin de créer une structure homogène quasi-isotrope ayant les propriétés mécaniques adéquates, en absence de toute sorte de vibration ou de forces externes lors du dépôt des couches, afin de garantir une structure finale stable et résistante (Zareiyan 2016 ; Van Der Putten *et al.* 2019(a) ; Wolfs *et al.* 2019).

En outre, Nerella *et al.* 2018 désignent cette liaison entre les couches imprimées par le « Talon d'Achille » de l'impression 3D du béton, car une faible adhérence entre les couches consécutives peut créer des défauts potentiels, conduisant à des concentrations de contraintes dans cette zone entre les couches.

En principe, l'apparition d'une liaison faible entre les couches de béton imprimé est similaire à la formation d'un joint froid dans les structures en béton coulées de manière conventionnelle (Zareiyan et Khoshnevis 2017(a)). L'approche de Hui-cai *et al.* 2002 déjà présentée peut-être applicable dans le cas de l'impression en 3D du béton lorsque l'intervalle de temps entre les couches est suffisamment long, au moins dépassant le temps de début de prise du mélange.

Selon Kruger et van Zijl 2021, l'adhérence entre les couches de mortiers imprimées comprend une interaction mécanique ainsi qu'une liaison chimique et de forces intermoléculaires entre les filaments. Selon Ghaffar *et al.* 2018, l'adhésion intercouches est l'interaction des matériaux aux deux échelles microscopique (réactions chimiques) et macroscopique (rugosité de surface), qui affecteront la création de cette cohésion entre les couches.

La littérature indique que plusieurs mécanismes sont responsables du manque d'adhérence entre de tels matériaux. L'origine de la faible force de liaison est liée soit à une faible interaction chimique entre les couches (Keita *et al.* 2019), soit à une mauvaise liaison mécanique de surface entre eux (Van Der Putten *et al.* 2019(a)), soit aux forces physiques intermoléculaires (Wolfs *et al.* 2019).

La formation de joints froids entre les couches imprimées peut s'expliquer par un phénomène d'échange d'humidité selon lequel, lorsque la couche inférieure devient plus sèche, elle absorbe plus d'eau de la couche supérieure fraîchement déposée où simultanément de l'air à l'intérieur de la couche inférieure s'en échappe. Cet air reste piégé au niveau de l'interface provoquant une mauvaise liaison (Van Der Putten *et al.* 2019(b)). Par conséquent, Kruger et van Zijl 2021 indiquent que plus l'intervalle de temps entre les dépôts successifs est long,

plus l'eau s'évapore de la surface, ce qui entraîne une augmentation de la migration de l'eau entre les filaments et, par conséquent, une faiblesse plus importante au niveau de l'interface.

D'un autre côté, Keita *et al.* 2019 disent que la baisse de la résistance de l'interface ne trouve pas son origine dans la structuration de la couche inférieure qui pourrait empêcher le mélange des deux couches successives. Leurs résultats suggèrent plutôt un séchage superficiel extrêmement localisé à l'origine de cette baisse au niveau de l'interface, où il n'y a pas assez d'eau pour hydrater le ciment et ainsi la résistance de l'interface diminue. Lors de l'impression, la surface de la couche inférieure est exposée à l'environnement pendant un certain temps jusqu'à ce que la couche supérieure soit extrudée en-dessus. Pendant cette période, l'eau s'évapore continuellement de la surface de la couche, diminuant la teneur en eau de l'interface. Le mortier perd alors progressivement sa maniabilité, ce qui se traduit par une surface inférieure difficilement déformable par la couche supérieure. Une faible teneur en eau entraîne aussi un faible degré d'hydratation et des micropores, induisant une faible liaison entre les couches.

D'un point de vue microstructural, il peut être décrit comme une défloculation de la pâte et des ponts de C-S-H sous écoulement, et floculation et formation de ponts C-S-H au cours du temps au repos. Selon Roussel et Cussigh 2008, un matériau fortement thixotrope peut exercer un défi majeur sur le comportement de l'interface, telle que la réduction de la force de liaison entre les couches. Une concentration d'eau et une température de cure élevées sont bénéfiques pour empêcher l'évaporation de l'eau et améliorer le processus d'hydratation de sorte que les propriétés mécaniques en soient améliorées. Cela est dû à l'augmentation des produits d'hydratation tels que les C-S-H (Le *et al.* 2012(a) ; Weng *et al.* 2021). Au début de la période d'hydratation, les précipitations d'hydrates tels que les C-S-H et les aiguilles d'ettringite forment des ponts entre les grains de liant, ainsi la pâte gagne progressivement une certaine résistance (Roussel *et al.* 2012). Si la couche supérieure est absente pendant cette période, les premiers hydrates de la surface de la couche inférieure se limitent à former des ponts avec de nouvelles particules de liant lorsque la couche supérieure est extrudée. Par conséquent, après la prise de la couche inférieure, les hydrates contribuant à la liaison de l'interface sont limités, ce qui entraîne une diminution rapide des propriétés mécaniques de la zone interfaciale (Geng *et al.* 2020).

Panda *et al.* 2019 pensaient également que les contraintes générées par l'écoulement de la couche supérieure peuvent initier un écoulement dans la couche inférieure, surtout si le

matériau n'est pas thixotrope. Ceci pourrait minimiser la formation de pores (surtout des macropores) et permettre l'homogénéisation des deux couches dans une certaine mesure assurant une meilleure force de liaison à l'interface. Suivant De Schutter *et al.* 2018, lorsqu'une couche est en cours de déposition au-dessus d'une couche déjà imprimée, elle vient exercer une certaine pression sur la couche précédente. La haute température et la pression au niveau de la buse remodèle la surface de la couche antérieure permettant la formation d'une liaison avec la couche nouvellement imprimée.

Selon Geng *et al.* 2020, lorsque la couche supérieure est extrudée, son support ne provient que de la couche inférieure, leur contact est donc inévitable. Certains renflements ont la chance d'entrer en contact les uns avec les autres et seront liés entre eux grâce à des produits d'hydratation après durcissement. Cependant, à certains endroits, l'air peut rester à l'interface durcie ce qui se traduira par une porosité très élevée (Figure 1-6).

Pendant l'étape de mise en contact (contacting), le matériau d'impression est toujours dans un état plastique. Par conséquent la couche supérieure peut se déformer sous son propre poids et la couche inférieure est également capable de changer de forme sous pression. Les deux situations optimiseront la macro-interface. Dans ces conditions, plus de zones de contact et des pores moins larges seront générés après le durcissement.

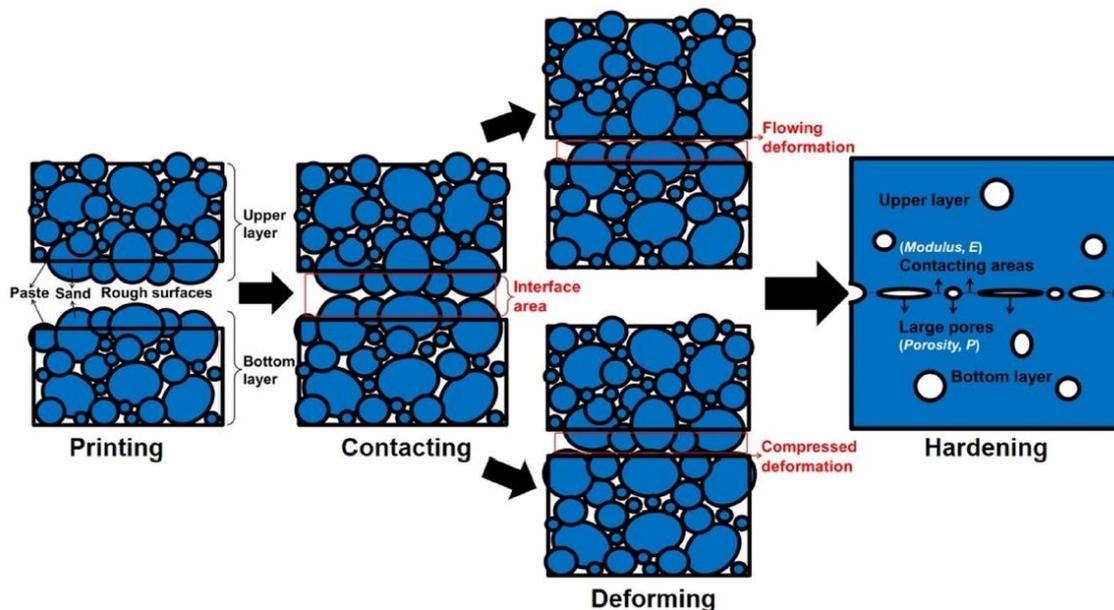


Figure 1-6 : Illustration du processus de génération d'interface entre deux couches. (Geng *et al.* 2020)

La macro-interface sera donc définie comme étant constituée de pores relativement larges qui dépendent de la capacité de déformation des couches. Alors que la micro-interface est située dans les zones de contact et se compose de produits d'hydratation et de pores et/ou de fissures relativement petits, qui dépendent de la microstructure des hydrates (Figure 1-7).

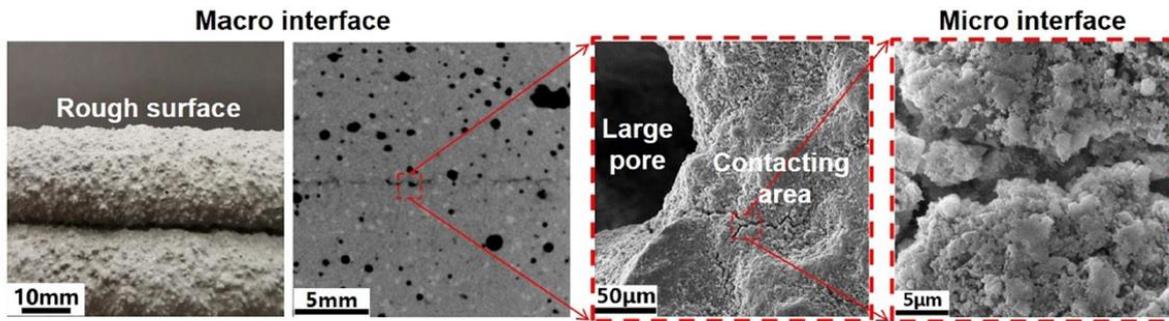


Figure 1-7 : La macro/micro interface entre deux couches. (Geng et al. 2020)

1.3.3 Influence des paramètres de fabrication sur l'adhérence.

Plusieurs paramètres peuvent affecter cette adhérence entre les couches extrudées de mortier frais. Un intérêt particulier est donc accordé à ce sujet vu son effet critique sur les propriétés mécaniques à l'état durci des objets imprimés.

En général, l'obtention d'une bonne qualité d'interface dépend de :

- La composition du matériau d'impression.
- Le temps d'attente entre les couches.
- La vitesse d'impression.
- La buse d'impression.
- L'humidité de surface.

D'après Malaeb *et al.* 2019, ces paramètres d'impression jouent un rôle très important sur l'état d'interface entre les couches successives et par la suite sur le comportement mécanique à l'état durci du matériau imprimé.

- Matériau d'impression : La composition du matériau et ses propriétés rhéologiques à l'état frais sont décisives en ce qui concerne la qualité de cette interface et la formation ou non de joints froids (Van Zijl *et al.* 2016 ; Nerella *et al.* 2018). Nerella *et al.* 2019 ont par ailleurs montré que la formation de joints froids pouvait avoir lieu lorsque le matériau était trop thixotrope pour permettre un contact lisse et propre entre les couches, ce qui réduit la

surface de contact effective et ainsi l'adhésion entre elles. Par contre, Keita *et al.* 2019 concluent que l'adhérence entre les couches est plutôt à relier à l'évaporation de l'eau de la surface de la couche au repos donc à son séchage plutôt qu'à la thixotropie du mélange et à la structuration de la première couche déposée.

En ce qui concerne la composition de cette encre d'impression et selon Nerella *et al.* 2016, l'utilisation d'additions minérales réduit la porosité du matériau extrudé en maintenant une teneur en eau quasi-constante, ce qui pourra contribuer à une meilleure adhésion intercouches. Ils ajoutent encore que l'utilisation de certains adjuvants dans le mélange, tels que des agents de viscosité ou des polymères superabsorbants peuvent améliorer l'état la qualité interfaciale.

Paul *et al.* 2018 ont également étudié l'effet du rapport diamètre sur teneur des granulats dans la composition de l'encre d'impression sur la force de liaison entre les couches. Ils ont montré qu'un faible diamètre maximal de granulats en plus d'un rapport Ciment/Granulats élevé améliore l'adhérence entre les couches.

- Temps d'attente entre les couches : Le temps d'attente entre deux dépositions successives est l'une des conditions les plus importantes qui régit la force de liaison entre les couches d'une structure imprimée (Lim *et al.* 2012 ; Panda *et al.* 2018).

Des intervalles de temps intercouches plus longs, qui sont nocifs à la fois pour la structure micro et macro, conduisent évidemment à la diminution de la force de liaison intercouches (Ghaffar *et al.* 2018 ; Geng *et al.* 2020).

Dans l'impression 3D, et comme nous l'avons déjà abordé, un paradoxe concernant le temps est présent. L'intervalle de temps entre les couches déposées doit être suffisamment long pour fournir un raidissement adéquat des couches inférieures capable de supporter le poids des couches déposées par la suite et également suffisamment court pour assurer à la fois une constructibilité ainsi qu'une force de liaison optimisée. Ainsi un temps plus court conduit à une adhérence plus élevée entre les couches (Feng *et al.* 2015 ; Nerella *et al.* 2017) lorsqu'un temps plus long induit une réduction de cette adhérence (Le *et al.* 2012(b) ; Kazemian *et al.* 2017 ; Nerella *et al.* 2017).

Dans l'étude de Le *et al.* 2012(b), des échantillons avec des intervalles de temps entre les couches de 0, 15, 30 minutes, 4 heures et 7 jours ont été imprimés. La Figure 1-8(a) montre

que l'échantillon avec un temps d'attente entre les couches (TAC) de 15 minutes, sous charge de traction, a rompu dans le matériau avec des valeurs élevées de la force de liaison, alors que la Figure 1-8(b) montre la surface de rupture d'un échantillon avec un temps d'attente de 4 heures qui a rompu au niveau de l'interface entre les couches déposées, ce qui prouve la faiblesse de cette zone pour des temps d'attente longs. Par conséquent, la force de liaison intercouches diminuent lorsque l'intervalle de temps entre les dépositions augmente. Également, pour des temps d'attente entre 30 minutes et 7 jours, la force de liaison moyenne entre les couches a subi une réduction de 53 à 77 %, en comparaison avec du béton coulé par la méthode traditionnelle.

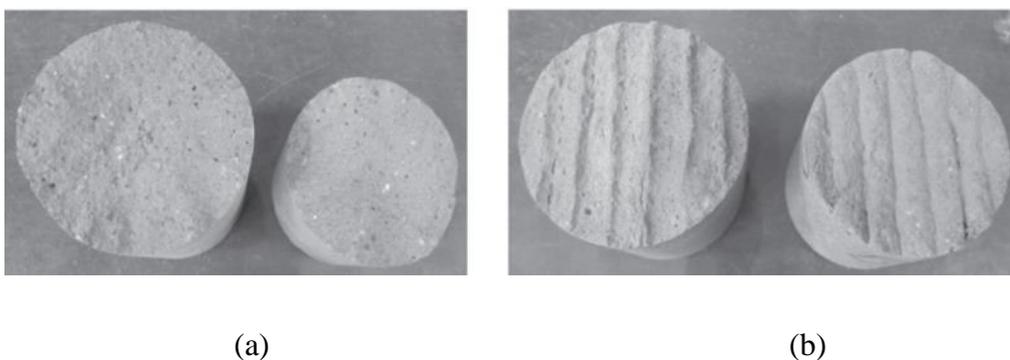


Figure 1-8 : Mode de rupture des échantillons soumis à un essai de traction : (a) TAC = 15 min (b) TAC = 4 heures. (Le et al. 2012(b))

De plus, selon Paul *et al.* 2018, les surfaces de rupture obtenues après un essai de traction sur des échantillons réalisés avec 2 intervalles de temps différents présentent un aspect différent. La surface de rupture d'un échantillon à faible intervalle de temps est rugueuse contrairement à une surface lisse qui est observée pour l'intervalle de temps élevé.

D'un autre côté, et selon Paul *et al.* 2018, un temps d'attente intercouches plus court permet aux réactions chimiques et à l'hydratation des matériaux des deux couches successives, toujours à l'état frais, d'avoir lieu, ce qui favorise la formation de produits d'hydratation renforçant la liaison entre les deux couches. A l'inverse, une augmentation de ce temps d'attente permet le séchage, le durcissement et même la prise de la couche inférieure dans certains cas, conduisant à une interaction chimique réduite. Certains mélanges nécessitent un temps parfois long pour sécher. Ceci maintient la surface chimiquement active pour former des interfaces entre les couches dont le comportement est proche du matériau brut, sans grande dépendance de l'intervalle de temps entre les couches suivantes (Bos *et al.* 2016).

Van Der Putten *et al.* 2019(a) visaient quant à eux à étudier l'effet de différents temps d'attente sur la microstructure de l'élément imprimé (taille et quantité des pores). Une augmentation du nombre et du diamètre des pores a été remarquée avec l'augmentation du temps d'attente entre deux couches, avec une quantité de pores plus élevée au centre (zone interfaciale).

Tay *et al.* 2019 ont étudié l'effet du temps d'attente entre les couches sur le matériau à l'état frais et l'effet éventuel sur l'adhérence interfaciale. Si l'intervalle de temps était court, l'interface peut réorganiser son orientation pour s'adapter aux contraintes apportées par le dépôt de la couche suivante, ce qui aidera le matériau à l'interface à bien se lier avec elle. Et lorsque ce temps devient suffisamment long pour que la couche initiale soit rigide, cette énergie de dépôt n'est plus suffisante pour réorienter le matériau interfacial. Une étude de l'état de la zone d'interface à l'échelle macroscopique a été menée pour comprendre l'effet du temps d'attente entre les deux couches sur l'adhérence des couches, représentée par la Figure 1-9. Pas de vides visibles entre les couches pour les intervalles de temps courts mais à mesure que cet intervalle augmente, ces vides entre les couches augmentent évidemment, jusqu'à former une légère forme en U qui peut être dû au poids des couches suivantes et aux perturbations pendant le processus d'impression.

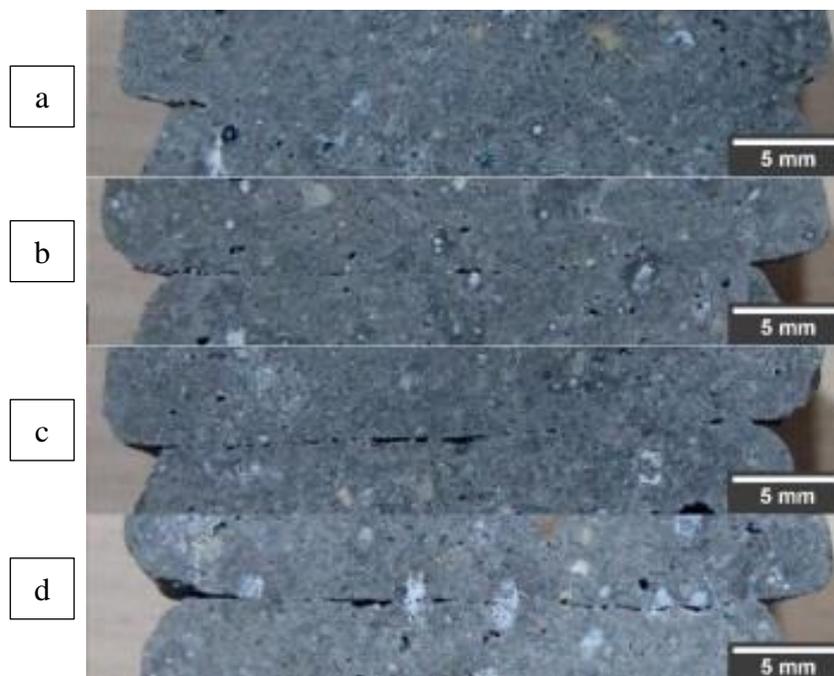


Figure 1-9: Objets imprimés à différents intervalles de temps entre les couches : (a) 1 min, (b) 5 min, (c) 10 min, (d) 20 min. (Tay *et al.* 2019)

- Vitesse d'impression : La vitesse d'impression doit donc être suffisamment lente pour que le matériau ait le temps de se structurer entre deux couches pour garantir sa constructibilité mais en même temps suffisamment rapide pour éviter tout séchage excessif qui viendrait compromettre la qualité de la liaison entre les couches (Tay *et al.* 2017).

Van Der Putten *et al.* 2019(a) ont montré également que la vitesse d'impression a une influence significative sur la rugosité de la surface donc sur cette adhérence interfaciale en accord avec les observations de Zareiyan et Khoshnevis 2017(b) qui ont montré que la force de liaison entre deux couches distinctes est liée à la rugosité de surface. En effet, une faible vitesse d'impression introduit une rugosité importante sur la surface de la couche initiale, ce qui a un effet positif sur la liaison intercouches. Contrairement, dans les cas de grande vitesse d'impression, une faible rugosité induite à la surface conduit à une faible liaison entre les couches.

- La buse d'impression : La hauteur de la buse au-dessus de la surface d'impression est l'un des paramètres de l'imprimante qui influence non seulement la force de liaison entre les couches mais également la qualité de la surface des filaments imprimés (Bos *et al.* 2016). Panda *et al.* 2018 ont trouvé qu'une diminution de la distance entre la buse et le point d'impression pourrait compacter la couche en cours d'impression dans l'ancienne, ce qui réduirait le taux de porosité dans la zone interfaciale menant à une liaison améliorée entre les deux couches. Le processus d'extrusion applique souvent une certaine déformation contrôlée du filament en cours d'impression, ce qui facilite l'adhésion à la couche précédente (Buswell *et al.* 2018). Par contre, Wolfs *et al.* 2019 n'ont trouvé aucune relation claire entre la hauteur de la buse et la force de liaison pour la combinaison matériau-procédé spécifique utilisée dans leur étude.

Paul *et al.* 2018 affirment que la forme géométrique de la buse influence cette liaison intercouches où les buses de forme rectangulaire assurent une meilleure adhérence et où la surface de contact est plus grande (Figure 1-4).

- L'humidité de surface : L'humidité de surface est un aspect important et doit se situer dans certaines limites car les effets d'une surface trop humide ou trop sèche sont préjudiciables en ce qui concerne l'adhérence entre les couches (Wolfs *et al.* 2019). Cette humidité de surface est fonction des conditions d'impression et des conditions du matériau (Composition, laitance etc...).

Sanjayan *et al.* 2018 ont étudié l'influence de l'humidité de surface sur l'adhérence entre les couches extrudées, en plus de l'effet du temps d'attente, sur la résistance intercouches. En ce qui concerne la force de liaison intercouches, pour les échantillons à intervalle de temps de 10 et 30 minutes, cette force était égale mais supérieure à celle de 20 minutes où tous les échantillons sont rompus à l'interface entre les couches imprimées. Pour comprendre ce phénomène, les auteurs ont étudié la variation de la teneur en humidité de la surface en fonction du temps d'attente entre les couches. Une corrélation nette a été trouvée entre ces deux variables, comme le montre la Figure 1-10. Une teneur d'humidité élevée garantit un milieu aqueux convenable pour assurer l'adhérence du béton en cours d'impression avec la couche déjà existante, résultant en une force de liaison intercouches plus élevée.

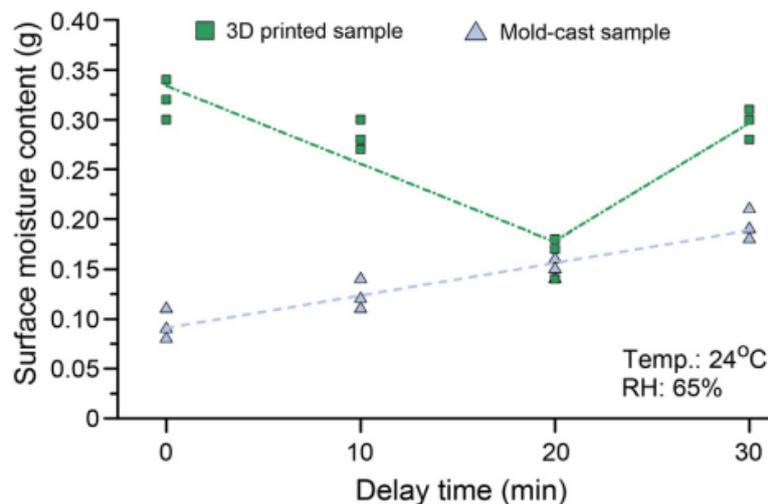


Figure 1-10: Variation de l'humidité de surface en fonction du temps d'attente entre les couches, comparant des échantillons de béton imprimé en 3D et conventionnel. (Sanjayan *et al.* 2018)

A $t = 0$ minute, équivalent au moment de l'extrusion du filament de béton, l'humidité en surface de la couche est élevée (Figure 1-10) due à la laitance sous pression en raison du phénomène de migration induite par cisaillement. Cela est dû à la haute pression exercée sur le béton dans les tuyaux de pompage ainsi que dans la buse, de sorte que les granulats se concentrent au centre du filament extrudé où la contrainte de cisaillement est minimale, alors que proche des surfaces, une forte contrainte de cisaillement se produit induisant une concentration de pâte de ciment sous la forme d'une couche lubrifiante apportant de l'humidité supplémentaire à la surface (Figure 1-11).

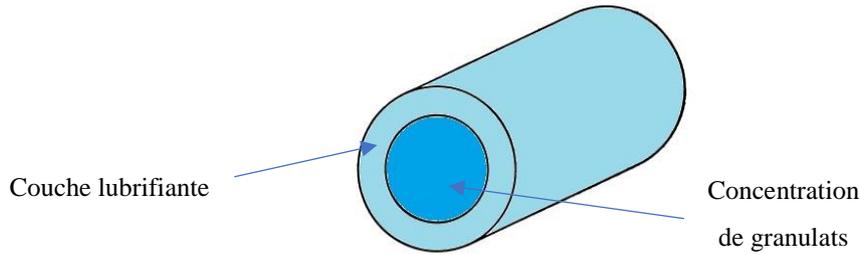


Figure 1-11: Schéma représentatif d'un filament cylindrique lors de son extrusion en 3D illustrant le phénomène de migration induite par cisaillement.

Entre 0 et 20 minutes, l'humidité de surface a diminué, là où la laitance était nulle, de sorte qu'une évaporation constante d'humidité a lieu depuis la surface du béton extrudé pendant cette période de temps, où elle est exposée à l'air, la laissant sèche et rigide. Entre 20 et 30 minutes, un temps d'attente suffisamment long entre les couches, l'humidité de surface augmente avec l'augmentation du taux de laitance. Ceci est en contraste avec le béton conventionnel où la laitance, en correspondance avec l'humidité de surface, augmente continuellement avec le temps. Ainsi, Sanjayan *et al.* 2018 ont montré que l'état hydrique de la surface du matériau a une forte influence sur le comportement du matériau à l'état durci. Le séchage réduit la teneur en eau de surface affectant négativement les propriétés mécaniques du matériau tandis que la présence d'eau à la surface due à la laitance a un effet positif sur l'interface et le matériau.

Cela a également été approuvé par Sonebi *et al.* 2019, qui ont pulvérisé de l'eau avec un vaporisateur à la surface de l'ancienne couche juste avant le dépôt de la deuxième couche. Les résultats ont montré que l'hydratation de la surface de la première couche permettait un ralentissement de la perte de résistance de l'interface avec le temps en comparaison avec les échantillons réalisés sans humidification.

De la même manière, Keita *et al.* 2019 ont confirmé l'effet de l'humidité de surface au niveau de l'interface avec des échantillons couverts ou non avant déposition de la couche suivante, où la force de liaison interfaciale était 90 % plus élevée lorsque les échantillons étaient couverts et protégés du séchage.

1.4 *Caractérisation mécanique à l'état durci.*

La résistance mécanique du béton à l'état durci est obtenue avec le temps et tout au long du processus d'hydratation, et ceci grâce à la formation des hydrates et la structuration de sa microstructure.

Paul *et al.* 2018 montrent qu'un objet extrudé en 3D présente une porosité réduite, conduisant à une résistance accrue. Ce qui fait que les matériaux imprimés, en comparaison avec les matériaux moulés traditionnellement, présentent un comportement mécanique amélioré dans les trois directions (fonction du plan d'interface). Cette amélioration est due à l'effet positif de l'extrusion qui joue un rôle très important en augmentant la densité du mortier d'impression (Van Zijl *et al.* 2016 ; Sonebi *et al.* 2019).

1.4.1 Caractérisation mécanique globale de l'interface entre couches.

Les structures en béton sont normalement considérées comme homogènes, selon les codes de construction actuels. En revanche, la formation d'interfaces entre les couches imprimées successivement peut altérer considérablement le comportement mécanique global de la structure à l'état durci, montrant une anisotropie ainsi que des faibles résistances interfaciales (De Schutter *et al.* 2018).

Il est probable que les propriétés des interfaces régissent les propriétés globales de l'objet imprimé à l'état durci avec les propriétés du matériau à l'intérieur de la couche considérée comme la limite supérieure des performances théoriquement réalisables (Bos *et al.* 2016).

Le comportement anisotrope est l'un des principaux défis de la fabrication additive. En raison de cette nature qui consiste en des dépôts de couches les unes au-dessus des autres, la microstructure du matériau à l'intérieur de chaque couche (sans interface) est différente de celle des frontières entre les couches, c'est-à-dire aux interfaces. L'anisotropie de la pièce imprimée en 3D se traduit par un comportement mécanique différent sous tension ou compression selon la direction de l'essai par rapport au plan de l'interface, perpendiculaire ou parallèle au plan (Ngo *et al.* 2018). Pourtant, un processus d'extrusion correctement fait introduit relativement peu d'anisotropie dans la structure durcie en raison de la forte liaison interfaciale (Le *et al.* 2012(b) ; Nerella *et al.* 2017 ; Cho *et al.* 2019).

Afin d'étudier et comprendre le comportement mécanique d'une structure imprimée en 3D, il faut prendre en considération le niveau d'anisotropie de ce matériau en comparant son

comportement dans trois directions comme le montre schématiquement la Figure 1-12. Les trois cas possibles sont : *i*) direction 1 : l'axe de l'effort est perpendiculaire au plan de l'interface, *ii*) direction 2 : l'axe de l'effort est parallèle au plan de l'interface et à la direction de déposition et *iii*) direction 3 : l'axe de l'effort est parallèle au plan de l'interface mais perpendiculaire à la direction de déposition (Tay *et al.* 2017 ; Sonebi *et al.* 2019).

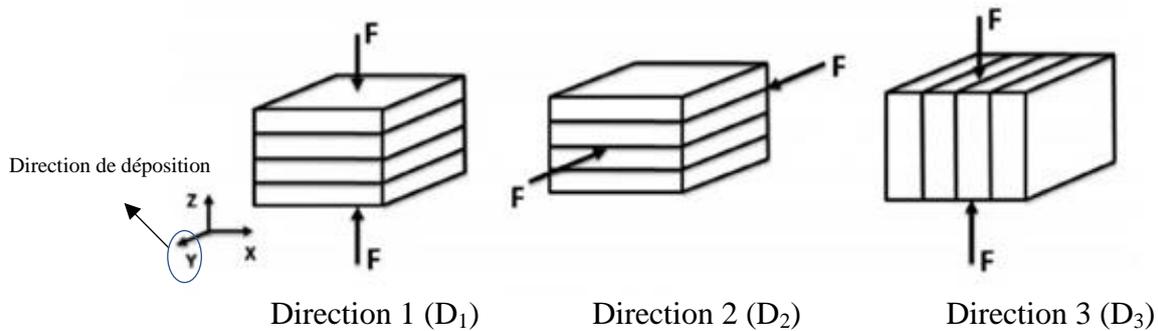


Figure 1-12: Essai de compression tridirectionnel sur un échantillon imprimé en 3D suivant le plan d'interfaces. (Tay *et al.* 2017)

Selon Paul *et al.* 2018, et suite à des essais pluridirectionnels qui peuvent être de compression ou de flexion, la résistance est plus élevée dans la direction parallèle à la direction d'impression (D_2) que dans la direction perpendiculaire à celle de l'impression (D_1) ou (D_3). Ceci est causée par les liaisons faibles entre les filaments imprimés, où des interfaces et/ou des fissurations peuvent se produire (Le *et al.* 2012(b) ; Feng *et al.* 2015). De même pour Sanjayan *et al.* 2018, un phénomène d'anisotropie est remarqué en compression comme en flexion.

Pour Le *et al.* 2012(b), une réduction de la résistance à la compression entre 5 et 30%, selon la forme imprimée et l'orientation de la charge par rapport aux couches a été observée. Les résistances les plus faibles se produisent lors du chargement dans des plans parallèles aux couches. Cependant, comme attendu, la résistance à la flexion est considérablement réduite (jusqu'à 36%) lorsqu'elle est appliquée pour provoquer une tension perpendiculaire aux couches mais toujours élevée par rapport aux bétons conventionnels.

Une large gamme d'essais mécaniques a été proposée et explorée dans la littérature pour évaluer les propriétés d'adhérence et la performance de matériaux présentant des interfaces, et quantifier un paramètre de résistance de cette liaison. Certains essais mécaniques permettent d'obtenir une caractéristique mécanique représentative du comportement global du matériau

(notamment l'anisotropie) tandis que d'autres essais cherchent à mieux caractériser la région interfaciale.

- Echelle macroscopique.

Récemment, plusieurs types d'essais, surtout destructifs, ont été appliqués pour caractériser le comportement macro de l'interface. Il s'agit notamment des essais de compression pluridirectionnels (Figure 1-12, Figure 1-13(a)) (Panda *et al.* 2017 ; Marchment *et al.* 2017 ; Sanjayan *et al.* 2018 ; Van Der Putten *et al.* 2019(a) ; Nerella *et al.* 2019 ; Wolfs *et al.* 2019). L'essai de cisaillement, l'essai de traction indirect/par fendage (Figure 1-13(b)) (Kruger et van Zijl 2021 ; Weng *et al.* 2021) ainsi que l'essai de résistance à la traction direct (Figure 1-14) (Le *et al.* 2012(b) ; Marchment *et al.* 2017 ; Sanjayan *et al.* 2018 ; Panda *et al.* 2018 ; Wolfs *et al.* 2019 ; Kruger et van Zijl 2021) sont également utilisés dans la littérature.

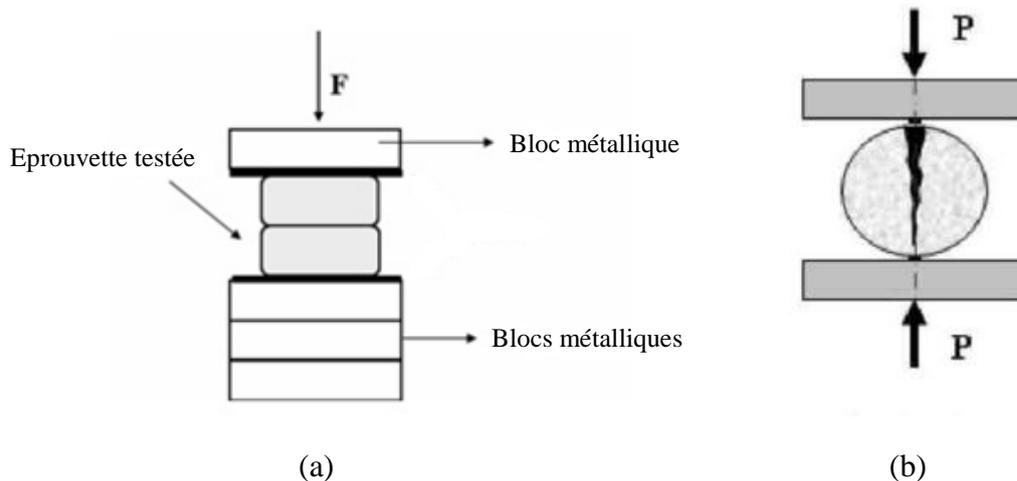


Figure 1-13: Illustration schématique de la configuration du : (a) Test de compression classique (Van Der Putten *et al.* 2019(a)) ; (b) Essai de traction par fendage.

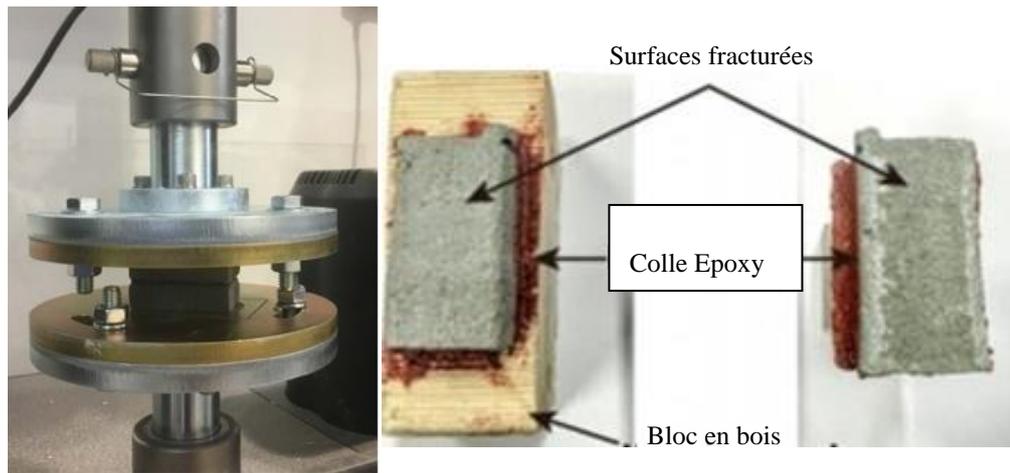


Figure 1-14: Illustration du test de résistance en traction direct de la liaison intercouches. (Panda *et al.* 2018)

Des essais de flexion trois et quatre points sont également présentés dans la littérature comme approche pragmatique pour déterminer la force de liaison interfaciale des échantillons de béton imprimé en 3D en fournissant une contrainte de traction (Figure 1-15(a)). (Marchment *et al.* 2017 ; Panda *et al.* 2017 ; Sanjayan *et al.* 2018 ; Nerella *et al.* 2019 ; Wolfs *et al.* 2019). Keita *et al.* 2019 ont choisi des essais de flexion et de compression pour éviter toute découpe, sciage ou collage entre les échantillons et les composants de la presse. Ils définissent 3 essais de compression différents : l'essai de compression classique (Figure 1-15(b)), l'essai de compression avec des lames métalliques à l'interface (Figure 1-15(c)) et l'essai de compression avec angles métalliques (Figure 1-15(d)).

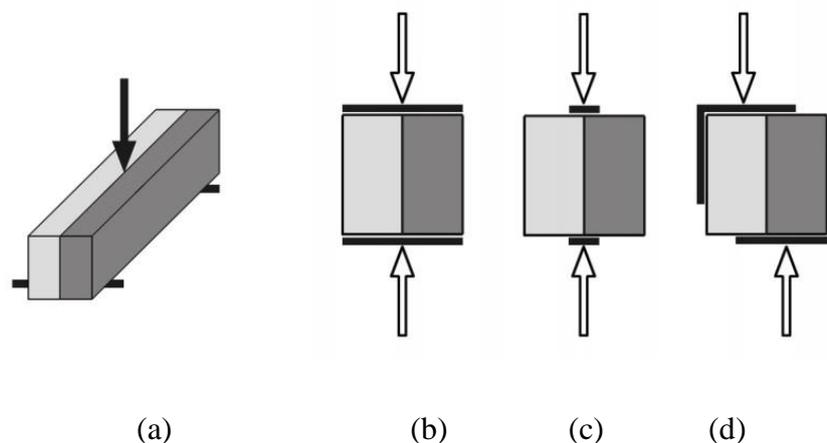


Figure 1-15: Essais pour étudier l'adhérence entre les couches : (a) Essai de flexion 3-points ; Essais de compression (b) classique ; (c) avec lames métalliques à l'interface entre les deux couches et (d) avec des angles métalliques. (Keita *et al.* 2019)

Dans leur étude, ils montrent que les essais de flexion et de compression classiques ne testent pas directement l'interface et que ces essais ne sont donc pas en mesure de détecter sa présence en comparaison avec des blocs monolithiques, à part les augmentations d'écart-type. En raison de leur chemin de contrainte spécifique, ils ne testent pas directement l'interface, de sorte que la résistance déduite n'est donc que faiblement affectée par la présence d'une interface faible. L'essai de compression avec lames métalliques à l'interface teste uniquement cette zone fournissant une mesure très dispersée, alors que l'essai de compression avec des angles métalliques semble être un chargement mécanique intermédiaire principalement en cisillant le matériau. Donc, et d'après leurs résultats expérimentaux, Keita *et al.* 2019 suggèrent que seul l'essai d'angles permet de mesurer une baisse de la résistance relative moyenne à l'interface au-delà des écarts-types.

Nerella *et al.* 2018 avaient conclu que les essais de flexion et de cisaillement sont ambigus et que leurs résultats ne sont pas assez indicatifs de l'état de l'interface ni de la force de liaison entre les couches.

La réalisation d'essais uniaxiaux est un moyen direct d'obtenir la force de liaison entre deux couches (Le *et al.* 2012(b) ; Marchment *et al.* 2017 ; Sanjayan *et al.* 2018 ; Panda *et al.* 2019 ; Tay *et al.* 2019 ; Van Der Putten *et al.* 2019(b)). Cependant, les détails de ces essais ne sont pas si couramment rapportés dans la littérature. D'après Chen *et al.* 2020, il existe un manque de connaissances concernant la mécanique et la modélisation de rupture dans le contexte des matériaux cimentaires imprimés en 3D.

Bien que les essais destructifs présentés précédemment soient généralement utilisés pour obtenir une force de liaison interfaciale, cela peut ne pas toujours être une option viable surtout dans le cas de structures imprimées en 3D à grande échelle. Une solution possible dans ce cas sera d'utiliser des essais non destructifs tel que l'indentation qui seront présentés dans la suite de ce chapitre (Partie « Caractérisation mécanique par indentation. »).

Des observations à l'échelle macroscopique pour comprendre le comportement du matériau imprimé au niveau de l'interface entre les couches successives étaient encore réalisées par Tay *et al.* 2019 (Figure 1-9). Ces examens de l'interface permettent de repérer les porosités, les cavités ainsi que de comparer les échantillons selon leurs conditions de mise en place. Van Der Putten *et al.* 2019(a) ont utilisé la technique de porosimétrie à intrusion de mercure et d'absorption d'eau pour caractériser la porosité de la zone interfaciale d'un échantillon

imprimé. Ohdaira et Masuzawa 2001 ont réussi à estimer la résistance d'un joint froid dans le béton en utilisant la spectroscopie ultrasonique. Dans ce cas, et en présence de joints froids dans les régions interfaciales entre les couches imprimées, cette technique pourrait également être appliquée aux structures en béton imprimées en 3D. Pourtant, ces inspections ne fournissent pas une mesure quantitative de la résistance ou adhérence entre les couches imprimées (Carlton *et al.* 2016 ; Tay *et al.* 2019 ; Panda *et al.* 2019).

- Echelle microscopique.

Les observations microscopiques consistent en des investigations des microstructures proches de l'interface entre les couches de béton imprimées pour pouvoir éventuellement révéler certaines porosités, identifier divers produits d'hydratation en fonction des différentes conditions d'impression (Carlton *et al.* 2016), ainsi que suivre la progression de la formation ou pas de cette liaison entre les deux couches avec l'âge du béton (Figures 1-16 et 1-17).

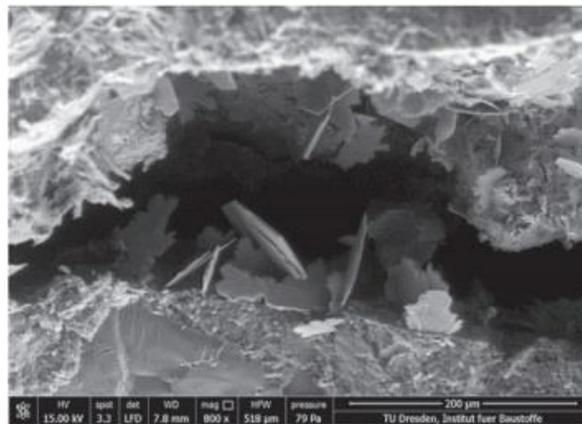


Figure 1-16: Cavité entre deux couches dans un béton à 28 jours et avec 10 minutes d'attente entre les couches montrant une présence de portlandite dans cette zone de décollement. (Nerella *et al.* 2017)

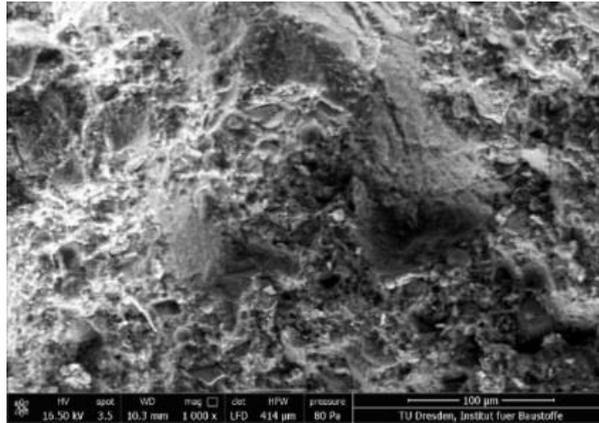


Figure 1-17 : Zone interfaciale pour un béton à 1 jour et avec 10 minutes d'attente entre les couches montrant qu'il n'y a pas de différence de microstructure avec le cœur du matériau. (Nerella et al. 2017)

1.4.2 Caractérisation mécanique par indentation.

Une alternative encore peut utiliser dans la caractérisation des bétons imprimés en 3D est l'utilisation de l'indentation qui permet une étude localisée.

- Généralités.

L'objectif de cette thèse est de caractériser des éléments imprimés en béton confrontés à des conditions de séchage et de durcissement variables. Afin de caractériser et d'évaluer les propriétés mécaniques, une grande variété d'essais mécaniques existent comme ceux mentionnés dans le paragraphe précédent. Pour déterminer les propriétés mécaniques à l'échelle locale, nous nous sommes intéressés à l'essai d'indentation qui peut être considéré comme un essai non destructif (à l'échelle de l'échantillon) en comparaison avec d'autres essais mécaniques réalisés sur des matériaux similaires. Cet essai nous semble donc être une technique appropriée d'autant plus que l'indentation est l'un des essais mécaniques les plus simples à réaliser. Les instruments d'indentation développés jusqu'à présent permettent de réaliser l'essai d'indentation sous différentes conditions de chargement, de vitesse, de maintien et de cyclage ce qui rend cette technique l'une des plus utilisées aujourd'hui pour caractériser mécaniquement un matériau. Cet outil de caractérisation mécanique multiéchelle permet d'abord d'obtenir des propriétés mécaniques, à savoir la dureté et le module élasticité. Mais les nombreux types de sollicitations permettent aussi d'étudier le comportement à la fatigue (essais multicycliques), au fluage par indentation (charge maintenue constante), à la relaxation (profondeur d'indentation maintenue constante) et de remonter ainsi à des

propriétés comme la viscosité. Il permet également d'étudier tous types de matériaux, massifs ou revêtus (revêtements minces ou épais), des matériaux fortement hétérogènes ou multiphasiques ainsi que des matériaux fragiles.

Pour réaliser un essai d'indentation, il suffit d'une surface plane et soigneusement polie. Le principe de cet essai est d'enfoncer, sous l'action d'une charge donnée, un pénétrateur ou indenteur, de forme et de propriétés maîtrisées, à la surface du matériau à tester. L'indenteur conditionne la mécanique de l'essai et par conséquent les grandeurs exploitables ainsi que les diverses méthodes et modèles adaptés pour les déterminer. Généralement pour la détermination de la dureté, du module d'élasticité et de la ténacité, les indenteurs à forme pyramidale sont utilisés, les plus souvent Vickers et Berkovich (Menčík *et al.* 2005). L'indenteur Vickers (pyramidale à base carrée) est plus connu en microindentation instrumentée (Caër 2013) alors que le Berkovich (pyramidale à base triangulaire) est le plus utilisé en nanoindentation (Yetna N'Jock 2014). Le choix du matériau constitutif et de la forme de l'indenteur est aussi une étape importante d'un tel essai. L'indenteur doit être très rigide et doit rester élastique durant l'essai. Généralement, les deux matériaux les plus couramment utilisés sont le diamant et le carbure de tungstène. La géométrie de l'indenteur peut varier entre sphérique (Brinell), conique (Rockwell) ou pyramidale à bases triangulaire (Berkovich), losange (Knoop) ou carrée (Vickers). Le choix de l'indenteur dépend encore de la nature de l'échantillon ainsi que de la profondeur d'indentation choisie (Aubert et Maciejak 2007).

Pour l'indentation classique, les dimensions de l'empreinte résiduelle laissée par l'indenteur sur la surface de l'échantillon sont mesurées après son retrait pour en déduire une valeur de dureté. Par contre, l'essai d'indentation instrumentée consiste à mesurer continuellement l'évolution de la force appliquée (P) avec la pénétration de la pointe (h) pour remonter aux propriétés mécaniques du matériau étudié (Charleux 2006).

L'essai d'indentation permet une étude aux différentes échelles de mesure, de l'échelle nano à l'échelle macro. En pratique, c'est la charge maximale appliquée sur l'indenteur qui définit cette échelle. Brièvement, des charges de l'ordre de quelques dizaines de mN correspondent à la nanoindentation, alors qu'au-delà et jusqu'à des charges de quelques N, c'est plutôt de la microindentation. Lorsque la charge atteint plusieurs dizaines de N, on parle alors de macroindentation. Ceci influence bien évidemment la taille de l'indent réalisé : plus la charge est élevée, plus l'empreinte est large, et inversement.

A l'échelle macroscopique et en fonction de la charge appliquée, la zone plastique générée par le processus d'indentation peut impliquer une grande partie du matériau englobant plusieurs phases. Dans ce cas, la caractérisation mécanique porte sur l'ensemble du matériau confiné dans le volume déformé plastiquement. Les deux échelles microscopique et nanométrique sont utilisées plus pour des volumes, des régions spécifiques dans un matériau, des matériaux fortement hétérogènes ou traités en surface, cas de dépôts en couches minces. L'objectif étant de maîtriser la localisation du pointé d'indentation. Pour un matériau homogène, l'étude est indifférente de l'échelle choisie. Par contre pour les matériaux dont l'homogénéité dépend de l'échelle d'observation, les résultats vont dépendre du volume du matériau plastifié sous l'indenteur. Pour ces derniers, cette hétérogénéité est mise en évidence et il semble difficile d'extraire une valeur de dureté représentative de la matrice. Il faut donc adapter l'échelle de mesure au niveau d'hétérogénéité du matériau. Ainsi, et selon l'échelle d'étude, on pourra plutôt obtenir une information localisée ou plus générale du matériel analysé.

Récemment, les techniques de nano et micro indentation ont été utilisées pour évaluer les propriétés mécaniques de différents matériaux dans différentes industries (Betrancourt *et al.* 2019), et particulièrement dans le domaine de la construction appliquées sur des matériaux cimentaires hétérogènes ou les géomatériaux.

Par exemple, la nanoindentation a été utilisée pour évaluer les propriétés micromécaniques (module élastique et microdureté) de la zone de transition interfaciale autour des armatures en acier. Grairia *et al.* 2018, dans leur étude, ont déterminé l'adhérence entre le béton et les armatures métalliques à l'aide du test d'indentation interfaciale. Ils ont caractérisé la résistance des interfaces Acier/Béton autoplaçant, en comparaison avec le béton vibré classique, où une corrélation entre la ténacité interfaciale apparente mesurée par des essais d'indentation interfaciale et la résistance obtenue dans la littérature par des essais de traction traditionnels a été établie. De plus, des essais d'indentation sous MEB utilisant un dispositif de nano-microindentation ont été effectués pour caractériser la microstructure des mortiers à base de sable recyclé, à la fois à l'état sec et sursaturé. Les auteurs ont réalisé des essais d'indentation sur différentes phases, le granulats naturel, l'ancienne pâte de ciment et la nouvelle pâte de ciment (Le 2015). Geng *et al.* 2020 ont réalisés des tests de nanoindentation selon une matrice d'indentation appliquée dans une zone interfaciale entre des couches de

béton imprimés afin d'en extraire les propriétés micromécaniques de cette zone, le module d'élasticité en particulier.

- Notion de dureté : Indentation classique et instrumentée.

La dureté est définie comme la résistance mécanique qu'oppose le matériau à l'enfoncement d'un indenteur plus dur que lui lors de l'essai d'indentation. En d'autres termes, et selon Barthel *et al.* 2014, c'est la pression moyenne sur le contact qui traduit la résistance à la déformation irréversible. La dureté s'exprime par le rapport entre la charge d'indentation maximale appliquée « P_{\max} » sur une aire représentative de l'enfoncement de l'indenteur dans le matériau « A » (Eq 1-1). Généralement, l'aire de contact est exprimée à partir d'une seule longueur qui peut être soit une des diagonales de l'empreinte, soit sa profondeur.

$$H = \frac{P_{\max}}{A} \quad \text{Eq 1-1}$$

En indentation classique où l'empreinte est observée après retrait de l'indenteur, la valeur de dureté se calcule à partir de l'empreinte résiduelle en mesurant ses diagonales, et ceci en considérant l'aire de contact réelle indenteur/matériau tenant compte de la profondeur maximale atteinte par l'indenteur (dureté Vickers).

La dureté Vickers "HV" est alors calculée à l'aide de l'Eq 1-2 fixée par la norme internationale ISO 6507-1 2018 :

$$HV = 1,8545 \frac{P_{\max}}{d^2} \quad \text{Eq 1-2}$$

Où « HV » est en kgf/mm^2 si la charge appliquée « P_{\max} » est donnée en kgf et la diagonale moyenne de l'empreinte résiduelle « d » en mm. Cette dernière est donc calculée, comme mentionné précédemment, en effectuant une mesure optique des longueurs des deux diagonales de l'empreinte du pénétrateur.

L'essai de dureté Vickers emploie un indenteur pyramidal à base carrée d'angle aux sommets entre deux faces de 136° (Figure 1-18).



Figure 1-18 : Forme géométrique d'une pointe Vickers.

(https://www.flickr.com/photos/fluor_doublet/6864844960/)

Le Tableau 1-1 ci-dessous sera un tableau plus détaillé des définitions des différents essais d'indentation classique afin de calculer des nombres de dureté à partir de la lecture de la diagonale principale de l'empreinte résiduelle.

Type d'indenteur	Vickers	Brinell	Knoop	Berkovitch	Rockwell C
Matériau	Diamant	Tungstène	Diamant	Diamant	Diamant
Géométrie de l'indenteur	Pyramide à base carrée d'angle entre faces de 136°	Bille de diamètre D	Pyramide à base losange d'angle 172.30 et 130	Pyramide à base triangulaire d'angle entre faces 63,3	Cône d'angle 120°
Paramètre géométrique mesuré	d : diagonale de l'empreinte	d : diagonale de l'empreinte	L : longueur de la plus grande diagonale de l'empreinte	d : profondeur de l'empreinte	e : déplacement du cône lors de l'indentation
Nombre de dureté	$HV = \frac{1854,5 \cdot P}{d^2}$	$HB = \frac{2P}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})}$	$HK = \frac{14,228 \cdot P}{L^2}$	$H = \frac{P}{(4,95 \cdot d)^2}$	$HRC = 100 - e$
Unités	P en gf, d en µm, HV en Kgf/mm ²	P en Kgf, d et D en mm, HB en Kgf/mm ²	L en mm, P en Kgf, HK en Kgf/mm ²	P en mN, d en nm, H en GPa.	e = 0,002mm
Echelle de charge	Microdureté macrodureté	Macro dureté	Microdureté macrodureté	Nanodureté	Macro dureté

Tableau 1-1 : Principe et nombre de dureté des principaux essais de dureté classiques. (Pertuz, 2003)

Contrairement à l'essai d'indentation conventionnel, pour lequel on observe et on mesure les dimensions de l'empreinte résiduelle pour remonter à la valeur de la dureté (Tableau 1-1), l'essai d'indentation instrumentée noté « IIT » pour « Instrumented Indentation Test » consiste à enregistrer en continu la force appliquée et le déplacement de la pointe dans le matériau testé. La courbe d'indentation obtenue (P-h) représente l'évolution de la force appliquée « P » en fonction de l'enfoncement « h » au cours de l'essai. De manière générale, les données provenant d'un cycle de chargement et de déchargement sont représentées par la Figure 1-19, où « h_r » représente la profondeur résiduelle du fond d'empreinte obtenue après le retrait complet de l'indenteur.

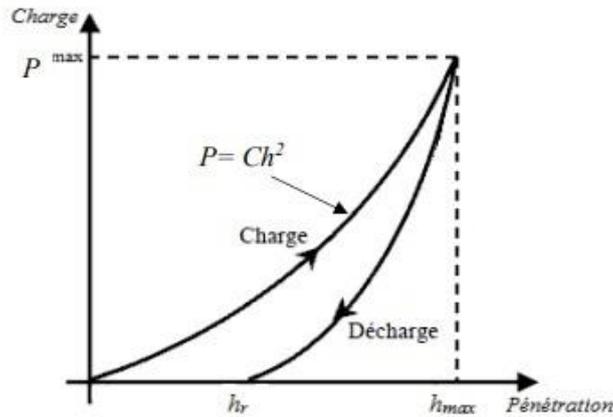


Figure 1-19 : Courbe de chargement – déchargement typique en indentation instrumentée. (Oliver et Pharr 1992)

Dès que l'indenteur entre en contact avec le matériau, le chargement commence jusqu'à atteindre la force maximale « P_{\max} ». La partie déchargement correspond au retrait de l'indenteur ou l'annulation progressive de la force. Durant tout ce processus de charge-décharge, un enregistrement continu des données « h » et « P » en fonction du temps est réalisé, ce qui permet par la suite de représenter « P » en fonction de « h ».

En général, la dureté « H_{IT} » est calculée suivant la méthode d'Oliver et Pharr 1992 (Eq 1-3) qui prend en compte la déflexion des faces de l'empreinte, ou en d'autres termes les déformations autour de la zone de contact. Mais, cette dureté est à l'évidence différente de la dureté que l'on calcule par indentation classique du fait même de leur mode de calcul et la définition de l'aire de contact considérée.

$$H_{IT} = \frac{P_{\max}}{24,56 h_c^2} \quad \text{Eq 1-3}$$

Où « h_c » est la profondeur de pénétration de contact.

On peut distinguer plusieurs définitions de dureté, et ceci dépend de la forme géométrique de l'indenteur, de son type ainsi que de la formule choisie de l'aire représentative de l'empreinte, parmi lesquelles :

- Dureté Meyer « H_{Me} » :

$$H_{Me} = \frac{P_{max}}{24,56 h_{max}^2} \quad \text{Eq 1-4}$$

- Dureté Martens “ H_m ”, utilisée plutôt en microindentation, où l’aire de contact réelle est considérée :

$$H_m = \frac{P_{max}}{26,43 h_{max}^2} \quad \text{Eq 1-5}$$

Où « P_{max} » la charge maximale appliquée et « h_{max} » est la profondeur de pénétration maximale.

Toute la théorie inhérente à l’indentation instrumentée ne sera pas abordée dans ce travail car nous ne déterminerons pas de propriétés mécaniques par indentation instrumentée. Toutefois nous utiliserons cet essai pour évaluer l’adhérence à l’interface de deux cordons de béton imprimé en 3D. Par la suite, nous rappellerons donc brièvement l’essai d’indentation interfaciale et ce qui peut être attendu de l’indentation instrumentée dans l’étude spécifique d’une interface.

Le but dans cette thèse est d’appliquer l’indentation instrumentée à l’interface, afin de voir des changements lors du chargement se traduisant par exemple par un accroissement rapide de la profondeur d’indentation à une charge donnée pouvant indiquer l’apparition d’une fissuration ou d’une décohésion interfaciale, même avant la rupture de l’échantillon testé. Ces changements sont souvent appelés des pop-in. Cela se traduit par un plateau horizontal sur la courbe charge-déplacement à la charge critique (Figure 1-20).

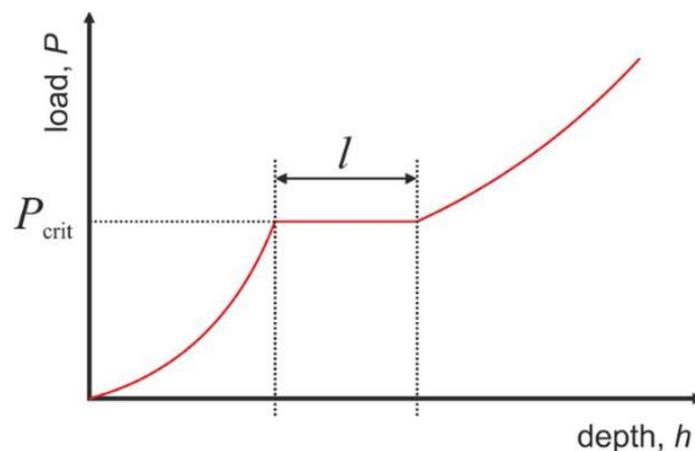


Figure 1-20 : Courbe charge-déplacement. (Pöhl 2019)

On pourra par la suite comparer les différentes charges critiques enregistrées lors de l'essai afin d'en tirer des conclusions en ce qui concerne l'adhérence des couches imprimées.

- Effet de taille en indentation.

Lorsqu'on mesure la dureté en fonction de la charge appliquée dans le domaine de la microindentation, même en considérant une seule définition de la dureté, on observe souvent une variation de la dureté indépendamment du choix de l'indenteur. Généralement, le nombre de dureté augmente lorsque la charge d'indentation diminue. Il n'est donc pas possible de représenter la dureté du matériau par une valeur unique. C'est pourquoi il est nécessaire de préciser les conditions, principalement la charge d'indentation, avec lesquelles le nombre de dureté a été obtenu. Ce phénomène bien connu en indentation est communément appelé l'effet de taille en indentation ou « Indentation size effect ». A titre d'exemple, la Figure 1-21 représente schématiquement la variation du nombre de dureté avec la charge appliquée. Comme le montre cette figure, pour des charges supérieures à 1 kgf, le nombre de dureté est constant et peut être utilisé pour caractériser la dureté du matériau. Pour des charges inférieures, dites réduites ou dans le domaine de la microindentation, la dureté augmente et ce parfois dans des proportions très importantes. Dans le domaine de la nanoindentation, la dureté peut soit augmenter soit diminuer selon le matériau et la préparation de la surface. De nos jours, il est encore très difficile d'attribuer cet effet à un phénomène physique particulier.

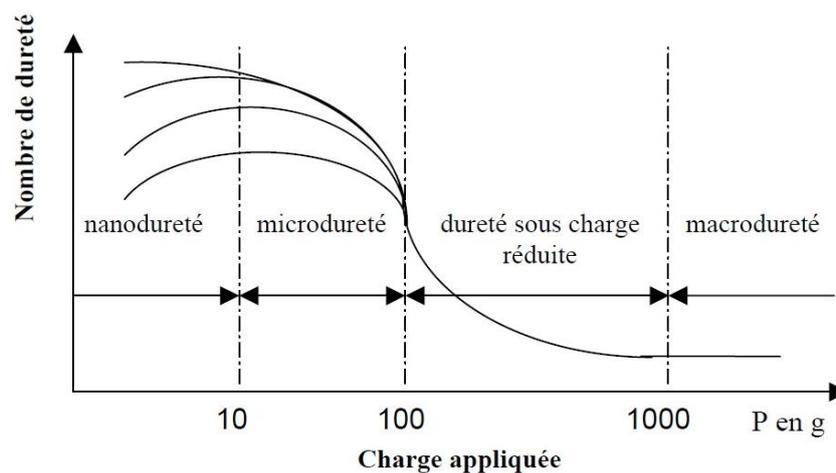


Figure 1-21 : Variation du nombre de dureté en fonction de la charge appliquée.

Toutefois, plusieurs causes peuvent être associées à cet effet de taille. Son origine peut être divisée en deux groupes : le premier groupe concerne les erreurs expérimentales telles que les vibrations ou encore l'effet du polissage, et le second concerne le facteur structurel

intrinsèque des matériaux testés (Lee *et al.* 2019). D'un point de vue physique, l'effet de taille est associé à un grand nombre de paramètres qui vont du défaut de pointe à de réels phénomènes de déformation plastique liés au mouvement des dislocations selon le niveau de déformation plastique. En dehors de cet effet de taille, les paramètres expérimentaux qui influencent la dureté sont la vitesse de chargement et de déchargement, le temps de maintien à la charge maximum, les cycles de chargement (à charge constante ou à charge progressive), la forme de l'indenteur, le défaut de pointe des indenteurs, la préparation de surface du matériau (pouvant causer un durcissement par écrouissage résultant du polissage), l'énergie de surface, la rugosité, la variation de composition, l'anisotropie ou la vitesse de déformation, ... (Li et Bradt 1993).

Pour traduire mathématiquement cette variation, de nombreux modèles mathématiques dans la littérature expriment soit la charge soit la dureté en fonction de la diagonale ou de la profondeur d'empreinte. Quel que soit le modèle utilisé, il reste essentiel pour caractériser la dureté d'un matériau. Généralement, ces modèles permettent d'obtenir une dureté dite « macrodureté » (ou dureté absolue) qui représente la dureté qui serait obtenue avec l'application d'une charge infinie et un terme représentatif de cette variation ou de l'effet de taille.

Dans notre étude et parmi les nombreux modèles qui existent dans la littérature (notre objectif n'étant pas de proposer un autre modèle d'effet de taille ni de les comparer entre eux), nous limiterons à l'application des modèles sans doute les plus connus et les plus utilisés. Il s'agit de la loi puissance de Meyer 1908 et des lois polynomiales de Li et Bradt 1993 et de Bull *et al.* 1989 développées ci-après :

- 1) La loi de Meyer décrit la variation de la charge d'indentation « P » en fonction de la diagonale d'empreinte « d » par une loi de puissance (Eq 1-6) :

$$P = a d^n \quad \text{Eq 1-6}$$

Où « n » est l'exposant décrivant l'ampleur de l'effet de taille, communément appelé indice de Meyer. « a » est le coefficient de proportionnalité, c'est une valeur constante qui dépend de la nature du matériau.

Notons que cette loi, bien que parfaitement descriptive des résultats expérimentaux, ne permet pas d'obtenir une valeur de macrodureté. C'est pourquoi ce modèle reste le plus

souvent utilisé dans des codes de calcul ou pour comparer des matériaux entre eux avec la valeur de l'indice de Meyer. Notons aussi que si cet exposant prend la valeur de 2, alors la dureté est constante si on introduit l'Eq 1-6 dans l'Eq 1-2. Pour démontrer la pertinence de la loi de Meyer, il convient donc de tracer la charge en fonction de la diagonale d'empreinte en échelle bi-logarithmique qui, si la relation est vérifiée, doit être représentée par une droite.

- 2) Li et Bradt 1993 proposent un modèle représentant la variation de la charge d'indentation « P » avec la diagonale d'empreinte « d » par un polynôme de degré 2 dans lequel le terme constant est négligé, car en l'absence de charge il n'y a pas d'empreinte :

$$P = a_1 d + a_2 d^2 \quad \text{Eq 1-7}$$

Où « a_1 » est un coefficient lié à l'effet de taille traduisant la dépendance de la dureté de la charge. C'est un coefficient lié à la résistance élastique du matériau et à son frottement avec l'indenteur. Le terme « a_2 » est le coefficient relié à la macrodureté du matériau.

Pour déterminer les valeurs des coefficients « a_1 » et « a_2 », il convient de tracer le rapport « P/d » en fonction de « d » qui devient ainsi : $\frac{P}{d} = a_1 + a_2 d$. Étant donné que « P/d » en fonction de « d » est une droite, alors « a_1 » peut être déduit de l'intersection de la droite avec l'axe des abscisses et « a_2 » de la pente de cette droite. Comme nous l'avons signalé, le terme constant a été volontairement écarté donc considéré comme nul car à charge nulle, il n'y a pas d'empreinte mais il arrive parfois qu'en laissant libre ce paramètre dans un lissage par le polynôme complet, ce terme soit non nul laissant supposer l'influence d'autres phénomènes comme le défaut de pointe, le zéro du contact en indentation instrumentée...

Ce qui est très intéressant avec ce modèle c'est que si on l'introduit l'Eq 1-7 dans la définition générale de la dureté de Vickers (Eq 1-2), la dureté Vickers peut alors être exprimée comme suit :

$$HV = HV_0 + \frac{\Delta_{ISE}}{d} \quad \text{Eq 1-8}$$

Où $HV_0 = 1,8544 \times a_2$ et $\Delta_{ISE} = 1,8544 \times a_1$. « HV_0 » est la macrodureté du matériau qui est le paramètre recherché pour caractériser la dureté du matériau. « Δ_{ISE} » quant à lui est le paramètre qui traduit l'amplitude de l'effet de taille en indentation.

Enfin, à partir de l'Eq 1-8, il est possible d'exprimer le rapport dureté Vickers / macrodureté Vickers « HV/HV_0 » en fonction de la diagonale de l'empreinte « d » et d'un terme qui s'apparente à une distance « d^* » sous la forme :

$$HV/HV_0 = 1 + d^*/d \quad \text{Eq 1-9}$$

Où $d^* = \frac{\Delta_{ISE}}{HV_0}$ exprimé dans l'unité de la diagonale « d ».

Le choix de ce type de représentation vient du fait *i*) qu'il permet de représenter des termes adimensionnels entre eux, soit « HV/HV_0 » en fonction de « d^*/d » et *ii*) que d'autres modèles d'effet de taille utilisent également ces rapports adimensionnels pour décrire l'effet de taille comme nous le verrons par la suite.

3) Bull *et al.* 1989 ont proposé l'expression suivante pour la force d'indentation « P » :

$$P = A (d + d_0)^2 \quad \text{Eq 1-10}$$

Où « A » est un coefficient directement lié à la nature du matériau et « d_0 » un terme de recouvrement élastique.

Pour obtenir une représentation linéaire, il convient dans ce cas de tracer la racine carrée de la charge en fonction de la diagonale d'empreinte. Dans ces conditions, l'Eq 1-10 devient l'expression simplifiée suivante $\sqrt{P} = \sqrt{A} (d + d_0)$ d'où l'on peut tirer les valeurs des coefficients de l'équation de la droite ainsi obtenue pour en déduire les valeurs de « d_0 » et de « A ».

Si on l'introduit l'Eq 1-10 dans la définition générale de la dureté de Vickers (Eq 1-2) :

$$HV = 1,8544 \times \frac{A (d + d_0)^2}{d^2} \quad \text{Eq 1-11}$$

Soit encore :

$$\frac{HV}{1,8544 \times A} = \frac{(d + d_0)^2}{d^2} = \left(1 + \frac{d_0}{d}\right)^2 \quad \text{Eq 1-12}$$

Où, dans cette expression, le terme « $1,8544 \times A$ » représente la macrodureté Vickers « HV_0 ».

Ainsi il est possible d'écrire en fonction des termes adimensionnels, l'expression suivante :

$$\frac{HV}{HV_0} = \left(\frac{d + d_0}{d}\right)^2 = \left(1 + \frac{d_0}{d}\right)^2 \quad \text{Eq 1-13}$$

On remarque que, d'un point de vue purement mathématique, cette relation (Eq 1-13) n'est pas compatible avec celle proposée par Li et Bradt (Eq 1-9), prouvant ici que tous les modèles ISE ne peuvent être strictement et valablement appliqués.

Donc, hormis le modèle de Meyer, les modèles polynomiaux de Li et Bradt et de Bull *et al.* peuvent être appliqués pour représenter l'ISE et pour déterminer une macrodureté représentative du matériau. Étant donné les divergences mathématiques de ces modèles, nous les appliquerons tous les trois pour caractériser la dureté des matériaux de notre étude.

- Indentation interfaciale.

Afin d'évaluer et de caractériser l'adhérence entre les deux couches de matériaux (généralement revêtement – substrat), et selon Rickerby 1988, un test d'évaluation d'adhésion devrait être idéalement non destructif, reproductible et relativement simple à réaliser et à interpréter. C'est là où l'application des tests d'indentation dans de tels contextes a prouvé leur efficacité vu la préparation facile des échantillons ainsi que la simplicité de procéder en comparaison avec les méthodes typiques de test d'adhésion (Yamazaki *et al.* 2013).

La théorie de l'indentation interfaciale a été abordée par Choulier 1989 pour déterminer l'adhérence entre un revêtement et un substrat. Enfin, elle permet de caractériser l'adhérence entre deux matériaux en reliant la charge appliquée à la longueur de fissure provoquée à l'interface, afin de remonter à la ténacité du matériau. La technique consiste à placer l'indenteur dans le plan de l'interface lors du test d'indentation instrumentée pour séparer les deux couches par un effet de coin (Figure 1-22(a) et (b)) (Démarécaux *et al.* 1996). Dans cette dernière méthode, la fissure générée a une forme semi-circulaire de rayon « a » et est mesurée par microscopie optique directement au niveau de l'interface. Pour observer les déformations autour de l'empreinte ou encore la propagation de fissures, l'indenteur peut être placé dans un microscope électronique à balayage. Cela permet de localiser avec une grande

précision le pointé d'indentation et une visualisation de l'indentation en cours d'essai. On peut aussi observer l'apparition puis la propagation de la fissure aux extrémités de l'empreinte en fonction de la charge appliquée.

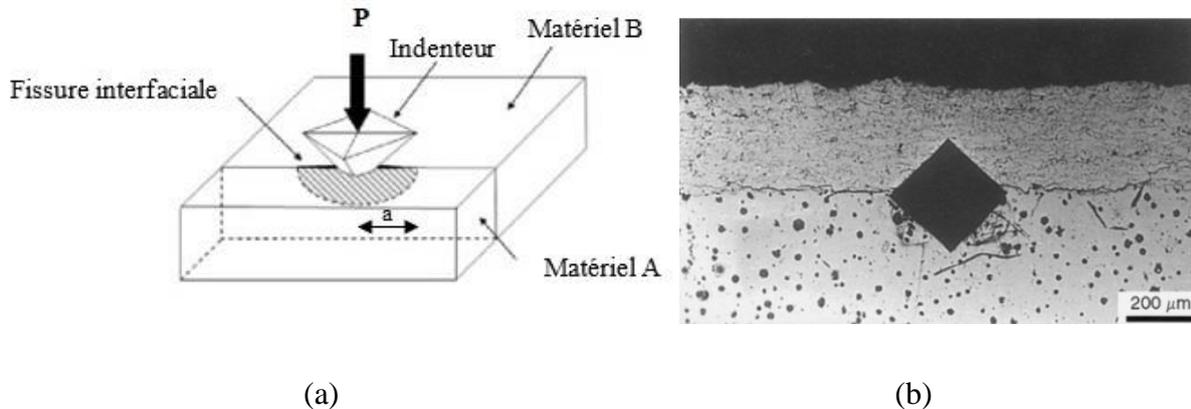


Figure 1-22 : (a) Schématisation du principe de l'essai d'indentation interfaciale ; (b) Exemple d'un essai d'indentation interfaciale où la pointe est placée dans le plan d'interface substrat - revêtement avec une fissure visible entre les deux. (Démarécaux et al. 1996)

Lesage *et al.* 1993 définissent une charge d'indentation critique « P_c », comme étant la charge la plus faible, nécessaire pour amorcer une fissure se propageant au niveau de l'interface revêtement-substrat, qui sera représentative de l'adhérence des deux matériaux.

Mais afin de déterminer cette adhésion d'une manière plus pratique, et puisque des essais d'indentation sont déjà utilisés pour déterminer la ténacité des matériaux fragiles, Chicot et al. 1996 ont défini, en se basant sur les travaux de Choulier 1989, une ténacité apparente de l'interface « K_{ca} » caractérisant l'adhérence suite à des mesures de la longueur des fissures générées à l'interface et en tenant compte des propriétés des deux matériaux A et B (Figure 1-22) (Chicot *et al.* 1996 ; Lesage et Chicot 1999).

Ils visaient à démontrer qu'à partir de la charge critique « P_c », étant une caractéristique intrinsèque indépendante de l'épaisseur (cas du couple revêtement – substrat), il est possible de représenter la cohésion entre deux éléments en termes de ténacité d'interface apparente « K_{ca} » en tenant compte des propriétés intrinsèques des matériaux de chaque côté de l'interface.

Ce test d'indentation interfaciale nécessite d'effectuer des indentations au moins à trois charges différentes, avec cinq indentations pour chaque charge minimum, afin de déterminer

une longueur de fissure moyenne représentative de l'essai. Pour chaque essai d'indentation, la valeur de la demi-diagonale de l'empreinte ainsi que la longueur de la fissure sont mesurées à l'interface. La longueur de la fissure est mesurée du milieu de l'empreinte jusqu'à l'extrémité de la fissure. La valeur de « a » comprend alors la demi-diagonale de l'empreinte à l'interface ainsi que la longueur de la fissure. Les données obtenues en fonction de la charge appliquée à l'échelle bilogarithmique sont alors tracées.

L'Eq 1-14 fournit une relation entre la charge appliquée « P » et la longueur de la fissure correspondante « a » créée à l'interface, correspondant à la courbe (2) en coordonnées bi-logarithmiques sur la Figure 1-23, la courbe de fissuration.

$$a = \alpha P^n \quad \text{Eq 1-14}$$

Où « n » est un exposant fonction de l'épaisseur du revêtement.

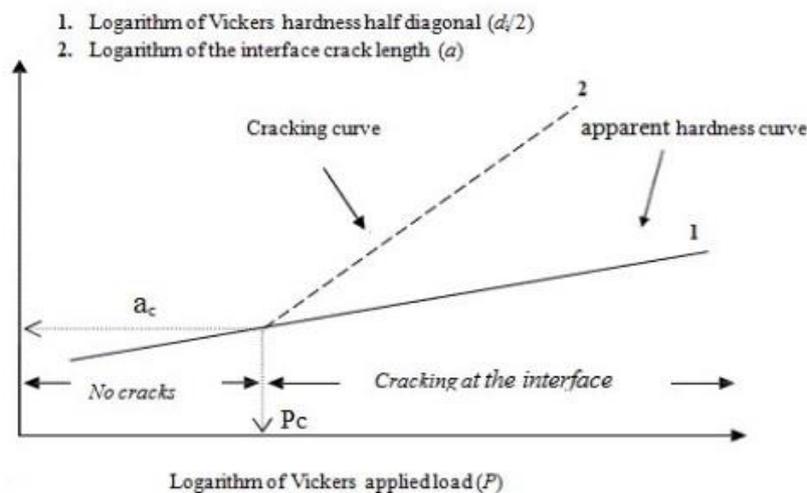


Figure 1-23 : Représentation bilogarithmique de la longueur de fissure et de la dureté apparente en fonction de la charge appliquée, et définition du point critique (P_c, a_c) utilisé pour calculer la ténacité interfaciale (Choulier 1989)

La demi-diagonale de l'empreinte à l'interface correspond à une dureté apparente qui résulte à la fois des contributions des deux matériaux A et B. Ainsi, sa valeur peut être calculée à partir d'essais de dureté effectués sous différentes charges. Cela conduit à l'échelle bi-logarithmique à une droite appelée « Droite de Dureté Apparente » (courbe 1, Figure 1-23). Alors les deux courbes (1) et (2), donc la droite de dureté apparente ainsi que la courbe de fissuration, se coupent en un point critique (P_c, a_c) qui est considéré comme le critère représentatif des

propriétés adhésives des deux matériaux. Les coordonnées de ce point critique (P_c, a_c), sous lequel aucune fissure d'interface n'est observée, sont utilisées pour calculer une ténacité d'interface apparente du couple de matériaux testés (Lesage *et al.* 2000).

Chicot *et al.* 1996, comme déjà mentionné, ont proposé de représenter l'adhésion par une ténacité interfaciale apparente, en fonction du point critique (P_c, a_c), du module élastique apparent « E_I » et de la dureté apparente « H_I » de l'interface, et qui varie de la même manière que « P_c », indépendamment des matériaux. Ils ont considéré que l'interface se comporte localement comme un matériau homogène dont les propriétés élastiques et plastiques résulteraient des contributions respectives du revêtement et du substrat, vu que l'essai est réalisé à l'interface, alors $\left(\frac{E}{H}\right)_I$ dépend des propriétés des deux matériaux, exprimé par l'Eq 1-15. Par conséquent, on peut dire que la ténacité de l'interface implique l'adhérence ainsi que les propriétés mécaniques du couple de matériaux.

$$\left(\frac{E}{H}\right)_I^{1/2} = \frac{\left(\frac{E}{H}\right)_S^{1/2}}{1 + \left(\frac{H_S}{H_R}\right)^{1/2}} + \frac{\left(\frac{E}{H}\right)_R^{1/2}}{1 + \left(\frac{H_R}{H_S}\right)^{1/2}} \quad \text{Eq 1-15}$$

Où E_I : Module élastique apparent de l'interface

H_I : Dureté apparente de l'interface

H_R : Dureté du revêtement

H_S : Dureté du substrat

Ainsi, quant à la ténacité, ils proposent l'Eq 1-16 à appliquer à l'interface :

$$K_{ca} = 0,015 \frac{P_c}{a_c^{3/2}} \left(\frac{E}{H}\right)_I^{1/2} \quad \text{Eq 1-16}$$

Où K_{ca} : Ténacité interfaciale apparente.

P_c : Charge critique appliquée à l'interface.

a_c : Longueur de la fissure correspondante à la charge critique créée à l'interface.

Grairia *et al.* 2018, dans leur étude, ont déterminé l'adhérence entre le béton et les armatures métalliques à l'aide de cet essai d'indentation interfaciale. Ils ont caractérisé la résistance des interfaces Acier/Béton autoplaçant, en comparaison avec le béton vibré classique, où une corrélation entre la ténacité interfaciale apparente mesurée par les essais d'indentation interfaciale et la force de liaison normalisée obtenue dans la littérature par des essais d'adhésion traditionnels (Pull-out test) a été trouvée.

1.5 Conclusions et méthodologie de travail.

L'impression 3D par extrusion en couches est le processus typique qui vient à l'esprit lorsque le terme fabrication additive est évoqué. Cette technique, dans laquelle le matériau cimentaire est extrudé en couches successives, a fait l'objet de nombreuses recherches au cours de la dernière décennie. Elle est davantage appliquée au domaine de la construction marquant plusieurs expériences dans le monde dans différents pays et pour des besoins variés. La demande à cette nouvelle technologie augmente, étant un moyen plus efficace, rentable et rapide de construction. D'autre part, en ce qui concerne le mortier à imprimer, il doit répondre à un cahier des charges très exigeant : avec un premier paradoxe car le mortier doit être suffisamment fluide pour faciliter le pompage et pour pouvoir être extrudé sans subir de blocage ni de filtration, et par ailleurs, il doit raidir rapidement pour assurer la constructibilité et la stabilité de la structure, tout en conservant sa forme sous son propre poids puis sous celui des couches supérieures ajoutées ultérieurement. Un second paradoxe prend lieu en ce qui concerne le temps d'attente entre les couches : il est nécessaire que les couches puissent raidir rapidement et se tenir correctement en position pour supporter d'autres couches sans s'affaisser tout en étant toujours apte à former une bonne liaison entre les couches pour former un composant imprimé en 3D quasi-monolithique. Alors ce temps d'attente doit être long pour assurer une couche stable grâce au raidissement, mais encore court pour pouvoir optimiser la vitesse de construction ainsi que pour assurer une adhérence satisfaisante et suffisante entre les différentes couches qui pourrait être altéré par le séchage en surface des couches imprimées. De là, le mortier d'impression à l'état frais doit présenter des propriétés rhéologiques appropriées pour éviter tout effet à l'état durci sur les propriétés mécaniques requises. Ces dernières doivent répondre aussi aux exigences de la construction en présentant des propriétés mécaniques compatibles. Les propriétés de ce composant imprimé en 3D sont donc très étroitement liées aux paramètres de fabrication (composition et rhéologie du

matériau imprimé, vitesse d'impression, temps d'attente entre les couches, etc.) et aux conditions environnementales (humidité et température).

Le coulage multicouche a été largement étudié, où les soi-disant « joints froids » pourraient se former entre des bétons de différents âges (béton durci – béton frais). Mais, paradoxalement, seulement quelques études ont porté sur l'adhérence des couches de béton frais, bien qu'il soit désigné comme le "talon d'Achille" de l'impression 3D. La fragilité de la zone interfaciale étant l'un des défauts les plus importants des structures imprimées en 3D, et afin d'avoir une meilleure vision du problème, des investigations supplémentaires sont nécessaires pour trouver des solutions réalisables dans le but d'améliorer le comportement mécanique des éléments imprimés en béton.

Certains essais mécaniques permettent d'accéder à une propriété ou caractéristique mécanique représentative du comportement global du matériau. Parmi eux, on trouve les essais de compression, de traction ou de flexion qui renseignent sur l'anisotropie de l'élément imprimé même si parfois, ils ne sont pas en mesure de détecter la présence de l'interface. Ces essais n'offrent que des grandeurs macroscopiques qui ne sont pas forcément pertinentes pour étudier des problèmes locaux liés aux interfaces entre couches, par exemple. Une alternative possible consisterait alors à utiliser des essais plus locaux par rapport à ceux cités précédemment comme des observations et/ou des analyses MEB-EDS pour montrer des hétérogénéités de composition.

Pour une approche plus mécanicienne, il nous semble plus intéressant de se focaliser sur les propriétés mécaniques locales, plus précisément la dureté. Pour cela, l'essai d'indentation, considérée plus ou moins à juste titre comme un essai non destructif à l'échelle de l'échantillon, semble être une technique appropriée car elle permet des mesures très localisées aux échelles nano, micro et macrométrique. Cette technique consiste simplement à enfoncer à la surface du matériau un indenteur rigide puis à observer l'empreinte résiduelle en indentation classique ou à enregistrer la courbe charge-déplacement à partir de laquelle sont extraites les propriétés mécaniques en indentation instrumentée. Cet essai est devenu en quelques années un moyen de caractérisation mécanique incontournable grâce à son approche multiéchelle. L'objectif de notre travail est donc multiple. Premièrement caractériser la dureté des différentes couches par l'intermédiaire de la macrodureté qui s'affranchit des problèmes récurrents en indentation (l'effet de taille entre autres), deuxièmement caractériser la dureté

de l'interface avec des mesures de profils de dureté et corréler résultats de compression avec des résultats d'indentation instrumentée à l'interface.

En plus de ces essais mécaniques, nous proposons une nouvelle méthode de mise en place du béton 3D pour contourner le problème de forme et de planéité de surface des échantillons imprimés manuellement. Notre méthodologie permet une certaine facilité dans la réalisation des échantillons pour obtenir des formes reproductibles et adaptés à nos différents essais notamment les essais de compression.

Après ce chapitre sur l'état de l'art, la thèse s'articule autour de trois chapitres décrits ci-après et s'appuyant sur la méthodologie d'ensemble présentée dans la Figure 1-24.

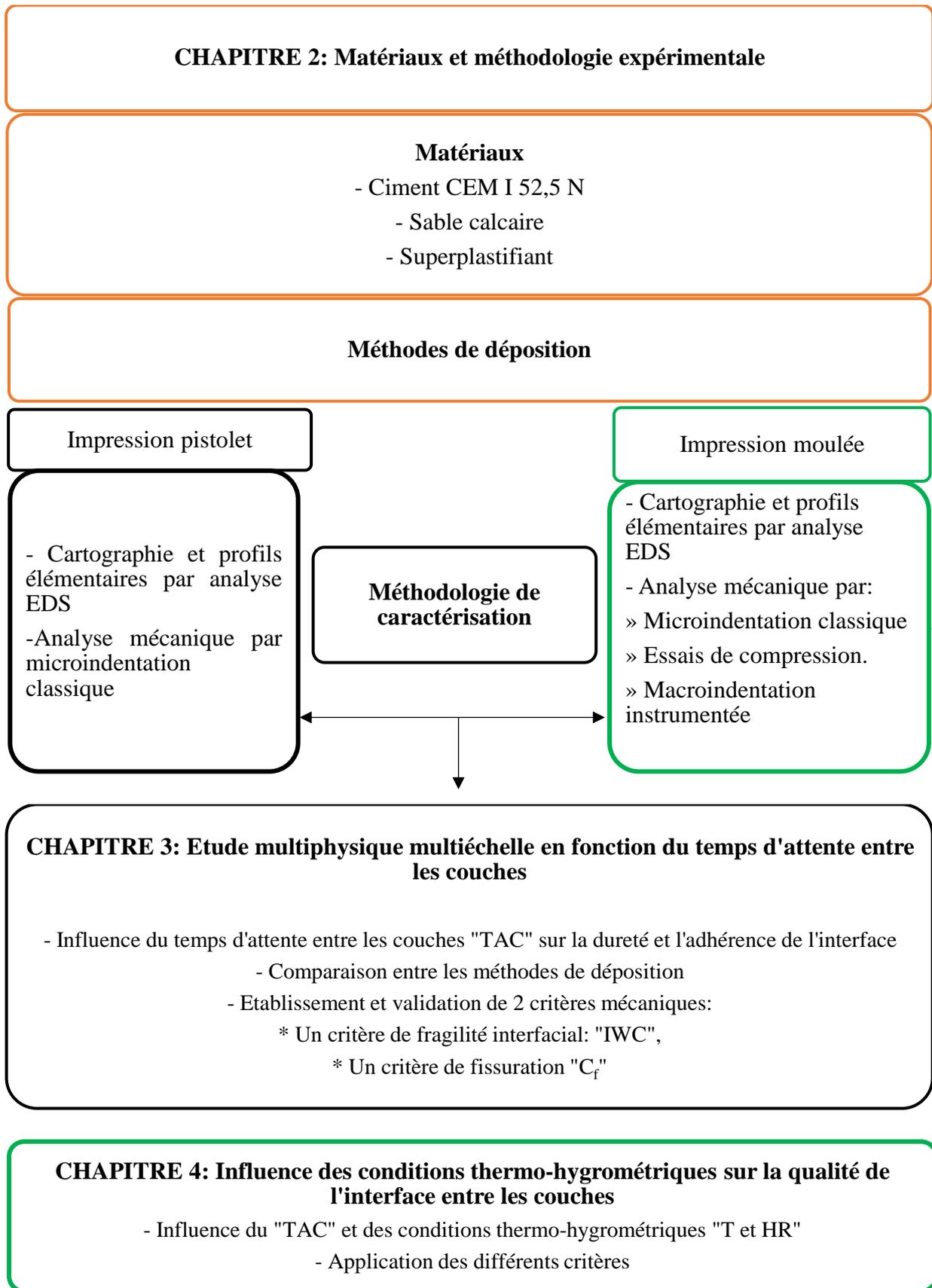


Figure 1-24 : Méthodologie de travail.

1.5.1 Matériaux et méthodologie expérimentale.

Le deuxième chapitre « Matériaux et méthodologie expérimentale » est consacré d'une part à la présentation des différents matériaux utilisés dans la thèse, et d'autre part aux méthodologies de préparation des matériaux employés. Ainsi, les différents protocoles d'essai pratiqués y sont présentés. La caractérisation de l'interface entre les couches va principalement s'appuyer sur les techniques d'indentation classique et instrumentée, et ceci en comparaison avec les essais de compression. La variation du temps d'attente et des conditions thermo-hygro-métriques fera l'objet des chapitres 3 et 4 en respectivement.

1.5.2 Etude multiphysique multiéchelle en fonction du temps d'attente entre les couches.

Le troisième chapitre « Etude multiphysique multiéchelle en fonction du temps d'attente entre les couches », étant le premier chapitre de résultats, il présente les résultats d'une caractérisation locale des différentes zones du matériau, notamment l'interface entre les couches, pour identifier éventuellement des zones de fragilité. Des cartographies élémentaires par analyse EDS, ainsi que des profils, sont faits pour une analyse chimique comparative de la zone interfaciale. La technique d'indentation classique a été utilisée à l'échelle micro pour une caractérisation des couches supérieure et inférieure, le bord de l'échantillon et l'interface afin de valider la pertinence de cette méthode pour la caractérisation de ce type de matériaux. Nous avons cherché à tester aussi différents protocoles expérimentaux permettant d'évaluer la liaison entre les couches successives, afin d'établir un lien entre le temps d'attente entre les couches « TAC » et le comportement mécanique de cette interface, en d'autres termes la qualité de liaison entre les couches. L'étude de l'interface en particulier est réalisée à l'aide d'essais d'indentation classique et instrumentée aux échelles micro et macroscopiques, corrélées avec des essais de compression bidirectionnels. Tout ce processus de caractérisation mécanique a été réalisé sur des échantillons issus de deux protocoles de mise en place : impression pistolet et impression moulée. De cette étude, je propose des critères mécaniques pertinents que sont le critère de fragilité interfaciale "IWC" et le critère de fissuration " C_f ", afin de caractériser les propriétés mécaniques du matériau. Ces critères ont été validés sur l'ensemble des matériaux testés.

1.5.3 Influence des conditions thermo-hygrométriques sur la qualité de l'interface entre les couches.

Le quatrième chapitre « Influence des conditions thermo-hygrométriques » est tourné vers la caractérisation mécanique d'éprouvettes imprimées dans différentes conditions de temps, de température et d'humidité, pour comparer les résultats avec ceux obtenus dans le chapitre 3, et ceci en s'appuyant sur les critères développés. Seule la méthode d'impression dans les moules sera étudiée dans ce chapitre. En outre, nous présenterons des analyses plus poussées des résultats de macroindentation interfaciale, avec une interprétation des courbes charge-décharge.

Chapitre 2 : Matériaux et méthodologie expérimentale

2.1 Introduction.

Le but principal de ce chapitre est d'une part de présenter les différents matériaux utilisés dans la thèse, et d'autre part d'exposer les méthodologies utilisées. Nous cherchons surtout à caractériser l'interface des couches issues des passages de buse en impression 3D, en variant les conditions d'impression. Cette caractérisation va principalement s'appuyer sur l'indentation classique et instrumentée, et ceci en comparaison avec les essais mécaniques classiques telle que l'essai de compression. Dans le but d'effectuer ces essais de compression classique nécessitant des éprouvettes répétables à surfaces planes, un processus d'impression dans des moules à l'échelle du laboratoire, en plus de celui manuel au pistolet, sont détaillés. La préparation des matériaux est décrite pour chacun des essais ainsi que leurs démarches expérimentales. Le chapitre sera ainsi divisé en trois parties : la première porte sur le matériau (nature et formulation), la deuxième sur l'élaboration et la préparation des échantillons et la dernière sur les techniques d'observation microscopique (MEB-EDS, microscope optique) et de caractérisation mécanique (indentation, compression).

2.2 Matériaux, formulation et conditions opératoires.

2.2.1 Matériaux.

La plupart des mélanges de mortier pour impression 3D dans la littérature sont réalisés à base de ciment portland. Afin que l'encre soit facilement extrudable de la buse du système d'impression, les gros granulats et le sable grossier doivent être éliminés de sa composition globale, et un sable de granulométrie plutôt fine est utilisé. En plus, l'intégration d'une certaine quantité d'adjuvant tel qu'un superplastifiant dans la composition du mortier permet d'adapter le comportement rhéologique du mortier pour pouvoir l'imprimer. Ces différents paramètres ont orienté notre choix des différents matériaux et, par conséquent, une sélection minutieuse des composants du mélange d'impression est indispensable.

- Ciment.

Un ciment portland (OPC) CEM I 52,5 N contenant au moins 95% de Clinker, noté CEM I dans la suite, a été utilisé. Le fournisseur du ciment est la société «EQIOM ». La fiche technique du ciment utilisé est fournie en annexe A.

- Sable.

Un sable calcaire concassé avec une granulométrie comprise entre 0 et 2 mm, où 19% des particules sont inférieures à 63 μm a été utilisé. Ce sable a été fourni par les « Carrières du Boulonnais ». Le sable a une masse volumique réelle de 2670 kg/m^3 et une absorption d'eau WA24 de 0,52%. La fiche technique du sable utilisé fournie en annexe B, donne des informations supplémentaires notamment la courbe granulométrique.

- Superplastifiant.

Un superplastifiant de nouvelle génération (Chryso optima 100) a été utilisé pour avoir une rhéologie adéquate pour la formulation de l'encre imprimable qui a par ailleurs un faible E/C. L'annexe C détaille les propriétés du superplastifiant.

Nous nous sommes basés sur une composition pure en ciment donc aucune substitution de ciment n'a été utilisée, afin de limiter leurs effets sur les caractéristiques mécaniques.

2.2.2 Formulation et malaxage du mortier imprimable.

Dans notre étude, l'encre d'impression utilisée qui est un mortier est préparée avec du sable naturel, du ciment portland CEM I et de l'eau avec un rapport eau/ciment (E/C) = 0,31, ainsi qu'un superplastifiant Chryso Optima 100 avec une teneur de 1,85% par rapport à la masse du ciment. L'élaboration de la formulation indiquée dans le Tableau 2-1 a été faite par itérations successives afin d'ajuster les proportions des différents composants pour obtenir une encre imprimable. Ceci s'est fait initialement à l'échelle du laboratoire à l'aide d'un pistolet à silicone (comme présenté au paragraphe 2.3.1) jusqu'à extruder facilement des couches successives (minimum cinq) sans affaissement ni déformation. Ensuite, cette encre élaborée a été imprimée avec le portique d'impression développé par l'IMT Nord Europe (département DIA) pour la tester à l'échelle 1 confirmant ainsi sa pompabilité et les autres critères liés à l'imprimabilité.

Ciment (kg/m ³)	900
Sable (kg/m ³)	1121
Eau (kg/m ³)	279
Superplastifiant (kg/m ³)	16,65

Tableau 2-1: Composition du mélange pour l'obtention d'un mortier imprimable.

La procédure de malaxage standard de la norme NF EN 196-1 a été modifiée pour l'adapter à la préparation de mortier imprimable. Tout d'abord, le ciment, placé dans le bol du malaxeur, est mélangé avec l'eau et le superplastifiant, selon les proportions de mélange prédéfinies (Tableau 2-1). Le temps zéro est compté à partir du moment où l'eau entre en contact avec le ciment. Le sable est ajouté progressivement pendant la première minute en malaxant à faible vitesse. Ensuite, le mélange est malaxé pendant 30 secondes à grande vitesse. A ce stade, on racle les bords et le fond du bol du malaxeur puis le mélange est malaxé une dernière fois pendant 2 minutes et 30 secondes à grande vitesse.

2.2.3 Différents temps d'attente entre les couches : Mesures à l'état frais.

L'expression « temps d'attente entre les couches » sera réduite et désignée par l'acronyme « TAC » pour la suite.

En général, plusieurs facteurs peuvent aboutir à l'augmentation de cet intervalle de temps entre les couches comme la taille de l'objet à imprimer, des opérations on-off ainsi que certains incidents qui peuvent avoir lieu lors de l'impression (nettoyage en cas de buse bloquée, une adaptation de la vitesse d'impression, des retards dus à une panne, etc...). Pour donner un ordre de grandeur, Nerella *et al.* 2019 ont considéré trois temps d'attente entre les couches : 2 min étant le temps prévu pour imprimer une couche complète, 10 min nécessaires pour imprimer un mur à grande échelle et 24 h qui représentent une interruption du processus de construction avec une reprise ultérieure ; alors que Wolfs *et al.* 2019 ont choisi 5 temps d'attente et ceci suivant les pics d'accélération de la réaction d'hydratation du mortier utilisé dans leur étude : 15 s, 1 h, 4 h, 7 h et 24 h.

Inspiré par ces études antérieures, un temps d'attente entre les couches de 0 min est considéré dans notre étude pour représenter l'impression d'objets à petite échelle où un temps très court (quelques secondes) est nécessaire pour que la buse atteigne le point d'impression de départ, tandis que TAC = 20 min représente une impression d'objets à une échelle un peu plus grande. Ce TAC paraît aussi important après réalisation d'un essai à la sonde de Vicat manuel, basé sur la norme NF EN 196-3, sur le mortier frais qui permet d'estimer sa consistance en fonction du temps (Figure 2-1) car la norme à la base est faite pour les pâtes de ciment. Cet essai consiste à lâcher manuellement le plongeur Vicat ($\varnothing = 10$ mm) et ceci chaque 5 minutes. Les résultats présentés dans la Figure 2-1 montrent un changement drastique dans la consistance du mortier surtout à 20 min après malaxage.

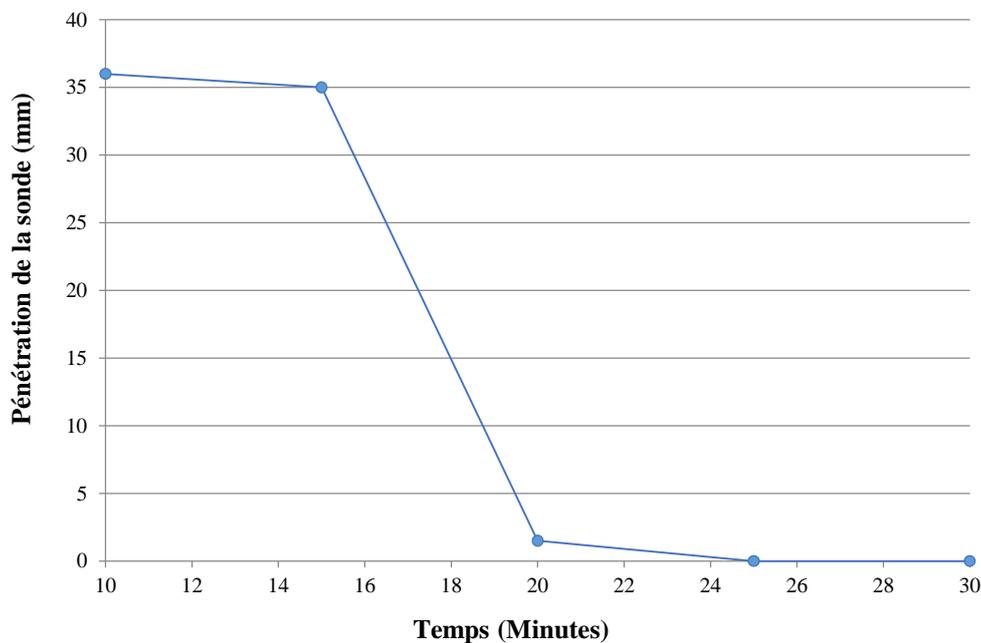


Figure 2-1: Résultat de l'essai à la sonde de Vicat manuel réalisé sur le mortier à l'état frais.

Pour ce qui concerne TAC = 1 h, celui-ci agit surtout en cas de blocage de la pompe, de la buse ou de certains problèmes techniques pouvant survenir lors de l'impression.

Le choix de quelques TAC spécifiques s'est également basé sur un autre essai réalisé à l'état frais. L'essai au prisomètre automatique de Vicat, basé sur la norme NF EN 196-3, permet de d'estimer les temps de prise, initial et final, du mortier malgré que la norme soit faite pour les pâtes de ciment. Une aiguille, de diamètre 1,13 mm, est amenée à la surface de l'échantillon de mortier placé dans un moule, puis libérée pour s'enfoncer dans le matériau. L'appareil est placé dans une pièce à température réglée à 20°C. Des mesures de pénétration sont prises

automatiquement par l'appareil toutes les 5 minutes sur le même échantillon et séparées de 10 mm du bord du moule et les unes des autres. Les résultats de l'essai de pénétration obtenus au cours du temps sont présentés dans la Figure 2-2. Les intersections de la courbe avec les deux droites à 37,5 mm et 6 mm représentent respectivement les temps de prise initial et final du mortier. Le temps de prise initial est enregistré à 240 minutes (4 heures) et le temps de prise final est à 340 minutes (5 heures et 40 minutes). Ainsi, nous avons choisi un TAC = 4 h qui est avant la prise du mortier et un TAC = 8 h qui est un temps bien après sa prise.

Un TAC de 24 h a été également étudié afin d'illustrer un arrêt d'impression sur site avec une reprise ultérieure.

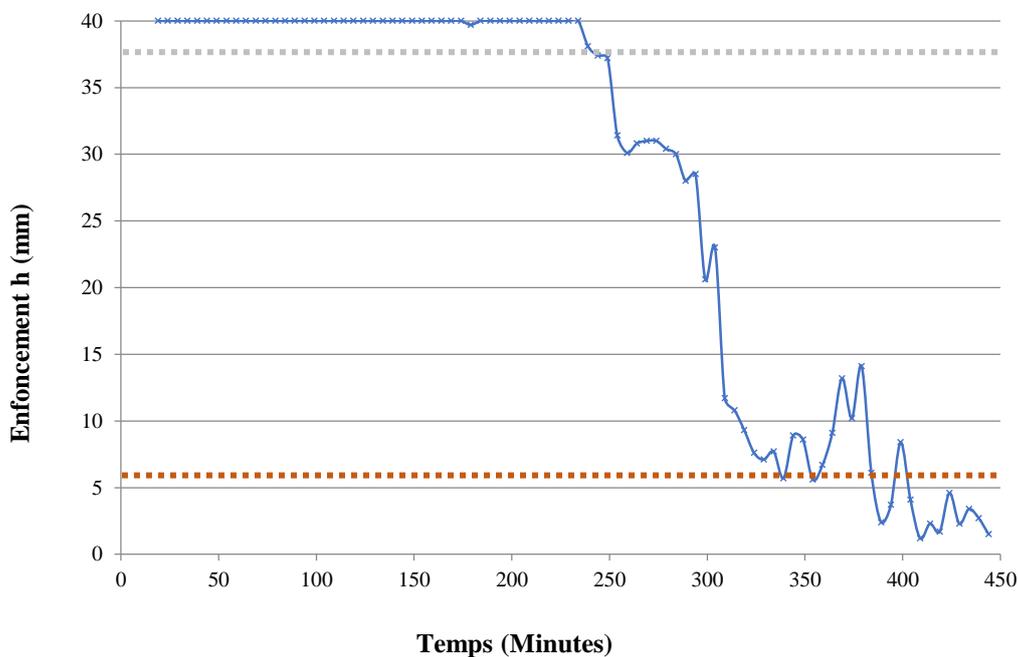


Figure 2-2: Essai au prismètre automatique de Vicat déterminant les temps de prise initial et final du mortier.

2.2.4 Variations des conditions thermo-hygro-métriques.

Dans la quatrième partie de cette étude, différentes conditions thermo-hygro-métriques ont été considérées : $T=20^{\circ}\text{C}/\text{HR}=100\%$, $T=20^{\circ}\text{C}/\text{HR}=50\%$, $T=35^{\circ}\text{C}/\text{HR}=15\%$ et $T=10^{\circ}\text{C}/\text{HR}=50\%$. Après déposition de la première couche, et selon les valeurs de T / HR et du TAC, celle-ci est mise dans une enceinte climatique « Vötsch 340 L » (Figure 2-3), puis une deuxième couche est déposée, et le tout est remis dans l'enceinte de manière à ce que les 2 couches subissent les mêmes conditions de séchage dans l'enceinte.



Figure 2-3: Enceinte climatique Vötsch 340 Litres.

2.3 *Elaboration des échantillons.*

Toute la procédure d'élaboration des échantillons présente dans cette partie est décrite pour une température de 20°C et une humidité relative de 100% faisant l'objet du chapitre 3. La même méthodologie est appliquée pour les autres conditions thermo-hygrométriques étudiés au chapitre 4 : T=20°C / HR=50%, T=35°C / HR=15% et T=10°C / HR=50%.

2.3.1 Impression manuelle des échantillons au pistolet.

Pour les essais prévus dans le cadre de la thèse, seules quelques éprouvettes de quelques centimètres de largeur sont à prélever à partir des éléments imprimés. Ainsi, étant donné qu'une large imprimante nécessite de grandes quantités pour alimenter la trémie et la pompe, ce serait certainement une perte de matériel et de temps. De plus, du fait que des temps d'attente longs sont à tester, ce qui est rare dans des projets d'impression 3D réels, il est techniquement impossible de laisser un lot en malaxage continu pendant plusieurs heures sans altérer sa rhéologie, sans passer par une double préparation de matériaux. Sinon pour des intervalles de temps plus courts (plusieurs minutes), il serait illogique de nettoyer le système de tuyauterie, mélanger et pomper à temps. C'est pour cela qu'à l'échelle du laboratoire et afin de s'affranchir de toutes ces contraintes, nous utilisons un pistolet pour simuler l'imprimante 3D à grande échelle, en déposant des couches successives de matière le plus régulièrement possible.

Le dispositif d'impression manuelle utilisé est un pistolet à silicone constitué d'un tube cylindrique de 5 cm de diamètre, dans lequel coulisse un piston qui applique une pression manuelle sur la matière fluide contenue dans le tube. L'encre est ainsi extrudée à travers une buse conique de 1 cm de diamètre (Figure 2-4). Le processus d'impression 3D est simulé ainsi dans le laboratoire par cette méthode préliminaire manuelle qui représente au mieux celle automatisée mais à plus petite échelle (Khalil 2018).



Figure 2-4: Pistolet utilisé pour l'impression 3D manuelle.

A la fin du processus de malaxage, le mortier est placé dans le pistolet à l'aide d'une spatule. Afin d'assurer la meilleure répartition de ce mortier pour éliminer tous vides à l'intérieur, il est compacté légèrement en frappant la partie extérieure du pistolet. Ensuite le pistolet est fermé et une pression manuelle constante, lente et monotone, est exercée dans une certaine mesure sur le piston pour extruder des cordons ayant une forme la plus régulière et homogène possible. Ceci est fait sur une plaque en bois (Figure 2-5(a)). La plaque est ensuite stockée à une température $T = 20 \pm 2^\circ\text{C}$ et une humidité relative $HR = 100\%$ jusqu'au moment des impressions suivantes afin d'éliminer tout séchage qui pourrait avoir lieu.

Chaque échantillon est constitué alors de 4 couches successives comme le montre la Figure 2-5(b) : deux couches inférieures consécutives puis un arrêt ou pas selon le temps d'attente (TAC) considéré entre les couches, puis deux couches supérieures supplémentaires.

Pour le $TAC = 0$ min, l'impression des couches successives inférieures et supérieures est enchaînée sans temps d'attente, avec évidemment le même mortier. Il est important de mentionner que pour les TAC allant de 1 h à 24 h, un deuxième lot de mortier était nécessaire

pour imprimer les deux autres couches, tandis que pour TAC = 20 min, une quantité du même mortier précédemment préparé est utilisée, après être remalaxé pendant 90 secondes.

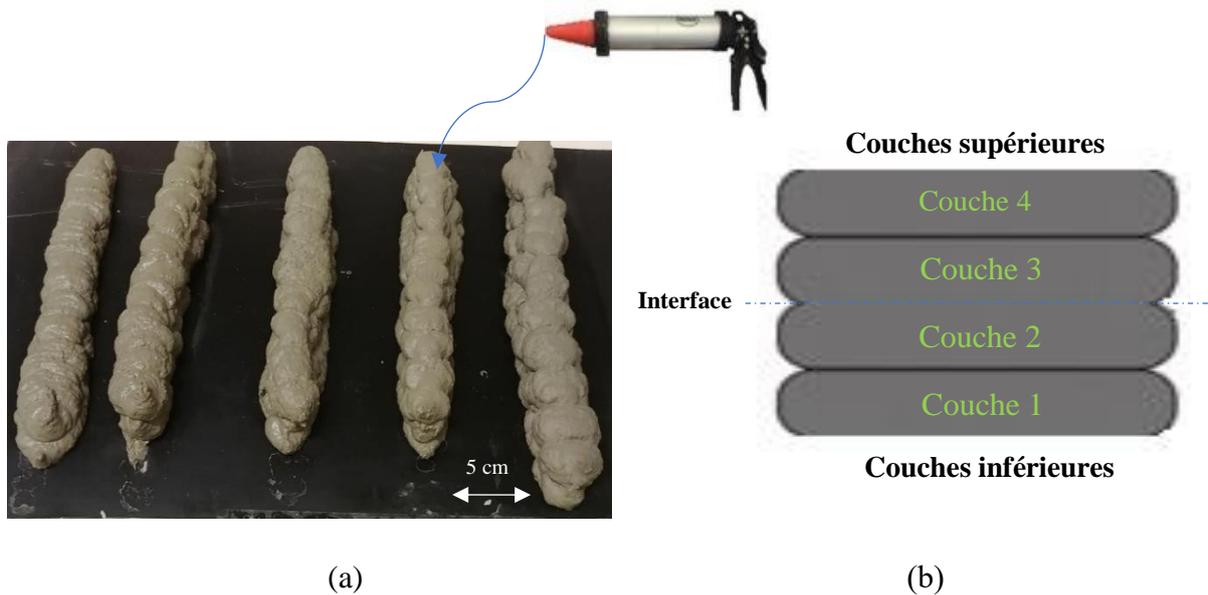


Figure 2-5: (a) Vue en coupe d'un spécimen imprimé ; (b) Cordons de mortier imprimé manuellement avant sciage.

2.3.2 Nouveau protocole : imprimé moulé.

Une seconde méthode de remplissage a également été utilisée pour fabriquer des éprouvettes imprimées. Ce protocole a été mis en place afin d'avoir la simulation la plus proche du processus d'impression, ainsi que pour avoir les surfaces latérales des éprouvettes lisses permettant une application facile de la charge lors des essais de compression ce que ne permet pas le protocole précédent.

Ce mode de remplissage consiste à imprimer le mortier directement dans des moules $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ en utilisant le pistolet, en déposant deux couches l'une au-dessus de l'autre, avec compactage.

Un gabarit rectangulaire en plexiglas a été découpé, mesurant $3,8 \times 15,8 \times 2 \text{ cm}^3$ avec une petite poignée pour faciliter son retrait, pesant 75 g. La première couche a été imprimée à l'aide du pistolet à silicone dans le moule en polystyrène jusqu'à remplir la moitié du moule contrôlé à l'aide d'une balance lors de l'extrusion de la matière. Une pression quasi constante est appliquée sur le piston afin d'obtenir, dans une certaine mesure, un extrudât homogène.

Puis, après avoir couvert la première couche d'un film alimentaire transparent, le plexiglas ainsi que deux masses de 500 g chacune sont ajoutés pour compacter la surface pendant 30 secondes. Le rôle du film alimentaire est d'empêcher tout accrochage du mortier sur le gabarit qui pourrait surgir lors du son retrait. Les échantillons sont ensuite stockés jusqu'aux prochaines impressions sous une température $T = 20 \pm 2^\circ\text{C}$ et une humidité relative $\text{HR}=100\%$, afin d'éliminer tout séchage entre les impressions.

Ensuite, et selon les TAC entre les couches successives, la deuxième moitié du moule est remplie et compactée comme décrit ci-dessus, afin de générer une interface. Un échantillon bicouche à géométrie relativement constante a été réalisé où chaque couche mesure 16 cm de longueur, 4 cm de largeur et 2 cm de hauteur. La procédure de mise en place est illustrée étape par étape sur la Figure 2-6 ainsi que la forme finale de l'échantillon sur la Figure 2-7.

Les éprouvettes sont conservées dans les moules pour $24 \pm 1\text{h}$ après l'impression puis démoulées. Pour ces deux étapes, elles sont stockées dans un environnement humide ($\text{HR}=100\%$) et à une température de $20 \pm 2^\circ\text{C}$.

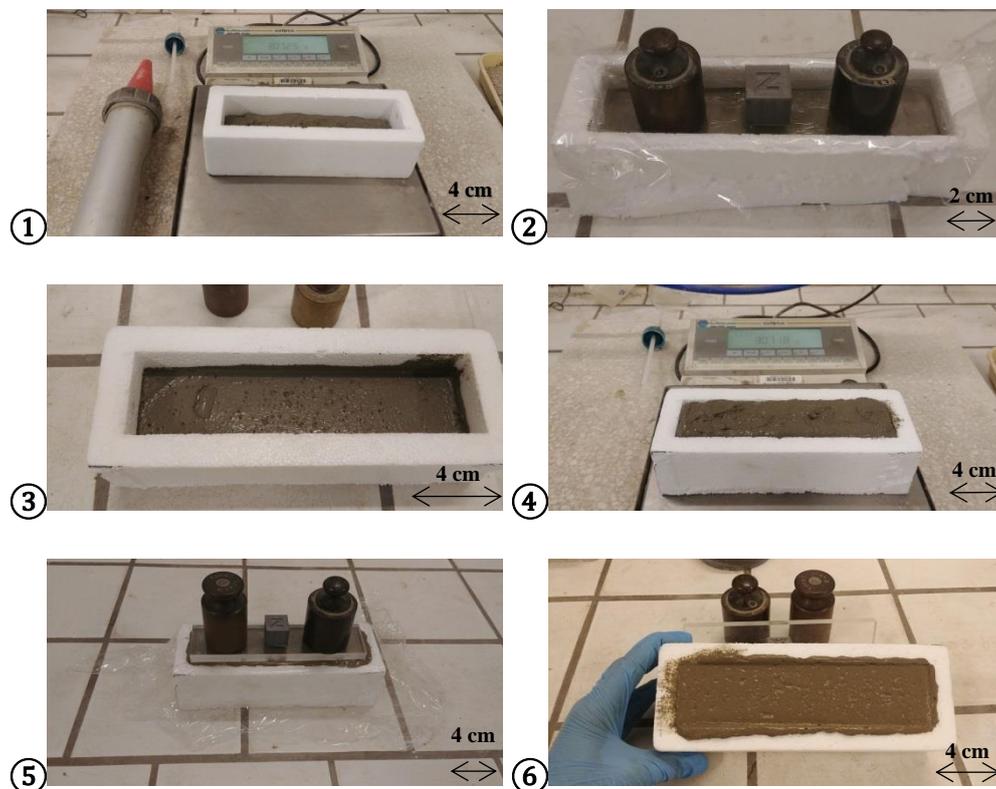


Figure 2-6: Protocole d'impression moulée proposée reproduisant l'impression 3D.

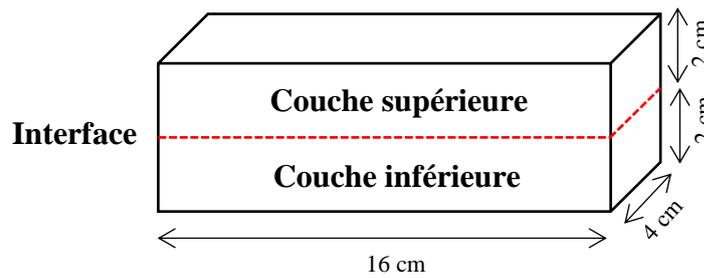


Figure 2-7: Illustration schématique d'échantillons imprimés moulés.

2.3.3 Conservation / préparation des échantillons.

Les échantillons imprimés suivants les deux méthodes sont conservés jusqu'à 7 jours après l'impression dans un environnement 100% HR et une température de $20 \pm 2^\circ\text{C}$.

Des échantillons de dimensions $4 \times 4 \times 0,5 \text{ cm}^3$ (Figure 2-8) pour les essais de microindentation, ainsi que pour la macroindentation présentée au paragraphe 2.4.3, sont nécessaires. L'extraction des échantillons à partir des cordons se fait par sciage, à l'aide d'une scie à béton, où un arrêt d'hydratation est nécessaire à 7 jours de durcissement, afin de pouvoir observer et tester une microstructure comparable entre les échantillons. Cet âge a été choisi, quand les échantillons auront acquis une résistance suffisante (propriétés mécaniques) pour les essais à réaliser, vu que le but notre étude est de comparer des éprouvettes du même âge et non pas des éprouvettes d'âges différents.

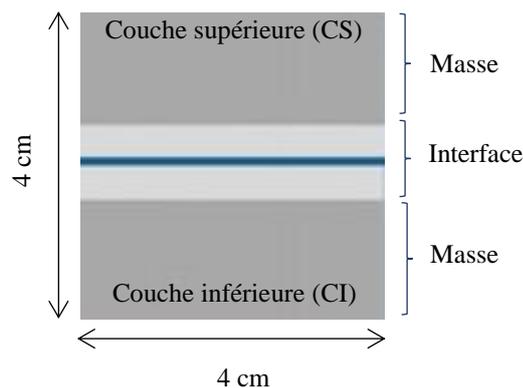


Figure 2-8: Echantillon prélevé comportant l'interface entre deux couches.

Il existe plusieurs méthodes dans la littérature pour arrêter l'hydratation du ciment afin de pouvoir observer une microstructure à un moment donné. Dans ce but, il faudra assurer l'évacuation de l'eau de la matrice cimentaire. La méthode adoptée dans notre étude est celle du « Solvant d'échange », dans notre cas l'acétone. On immerge les échantillons dans

l'acétone afin de remplacer l'eau dans les pores par le solvant (Zhang et Scherer 2011). Une immersion complète des échantillons dans le solvant est nécessaire, et ceci pour une semaine, afin de s'assurer que toute l'eau dans les pores a été remplacée. Ensuite les échantillons sont extraits du solvant puis placés sous vide pour éliminer le solvant des pores, puis à l'étuve à 40°C pour séchage. Ils sont ensuite conservés dans un dessiccateur rempli de gel de silice pour éviter toute réhydratation jusqu'au moment des essais prévus.

Avant de réaliser les différents les échantillons sont polis à l'aide de papiers abrasifs de carbure de silicium SiC « Struers Standard » de granulométrie décroissante (MD-Piano 80, 220, 500 et 1200, qui correspondent respectivement à 201 ; 68 ; $25,8 \pm 1$ et $10,3 \pm 0,8 \mu\text{m}$) pendant environ 30 secondes chacun. Le polissage est effectué automatiquement à l'aide d'une polisseuse automatique « STRUERS RotoPol-11 », à 150 tours/minute, en appliquant une charge de 15 N. Le lubrifiant utilisé dans cette étape est l'éthanol afin de ne pas utiliser de l'eau à laquelle la matrice cimentaire est sensible. Cette étape s'appelle le « Polissage grossier », dont l'objectif est de faire disparaître la rugosité de surface des échantillons, afin d'obtenir une surface parfaitement plane avec le minimum de défauts superficiels. Ensuite, un polissage fin a été effectué afin d'obtenir une surface de l'échantillon lisse et brillante, sans rayures ni déformation. Ici, les échantillons sont polis en utilisant une pâte diamantée de 6 μm pendant 3 minutes, puis avec une pâte de 3 μm pendant 2 minutes, donc des particules abrasives de plus en plus fines. Dans une dernière étape, ils sont polis à l'aide d'une pâte de 1 μm à 300 tr/min pendant 1,5 minute. Entre chaque étape, un lubrifiant sans eau a été utilisé, pour effectuer un nettoyage en profondeur afin d'éliminer tout résidu de pâte qui pourra persister sur la surface. Le lubrifiant utilisé pendant toute cette étape de polissage fin est un solvant liquide brun à base d'huile et d'alcool (Struers DP Brown). Il est important de préciser que les échantillons ne sont pas imprégnés dans une résine, étant donné que celle-ci pourrait avoir une influence sur la mesure de dureté des échantillons.

2.4 *Caractérisation physico-chimique et mécanique.*

2.4.1 Imagerie par microscope optique numérique.

Le microscope optique numérique « Zeiss Axio Zoom. V16 », présenté sur la Figure 2-9, a été utilisé pour vérifier l'état de surface des échantillons, identifier les zones d'indentation avant les mesures effectuées, ainsi que pour mesurer les distances des empreintes par rapport à l'interface pour tracer les profils d'indentation. Avec un grossissement optique allant de 3,5

fois à plus de 400 fois, l'Axio Zoom V16 nous permet d'observer en champ visuel large la surface des échantillons ou même leurs microstructures avec une très grande précision et résolution.

Ce microscope à zoom ZEISS Axio Zoom V16 est entièrement motorisé sur l'axe des Z et a une platine automatisée en X-Y. L'Axio Zoom V16 dispose de 3 modes d'observation : par caméra couleur numérique via un écran ou un ordinateur avec logiciel d'imagerie (DeltaPix), par vision oculaire seule (pour de simples contrôles visuels) ou par combinaison des deux modes simultanément.



Figure 2-9: Le microscope optique numérique « Zeiss Axio Zoom. V16. (<https://www.microscope-concept.fr/>)

2.4.2 Observation et analyse par microscopie électronique à balayage « MEB ».

- Préparation des échantillons.

Avant l'introduction de l'échantillon poli et nettoyé dans la chambre du MEB, il est nécessaire de le métalliser afin d'assurer la conductivité de la surface permettant aussi l'évacuation des électrons de surface. Toute accumulation de charges électriques dans l'échantillon pourra perturber la qualité de l'image. Cette métallisation est faite à partir d'un filament de carbone chauffé dans un vide poussé où les atomes de carbone se déposent sur la surface de l'échantillon. Ensuite, il est nécessaire de créer un pontage entre la surface d'observation de l'échantillon et le porte-échantillon de la chambre du MEB pour assurer une liaison conductrice (Figure 2-10). Celui-ci est réalisé avec de la laque d'argent qui vient relier les deux surfaces.

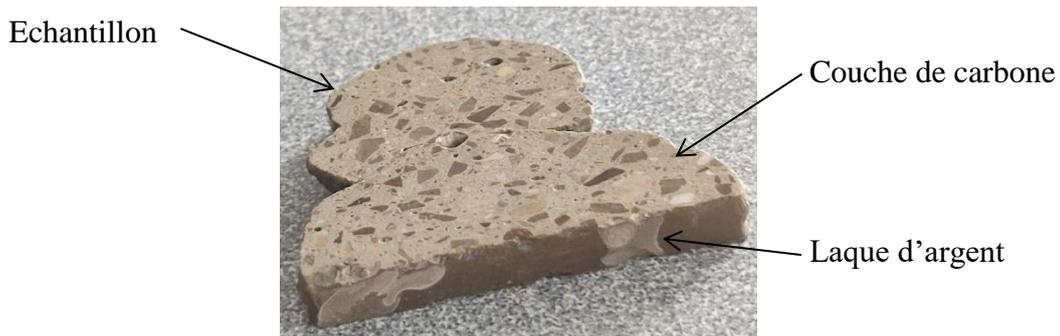


Figure 2-10: Echantillon poli, métallisé et avec de la laque d'argent pour assurer sa conductivité.

- Description générale.

Un MEB « HTACHI, Modèle S-4300SE/N » couplé à un spectromètre à détecteur d'énergie « EDS » a été utilisé pour la caractérisation chimique du mortier imprimé (Figure 2-11). En général, le MEB permet d'observer des matériaux à de très forts grossissements. La spectrométrie à dispersion d'énergie permet d'identifier la présence d'éléments chimiques présents dans l'échantillon ainsi que de déterminer leur pourcentage massique et/ou atomique.

Des observations microscopiques des échantillons sont faites à l'aide du MEB, en plus d'analyses des éléments chimiques par EDS. Le but est d'étudier la répartition des éléments au sein du matériau, surtout au niveau de la zone interfaciale entre les couches, et de détecter d'éventuelles hétérogénéités ou différences (différents produits d'hydratation, des porosités, des fissurations, etc...). Des cartographies EDS élémentaires et des profils en pourcentages atomiques élémentaires extraits perpendiculairement à l'interface sont réalisés.



Figure 2-11: Microscope électronique à balayage.

L'analyse EDS doit être faite sur des échantillons parfaitement polis et nettoyés avec soin, ayant une surface conductrice, pour obtenir des données semi-quantitatives fiables.

- Mise en condition de travail.

L'échantillon est introduit dans la chambre de MEB en mode haut-vide. La distance analytique utilisée, qui est la distance entre l'axe du faisceau d'électrons primaires et l'axe du système de microanalyse convergeant sur l'échantillon, est de 15 mm. La distance de travail et les grandissements choisis dépendent quant à eux des zones d'observation. Ensuite, une tension d'accélération des électrons de l'ordre de 15 kV a été choisie. Le MEB est utilisé en mode d'imagerie d'électrons rétrodiffusés (BSE) pour les études sur sections polies.

2.4.3 Analyse mécanique.

- Indentation classique et instrumentée.

L'appareil de mesure de dureté ou duromètre utilisé est un « DURAMIN Ver 2.08 » classique, fabriqué par « Struers », avec des niveaux de chargement dans le domaine de la microindentation allant de 0,01 à 2 kgf (Figure 2-12). L'indenteur utilisé est une pointe Vickers de forme pyramidale à base carrée.



Figure 2-12: Le duromètre « DURAMIN ».

Des essais de microindentation classique, en se référant sur « ISO 6507-1 2018 » ont été faits avec 10 essais pour chaque charge disponible sur le duromètre, et ceci en utilisant des charges

qui variaient entre 0,025 et 2 kgf, à l'exception de la charge de 0,01 kgf pour laquelle aucune empreinte n'était visible sur la surface de l'échantillon. La charge appliquée est maintenue pendant 15 secondes lors de sa pénétration dans l'échantillon. Une empreinte résiduelle se forme après chaque essai déformant la surface de l'échantillon. Les diagonales (d_1) et (d_2) de l'empreinte observée après retrait de l'indenteur sont mesurées pour en déduire les propriétés mécaniques, notamment la dureté HV, du matériau testé (Figure 2-13). L'espacement entre les centres de gravité des empreintes est fixé à environ deux fois le diamètre de l'empreinte réalisée, afin d'éviter d'indenter une zone plastifiée par une mesure précédente. Ces essais de microindentation ont été réalisés à température ambiante. A la suite d'une telle analyse, et du fait de l'hétérogénéité du matériel, des mesures quelque fois aberrantes ont été enregistrées, celles-ci ont été exclues de notre étude.

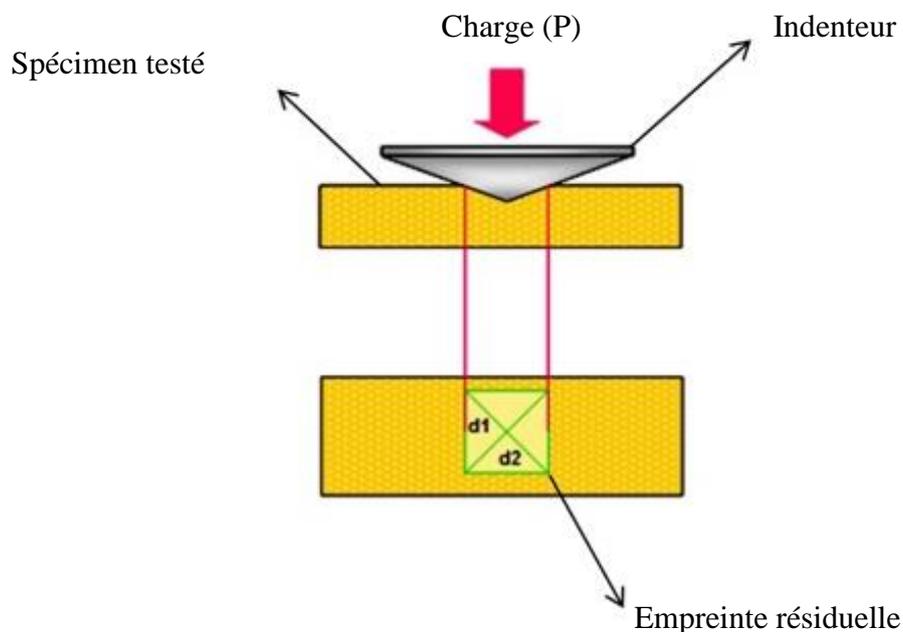


Figure 2-13: Principe de l'essai d'indentation classique.

Cette technique a été appliquée dans différentes zones de l'échantillon imprimé notamment la couche supérieure, la couche inférieure, le bord et l'interface entre les couches, afin de détecter d'éventuelles hétérogénéités de propriétés mécaniques du matériau.

Mais, afin d'avoir une meilleure sensibilité à la variation de dureté dans cette zone, une série d'indentations a été faite dans la zone interfaciale perpendiculairement à la couche inférieure (CI) traversant l'interface (I) et jusqu'à la couche supérieure (CS) (Figure 2-14). La valeur de dureté Vickers en fonction de la distance à l'interface a été étudiée. Le profil dureté-

profondeur réalisé perpendiculairement à l'interface a été établi en fonction du TAC entre chaque couche. Une charge relativement faible de 0,025 kgf a été choisie conduisant ainsi à une taille d'empreinte acceptable, nous permettant d'en faire plusieurs dans cette zone interfaciale.

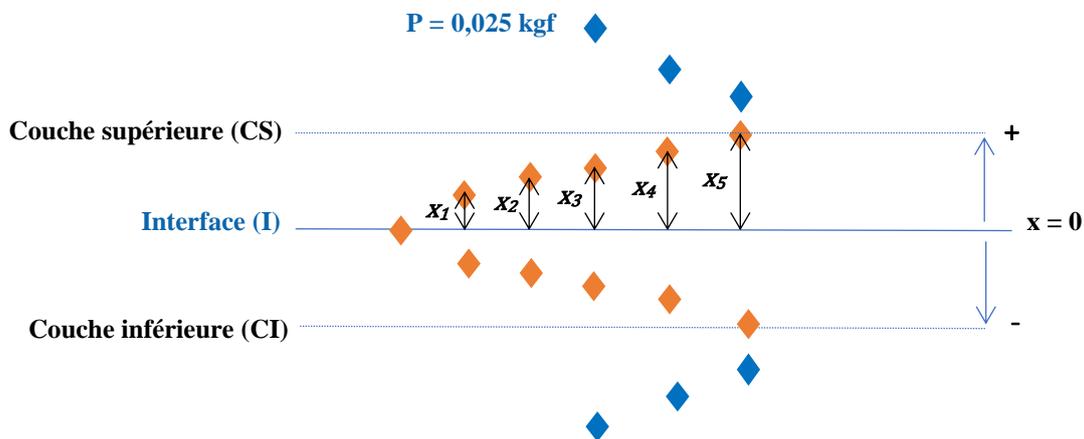


Figure 2-14: Empreintes perpendiculaires réalisées dans la zone interfaciale et leurs positionnements par rapport au plan de l'interface.

Les essais d'indentation instrumentée à l'échelle macroscopique ont été réalisés à l'aide du duromètre universel Zwick ZHU 2.5 (Ulm, Allemagne) avec des niveaux de chargement dans le domaine de la macroindentation allant jusqu'à 2450 N (Figure 2-15). Un taux de chargement/déchargement de 4000 N/min est considéré. L'indenteur utilisé est une pointe Vickers, comme pour les essais de microindentation.

Cet essai de dureté consiste à enfoncer un indenteur rigide perpendiculairement à la surface de l'échantillon, où le déplacement du pénétrateur dans le matériau est continûment mesuré en fonction de la charge d'indentation appliquée et une courbe charge-déplacement est tracée. En pratique, et à partir des données de cette courbe charge-déplacement, on peut calculer une dureté du matériau testé. Par contre dans notre étude, on utilise cette technique de macroindentation instrumentée uniquement pour caractériser l'interface avec l'indentation interfaciale. Nous venons placer la pointe de l'indenteur au niveau de l'interface, comme le montre la Figure 2-16, entre les deux couches supérieure et inférieure afin de créer une fissure, idéalement tout au long de l'interface, et ceci en montant en charge jusqu'à la rupture afin d'en tirer une charge maximale « P_{\max} ».

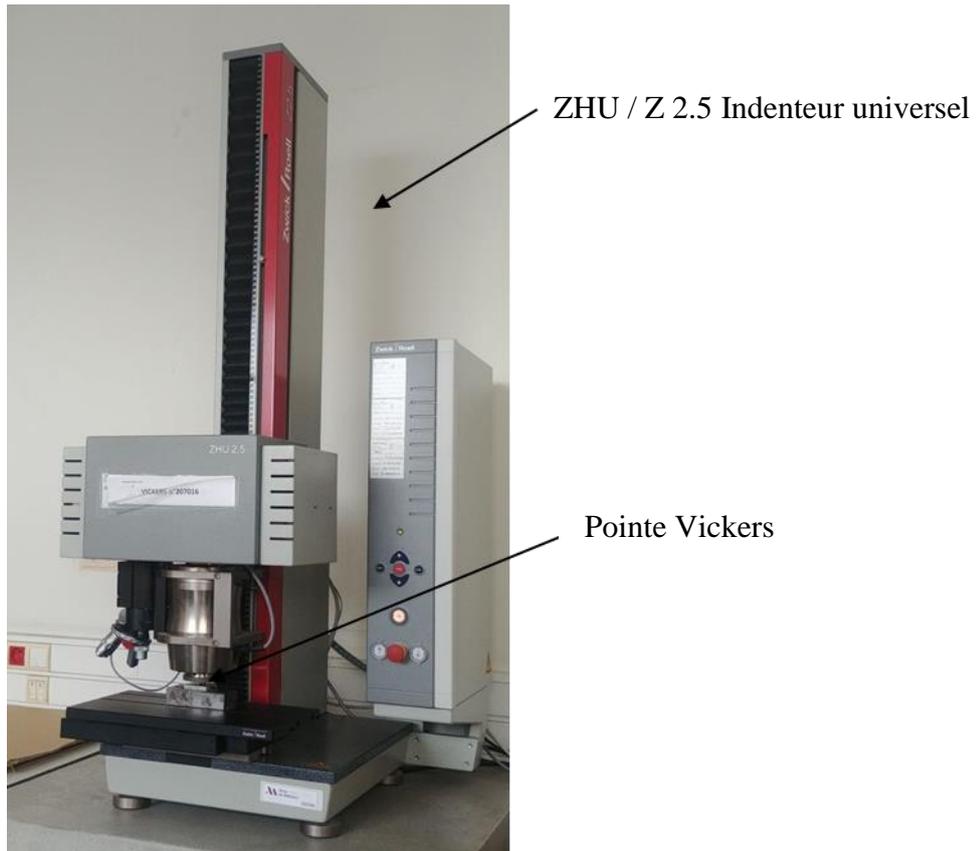


Figure 2-15: Indenteur instrumenté utilisé en macroindentation.

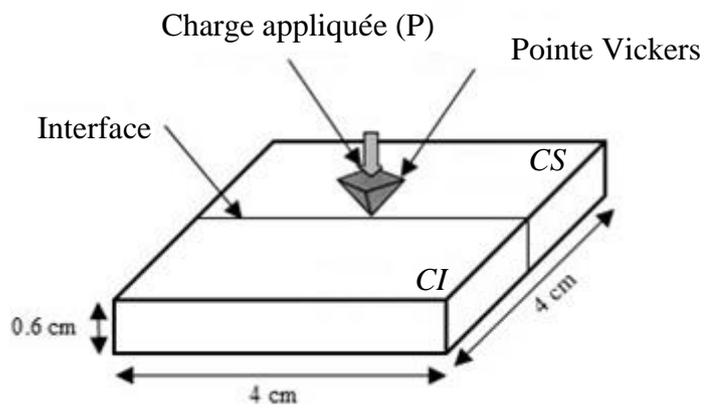


Figure 2-16: Schématisation 3D d'un test d'indentation instrumentée au niveau de l'interface de deux couches imprimées.

- Essais de compression.

La résistance à la compression des échantillons imprimés a également été testée à l'âge de 28 jours. Des blocs $4 \times 4 \times 4 \text{ cm}^3$ ont été sciés à partir des éprouvettes imprimées moulées, ayant alors théoriquement une surface d'essai de $4 \times 4 \text{ cm}^2$ (Figure 2-17(a)). Ces surfaces d'essai ont été rectifiées avec une rectifieuse béton « IGM » afin d'obtenir des surfaces lisses, planes et parallèles pour les essais de compression. Les dimensions de ces surfaces sont ensuite remesurées précisément avec un pied à coulisse et ceci après rectification puisque ce processus réduit forcément les mesures de l'échantillon. La procédure d'essai suit la norme « NF EN 196-1 ». Ceci nous a permis d'étudier les propriétés mécaniques d'un matériau imprimé dans des conditions normalisées, en prenant en compte l'effet du mode de mise en œuvre.

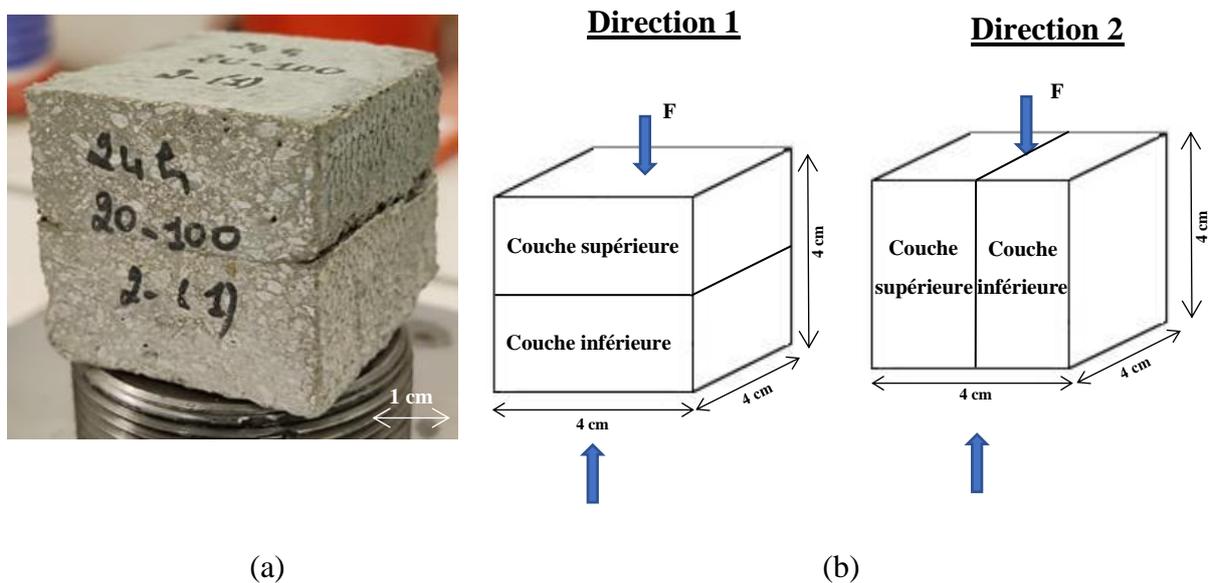


Figure 2-17: (a) Échantillon cubique scié ; (b) Sens de chargement par rapport à l'interface des couches imprimées.

La machine d'essai est une presse hydraulique couplée « 3R » avec des plages de chargement allant jusqu'à 400 kN (Figure 2-18). Le taux de chargement est de 0,6 MPa/sec. La baisse de la résistance pour détecter la rupture était d'environ 20%. La résistance à la compression « R_c » est calculée alors à partir de la charge maximale divisée par la surface d'essai des cubes.



Figure 2-18: La presse hydraulique couplée « 3R » utilisée pour réalisation des essais de compression.

Mais lorsqu'on parle d'impression 3D, un facteur supplémentaire entre en jeu et influence notablement la résistance à la compression des éléments testés. Il s'agit de la direction de l'interface entre les couches imprimées, qu'elle soit parallèle ou perpendiculaire à la charge de compression appliquée (Paul *et al.* 2018). Les essais ont donc été réalisés dans deux directions : « Direction 1 » qui représente la direction perpendiculaire au plan de l'interface et la « Direction 2 », la direction d'extrusion, parallèle au plan de l'interface où une forte pression est exercée sur le matériau lors de l'impression (Figure 2-17(b)). Un minimum de quatre échantillons par condition (TAC) a été testé dans chacune des directions 1 et 2. Un tel nombre d'échantillons est nécessaire pour évaluer les écarts-types des différents résultats et leur sensibilité à la présence d'une interface dans l'échantillon. Cela a été fait pour valider davantage les propriétés anisotropes des éléments en mortier imprimés en 3D, et éventuellement détecter une éventuelle variation de « R_c », la contrainte de rupture en compression, avec l'augmentation des TAC entre les couches.

2.5 Conclusion.

L'objectif de ce chapitre est de présenter d'une manière détaillée les matériaux et méthodologies utilisés dans notre étude pour pouvoir imprimer et caractériser des mortiers

imprimés en 3D. Deux méthodes d'impression à l'échelle du laboratoire ainsi que leurs démarches expérimentales détaillées sont présentées dans ce chapitre : L'impression au pistolet et l'impression en moule. En outre, les méthodes de préparation des échantillons post-impression sont balayées.

On cherche surtout à caractériser l'interface entre deux couches imprimées par le passage de buse, en plus des différentes zones des couches imprimées, et ceci en variant les conditions d'impression tels que le temps d'attente principalement, mais également les conditions thermo-hygrométriques (température et humidité relative). Cette caractérisation mécanique va s'appuyer principalement sur les techniques d'indentation, classique et instrumentée, considérées comme des essais mécaniques parmi les plus simples à réaliser. L'indentation classique est utilisée pour une caractérisation mécanique globale des différentes zones du matériau pouvant présenter des caractéristiques mécaniques différentes, afin d'en tirer des valeurs de macrodureté représentative de ce matériau. D'un autre côté, l'indentation instrumentée est utilisée pour caractériser l'adhérence entre deux couches au niveau du plan de l'interface, l'objectif étant de comparer cette adhérence entre les couches pour différentes conditions d'impression. Ces essais d'indentation sont ensuite corrélés à des essais de compression classiques. Le microscope électronique à balayage « MEB » est utilisé pour réaliser des observations microscopiques ainsi que des analyses chimiques semi-quantitatives des éléments pour déceler d'éventuelles différences dans la zone interfaciale entre les couches. Ceci est fait à l'aide de cartographie EDS élémentaire pour montrer la répartition des éléments, ainsi que des profils de répartition élémentaire extraits perpendiculairement à l'interface dans le même but. Ces différentes méthodologies sont mises en œuvre dans les chapitres 3 et 4 qui suivent.

Chapitre 3 : Etude multiphysique multiéchelle en fonction du temps d'attente entre les couches

3.1 Introduction.

Ce chapitre concerne la caractérisation microstructurale et mécanique des mortiers obtenus par impression 3D. L'objectif est d'identifier d'éventuelles zones d'hétérogénéité que ce soit du point de vue de la composition ou de la dureté. Ces éventuelles zones d'hétérogénéité pourraient être alors des zones de fragilité pouvant conduire à une ruine prématurée de la structure imprimée.

La première partie concernant l'analyse microstructurale est faite par microscopie électronique à balayage (MEB) doté d'un système d'analyse en éléments (EDS). Une attention particulière est portée sur les différentes couches, dites supérieure et inférieure, sur les bords des cordons et principalement sur la zone interfaciale entre deux couches successives. La seconde partie concerne la caractérisation mécanique avec une étude approfondie en indentation classique pour l'obtention de la dureté du matériau. Étant donné la forte hétérogénéité du mortier, l'étude sera menée à l'échelle micrométrique, c'est-à-dire dans le domaine de la microindentation avec des charges appliquées comprises entre 10 gf à 1 kgf. Cela permet une analyse fine et locale pour mettre en évidence une variation éventuelle de la dureté perpendiculairement à l'interface. Pour étudier la résistance de l'interface, des essais de compression multidirectionnels (c'est-à-dire en fonction de l'orientation du plan de l'interface par rapport à l'axe de l'effort de compression) seront réalisés pour obtenir une contrainte critique à la rupture. Le résultat de cet essai est ensuite comparé aux résultats d'essais d'indentation localisés à l'interface menés aux échelles micro et macroscopique. Notons déjà que l'essai d'indentation est un essai local comparé à l'essai de compression qui ne fournit qu'une information mécanique globale. L'objectif est ici de proposer un protocole de caractérisation mécanique lié à la spécificité du matériau qui est hétérogénéité et multicouches.

Nous proposons également un critère de fragilité et un critère de fissuration à partir desquels nous étudions l'influence de certains paramètres de fabrication de l'impression 3D. Dans ce chapitre, nous nous limiterons à l'étude du temps d'attente entre les couches (TAC).

3.2 Analyse chimique de mortier imprimé par pistolet.

3.2.1 Analyse chimique de l'échantillon témoin : P₇ 4h.

L'échantillon témoin que nous avons retenu est un échantillon issu d'une impression manuelle réalisée à l'aide d'un pistolet avec un temps d'attente entre les couches de 4 heures (TAC = 4 h) et où la durée d'hydratation du mortier est de 7 jours. Les conditions hygrométriques, de température (T) et d'humidité relative (HR), sont maintenues constantes et respectivement égales à 20°C et 100 %. Dans la suite, nous proposons de référencer cet échantillon sous la forme « P₇ 4h ». Dans un premier temps, des observations microstructurales préliminaires ont été faites à une échelle macroscopique pour visualiser les différentes zones pouvant présenter des propriétés chimiques et/ou mécaniques différentes. La Figure 3-1(a) montre une image obtenue par microscopie optique d'une section droite de deux cordons de mortier imprimé en 3D. De manière générale, on y distingue très clairement les granulats de tailles différentes et de répartitions aléatoires dans les couches dites inférieure (1^{ère} couche obtenue notée CI) et supérieure (2^{ème} couche suite au 2^{ème} passage du pistolet notée CS). Une étude approfondie du centre de ces deux couches est réalisée mais il est particulièrement intéressant de noter déjà la présence d'un liseré de couleur grise régulière situé entre les deux couches, il s'agit de l'interface, ou plus exactement d'une zone interfaciale qui, à l'évidence, pourrait présenter une différence de composition et/ou de propriétés mécaniques. Notez que ce liseré se poursuit sur les bords de l'échantillon. Ainsi, cette observation macroscopique nous amène à nous intéresser aux couches supérieure et inférieure, au bord de l'échantillon ainsi qu'à l'interface du point de vue de la microstructure et donc de la composition mais aussi dans un deuxième temps du point de vue mécanique.

Pour mieux caractériser la structure du matériau, des observations par microscopie électronique à balayage ont été réalisées à plus forts grossissements. Les Figure 3-1(b) et Figure 3-1(c) montre des images agrandies des deux couches supérieure et inférieure, (CS) et (CI) respectivement. Les deux zones paraissent quasi identiques du point de vue morphologique, que ce soit en termes de répartition des granulats qu'en termes de taille et de quantité.

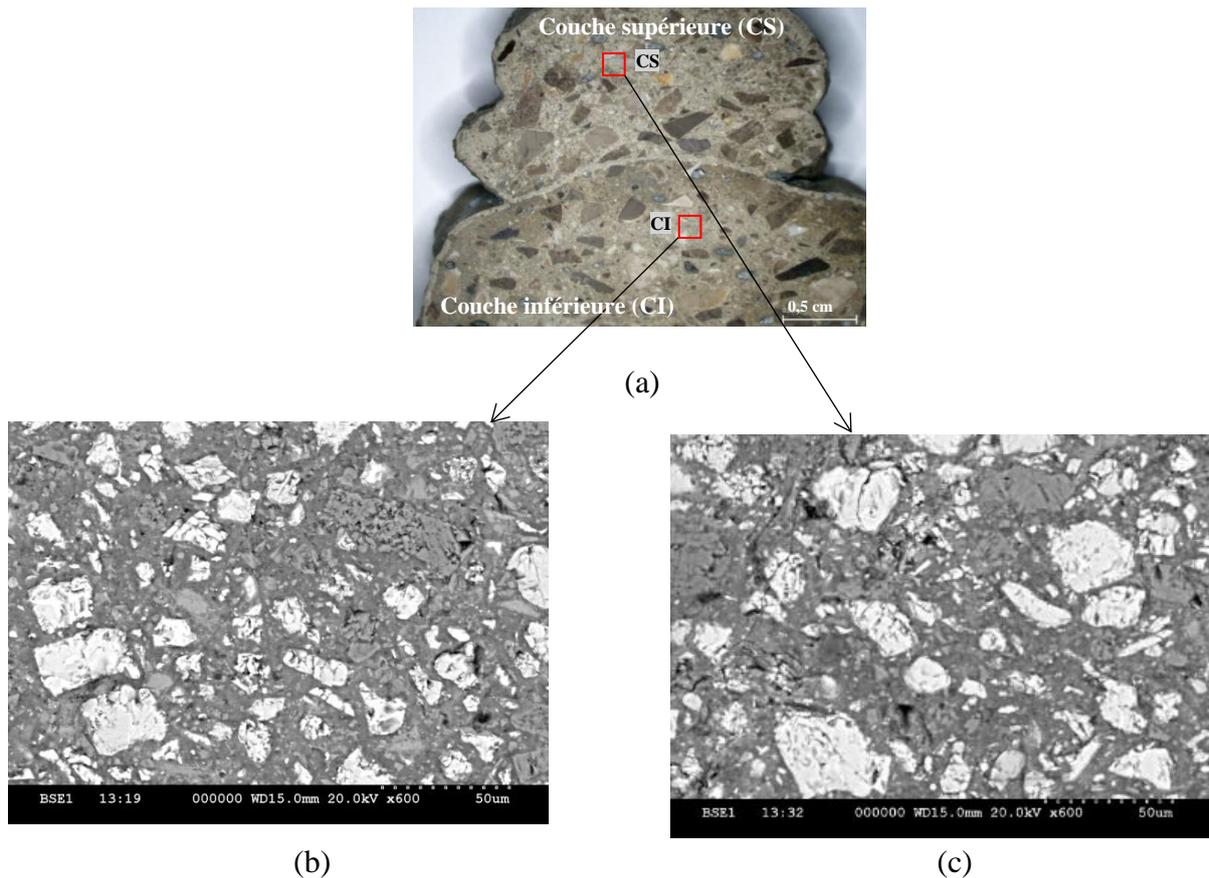
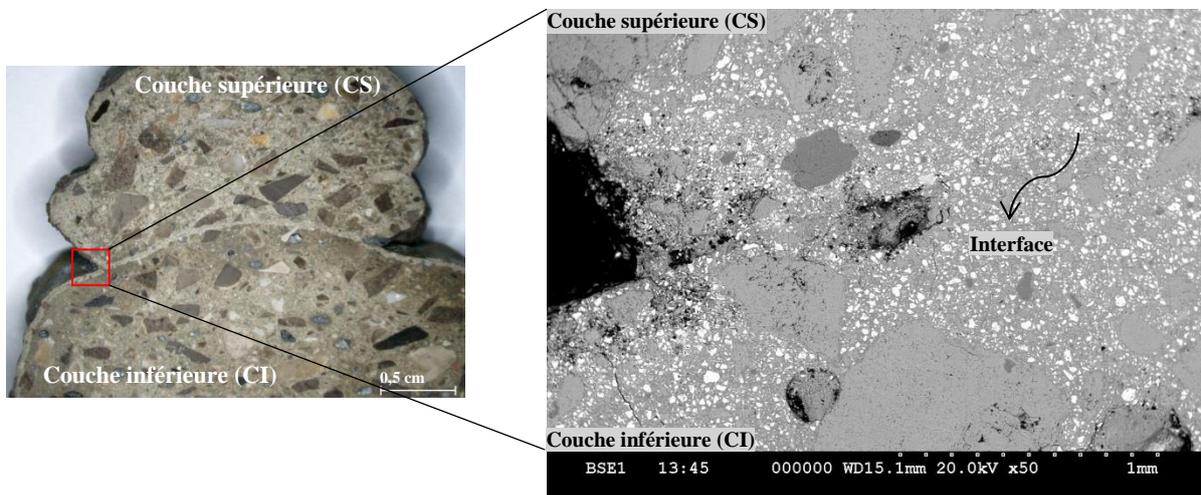


Figure 3-1 : (a) Image optique à faible grossissement ; (b) et (c) images MEB des couches inférieure et supérieure respectivement de l'échantillon P₇ 4h obtenu par impression 3D.

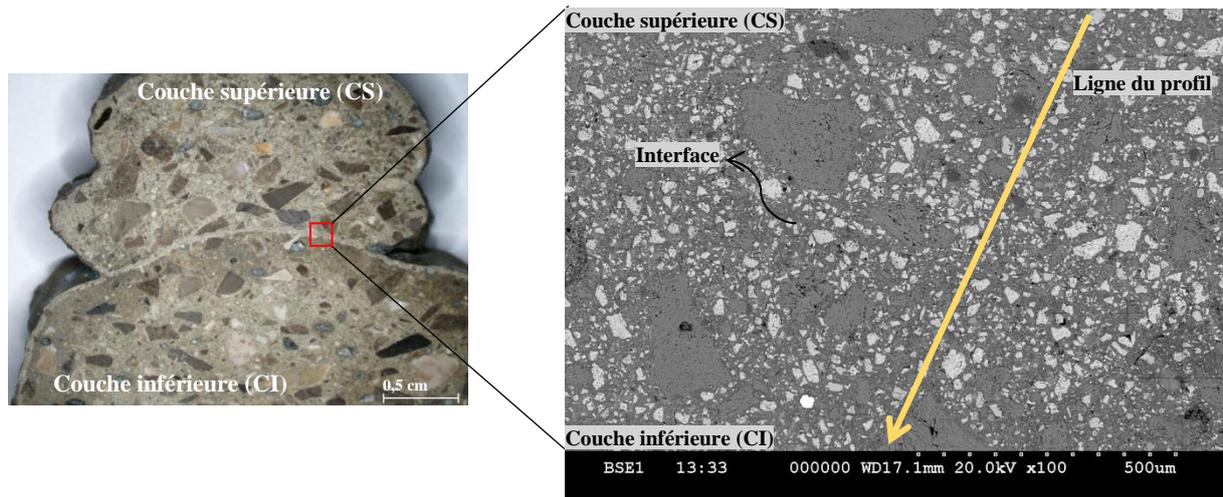
Concernant l'interface entre les couches supérieure et inférieure comme le montre très bien la Figure 3-1(a), une ligne relativement fine se distingue, délimitant les cordons inférieur et supérieur. Une observation à plus fort grossissement par MEB est présentée sur la Figure 3-2(a) pour la zone interfaciale débouchant à la surface des cordons et sur la Figure 3-2(b) pour une zone plus centrale.

Une analyse élémentaire semi-quantitative est donc menée. D'abord, après avoir pris les images de la zone d'intérêt, une analyse cartographique est réalisée afin d'obtenir les cartes de distribution des éléments pour cette zone avec le système EDS. Les éléments ciblés par la cartographie sont le Silicium (Si), le Soufre (S), le Calcium (Ca), et l'Aluminium (Al). Ces éléments ont été choisis car ils sont susceptibles d'indiquer la présence de certains produits d'hydratation tels que les silicates de calcium hydratés « C-S-H », les phases aluminates comme les ettringites « Aft » ou les monosulfates « Afm », et potentiellement l'enrichissement de certaines d'entre elles comme la portlandite « Ca(OH)₂ » par exemple. Les mesures sont données en intensité de coups/seconde et, pour une meilleure visualisation, en

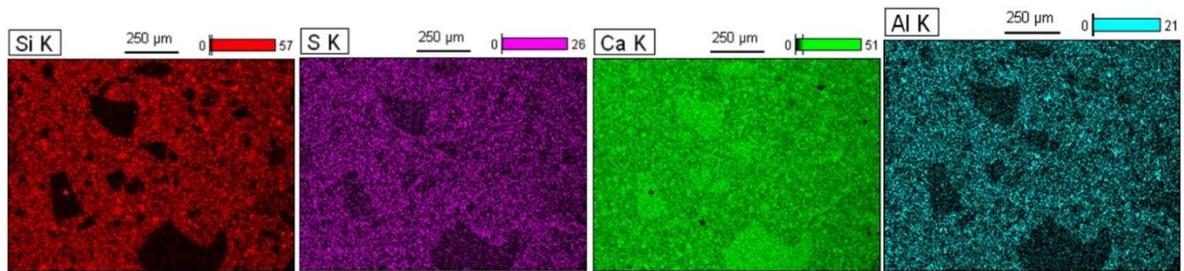
couleurs de la répartition des différents éléments (Figure 3-2(c)). En plus, afin de mieux visualiser toute variation des pourcentages atomiques de ces éléments, des profils sont établis perpendiculairement à la ligne d'interface, allant de la couche supérieure à la couche inférieure, comme le montre la Figure 3-2(b)). Un profil représentant la variation des pourcentages atomiques élémentaires tout au long de cette ligne est alors extrait. Ceci pourra permettre une comparaison élémentaire facile et voire s'il y a une différence entre la zone interfaciale et l'intérieur des couches. Cette technique s'avère être très utile pour toute analyse d'épaisseur de section transversale d'échantillons multicouches comprenant une zone interfaciale.



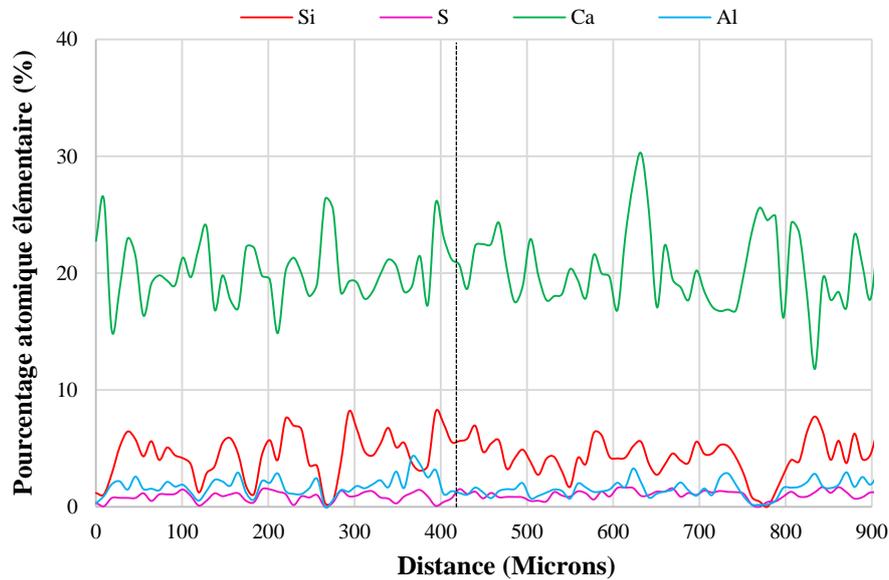
(a)



(b)



(c)



(d)

Figure 3-2 : (a) Image MEB d'une zone interfaciale proche du bord de l'échantillon ; (b) Image MEB d'une zone interfaciale centrale ; (c) Analyse cartographique en coupes des éléments silicium, soufre, calcium et aluminium pour la zone interfaciale centrale et (d) Profil perpendiculaire à l'interface représentant la variation des pourcentages atomiques des éléments en fonction de la distance.

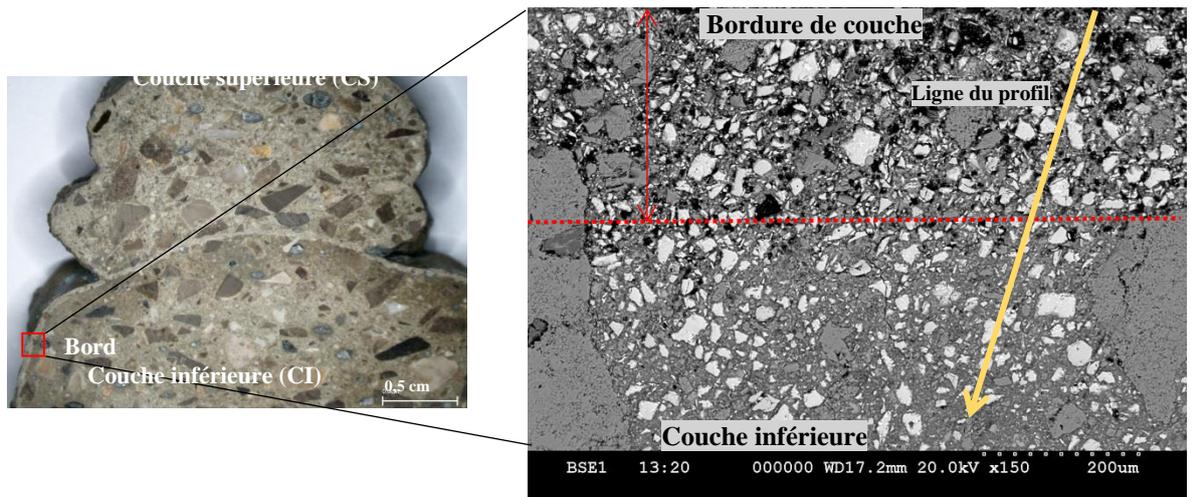
Les résultats de l'analyse cartographique élémentaire obtenue par EDS, présentée sur la Figure 3-2(c), ne montre pas un écart significatif dans la répartition des éléments Si, S, Ca et Al dans la zone observée. En d'autres termes, de part et d'autre de l'interface, c'est-à-dire dans la zone interfaciale entre les deux couches, nous n'avons pas observé de différences notables en termes d'éléments chimiques en comparaison avec le cœur du matériau loin de l'interface. Ainsi, nous pouvons conclure que du point de vue chimique aucune interface n'est décelable. Il n'y a donc pas d'enrichissement de certains hydrates dans cette zone interfaciale.

De même, d'après le profil représenté par la Figure 3-2(d), malgré le fait que le matériau soit hétérogène, il n'y a pas de variation significative du pourcentage atomique des différents éléments tout au long de la ligne de mesure considérée. Ceci confirme ce qui a été dit plus haut, c'est-à-dire qu'aucune interface n'est détectable du point de vue chimique.

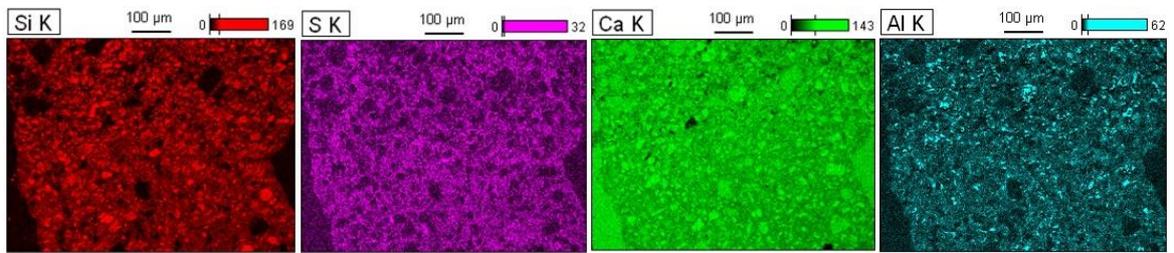
D'autre part, la zone située sur le bord du cordon inférieur montre aussi une différence d'apparence comme le montre la Figure 3-1(a) mais aussi la Figure 3-3(a), sur laquelle une photo prise en MEB montre un agrandissement de cette zone externe.

La zone de surface visible en optique et par MEB est une matrice cimentaire plus poreuse ayant une épaisseur moyenne comprise entre 250 à 300 μm . Elle est principalement présente dans la couche inférieure et très peu visible voire inexistante pour la couche supérieure, en tous cas en optique, comme le montre la Figure 3-3(a).

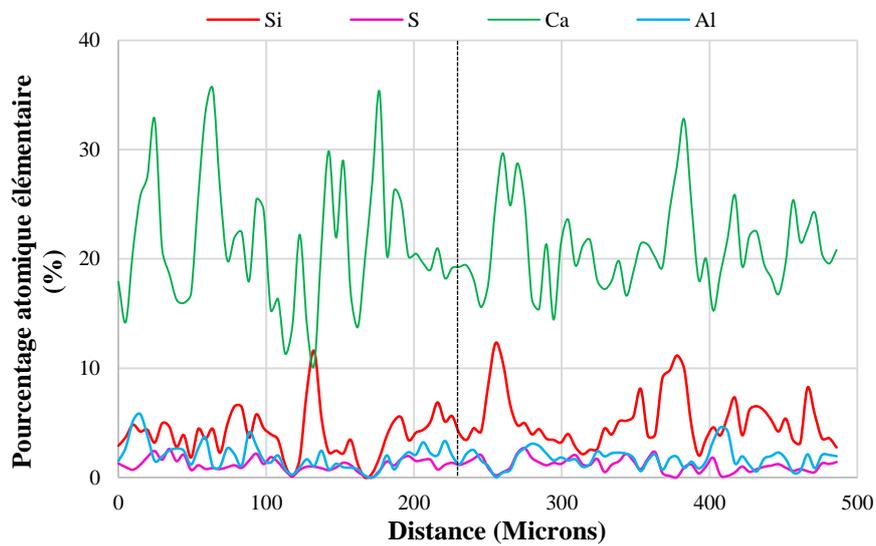
L'analyse EDS par cartographie présentée sur la Figure 3-3(b) de la zone interfaciale montre que les éléments silicium (Si), soufre (S), calcium (Ca) et aluminium (Al) sont également répartis de manière régulière dans toute la zone observée allant du bord jusqu'au cœur de la couche inférieure. Ceci nous amène de nouveau à conclure qu'il n'y a pas de différence en termes de répartition d'éléments chimiques entre cette zone de surface et le cœur de la couche elle-même. Toutefois, cette zone dans la partie inférieure de l'échantillon sera considérée comme notre troisième zone d'étude car elle peut en effet potentiellement présenter des différences en termes de propriétés mécaniques.



(a)



(b)

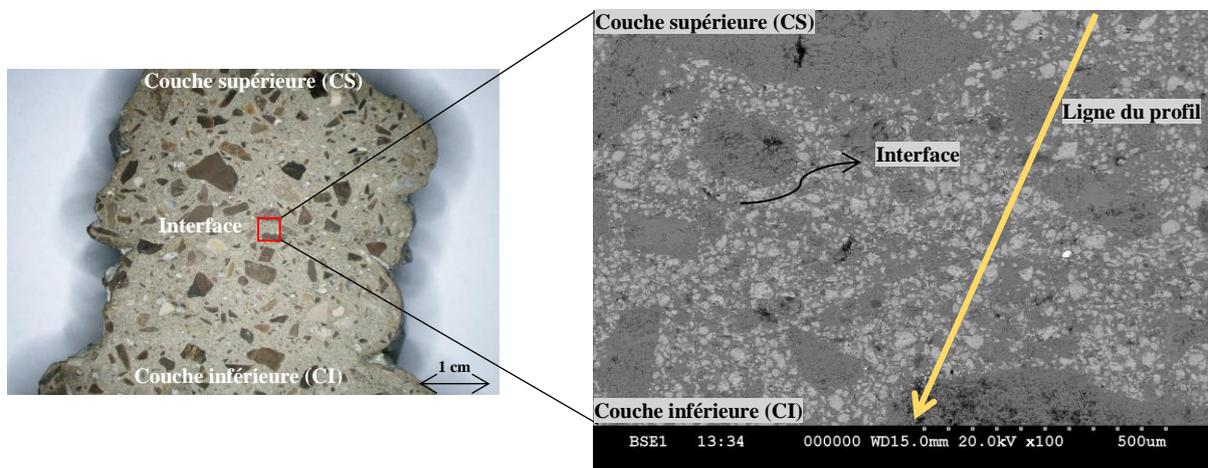


(c)

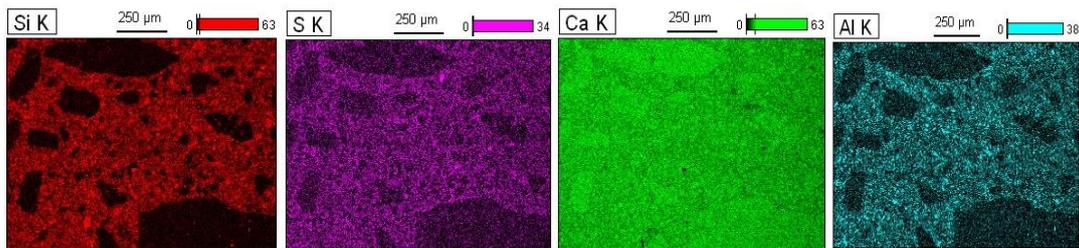
Figure 3-3 : (a) Image MEB d'une zone de bord du côté de la couche inférieure ; (b) Analyse cartographique en coups des éléments silicium, soufre, calcium et aluminium (c) Profil perpendiculaire à la zone du bord représentant la variation des pourcentages atomiques des éléments en fonction de la distance.

3.2.2 Analyse chimique comparative des zones interfaciales pour différents TAC.

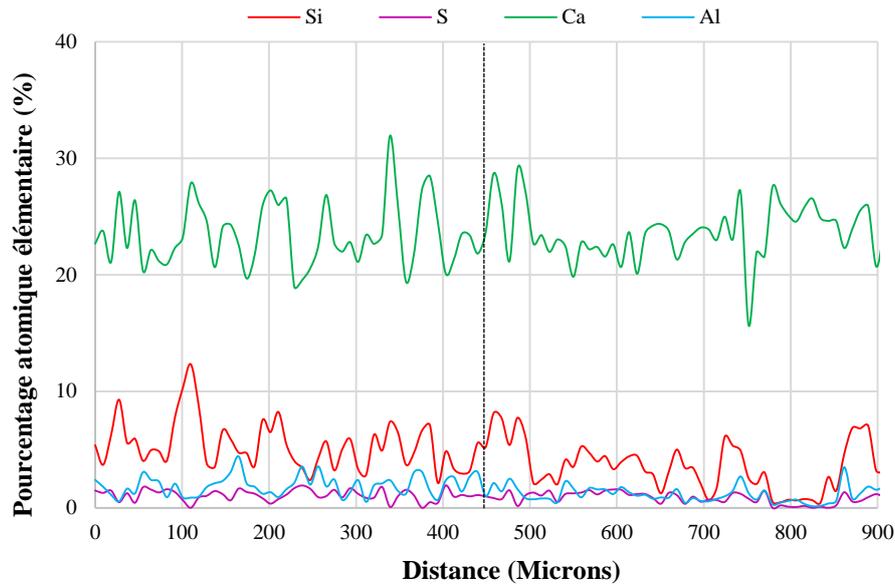
Afin de valider cette dernière hypothèse déduite pour l'échantillon « P₇ 4h », et pour détecter d'éventuelles modifications qui interviendraient suite au changement du temps d'attente entre deux couches, une analyse chimique comparative de la zone interfaciale de différents échantillons avec des TAC différents entre les couches : 4h, 8h et 24h est effectuée. Les résultats de « P₇ 8h » et de « P₇ 24h » sont représentés dans les Figure 3-4 et Figure 3-5 respectivement. Les références « P₇ 8h » et de « P₇ 24h » représentent respectivement des échantillons imprimés manuellement avec des TAC de 8 et 24 heures, avec une durée d'hydratation du mortier de 7 jours.



(a)



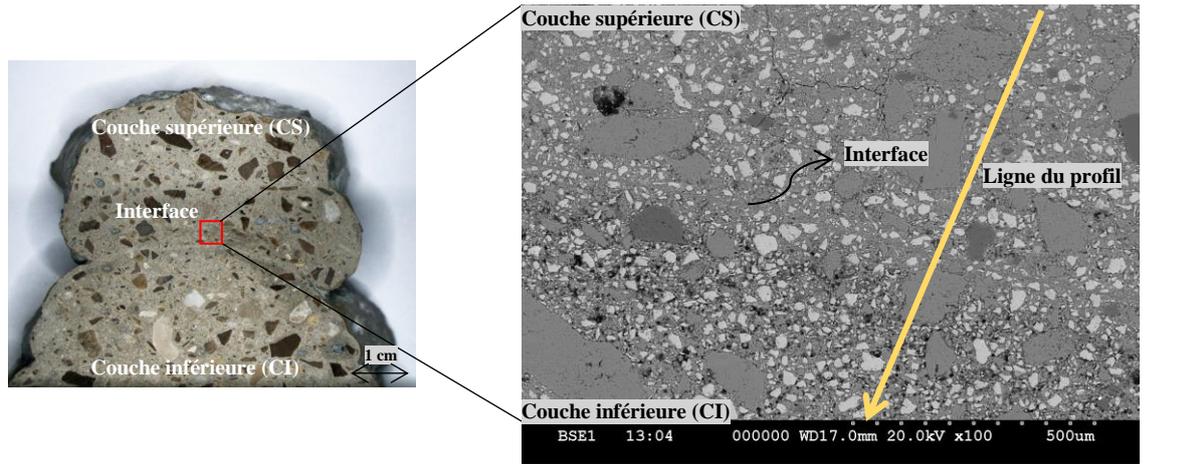
(b)



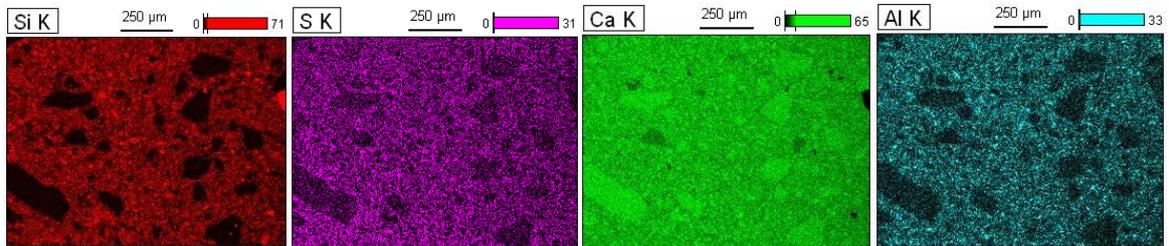
(c)

Figure 3-4: (a) Image MEB de la zone interfaciale pour P_7 8h ; (b) Analyse cartographique en coups des éléments silicium, soufre, calcium et aluminium (c) Profil perpendiculaire à la zone interfaciale représentant la variation des pourcentages atomiques des éléments en fonction de la distance.

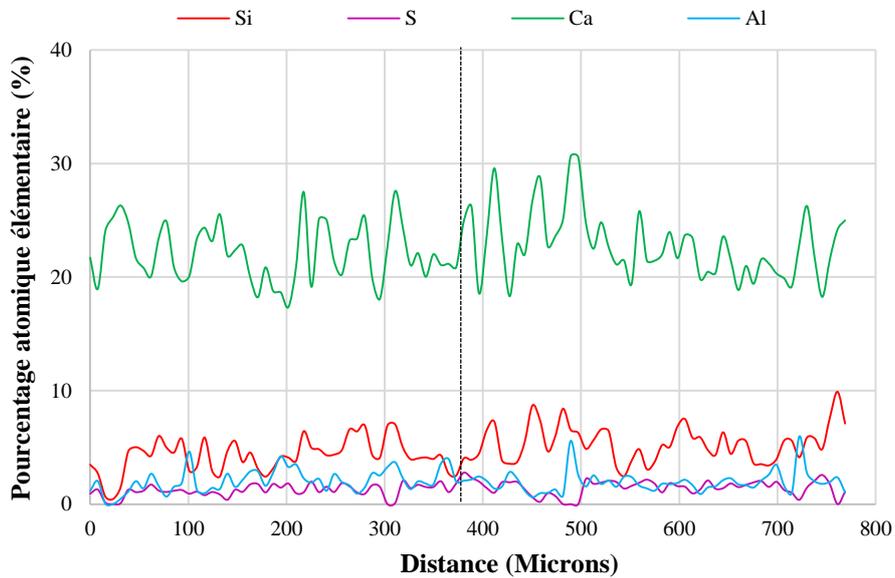
D'après les cartographies des Figure 3-4(b) et la Figure 3-5(b), aucune différence significative ne peut être remarquée en comparant les différentes zones autour de l'interface. Donc pour les deux échantillons « P_7 8h » et « P_7 24h », les zones interfaciales sont assez comparables avec le cœur des couches du point de vue chimique. De même, d'après les profils des Figure 3-4(c) et Figure 3-5(c), il n'y a pas de variation significative du pourcentage atomique des différents éléments tout au long de la ligne considérée, en passant de la couche supérieure à la couche inférieure en traversant l'interface. Ceci confirme l'hypothèse déduite de l'analyse de l'échantillon « P_7 4h », qu'aucune interface n'est présente chimiquement.



(a)



(b)



(c)

Figure 3-5: (a) Image MEB de la zone interfaciale pour P₇ 24h ; (b) Analyse cartographique en coups des éléments silicium, soufre, calcium et aluminium (c) Profil perpendiculaire à la zone interfaciale représentant la variation des pourcentages atomiques des éléments en fonction de la distance.

De plus, en comparant les trois profils des différents TAC (P₇ 4h, P₇ 8h et P₇ 24h), (Figure 3-2(d), Figure 3-4(c) et Figure 3-5(c) respectivement), aucun changement de pourcentage atomique élémentaire n'a été remarqué avec l'augmentation du temps d'attente entre les couches dans cette zone interfaciale. Cela confirme notre conclusion indiquant qu'aucune interface n'est présente chimiquement.

L'ensemble de ces analyses chimiques préliminaires montrent des zones quasiment identiques. Ainsi, une analyse mécanique poussée / ciblée est nécessaire pour montrer, à différentes échelles, si les propriétés mécaniques sont potentiellement différentes.

3.3 *Caractérisation mécanique du mortier imprimé par pistolet.*

L'échantillon témoin que nous avons retenu est le « P₇ 4h » comme mentionné précédemment. Plusieurs zones ont été sélectionnées (Figure 3-6) comme pour l'étude de la microstructure: *i*) Le cœur des couches en dehors des granulats avec deux zones à chaque fois : dans le dernier cordon déposé de l'échantillon, dit couche supérieure (CS) et dans la partie inférieure, dite couche inférieure (CI), *ii*) Le bord du cordon (noté B) dans laquelle nous avons observé un changement de microstructure, on envisage un possible « effet de bord » et enfin *iii*) La zone de l'interface (notée I), c'est-à-dire de part et d'autre de la ligne interfaciale mais aussi dans le plan de l'interface.

L'espacement entre les centres de gravité des indents est fixé à environ deux fois la diagonale de l'empreinte réalisée en affectant ainsi un numéro à chaque indent pendant l'essai. Une valeur HV_{mesurée} s'affiche sur le duromètre à partir de la mesure des deux diagonales d₁ et d₂ de l'empreinte résiduelle mais cette valeur ne sera pas prise en compte directement mais plutôt recalculée pour obtenir une valeur plus précise et nous garderons les valeurs des diagonales pour étudier l'effet de taille en indentation.

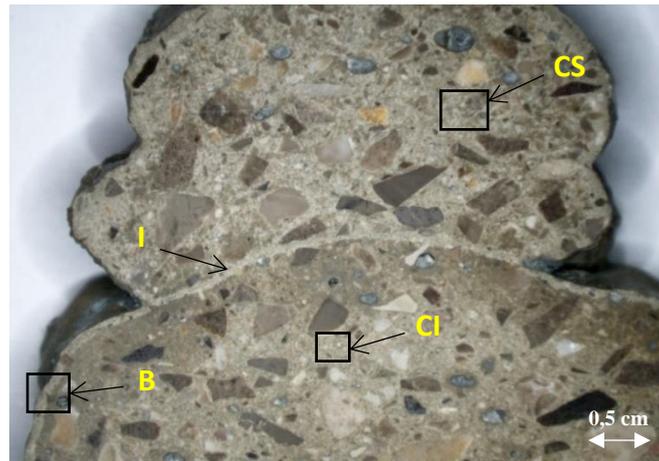


Figure 3-6: Indication des différentes zones étudiées dans un échantillon prélevé après impression manuelle de cordons ayant un temps d'attente de 4 heures entre les couches successives.

3.3.1 Étude des couches supérieure (CS) et inférieure (CI).

- Couche supérieure (CS).

L'approche par indentation classique est appliquée à une certaine zone de la couche supérieure notée (CS₁). La première étape consiste à calculer les valeurs de dureté Vickers (HV) à l'aide de l'équation $HV = 1,8545 \frac{P_{max}}{d^2}$ (Eq 1-2), où les 9 charges disponibles sur l'appareil ont été appliquées (Partie 2.4.3 / Indentation classique et instrumentée). 10 essais par charge ont été réalisés conduisant ainsi à 10 empreintes et donc à 20 valeurs de diagonales. Toutefois, 9 valeurs de dureté sont retenues pour l'étude car la plus petite charge appliquée de 0,01 kgf n'a pas permis d'engendrer une empreinte visible à la surface de l'échantillon. La Figure 3-7 montre la répartition géographique des empreintes par charge et par série.

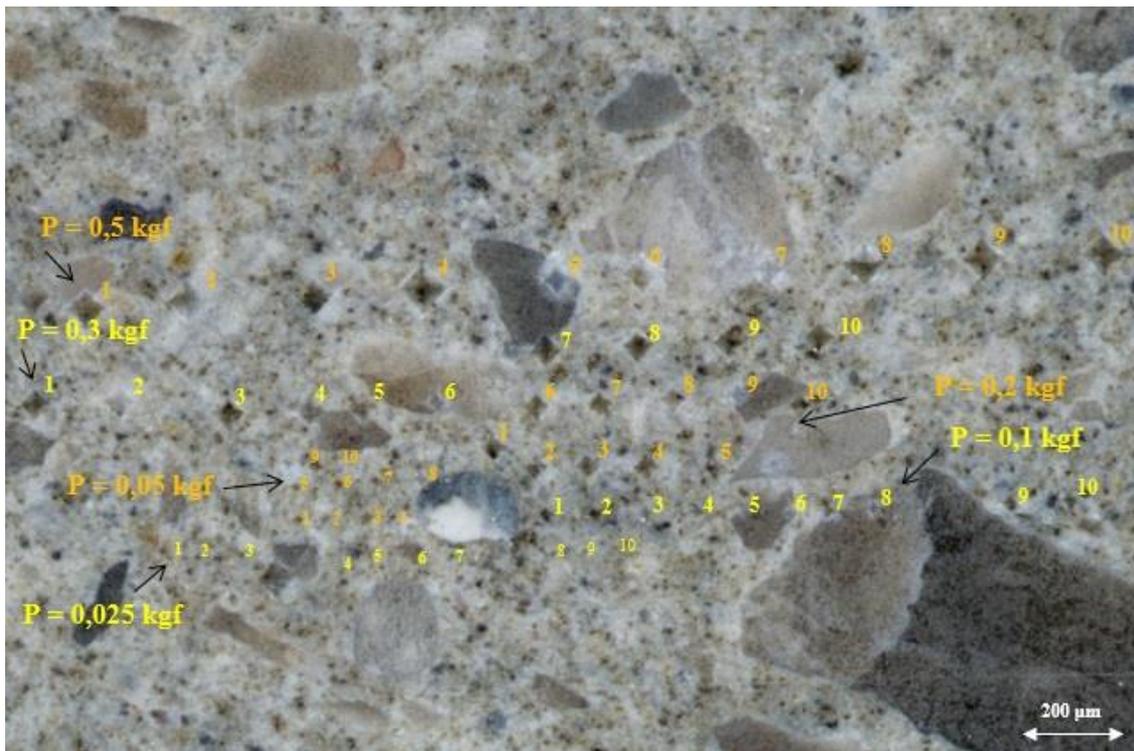


Figure 3-7: Lieu des différentes empreintes d'indentation effectuées dans la matrice cimentaire dans la couche supérieure (CS).

Pour caractériser la dureté d'un échantillon à partir d'une série de données, il convient d'étudier l'ensemble des valeurs de dureté calculées en fonction de la charge appliquée. Généralement on observe une variation de la dureté avec la charge, c'est l'effet de taille en indentation. Il convient alors d'étudier les variations de dureté ou de charge en fonction de la diagonale d'empreinte en utilisant plusieurs approches développées dans la partie bibliographique (Partie 1.4.2 / Effet de taille en indentation) de ce document. La Figure 3-8 représente l'application de l'ensemble des modèles retenus pour cette étude.

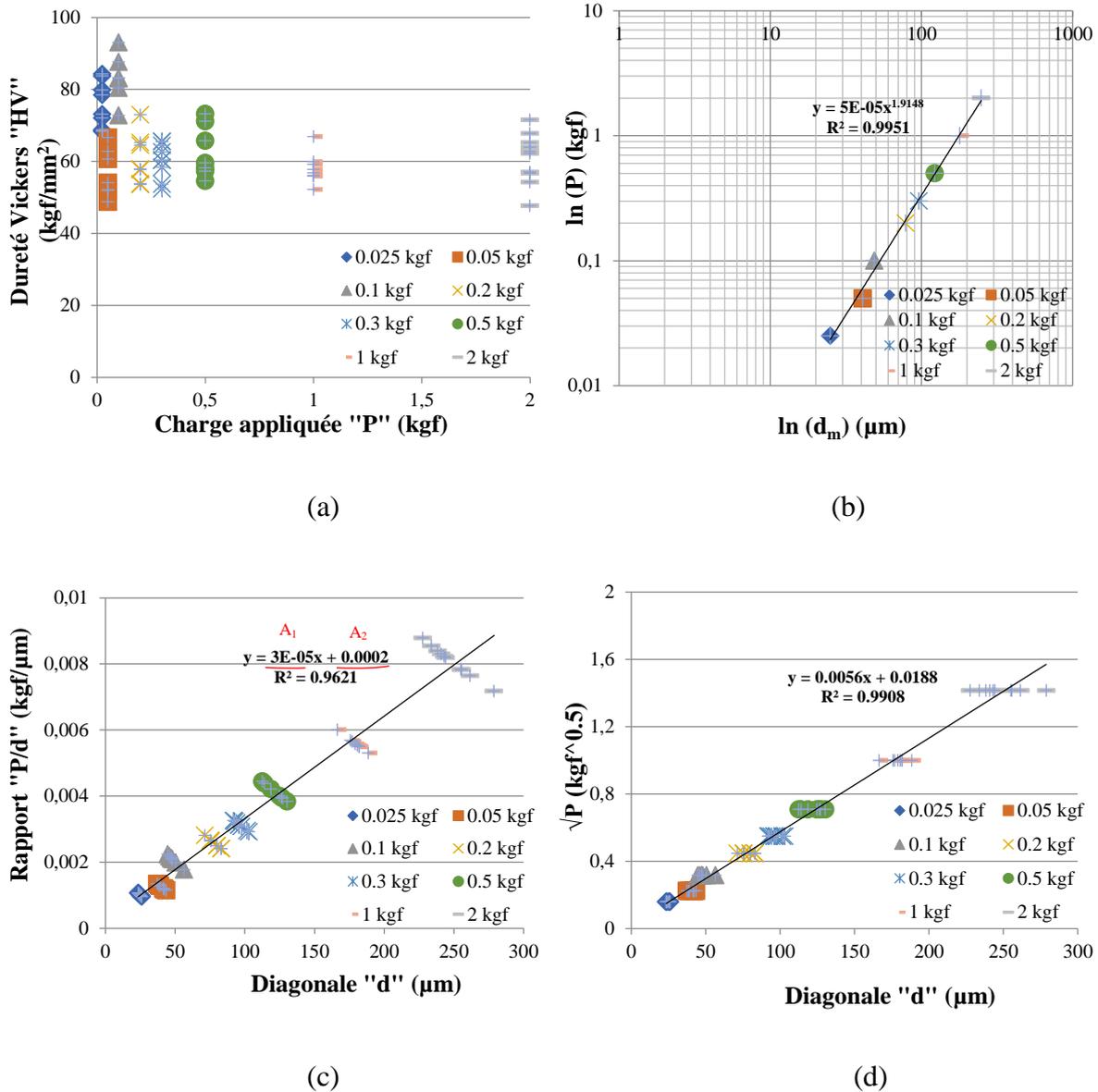


Figure 3-8: a) Dureté Vickers « HV » en fonction de la charge appliquée « P » obtenue dans la couche supérieure (CS), (b) Représentation de la charge appliquée « P » en fonction de la diagonale « d » en échelle bi-logarithmique et représentation du rapport P/d et \sqrt{P} respectivement en fonction de la diagonale « d » pour (CS1) selon Li et Bradt (c) et Bull et al. (d).

La Figure 3-8(a) représente la variation de la dureté Vickers « HV » exprimée en kgf/mm² en fonction de la charge appliquée « P » exprimée en kgf. Cette figure montre très bien que la dureté n'est pas constante et qu'elle a tendance à augmenter lorsque la charge d'indentation diminue. L'approche classique laisse donc supposer un effet de taille en indentation pour l'étude de notre matériau. Dans ces cas-là, l'objectif est de déterminer la macrodureté, HV₀, représentative du matériau et associée à un paramètre représentatif de l'amplitude de cet effet de taille. Pour cela, nous disposons de modèles, dits modèles ISE, présents en grand nombre

dans la bibliographie. Nous nous sommes limités aux modèles sans doute les plus utilisés, présentés dans le chapitre 1 (Partie 1.4.2 / Effet de taille en indentation), à savoir la loi puissance de Meyer, les lois polynomiales de Li et Bradt et de Bull *et al.* qui ne se différencient que par la forme donnée au polynôme de degré 2.

Pour démontrer la pertinence de la loi de Meyer, il convient de tracer la charge appliquée (P) en fonction de la diagonale d'empreinte (d) en échelle bi-logarithmique. La loi sera vérifiée si elle peut être modélisée par une droite. La Figure 3-8(b) représente l'application de la loi de Meyer pour l'échantillon « P₇ 4h » testé avec le DURAMIN. Comme le montre cette figure, et de toute évidence, la loi de Meyer s'applique parfaitement bien aux résultats expérimentaux, vu que les points suivent bien une droite avec un coefficient de corrélation R^2 égal à 0,99, donc très proche de 1. A partir des valeurs des coefficients de cette droite, on extrait les valeurs de « a » et de « n », soit respectivement 5×10^{-5} exprimée en $\text{kgf}/\mu\text{m}$ et 1,91 sans unité. Notons que plus la valeur de « n » est proche de 2 moins la dureté est sensible à l'effet de taille ; en d'autres termes pour un « n » égal à 2, la valeur de la dureté est trouvée indépendante de la charge appliquée. Par conséquent, un effet de taille est bien visible du fait que la valeur de l'exposant n est différente de 2. Toutefois, une critique qui pourrait être faite à la loi de Meyer, est qu'elle ne permet pas de calculer une macrodureté. C'est pourquoi, les modèles polynomiaux de Li et Bradt et de Bull *et al.* sont souvent préférés à celui de Meyer.

Pour appliquer le modèle de Li et Bradt, le rapport (P/d) est représenté en fonction de la diagonale moyenne des empreintes (d), afin d'obtenir là encore une représentation linéaire (Figure 3-8(b)). Tout comme pour la loi de Meyer, l'évolution des points expérimentaux est correctement représentée par une droite avec le modèle de Li et Bradt, où le coefficient de corrélation R^2 est très proche de 1, soit égal à 0,96. Le coefficient A_1 peut être déduit de l'intersection de la droite obtenue avec l'axe des abscisses, et le coefficient A_2 est la pente de cette droite. Les valeurs de ces coefficients A_1 et A_2 , indiquées sur la Figure 3-8(c), permettent de calculer la macrodureté HV_0 , soit $55,6 \text{ kgf}/\text{mm}^2$ et le paramètre traduisant l'effet de taille en indentation noté Δ_{ISE} , soit $0,37 \text{ kgf}/\text{mm}$. A noter que la valeur de ce paramètre Δ_{ISE} , signifiant « Indentation size effect », ne permet pas, à cette étape de l'analyse, de déduire une quelconque propriété intrinsèque du matériau ou un comportement mécanique particulier.

Par contre, la loi polynomiale proposée par Bull *et al.* peut être représentée par la variation de la racine carrée de la charge appliquée (\sqrt{P}) en fonction de la diagonale de l'empreinte

d'indentation (d) selon l'Eq 1-10 du chapitre 1 (Figure 3-8(d)). Ici encore, les points expérimentaux sont parfaitement représentés avec un coefficient de corrélation R^2 très proche de 1 ($\approx 0,99$). A partir de la pente et de l'ordonnée à l'origine de la droite obtenue, nous avons déduit la valeur de HV_0 soit $58,1 \text{ kgf/mm}^2$ et du recouvrement élastique, $d_0 = 3,4 \text{ }\mu\text{m}$, défini ainsi par les auteurs.

Nous obtenons donc respectivement les mêmes valeurs de 56 et 58 kgf/mm^2 pour la macrodureté montrant ainsi la convergence des modèles utilisés.

La même méthodologie a été appliquée dans une zone différente toujours dans la couche supérieure notée (CS_2), dans le but de montrer la répétabilité des résultats et donc la pertinence de notre méthodologie. Le Tableau 3-1 rassemble les valeurs de macrodureté « HV_0 » et des paramètres caractéristiques de l'effet de taille en indentation « d_0 » ou « Δ_{ISE} » pour les différentes zones d'indentation dans la couche supérieure, selon les modèles appliqués.

Zone d'indentation	Bull <i>et al.</i>		Li et Bradt	
	$HV_0 \text{ (kgf/mm}^2\text{)}$	$d_0 \text{ (}\mu\text{m)}$	$HV_0 \text{ (kgf/mm}^2\text{)}$	$\Delta_{ISE} \text{ (kgf/mm)}$
Couche supérieure (CS_1)	58	3,4	56	0,4
Couche supérieure (CS_2)	60	2,3	56	0,4

Tableau 3-1: Macroducté « HV_0 » et paramètres caractéristiques de l'effet de taille en indentation « d_0 » ou « Δ_{ISE} » pour les différentes zones d'indentation de la couche supérieure (CS) selon les modèles ISE.

A la lecture de ce tableau, on peut remarquer que les valeurs de macroducté HV_0 des deux zones de la couche supérieure (CS_1) et (CS_2) sont très proches, quel que soit le modèle utilisé, celui de Bull *et al.* ou celui de Li et Bradt. En plus, les valeurs des paramètres « d_0 » et de « Δ_{ISE} » traduisant l'effet de taille, sont considérées ici à titre comparatif vu qu'il est compliqué de leur donner un sens physique propre. Ces paramètres montrent des valeurs proches dans les deux zones d'indentation considérées de la couche supérieure (CS_1) et (CS_2), ce qui confirme que les deux zones de la couche supérieure sont assez comparables. Pour la suite, seule la valeur de la macroducté « HV_0 », représentative de la dureté, servira comme paramètre de comparaison entre les zones.

Pour confirmer que les deux zones indentées ont des duretés identiques, nous avons représenté sur la Figure 3-9 les valeurs des diagonales moyennes « dm_1 » de la couche supérieure (CS_1) en fonction de celles obtenues dans la deuxième zone, soit (CS_2). La Figure 3-9 montre que les points expérimentaux sont bien situés autour de la droite identité, confirmant ainsi qu'il n'y a pas d'influence de la zone de mesure dans la couche supérieure.

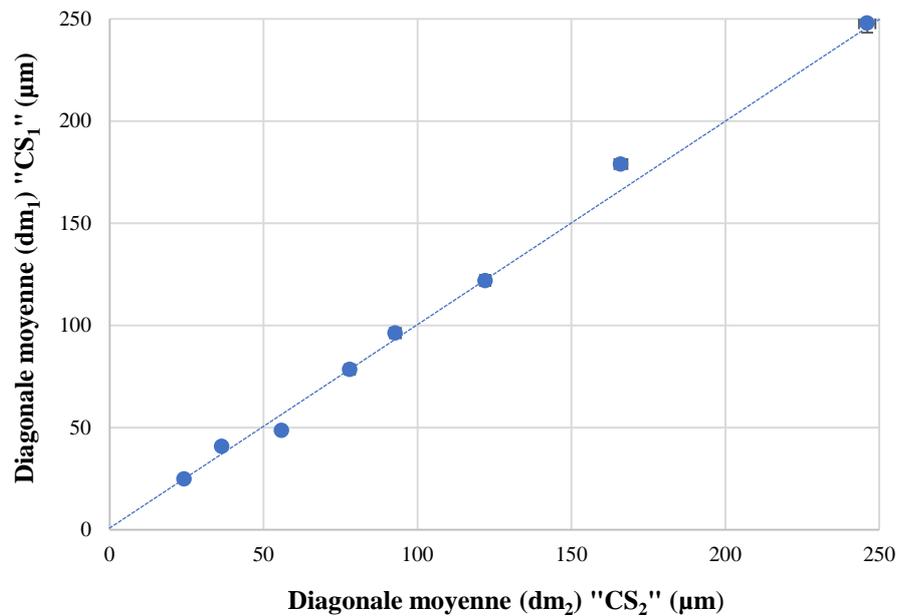


Figure 3-9: Diagonales moyennes d'empreinte de la couche supérieure « CS_1 » en fonction de celles de « CS_2 ».

- Couche inférieure (CI).

La même méthodologie est reproduite dans la couche inférieure située sous l'interface. Les valeurs des coefficients des différentes approches pour étudier l'effet de taille en indentation ainsi que les valeurs de macrodureté HV_0 pour les deux zones inférieures (CI_1) et (CI_2) ont également été déterminées. Les figures associées à l'étude de la couche inférieure sont très similaires à celles obtenues pour la couche supérieure (Figure 3-8), c'est pourquoi nous n'avons pas jugé utile de les présenter. Toutefois, en termes de valeurs, nous observons des différences. L'ensemble de ces valeurs sont collectées dans le Tableau 3-2.

Zone d'indentation	Bull <i>et al.</i>	Li et Bradt
	HV_0 (kgf/mm ²)	HV_0 (kgf/mm ²)
Couche inférieure (CI ₁)	67	74
Couche inférieure (CI ₂)	71	74

Tableau 3-2: Macroducté « HV_0 » pour les différentes zones d'indentation de la couche inférieure (CI) selon les modèles ISE.

Nous avons remarqué que les valeurs de macroducté HV_0 des deux zones (CI₁) et (CI₂) de la couche inférieure sont également largement comparables, que ce soit avec l'approche de Bull *et al.* ou celle de Li et Bradt. La Figure 3-10, comparable à la Figure 3-9, pour la comparaison des deux zones de la couche inférieure, montre que les points expérimentaux sont là encore bien situés autour de la droite identité, ce qui confirme qu'il n'y a pas non plus d'influence de la zone testée dans la couche inférieure, de la même manière que dans la couche supérieure.

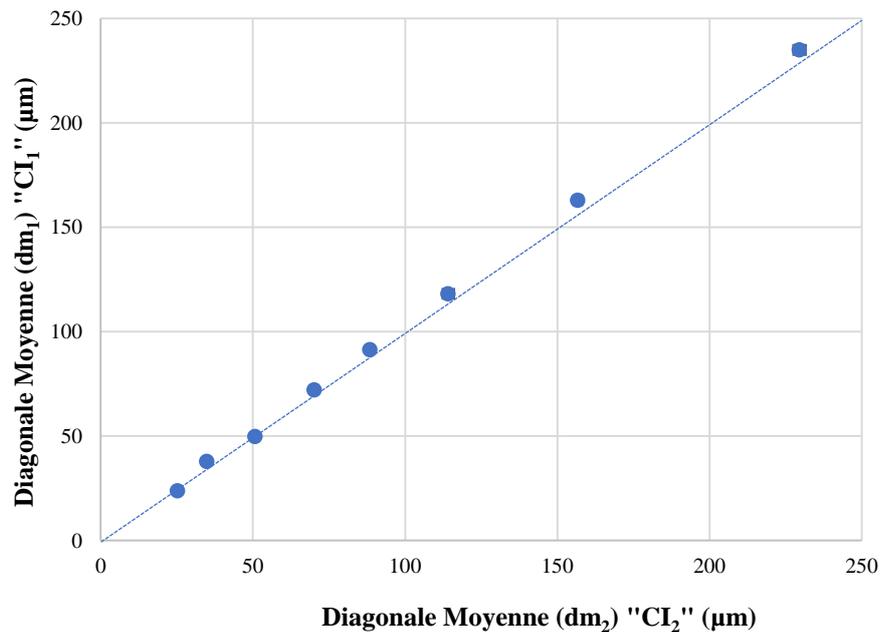


Figure 3-10: Diagonales moyennes d'empreinte de la zone CI₁ en fonction de celles mesurées dans la zone CI₂.

On note donc que les variations entre les valeurs de macroducté « HV_0 » entre la première et la deuxième mesure sont négligeables. Les variations si minimes soient-elles sont associées à la dépendance des positions de la pointe de l'indenteur par rapport à l'hétérogénéité locale du matériau. En effet, les empreintes sont, dans certains cas, dans la matrice cimentaire et parfois

très proches d'un granulat ou parfois dans une zone de transition qui peut être plus ou moins poreuse, ou encore juste au-dessus d'un granulat présent sous la zone d'indentation.

- Comparaison entre couches supérieure (CS) et inférieure (CI).

Nous avons voulu comparer les valeurs de dureté des couches supérieure et inférieure. Pour cela, nous avons rassemblé dans le Tableau 3-3 les valeurs de macrodureté « HV_0 », celles obtenues par l'application du modèle de Bull *et al.* ainsi que celles obtenues par le modèle de Li et Bradt, dans les couches supérieure (CS) et inférieure (CI). En pratique, nous avons considéré la valeur moyenne des duretés pour chaque zone : CS (CS_1 & CS_2) et CI (CI_1 & CI_2).

Zone d'indentation	Bull <i>et al.</i>	Li et Bradt
	HV_0 (kgf/mm ²)	HV_0 (kgf/mm ²)
Couche supérieure (CS)	59	56
Couche inférieure (CI)	69	74

Tableau 3-3: Tableau récapitulatif des valeurs de macrodureté pour les couches supérieure (CS) et inférieure (CI).

Pour les conditions d'obtention du mortier imprimé 3D par pistolet, le Tableau 3-3 montre une différence de dureté entre la couche supérieure (CS) et la couche inférieure (CI). En effet, si nous considérons le modèle de Bull *et al.*, la couche inférieure (CI) a une dureté 17 % plus élevée que celle obtenue dans la couche supérieure (CS), alors que cet écart est de 37 % avec le modèle de Li et Bradt. Ainsi, quel que soit le modèle considéré, il est clair que la couche inférieure (CI) a une valeur de dureté plus élevée que la couche supérieure (CS). Ce résultat est plutôt inattendu puisqu'il s'agit de la même formulation de mortier même s'il ne s'agit pas de la même gâchée vu qu'il y a un TAC de 4h. Ceci est probablement à relier à la procédure d'impression en elle-même à l'échelle du laboratoire. Dans le cas présent, l'impression utilisée a été manuelle pouvant induire une pression non constante sur le piston du pistolet contenant le mortier, et ceci tout au long de l'extrusion. Pour vérifier cette apparente contradiction, nous étudierons les duretés obtenues dans deux couches produites avec une imprimante automatisée à grande échelle.

Il est toutefois intéressant de noter que Sonebi *et al.* 2019, dans leur étude, ont remarqué un niveau considérable d'hétérogénéité induite par l'extrusion en impression 3D d'un matériau à couches multiples sur la densité de leur mortier. Neuf couches formaient la structure imprimée qui, pour leur étude, a été divisée en 3 zones selon la hauteur de la structure : zones supérieure, médiane et inférieure. La densité variait de 2200 kg/m³ à 2460 kg/m³ des couches supérieures aux couches inférieures de l'impression, et ce pour la formulation spécifique utilisée. Comme on peut s'y attendre, une fois les couches successives imprimées et empilées, les couches inférieures commencent à se consolider. Cette consolidation des couches inférieures est due aux poids propres des couches suivantes ainsi que la pression due au processus d'impression. Le temps et la qualité d'impression peuvent être des facteurs contributifs qui peuvent également avoir une influence significative sur les résultats. En conséquence, une différence de la qualité des couches de l'objet imprimé peut survenir, ce qui pourra avoir une influence sur les résultats lorsque les échantillons sont testés à différents endroits dans l'échantillon imprimé. Ce phénomène de consolidation a un impact direct sur les niveaux de résistance, que ce soit la résistance à la compression ou à la flexion, impliquant un meilleur comportement mécanique des couches inférieures en comparaison avec les couches supérieures. Ces auteurs ont observé une résistance plus élevée de 40 % dans la zone inférieure densifiée avec la consolidation par rapport à la zone supérieure.

Logiquement, la différence de dureté dans notre étude peut être expliquée par le fait que la couche précédemment déposée (couche inférieure) peut être comprimée par les couches déposées dans un deuxième temps (couche supérieure). Toutefois, les échantillons testés en indentation sont extraits d'une structure imprimée à quatre couches, chacun des cordons ayant une largeur d'environ 1 cm, de sorte que leurs poids propres peut ne pas avoir autant d'influence sur le compactage et la densification des parties inférieures de la structure imprimée. Nous étudions dans le paragraphe suivant l'effet du mode d'élaboration de la structure imprimée 3D sur les propriétés mécaniques.

- Etude mécanique d'un mortier obtenu par impression 3D automatisée.

Pour vérifier les écarts observés sur les résultats de dureté obtenus entre les couches (CS) et (CI) d'une impression obtenue au pistolet, et afin de s'assurer de la validité de leur interprétation, un échantillon issu d'une impression réalisée à l'aide d'une imprimante automatisée a été étudié pour réaliser des mesures de dureté par essais d'indentation classique. La composition du mortier utilisé, 100 % ciment, n'est pas communiquée car elle fait l'objet d'une thèse confidentielle, mais elle présente un rapport eau/liant différent ainsi que des adjuvants différents (un superplastifiant différent et un agent viscosant) par rapport au mortier utilisé dans ce travail. Indépendamment de cette différence de composition, notre but est uniquement de voir si dans le cadre d'une impression automatisée où les conditions d'impression et les paramètres de l'imprimante sont maintenus constants pendant le processus, il y a ou non une différence de dureté entre les couches supérieures et inférieures.

L'échantillon testé est formé de six couches imprimées successivement sans interruption (Figure 3-11). De plus, et suite à des observations microscopiques, la Figure 3-12 ne permet pas d'identifier l'interface entre les couches 2 et 3.

La même méthodologie d'indentation classique appliquée précédemment avec les 9 charges par couche a été utilisée, et ceci avec un minimum de 10 empreintes par charge. On précise que la première couche imprimée (Couche 1) a été écartée de l'étude vue qu'elle peut présenter des irrégularités compte tenu du fait que durant les premières minutes d'impression des réglages de pompe ou autres peuvent avoir lieu. Ainsi, les mesures sont faites à partir de la 2^{ème} couche.

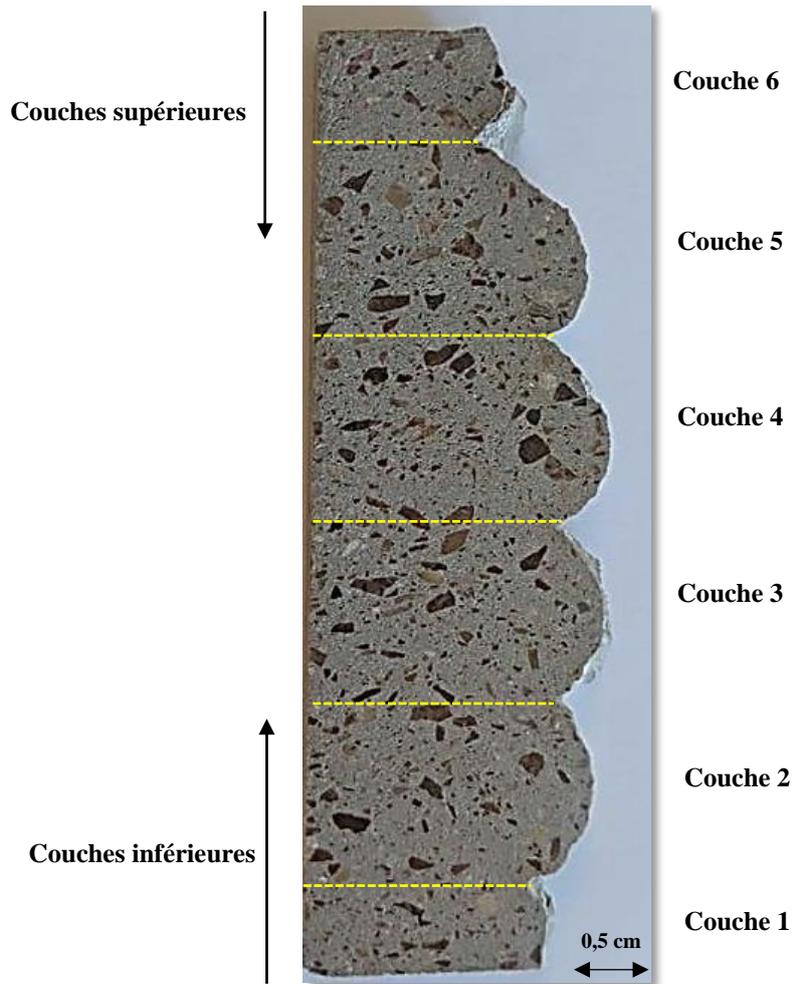


Figure 3-11 : Échantillon à 6 couches obtenu par impression automatisée.

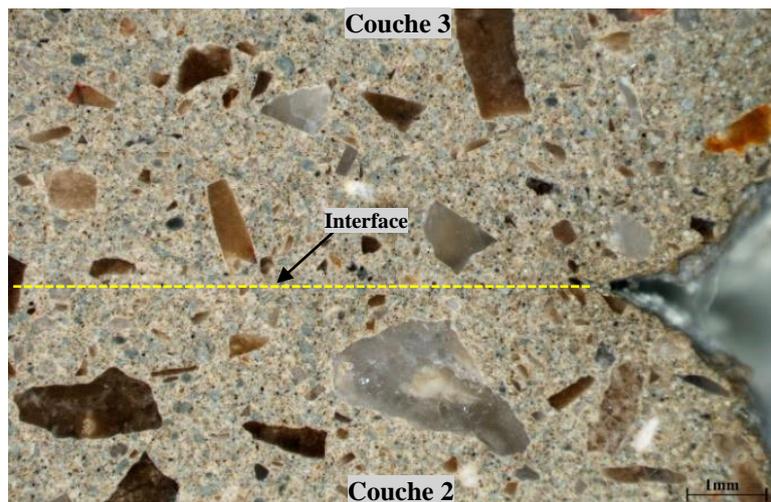


Figure 3-12: Image au microscope optique numérique de l'interface entre les couches 2 et 3.

La Figure 3-13(a), montre les différents modèles ISE appliqués à l'étude du mortier obtenu par impression 3D automatisé.

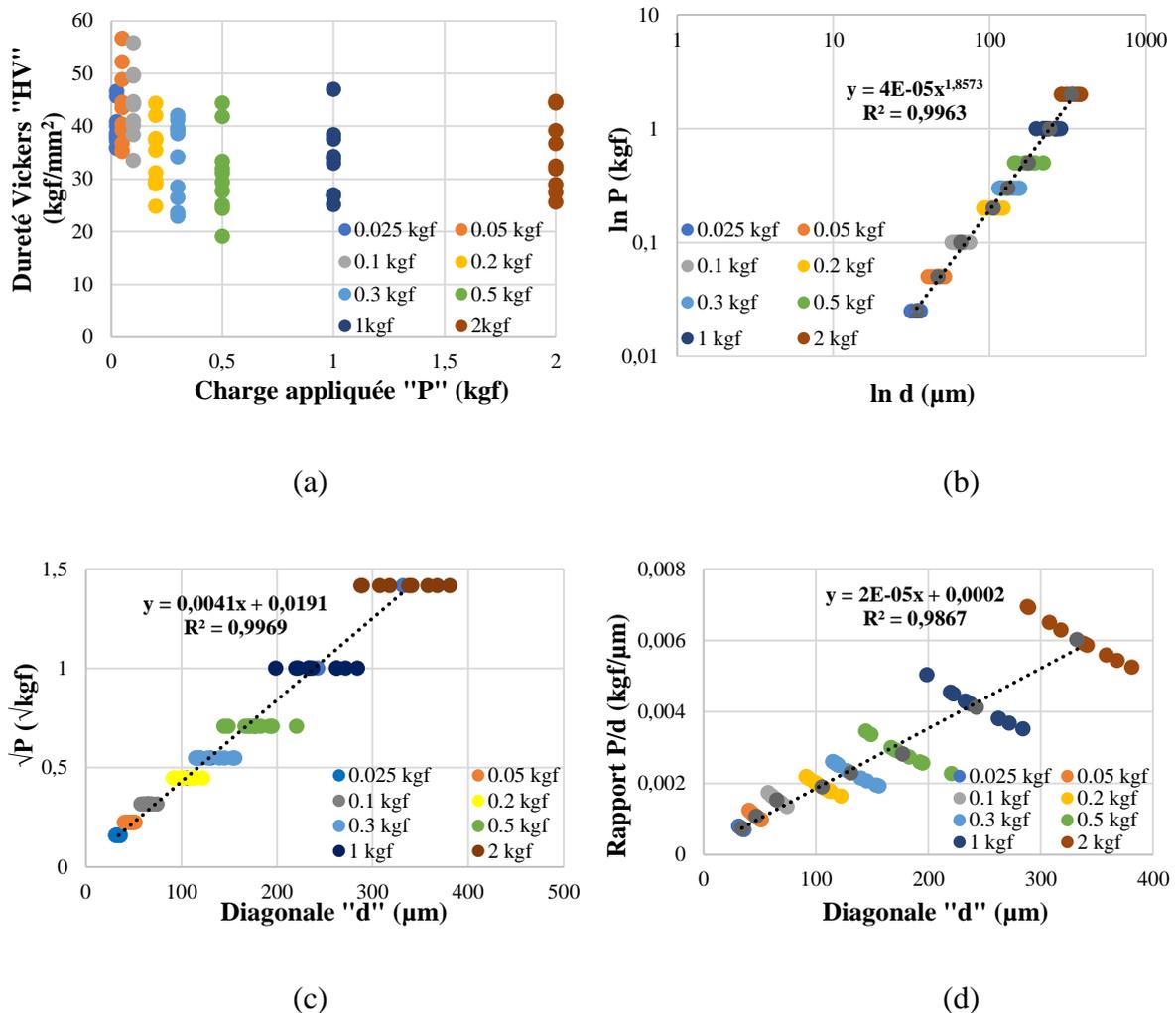


Figure 3-13: (a) Variation de la dureté Vickers « HV » en fonction de la charge appliquée « P » pour la couche 2, (b) Représentation de la loi de Meyer, (c) Représentation de la loi de Bull et al. et (d) Représentation de la loi de Li et Bradt.

De la même manière que nous l'avons observé pour le premier échantillon, l'effet de taille en indentation est présent, comme le montre la Figure 3-13(a). C'est pourquoi nous avons réalisé son étude avec les mêmes modèles utilisés pour l'impression manuelle, c'est-à-dire le modèle de Meyer (Figure 3-13(b)), le modèle de Bull *et al.* (Figure 3-13(c)) et le modèle de Li et Bradt (Figure 3-13(d)). Les trois approches représentent de nouveau très correctement l'évolution des points expérimentaux. Les valeurs de macrodureté « HV₀ » déduites des modèles de Bull *et al.* et de Li et Bradt pour les différentes couches sont rassemblées dans le Tableau 3-4.

Numéro de couche	Li et Bradt	Bull <i>et al.</i>
	HV_0 (kgf/mm ²)	HV_0 (kgf/mm ²)
2	37	31
3	37	31
4	37	36
5	37	28
6	37	33

Tableau 3-4: Tableau récapitulatif des résultats de macrodureté Vickers « HV_0 » des différentes couches pour les 2 modèles ISE.

A la lecture du Tableau 3-4, nous pouvons en conclure qu'il n'y a pas de différence de dureté entre les différentes couches, de la couche 2 à la couche 6 et ceci pour les deux modèles. Il semble donc que l'écart observé entre les couches inférieure et supérieure en termes de dureté pour notre mortier imprimé manuellement soit bien dû à notre protocole de déposition des couches.

3.3.2 Effet de bord.

Pour étudier cet éventuel effet de bord, en tout cas visible à l'œil nu, nous proposons de diviser cette zone d'extrême surface en deux zones : la Surface (S) qui est la zone la plus proche du bord dans laquelle on voit des changements de microstructure et la Sub-Surface (SS) qui est la zone adjacente à la zone de surface vers le cœur du matériau. Cette zone a été sélectionnée dans la matrice cimentaire de la couche inférieure (Figure 3-14). Du point de vue visuel, on distingue parfaitement sur la figure à faible grossissement ce liseré d'une teinte plus claire et grisâtre. A plus fort grossissement, cette distinction est moins flagrante et il devient difficile de délimiter avec précision la ligne entre la surface et la sub-surface. Toutefois, des essais d'indentation ont été réalisés de part et d'autre de cette ligne « fictive » tracée approximativement sur la Figure 3-14.

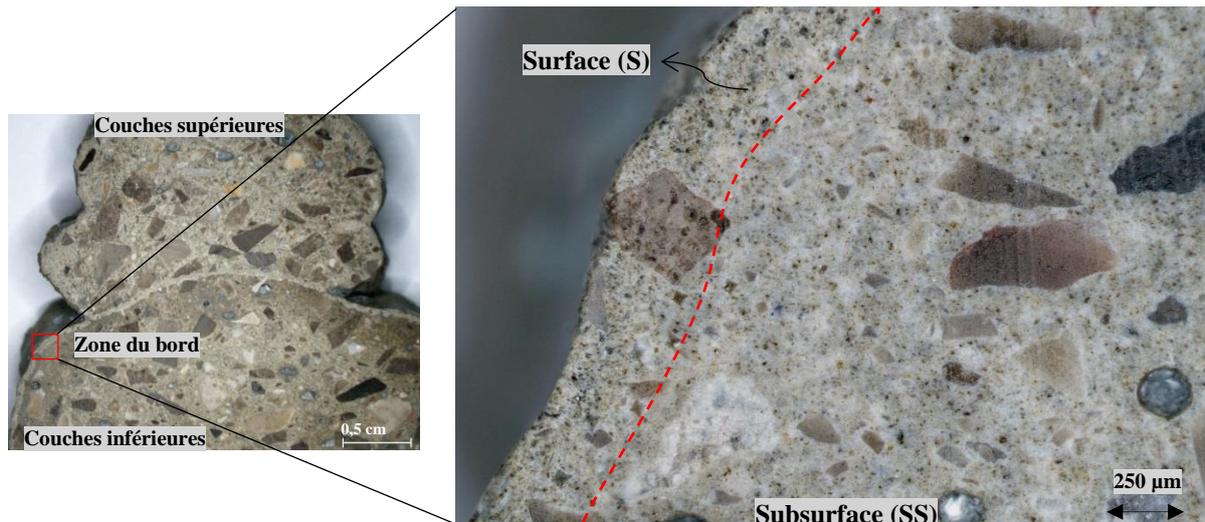


Figure 3-14: Observations au niveau de la zone extérieure du cordon divisée en deux zones : Surface (S) et Sub-Surface (SS).

La méthodologie d'indentation classique déjà utilisée pour l'étude des couches supérieure et inférieure est appliquée dans cette zone. Toutefois, la loi de Meyer ne permettant pas de calculer une macrodureté a été écartée pour la suite de cette étude. Les graphes représentant l'application des modèles de Bull *et al.* et de Li et Bradt ne sont pas présentés pour éviter d'être redondant car on observe exactement les mêmes tendances que sur les Figure 3-8 et Figure 3-13. Le Tableau 3-5 rassemble les différents coefficients ainsi que les valeurs de macrodureté Vickers « HV_0 » obtenus des deux modèles « ISE » considérées.

Zone d'étude	Bull <i>et al.</i>		Li et Bradt	
	HV_0 (kgf/mm ²)	d_0 (μm)	HV_0 (kgf/mm ²)	Δ_{ISE} (kgf/mm)
Surface (S) / Bord	43	1,8	37	0,4
Subsurface (SS)	71	0,2	74	0,1

Tableau 3-5: Tableau comparatif des valeurs de macrodureté et des paramètres caractéristiques de l'effet de taille en indentation (d_0) ou (Δ_{ISE}) pour les modèles de Li et Bradt et de Bull *et al.* obtenues pour la surface (S) et la sub-surface (SS).

On observe une différence de dureté entre la surface (S) et la sub-surface (SS) importante. En effet, selon le modèle de Bull *et al.*, la zone (S) présente une macrodureté plus faible, environ 40 % de moins, que dans la zone (SS), soit respectivement une macrodureté de 43 kgf/mm² et de 71 kgf/mm². Selon Li et Bradt, cette différence est encore plus prononcée, elle est de 50 %

plus faible que la dureté dans la zone (SS), on passe en effet d'une macrodureté de 37 kgf/mm² pour la surface à une macrodureté de 74 kgf/mm² pour la sub-surface. Ceci nous amène à conclure que le bord est plus mou que le cœur du matériau. On peut remarquer tout de même que la macrodureté dans la zone de la sub-surface (SS) retrouve les mêmes valeurs que celles de la couche inférieure (CI) présentées dans le Tableau 3-2.

Afin d'avoir une meilleure lisibilité de la variation de la dureté dans cette zone, une série d'empreintes prises perpendiculairement au bord du cordon imprimé a été réalisée comme l'indique la Figure 3-15.

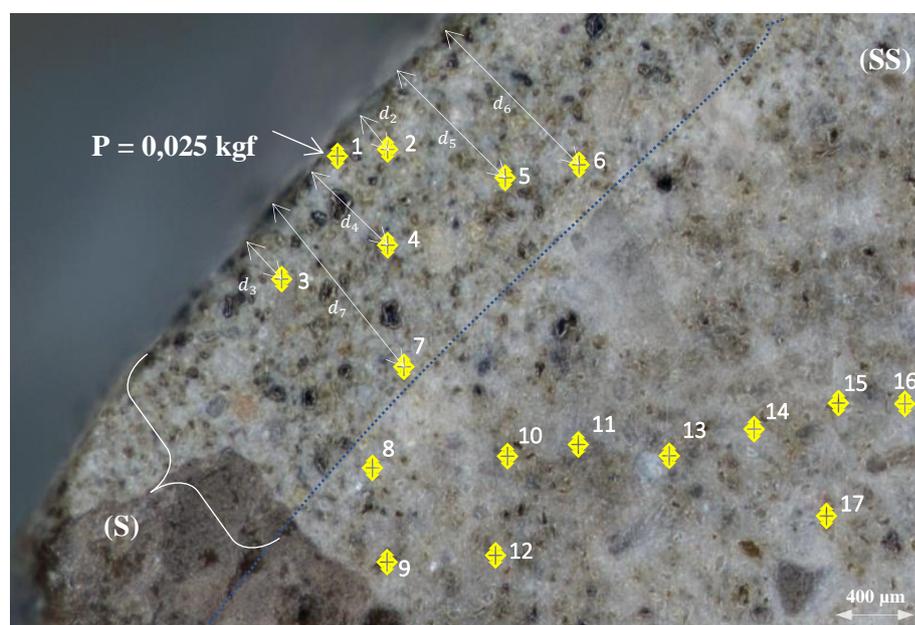


Figure 3-15: Image en microscopie optique illustrant la série d'empreintes réalisées en surface (S) et en sub-surface (SS).

Pour obtenir ces profils de dureté, nous sommes obligés de sélectionner une seule charge, il est en effet impossible d'appliquer toutes les charges à la même distance du bord pour déterminer la macrodureté, d'autant plus que les empreintes ont des tailles variables. Pour réduire l'influence de la taille de l'empreinte sur la zone d'analyse, nous avons sélectionné la plus petite charge possible conduisant à une empreinte observable mais pas trop petite pour minimiser les incertitudes de mesure qui seraient liées à la lecture des diagonales. C'est pourquoi nous avons retenu la charge de 0,025 kgf. Ce choix permet de réaliser un maximum d'essais dans cette zone. Les empreintes étant réalisées avec une seule charge et qui plus est à une charge où l'effet de taille est le plus notable, les valeurs de dureté obtenues ne peuvent être considérées que comme valeurs comparatives entre les deux zones car elles sont assez

différentes par rapport aux valeurs de macrodureté Vickers « HV₀ » obtenues précédemment puisque l'effet de taille « ISE » était pris en compte dans ce cas.

La Figure 3-16 représente la variation des valeurs de dureté Vickers HV (et non HV₀) en fonction de la distance par rapport au bord, montrant une zone de transition limitant la zone de surface (S) à une épaisseur comprise environ entre 230 et 260 µm. Des valeurs de dureté relativement faibles ont été enregistrées dans la surface (S), mais une fois la limite de la surface (S) dépassée, les valeurs de dureté rejoignent très vite celles du cœur du matériau donc celles de la couche inférieure (CI), nommée ici la sub-surface (SS), et ceci pour la même charge utilisée.

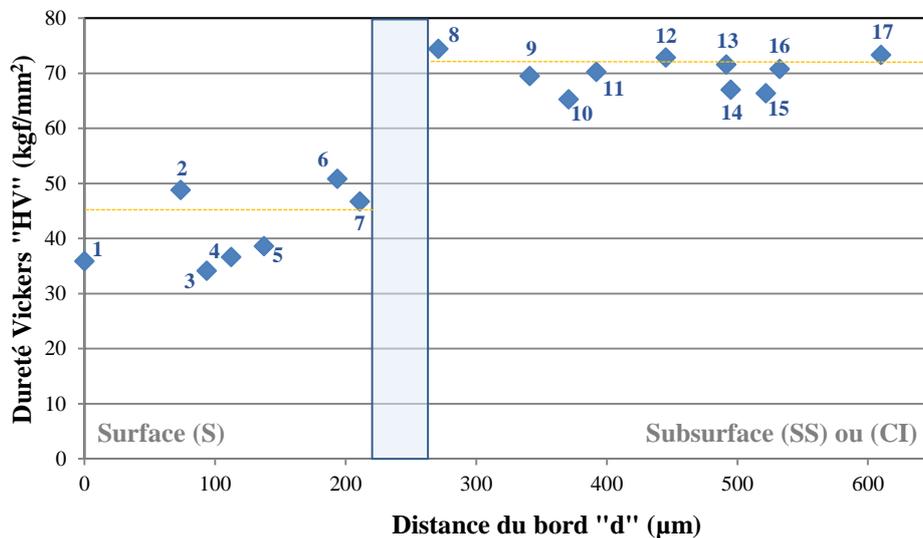


Figure 3-16: Profil dureté-distance obtenu avec une charge d'indentation de 0,025 kgf effectué de la surface externe vers le cœur du matériau dans la couche inférieure (CI).

Comme nous pouvons le remarquer sur la Figure 3-16, la variation de dureté sous 0,025 kgf peut être considérée comme constante dans chacune des deux zones. Dans ces conditions, nous pouvons calculer une valeur moyenne de la dureté, soit 42 ± 7 kgf/mm² pour la surface et 70 ± 3 kgf/mm² pour la sub-surface. Ces valeurs de dureté trouvées sont en accord avec celles retrouvées dans le cœur du matériau avec la même charge.

La même procédure a été appliquée pour l'étude de l'effet de bord dans la couche supérieure. La Figure 3-17 montre la variation de dureté calculée sous 0,025 kgf dans les zones de surface et sub-surface de la couche supérieure.

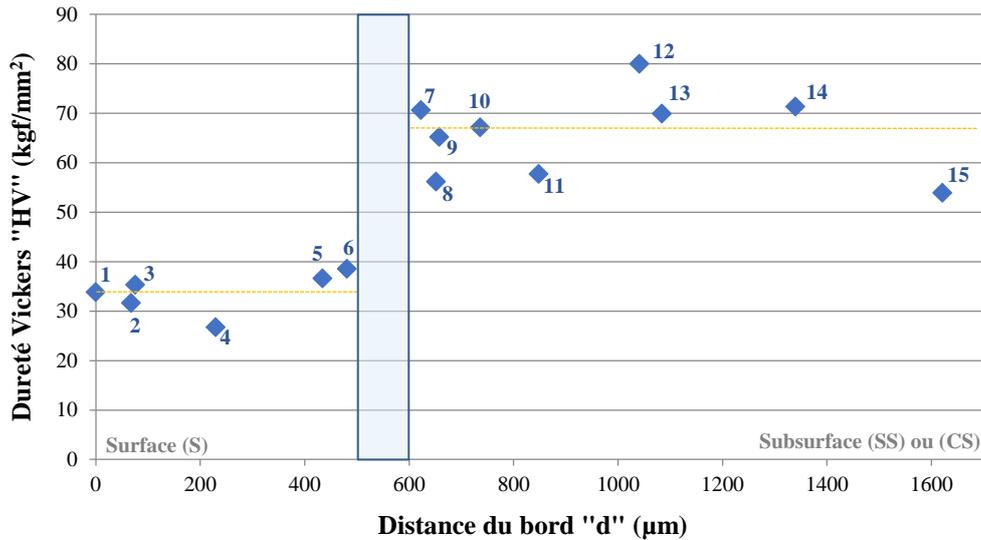


Figure 3-17: Profil dureté-distance obtenu avec une charge d'indentation de 0,025 kgf effectué de la surface externe vers le cœur du matériau dans la couche supérieure (CS).

Cette figure amène à plusieurs commentaires. Tout d'abord, la variation de dureté dans ces zones au bord de la couche supérieure suit globalement la même tendance que pour la couche inférieure malgré que le liséré observé visuellement pour la couche inférieure ne se voit pas sur la couche supérieure. On note également une plus grande variation de la dureté dans la sub-surface. Ceci peut s'expliquer par le fait que la charge sélectionnée de 0,025 kgf est très faible et met beaucoup plus en évidence les hétérogénéités de propriétés mécaniques du matériau. En effet à cette charge, et vue la taille très réduite de l'empreinte, des effets locaux de porosité, d'hétérogénéités de composition, de proximité de granulats à côté mais aussi en-dessous de l'empreinte, peuvent être plus prononcés. Ce résultat peut laisser croire que la couche supérieure serait plus hétérogène que la couche inférieure en se basant uniquement sur ces résultats de dureté. Mais il faut être prudent quant à une conclusion trop hâtive. Une étude statistique beaucoup plus étendue des données d'indentation devrait être menée pour confirmer ou non cette tendance. Ceci n'entre pas dans le cadre de notre travail. Pour la zone de surface, on observe aussi une dureté plus faible que pour la surface de la couche inférieure. Enfin, notons que la zone de transition entre la surface et la sub-surface se produit à une profondeur deux fois plus importante, soit autour de 550 microns pour la couche supérieure alors qu'elle n'était que d'environ 250 microns pour la couche inférieure.

L'ensemble des résultats obtenus pour les deux zones, surface et sub-surface, pour les couches inférieure et supérieure sont rassemblés dans le Tableau 3-6.

Zone d'indentation	Dureté Vickers Moyenne HV_m (kgf/mm ²)	
	Couche supérieure (CS)	Couche inférieure (CI)
Surface (S)	34 ± 4	42 ± 7
Subsurface (SS)	66 ± 8	70 ± 3

Tableau 3-6: Tableau comparatif des valeurs de dureté Vickers moyenne entre la surface (S) et la sub-surface (SS) des deux couches supérieure (CS) et inférieure (CI).

D'un point de vue structurale, ce phénomène d'effet de bord qui a conduit à une chute aussi marquée de la macrodureté est le résultat de la formation d'une couche de lubrification qui apparaît lors de l'extrusion, que l'impression soit manuelle ou automatisée. Pendant ce processus, la pression exercée sur le mélange frais repousse l'eau présente dans le mortier vers la surface extérieure pour générer une couche de lubrification près de la surface intérieure du pistolet. Cela entraîne la migration des particules solides de la paroi vers le centre du pistolet et la séparation de l'eau des fines, créant ainsi une pâte de ciment qui forme la couche lubrifiante. De ce fait, cette couche lubrifiante présente un rapport eau sur ciment (E/C) plus élevé. Ceci influence d'une manière directe la porosité de la pâte de ciment hydraté car il gouverne directement l'espacement initial entre les grains de ciment en suspension dans l'eau de gâchage. Plus le rapport E/C est élevé, plus la porosité augmente dans cette zone une fois durcie, conduisant ainsi à une couche moins dure, ce qui explique les valeurs de dureté plus faibles trouvées dans la surface (S) par rapport à la dureté de la subsurface (SS) (Sanjayan *et al.* 2018). On retrouve l'illustration de cette porosité dans la Figure 3-3(a) (image MEB).

3.3.3 Étude de l'interface.

- Macroducté de l'interface.

Cette zone interfaciale peut être identifiée au microscope optique par une zone blanche et plus claire, visible entre les deux couches successives imprimées avec un TAC de 4h avec des conditions de conservation de 20°C et 100% HR. (Paragraphe 2.2) (Figure 3-18)

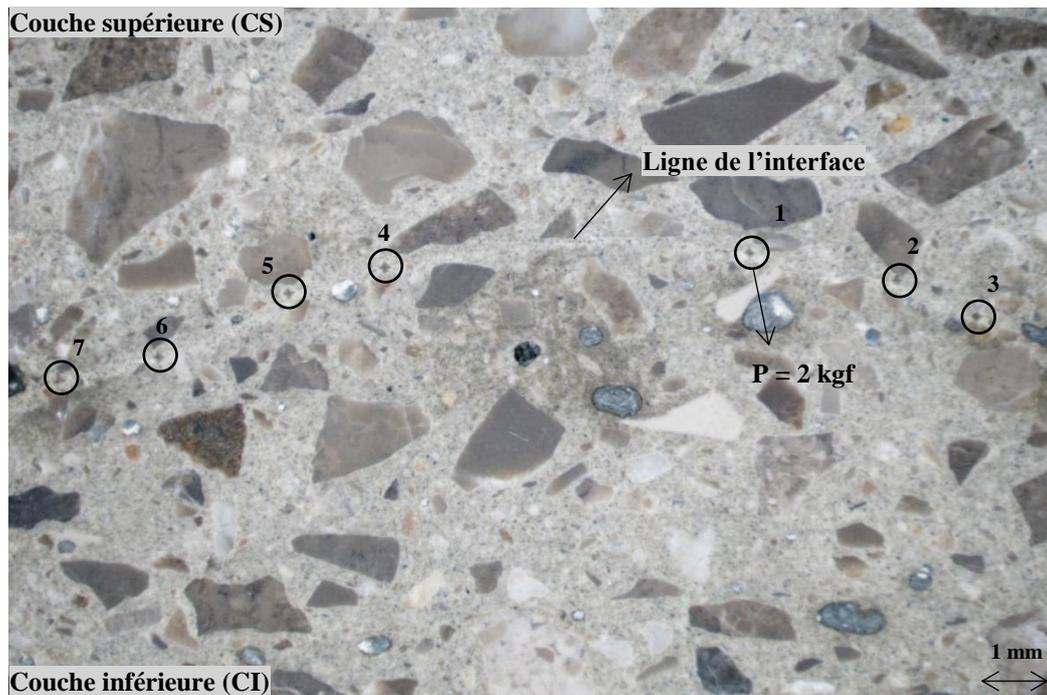


Figure 3-18: Image de microscopie optique montrant l'interface entre deux couches successives avec les empreintes de l'échantillon P₇ 4h réalisées au niveau de la ligne d'interface avec la charge P=2 kgf.

Pour caractériser l'interface, une série d'essais d'indentation classique a été réalisée dans le plan de l'interface en appliquant les 8 charges d'indentation différentes, et 10 essais d'indentation pour chaque charge. La Figure 3-18 montre les différentes empreintes résiduelles laissées à la surface de l'échantillon avec la charge d'indentation maximale P de 2 kgf. Le fait d'avoir si peu d'empreintes est dû à l'obligation de les éloigner de deux fois leurs diagonales, ce qui implique une diminution du nombre de mesures étant donné que ces empreintes sont faites avec la charge maximale et donc nécessairement de taille conséquente. La Figure 3-19(a) représente la variation de la dureté en fonction de la charge appliquée et la Figure 3-19(b) un agrandissement d'une empreinte réalisée à l'interface.

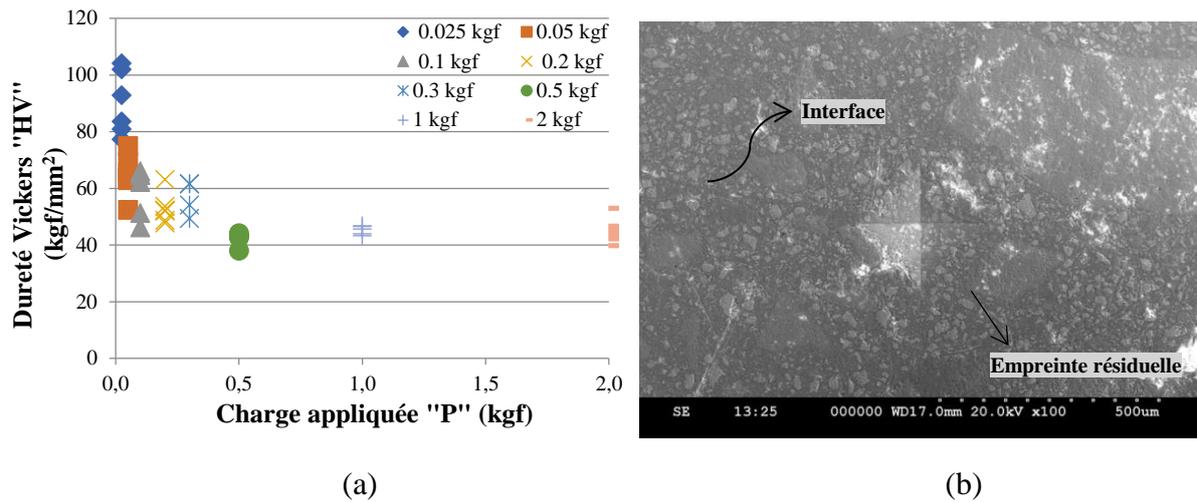


Figure 3-19: (a) Variation de la dureté Vickers au niveau de l'interface en fonction de la charge appliquée, traduisant l'effet de taille et (b) Empreinte à l'interface.

La Figure 3-19(a) montre très clairement que la dureté évolue rapidement pour les charges faibles traduisant un effet de taille qui semble plus prononcé sur cette ligne d'interface en comparaison avec les autres zones.

Par la suite, les valeurs de la macrodureté et des paramètres traduisant l'effet de taille obtenues sont rassemblées dans le Tableau 3-7. Cet effet de taille est donc aussi visible au travers des valeurs des paramètres d'effet de taille, d_0 ou Δ_{ISE} selon Bull *et al.* ou Li et Bradt respectivement, qui sont 5 fois plus élevées par rapport à celles du Tableau 3-1. L'utilité de ces paramètres reste, comme mentionné précédemment, à titre comparatif. Le fait que l'effet de taille soit plus marqué à l'interface qu'ailleurs peut être expliqué par l'élargissement de la zone plastique sollicitée lors des indents réalisés avec des charges élevées. Donc, en augmentant la charge d'indentation à l'interface, la zone plastique est plus large prenant en compte l'interface ainsi que des zones plus loin comme l'intérieur des couches. Ce qui n'est pas le cas pour les charges faibles qui ne sollicitent que la zone en dessous de l'indenteur ne ciblant ainsi que la ligne interfaciale.

Bull <i>et al.</i>		Li et Bradt	
HV_0 (kgf/mm ²)	d_0 (μ m)	HV_0 (kgf/mm ²)	Δ_{ISE} (kgf/mm)
41	10,8	37	1,11

Tableau 3-7 : Valeurs de macrodureté et des paramètres liés à l'effet de taille à l'interface.

La valeur de la macrodureté « HV₀ » déduite à l'interface (I) est donc de 41 kgf/mm² pour le modèle de Bull *et al.* et de 37 pour celle de Li et Bradt. Elle est bien en deçà des valeurs obtenues dans chacune des couches voisines supérieure (CS) et inférieure (CI). Cette baisse de dureté en comparaison avec les couches supérieure et inférieure traduit à l'évidence une altération des propriétés mécaniques.

- Profil de dureté à l'interface - Critère de fragilité interfaciale.

Nous venons de voir que la macrodureté de l'interface est très faible comparée aux duretés des couches supérieure et inférieure adjacentes. Il doit donc exister une zone plus ou moins large où la dureté varie de la dureté à cœur jusqu'à la dureté de l'interface. Pour évaluer l'amplitude de cette variation, nous avons réalisé un profil de dureté en utilisant la charge de 0,025 kgf. La Figure 3-20 montre l'étendue de cette variation.

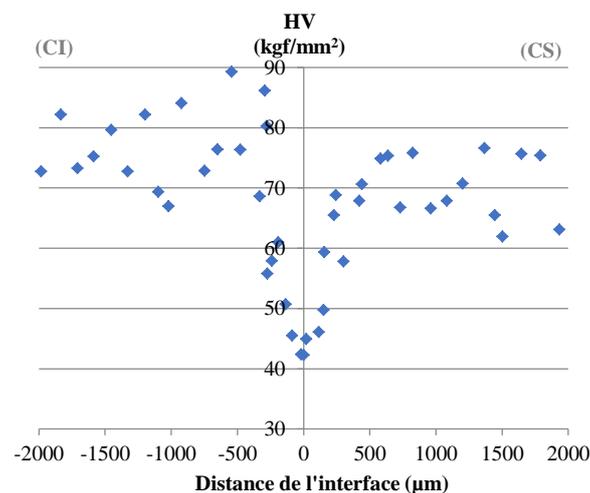


Figure 3-20: Profil de dureté pris perpendiculairement à l'interface mesurée avec une charge $P=0,025$ kgf pour l'échantillon P₇ 4h (TAC=4 heures).

Outre la variation assez significative de la dureté dans les couches inférieure et supérieure, on observe que la variation de dureté au voisinage de l'interface s'étend sur plus ou moins 200 microns de part et d'autre. A partir de cette observation du profil dureté-distance, nous proposons un critère susceptible de traduire cette variation de propriété et de donner une information sur le niveau de fragilité de l'interface. Nous proposons donc d'appeler ce critère, critère de fragilité interfaciale « IWC » (IWC pour Indentation Weakness Criterion). Le critère que nous cherchons doit représenter à la fois la chute de dureté à l'interface par rapport au cœur du matériau, c'est-à-dire par rapport à la dureté de chacune des couches,

ainsi que l'étendue de la zone le long de laquelle la dureté varie, et ceci des deux côtés du plan de l'interface.

La Figure 3-21 représente schématiquement la variation de dureté ainsi que l'étendue de la zone de variation. De cette schématisation, on peut en déduire certains paramètres caractéristiques comme les duretés HV_I et HV_S , pour la dureté moyenne respective des couches inférieure et supérieure, et HV_{int} pour la dureté de l'interface. En termes de distances, on mesure l'étendue de la zone en partant de l'interface vers la couche inférieure, X_I , et de l'interface vers la couche supérieure, X_S .

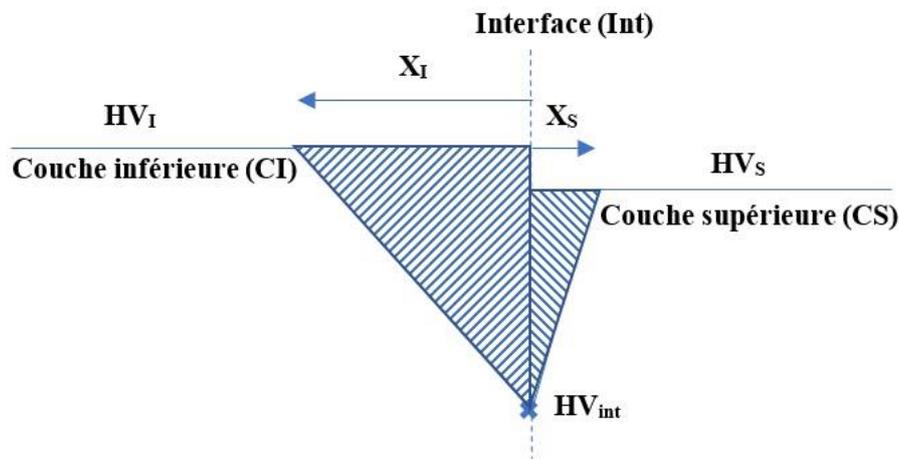


Figure 3-21: Représentation schématique du profil dureté-distance dans la zone interfaciale pour le calcul du critère de fragilité interfaciale « IWC ».

Pour prendre en compte, l'ensemble de ces paramètres, l'expression de notre critère peut prendre la forme suivante proposée dans l'Eq 3-1:

$$IWC = \frac{1}{2} (HV_I - HV_{int}) \cdot X_I + \frac{1}{2} (HV_S - HV_{int}) \cdot X_S \quad \text{Eq 3-1}$$

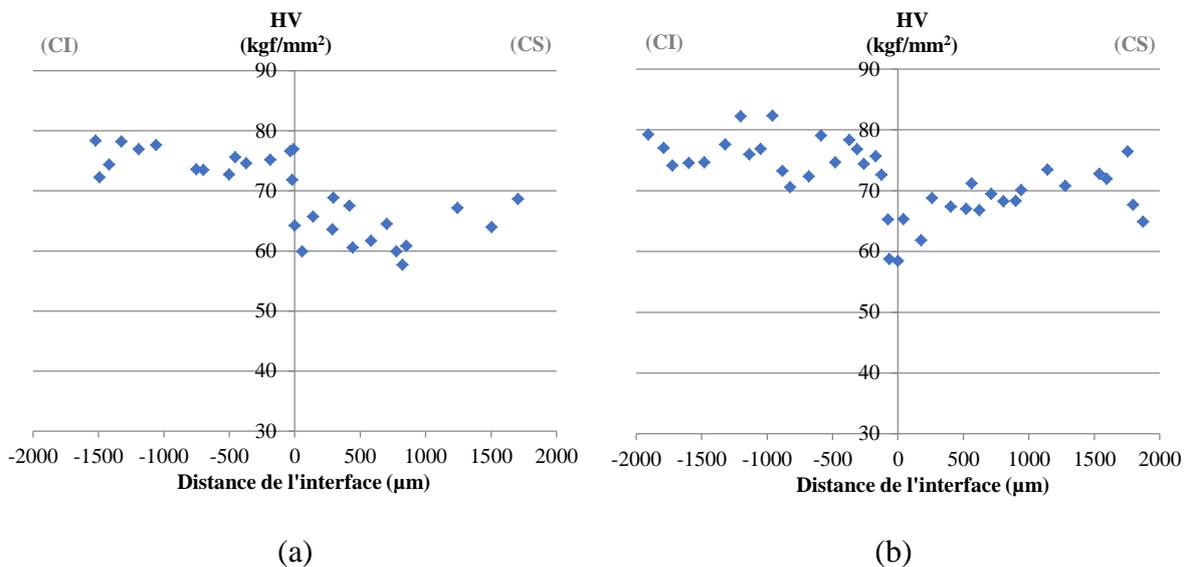
Où HV_I est la valeur moyenne de la dureté de la couche inférieure (CI), HV_S est la valeur moyenne de la dureté de la couche supérieure (CS), HV_{int} la dureté de l'interface, X_I la largeur de la zone de fragilité interfaciale inférieure et X_S la largeur de la zone de fragilité interfaciale supérieure.

Finalement, IWC correspond à la somme des deux surfaces hachurées indiquées sur la Figure 3-21 et, en d'autres termes, à la baisse de propriétés. Ce terme vaut 0 si les duretés des deux couches sont constantes jusqu'à l'interface.

On se pose alors la question de savoir si ce critère peut être pertinent pour rendre compte de la fragilité à l'interface. Nous proposons donc dans le paragraphe suivant une étude sur la pertinence du critère IWC pour décrire l'influence du temps d'attente entre les couches « TAC ». Notez ici que pour l'établissement du critère, c'est l'échantillon P₇ 4h qui a été retenu comme référence. Pour rappel, cet échantillon a subi un temps d'attente entre deux couches, TAC, de 4 heures.

- Relation critère de fragilité interfaciale – temps d'attente entre deux couches.

Une série d'empreinte a été réalisée suivant la même méthodologie décrite dans le chapitre précédent (Figure 2-14). La charge est égale à 0,025 kgf pour une mesure très localisée. Environ une trentaine d'empreintes sont réalisées de part et d'autre de l'interface. La valeur de dureté Vickers HV obtenue est représentée en fonction de la distance mesurée perpendiculairement à l'interface. Il s'en suit un profil dureté-distance correspondant à chaque temps d'attente entre les couches « TAC ». La Figure 3-22 présente l'ensemble des profils de dureté obtenus pour les différents TAC étudiés, entre 0 minute et 24 heures.



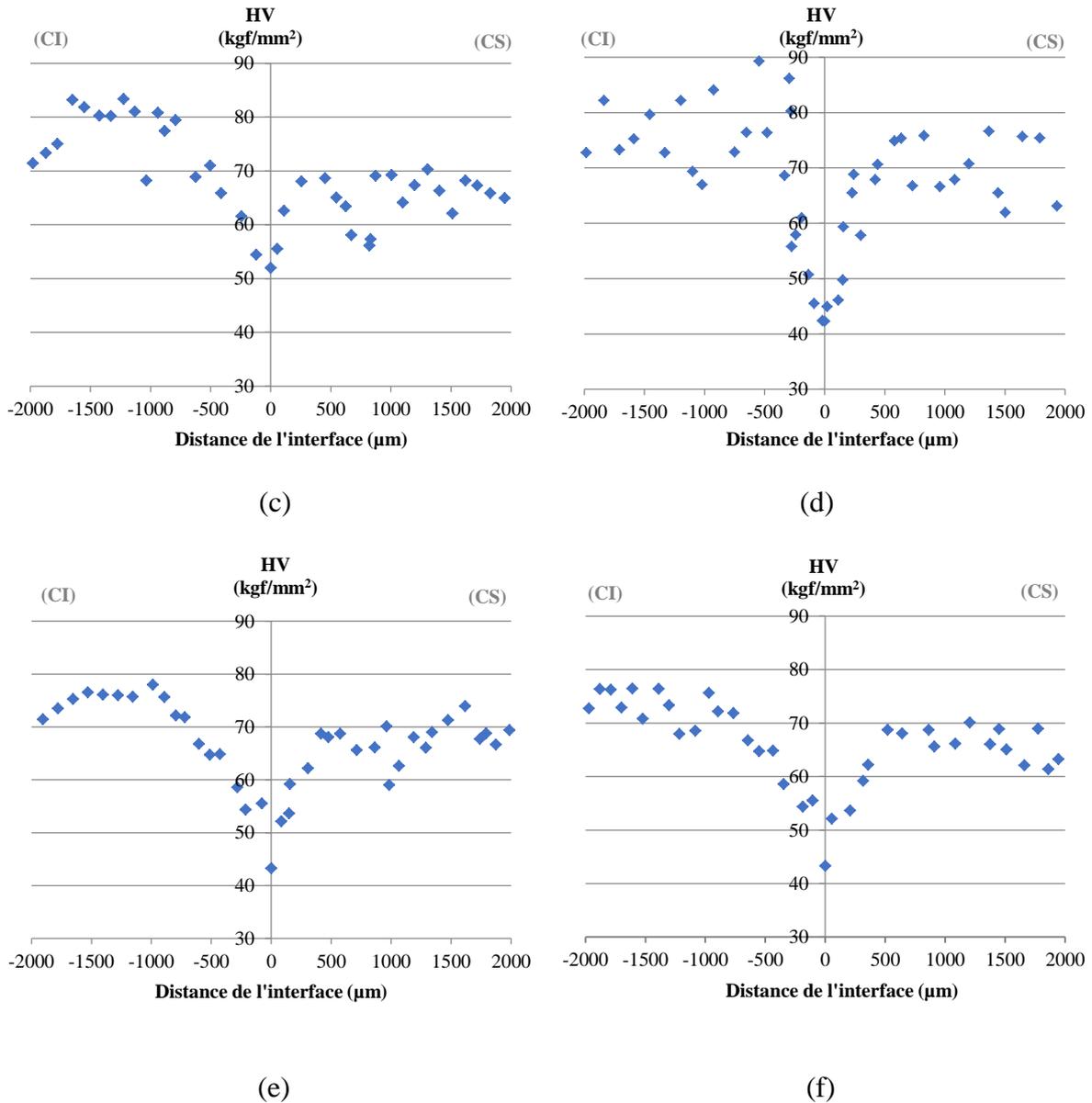


Figure 3-22: Profils dureté-distance pris perpendiculairement à l'interface mesurée avec une charge $P=0,025 \text{ kgf}$ pour les échantillons imprimés au pistolet : (a) TAC=0 min, (b) TAC=20 min, (c) TAC=1 h, (d) TAC=4 h, (e) TAC=8 h et (f) TAC=24 h.

Pour chaque cas étudié, c'est-à-dire pour chaque valeur de TAC, le profil de dureté en fonction de la distance confirme les résultats présentés précédemment pour l'échantillon P_{74h} sur la différence de dureté entre la couche inférieure (CI) qui est plus dure que la couche supérieure (CS) mais cela semble relié à notre protocole comme nous l'avons explicité au paragraphe 3.3.1. De manière générale, on note que la dureté de l'interface diminue avec le temps d'attente TAC, montrant que l'interface est bien une zone de fragilité du matériau imprimé en termes mécanique, comme nous pouvions s'y attendre.

Pour TAC égal à 0 min, nous constatons une rupture franche et brutale de la dureté qui passe d'une valeur moyenne d'environ 75 kgf/mm² pour la couche inférieure (CI) à une valeur d'environ 63 kgf/mm² pour la couche supérieure (CS) montrant que l'interface n'existe quasiment pas dans ce cas. Pour TAC égal à 20 min, une zone de fragilité peu marquée apparaît. La valeur de dureté diminue jusqu'à 60 kgf/mm² dans le plan de l'interface alors que les valeurs de dureté au sein des couches sont proches de 80 kgf/mm² dans la couche inférieure (CI) et autour de 77 kgf/mm² dans la couche supérieure (CS). Cette valeur de dureté interfaciale chute encore jusqu'à atteindre la valeur de 51 kgf/mm² pour TAC égal à 1 heure. Par contre, pour les temps plus longs, soit pour TAC égal à 4, 8 et 24 heures, on trouve une valeur quasiment constante et proche de 43 kgf/mm². Il semble ici qu'on ait atteint une valeur de dureté minimale du mortier étudié.

D'autre part, la Figure 3-22 montre très clairement que plus le TAC augmente plus l'étendue de la zone de variation de dureté augmente, que ce soit vers la couche inférieure ou vers la couche supérieure. Cette étendue de la zone de variation est quasiment nulle pour TAC égal à 0 min et elle évolue jusqu'à environ 1,5 mm pour le TAC égal à 24 heures. Ce résultat met également en évidence l'altération des propriétés mécaniques au niveau de l'interface.

Afin de quantifier l'influence de TAC sur la fragilité de la zone interfaciale que l'on voit ici avec la chute de dureté à l'interface et l'étendue de la zone de variation de la dureté, le critère IWC présenté précédemment est appliqué. Ce critère de fragilité interfaciale est donc calculé, pour les différents TAC, en utilisant l'Eq 3-1, l'objectif étant de comparer toutes les conditions d'impression pour pouvoir valider la pertinence du critère proposé. Les valeurs permettant de calculer IWC ainsi que la valeur d'IWC sont résumés dans le Tableau 3-8.

Temps d'attente (TAC)	HV_I (kgf/mm ²)	X_I (mm)	HV_S (kgf/mm ²)	X_S (mm)	HV_{int} (kgf/mm ²)	IWC (kgf/mm)
0	75	0	63	0	63	0
20 min	69	0,13	74	0,4	58	3,9
1 heure	74	0,5	64	0,11	52	6,2
4 heures	77	0,28	70	0,42	42	10,8
8 heures	69	0,61	64	0,31	43	11,2
24 heures	69	0,65	65	0,36	43	12,4

Tableau 3-8: Tableau récapitulatif des valeurs entrant dans le calcul du paramètre de fragilité interfaciale « IWC » ainsi que la valeur correspondante de ce critère.

Le Tableau 3-8 met en évidence une sensibilité très nette du critère de fragilité interfaciale (IWC) avec le temps d'attente entre deux couches. En effet, il est nul pour un TAC de 0 minute et il tend vers une valeur de 12,4 kgf/mm pour 24 heures de temps d'attente avec des valeurs qui varient de manière monotone entre ces deux durées extrêmes. La Figure 3-23 représente la variation du critère IWC en fonction du temps d'attente entre deux couches.

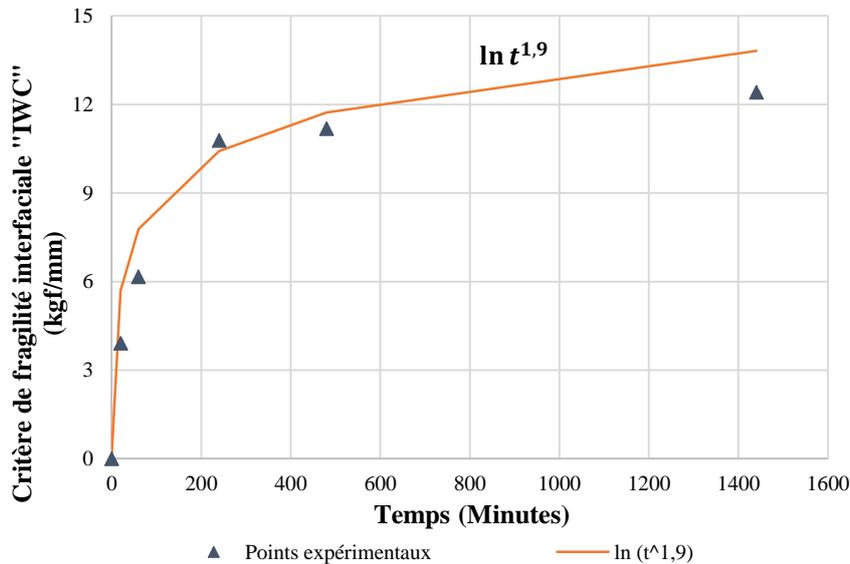


Figure 3-23: Représentation logarithmique du critère de fragilité interfaciale « IWC » en fonction du temps d'attente entre les couches « TAC ».

Ce critère IWC augmente avec des intervalles de temps prolongés entre les impressions, ce qui montre que la zone d'interface s'affaiblit et s'élargit avec le temps. Nous pouvons également noter qu'IWC augmente rapidement sur les 4 premières heures pour atteindre plus ou moins un plateau autour de 12 kgf/mm.

Selon Geng *et al.* 2020, en ce qui concerne les propriétés micromécaniques de l'interface, et lorsque le temps d'attente entre deux couches dépasse la prise finale du mortier, le module d'élasticité moyen de l'interface connaît une forte diminution, observée grâce à des essais de nanoindentation réalisés selon une matrice d'indentation appliquée dans une zone interfaciale pour en déduire un module d'élasticité moyen de cette zone. Par contre, ils ont démontré que lorsque le temps d'attente augmente d'une manière continue entre les couches, la largeur de la zone interfaciale a tendance à diminuer légèrement, reflétant la forme des pores interfaciaux qui devient plus long et plus étroit, ce qui diverge des résultats de notre analyse.

Notons que dans notre étude, nous avons choisi d'exprimer le critère IWC par une fonction logarithmique d'une loi puissance, $\ln t^n$, déduit par ajustement des points expérimentaux, comme le montre la Figure 3-23. Bien évidemment, cette approche mathématique par une loi logarithmique de la variation du critère IWC en fonction du temps d'attente entre deux couches TAC demande à être affinée en étudiant d'autres types de mortier pour voir d'une part la pertinence de ce type de loi et d'autre part la signification physique de l'exposant n , ici égal à 1,9.

Toutefois, nous sommes persuadés que ce critère IWC est un critère pertinent qui est susceptible de fournir des informations utiles quant à la notion de fragilité ou tout au moins d'altération des propriétés mécaniques de la zone d'interface dans un mortier (ou béton) imprimé en 3D.

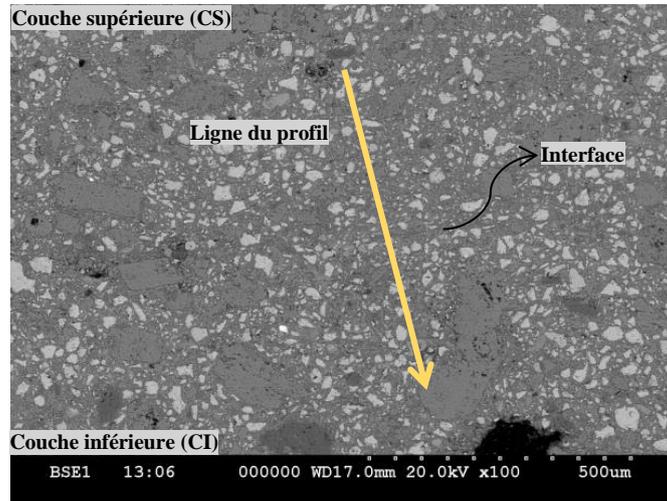
3.4 *Analyse chimique du mortier imprimé moulé.*

Le nouveau protocole de remplissage, évoqué précédemment dans la partie 2.2 du chapitre 2, a été mis en place pour fabriquer des éprouvettes imprimées dans l'objectif de simuler au plus près le processus d'impression réel. Nous cherchons également à obtenir les surfaces latérales des éprouvettes lisses permettant une application facile de la charge dans le cas des essais de compression pour lesquels les éprouvettes doivent présenter des surfaces planes et parfaitement parallèles. En effet, ceci n'est pas facilement réalisable avec le protocole d'impression manuelle dont les surfaces extérieures sont rarement planes.

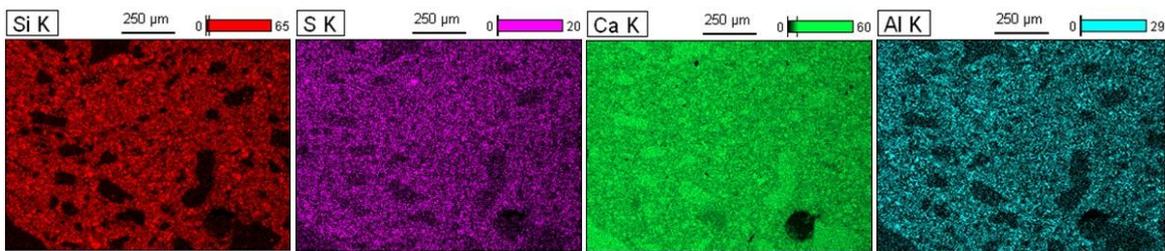
Des analyses MEB-EDS sont menées sur un échantillon issu du nouveau protocole de mise en place. L'objectif de cette analyse est de comparer les résultats d'analyse chimique dans la zone interfaciale ciblée précédemment avec l'échantillon imprimé manuellement « P₇ 4h » (Paragraphe 3.2), avec celle de l'échantillon issu du nouveau protocole « E₇ 4h », donc toujours avec un temps d'attente de 4 heures. Cette référence « E₇ 4h » sera considérée dans le reste du manuscrit et le « E » représente les échantillons imprimés moulés, le « 7 » correspond à 7 jours d'hydratation et « 4h » est le TAC. Le but est de constater si le changement du mode d'obtention du mortier imprimé a pu provoquer des altérations de la composition chimique de la zone interfaciale.

La Figure 3-24(a) montre une vue d'ensemble des couches supérieure et inférieure identifiées avec les encadrés et sur laquelle on distingue un liseré entre ces deux couches indiquant la

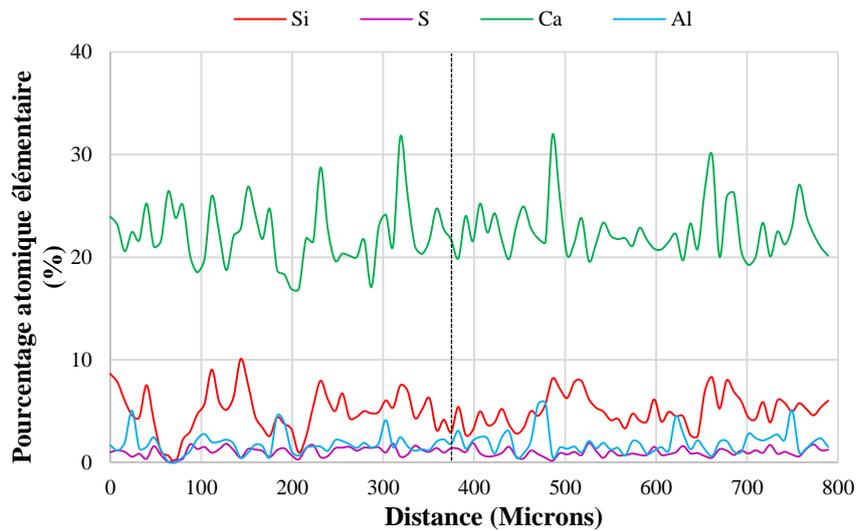
présence d'une interface plus ou moins marquée, ce qui est comparable avec les échantillons précédents.



(a)



(b)



(c)

Figure 3-24: (a) Image MEB de la zone interfaciale pour l'échantillon E₇ 4h ; (b) Analyse cartographique en coups des éléments silicium, soufre, calcium et aluminium (c) Profil perpendiculaire à la zone interfaciale représentant la variation des pourcentages atomiques des éléments en fonction de la distance.

En outre, d'après les Figure 3-24(b) et Figure 3-24(c), les analyses chimiques par cartographie et par profil des éléments montrent aucune modification dans la zone interfaciale. Ceci confirme la pertinence des conclusions tirées des analyses faites sur les échantillons imprimés au pistolet, quant à la présence ou pas de certains produits d'hydratation dans cette zone.

Donc, et puisque les résultats des analyses chimiques des échantillons « P₇ 4h » et « E₇ 4h » montrent aucune différence chimique, nous avons pu constater qu'il n'y a pas d'influence de la méthode de mise en place des couches de mortier imprimées sur la répartition des différents éléments chimiques et donc la deuxième méthode proposée n'a pas causé d'altérations de la composition chimique de la zone interfaciale.

En conséquence, et puisque les analyses chimiques en termes de cartographies et de profils élémentaires par analyse EDS n'ont pas abouties à des conclusions significatives, le travail par la suite sera focalisé essentiellement sur la caractérisation mécanique.

3.5 *Caractérisation mécanique du mortier imprimé moulé.*

3.5.1 Influence de TAC et répétabilité des résultats.

Des profils d'indentation ont été réalisés pour chaque TAC (20 min, 1h, 4h, 8h et 24h) en fonction de la distance par rapport à la ligne d'interface. Les essais ont été reproduits trois fois pour trois TAC, soit pour 1, 8 et 24 heures. Ceci conduit donc à 3 profils d'indentation obtenus dans 3 zones différentes des échantillons testés, appelées zones 1, 2 et 3 dans la suite, l'objectif étant de discuter de la répétabilité des essais d'indentation. La Figure 3-25 rassemble les différents profils de dureté obtenus perpendiculairement à l'interface pour les différents TAC.

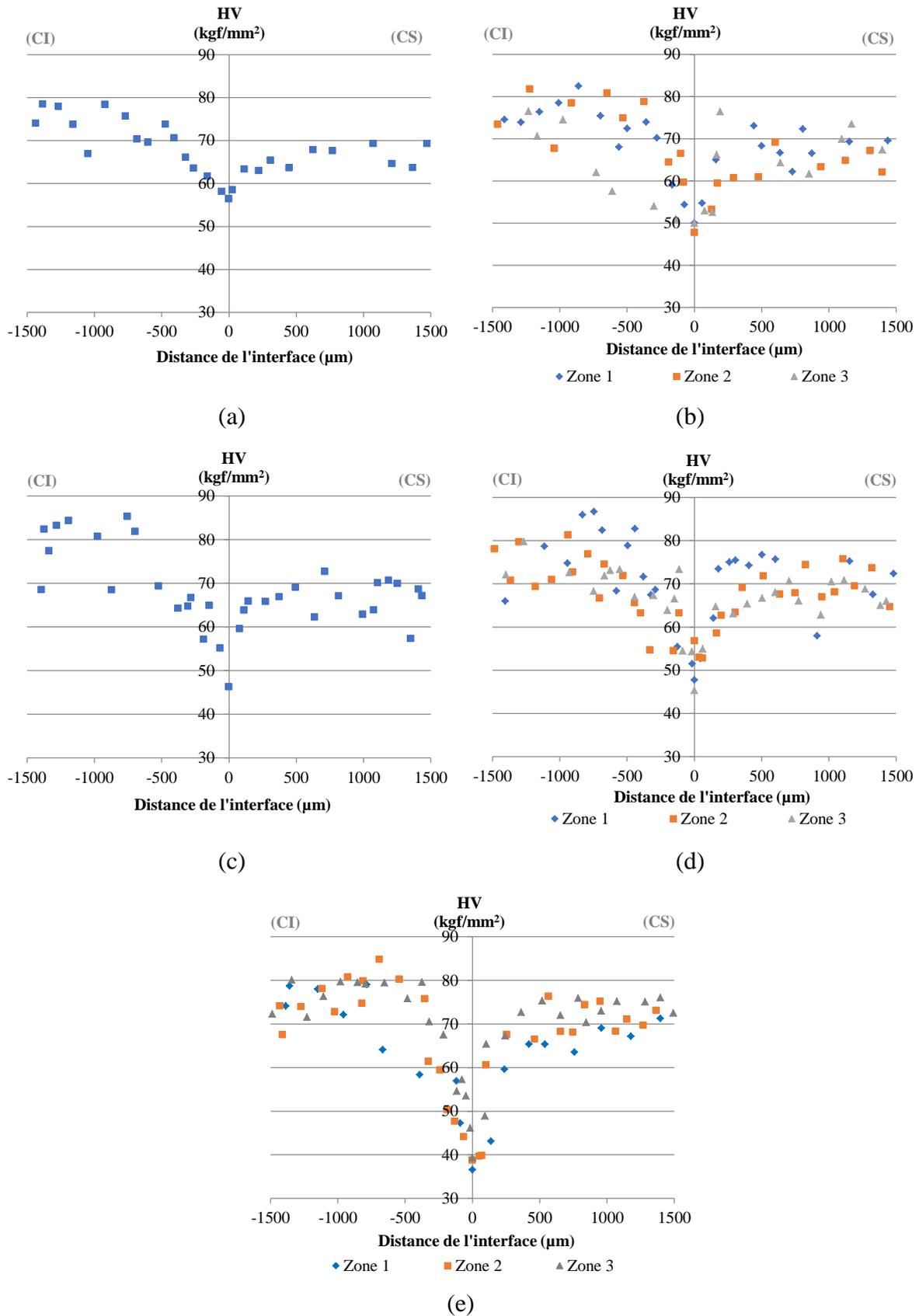


Figure 3-25: Profils dureté-distance représentant la variation de la dureté Vickers en fonction de la distance de l'interface pour les échantillons imprimés moulés pour différents TAC : (a) 20 min ; (b) 1h ; (c) 4h ; (d) 8h ; (e) 24h.

La lecture de la Figure 3-25 montre que la valeur de dureté interfaciale diminue avec le TAC et que l'étendue de cette zone de fragilité interfaciale s'élargit également avec le temps TAC, à peu près dans les mêmes proportions que pour le mortier imprimé avec le pistolet. Nous avons appliqué le critère de fragilité interfaciale « IWC » en utilisant l'Eq 3-1 sur les éprouvettes issues de la nouvelle méthode de mise en place (dans les moules). L'objectif ici est double, s'assurer *i)* que le critère IWC permet également de caractériser la zone de fragilité et *ii)* que le coefficient dans la loi puissance puisse être un indicateur supplémentaire de fragilité. L'objectif aussi est de comparer l'influence de la méthode d'obtention des éprouvettes sur la résistance mécanique de l'interface en fonction du temps d'attente entre les couches. Une première approche est de comparer la Figure 3-22 à la Figure 3-25.

Dans un premier temps, nous comparons ce critère « IWC » pour les trois conditions de TAC (1, 8 et 24 heures), pour lesquels nous avons testé trois zones interfaciales différentes pour chaque condition. Nous voulons nous assurer que, outre les profils dureté-distance qui sont relativement similaires pour les différentes zones (Zones 1, 2 et 3), les valeurs de « IWC » étaient également comparables. La Figure 3-26 montre la variation du critère IWC pour chaque zone et en fonction de TAC.

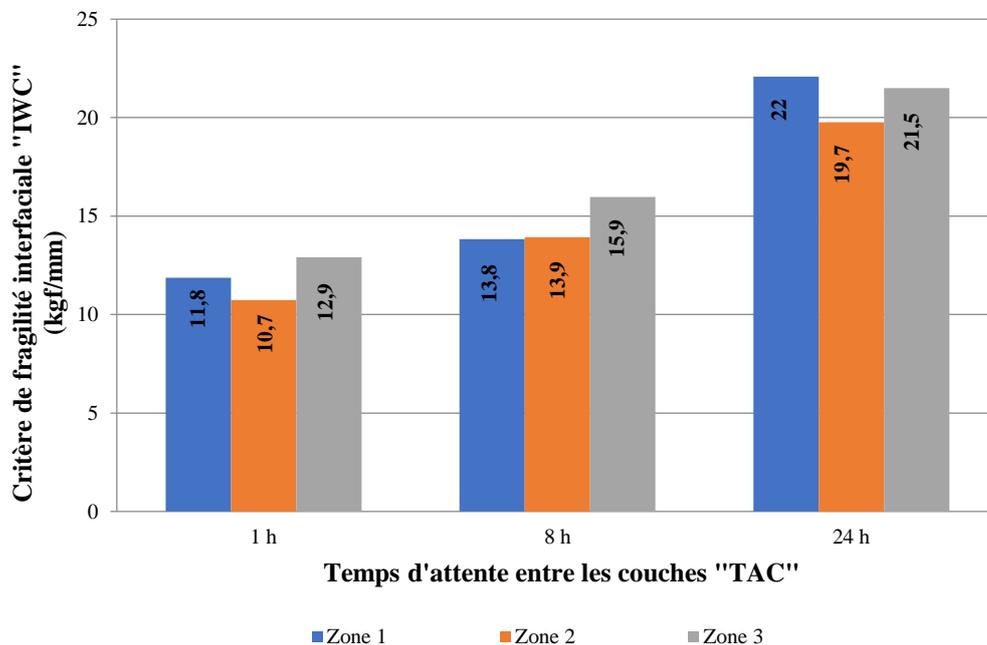


Figure 3-26: Comparaison des valeurs du critère de fragilité interfaciale « IWC » entre 3 zones pour 3 « TAC » différents pour les échantillons imprimés moulés.

Nous pouvons remarquer que les « IWC » pour chacune des 3 zones pour les différents TAC choisis sont comparables ce qui confirme la répétabilité de nos résultats sur chaque échantillon et nous assure aussi la concordance des valeurs du critère IWC. Ainsi, le critère de fragilité moyen IWC_m est de $11,8 \pm 1$ kgf/mm pour TAC = 1h, de $14,5 \pm 1$ kgf/mm pour TAC = 8h et de $21,1 \pm 1$ kgf/mm pour TAC = 24 h. Cette augmentation du critère « IWC » valide à nouveau ce qui a été déduit précédemment à partir des profils de dureté. En d'autres termes, la valeur de dureté diminue à l'interface et la zone de fragilité interfaciale s'élargie avec le TAC. C'est pourquoi ce critère est intéressant car il relie à la fois la distance selon laquelle la dureté varie et l'amplitude de dureté entre les couches et la ligne interfaciale de part et d'autre du plan de l'interface.

3.5.2 Comparaison entre les deux modes d'impression.

Les valeurs du critère de fragilité interfaciale « IWC » correspondantes à tous les échantillons imprimés dans des moules en polystyrène sont tracées en fonction du TAC en plus de celles des échantillons imprimés au pistolet (Figure 3-27).

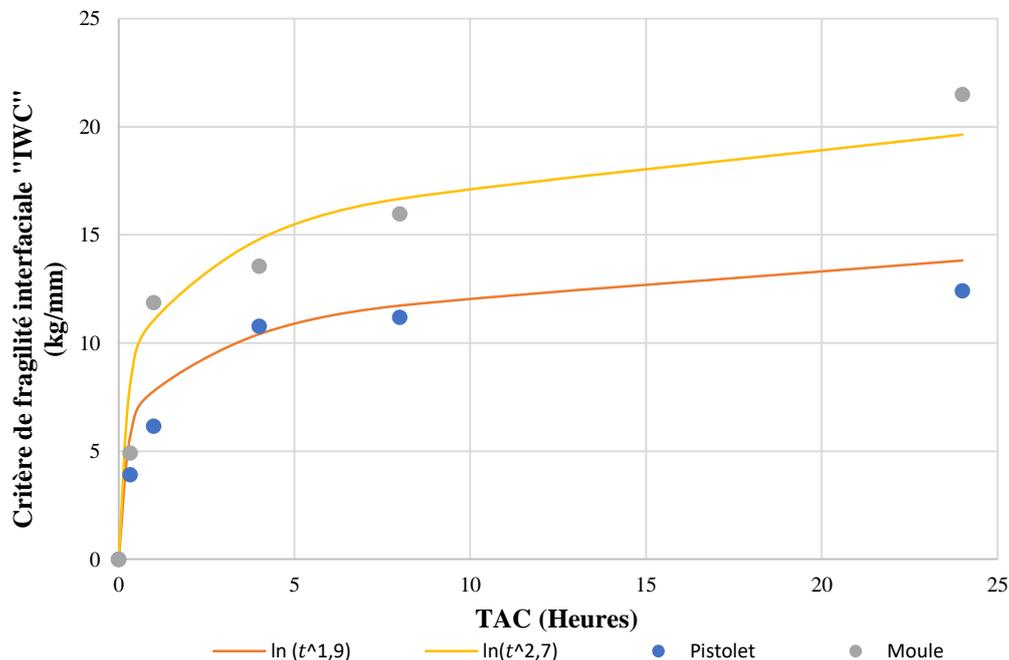


Figure 3-27: Représentation du critère de fragilité interfaciale « IWC » en fonction du TAC pour les deux types d'échantillons imprimés.

Nous montrons à nouveau que la valeur de ce critère augmente avec TAC traduisant le fait que la zone interfaciale est bien une zone de fragilité.

Notons que, dans cette étude, « IWC » peut être exprimé de nouveau par une fonction logarithmique d'une loi puissance du TAC, $\ln t^n$, déduite par ajustement de la courbe. Les valeurs d'IWC pour les échantillons imprimés au pistolet suivent la fonction $\ln t^{1,9}$ et ceux des échantillons imprimés moulés suivent la fonction $\ln t^{2,7}$, comme on peut le voir sur la Figure 3-27.

Sur la base de ce résultat, nous en concluons que cette nouvelle méthode « imprimé moulé » est comparable à la méthode d'impression au pistolet à l'échelle du laboratoire qui simule, dans une certaine mesure, le procédé d'impression 3D. Nous en concluons également que le critère « IWC » peut être un critère pertinent d'une manière générale pour donner des informations sur la déficience de la zone interfaciale dans les structures imprimées en 3D avec des encres cimentaires via la fragilité ou non de la liaison entre les couches imprimées en 3D. Pour la suite, nous décidons de considérer cette nouvelle méthode d'obtention du mortier imprimé en 3D (imprimé moulé) pour réaliser nos essais de caractérisation mécanique, surtout pour les essais de compression pour lesquels la géométrie des échantillons doit respecter le parallélisme et la planéité des faces opposées. De plus, l'utilisation des moules permet d'avoir une dimension d'éprouvette mieux contrôlée pour les essais de compression.

3.6 Comportement mécanique de l'interface et adhérence.

3.6.1 Résistance à la compression – adhérence interfaciale.

Les essais de compression ont été réalisés selon la méthodologie présentée dans la partie 2.3.3 du document, où un minimum de quatre échantillons ($4 \times 4 \times 4 \text{ cm}^3$) par condition (TAC) a été testé dans deux directions différentes. Les résultats des essais de compression multidirectionnels et leurs écarts-types sont présentés dans la Figure 3-28.

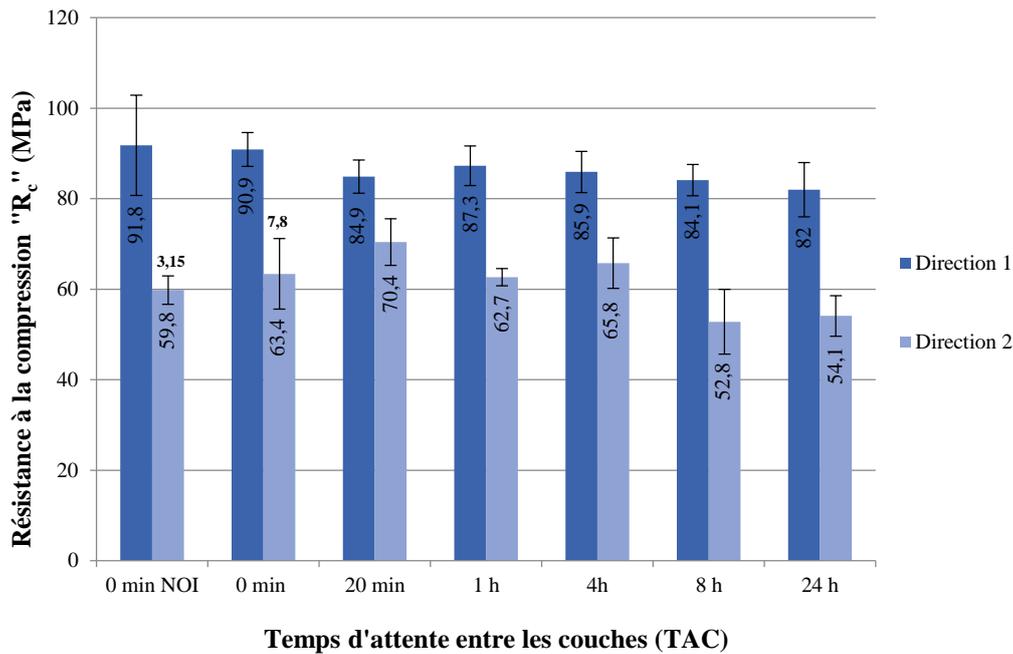


Figure 3-28: Résultats des essais de compression montrant la variation de la résistance à la compression « R_c » en fonction du temps d'attente entre les couches pour les directions D_1 et D_2 sur les échantillons imprimés moulés.

Des résultats importants peuvent être déduits des essais de compression classique. En comparant la résistance à la compression « R_c » dans la direction 1 « D_1 » des échantillons obtenus différents temps d'attente (TAC) entre leurs couches, on observe une variation très faible, moins de 10 %, ce qui est négligeable eu égard aux écart-types relevés pour cet essai. Les mêmes observations peuvent être faites pour les résultats obtenus dans la direction 2 « D_2 ». Finalement, aucune différence significative n'a été détectée quant à la variation de « R_c » avec les différents TAC, et ce malgré les valeurs des écarts-types obtenus qui restent acceptables vue la répétabilité de ce type d'essai. Nous pouvons donc en conclure que le temps d'attente entre couches n'a pas d'influence sur le comportement global en compression, comme l'a observé notamment par Marchment *et al.* 2017. Dans notre cas, l'essai de compression ne met donc pas en évidence les zones de fragilité à l'interface obtenues par des TAC élevés contrairement aux variations du critère IWC qui montre clairement des différences de comportement à l'interface en fonction du TAC.

Toutefois, une différence des valeurs de résistance à la compression est constatée entre les deux directions d'essai : 87 ± 12 MPa pour D_1 et 63 ± 8 MPa pour D_2 , soit une différence proche de 30 % entre les deux directions. Cela montre clairement le comportement anisotrope de l'échantillon stratifié testé en raison de la présence des interfaces, où les échantillons testés

selon D_1 (perpendiculaire au plan de l'interface) dominant toujours ceux testés dans D_2 (parallèle au plan de l'interface), contrairement aux résultats obtenus par Baz *et al.* 2021.

Keita *et al.* 2019 ont mentionné dans leur étude que l'écart-type augmente lorsqu'une interface est présente dans les échantillons testés, dû à l'introduction d'une variable fragile locale dans le système, quelle que soit l'origine physique de cette interface fragile. Leurs résultats ont montré une réponse mécanique qui s'écarte de celle du matériau homogène isotrope, clairement affectée par la présence de l'interface et de la fragilité. En comparaison avec nos résultats, cela ne se voit pas où les valeurs des écarts-types variaient d'une manière aléatoire avec l'introduction d'une interface dans les échantillons testés contrairement à cette référence.

Plusieurs auteurs ont trouvé que la résistance à la compression des échantillons imprimés en 3D est régie par les directions de l'essai par rapport au plan d'interface. Ceci est une conséquence de la nature non monolithique des matériaux imprimés en 3D qui se manifeste par un comportement mécanique apparemment anisotrope avec une microstructure hétérogène. Ce dernier est une conséquence inhérente du processus d'impression 3D, où le manque d'adhérence peut provoquer des bulles d'air ou des vides principalement positionnés au niveau de l'interface entre les couches successives. L'état de contrainte interne induit par la charge de compression externe dicte en outre l'étendue de la réduction de résistance en fonction de l'orientation de la couche. En raison de la faible liaison entre les couches, les fissures s'amorcent et se propagent le long de cette couche intermédiaire entre les couches superposées, l'interface, et les couches commencent ainsi à se séparer, entraînant une défaillance globale de l'élément (Feng *et al.* 2015 ; Marchment *et al.* 2017 ; Nerella *et al.* 2017 ; Panda *et al.* 2017 ; Paul *et al.* 2018 ; Sanjayan *et al.* 2018 ; Van Der Putten *et al.* 2019(b) ; Lee *et al.* 2019 ; Baz *et al.* 2021 ; Kruger et van Zijl 2021).

Néanmoins, selon Keita *et al.* 2019, les essais de flexion et de compression classiques ne permettent pas de détecter la présence de l'interface, mis à part l'augmentation de l'écart-type par rapport au matériau isotrope de référence. Dans leurs études, ils n'ont pas trouvé de différence de mesures entre les éprouvettes monolithiques et celles présentant des interfaces. Ces essais, en raison de leur chemin de contrainte, ne permettent pas de tester directement l'interface. La résistance à la compression résultante n'est donc que faiblement affectée par la présence d'une interface fragile ; nos résultats rejoignent ainsi ces conclusions. Ainsi, ce type d'essais mécaniques destructifs donne accès à une caractéristique représentative du

comportement global du matériau, notamment le comportement anisotrope des éprouvettes imprimées en 3D induit par le procédé d'impression multicouche en comparaison avec les éprouvettes coulées de façon conventionnelle.

3.6.2 Adhérence par macroindentation interfaciale instrumentée.

Dans le paragraphe 3.3.3, et afin d'analyser mécaniquement l'interface, nous avons utilisé l'indentation Vickers dans le domaine de la microindentation. A la charge maximale utilisée, soit la charge de 2 kgf, aucune fissuration et/ou rupture n'a été constatée. Ces résultats nous montrent qu'une charge plus élevée est nécessaire pour pouvoir fissurer à l'interface et éventuellement déterminer une certaine résistance de cette interface ou une adhérence entre les deux couches de mortier imprimé par la technique d'indentation interfaciale. Nous avons testé le même échantillon en indentation interfaciale dans le but de le fissurer avec des charges élevées dans le domaine de la macroindentation avec un macroindenteur Wölper classique. Nous avons obtenu pour cet échantillon testé aucune fissure à la charge de 20 kgf alors qu'il s'est scindé en deux parties avec la charge maximale de 250 kgf. Avec une charge intermédiaire de 40 kgf, l'échantillon s'est également fractionné en deux parties et la fissure a parfaitement suivi le plan de l'interface. On en déduit que la charge critique de fissuration, qui peut être un critère de résistance, est située entre 20 et 40 kgf mais nous ne pouvons être plus précis du fait que les charges disponibles sur un macroduromètre classique sont discrètes. C'est pourquoi nous nous sommes focalisés sur l'indentation interfaciale avec un macroduromètre instrumenté qui permet de suivre l'évolution de la charge appliquée avec la profondeur d'indentation jusqu'à la charge de rupture.

Par conséquent, nous avons privilégié les essais d'indentation interfaciale instrumentée à l'échelle macro appliqués directement à l'interface jusqu'à la rupture de l'échantillon en enregistrant la courbe force-déplacement ce qui nous permet d'en déduire la force maximale à la rupture « P_{\max} ». Comme le montre la Figure 3-29(a), cet essai consiste à appliquer des charges croissantes élevées avec la pointe de l'indenteur placée dans le plan de l'interface perpendiculairement à l'interface. Les valeurs de charge et de profondeur d'indentation sont continuellement enregistrées jusqu'à la rupture de l'échantillon, comme dans la Figure 3-30.

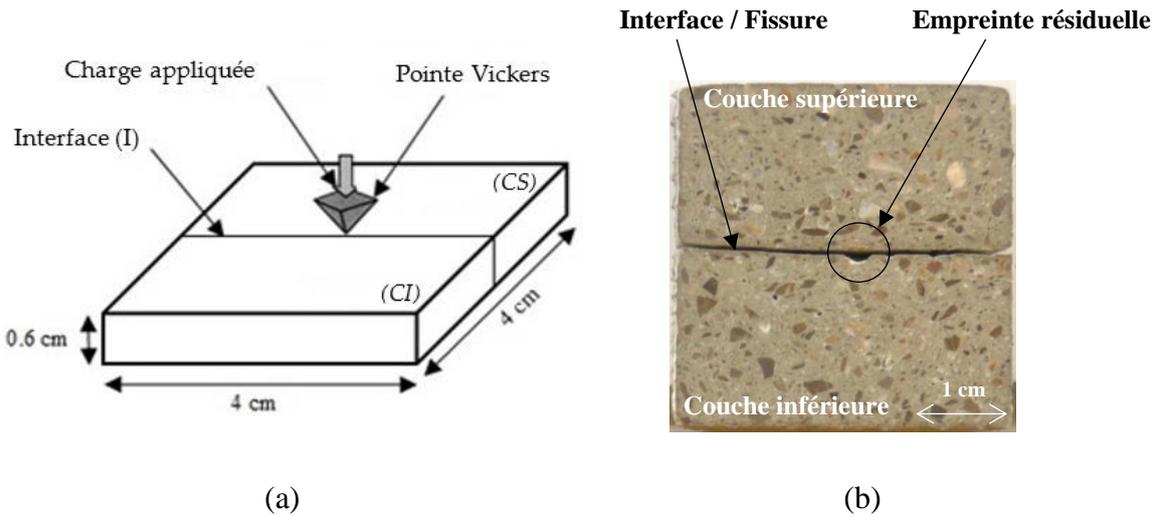


Figure 3-29: (a) Schématisation de l'essai d'indentation interfaciale réalisé dans le plan de l'interface entre deux couches successives, (b) Vue de l'échantillon imprimé moulé avec TAC = 24 h rompu par indentation interfaciale et visualisation de la fissure localisée dans le plan de l'interface.

La Figure 3-29(b) représente une section d'échantillon poli imprimé avec un TAC de 24 heures entre les couches. Cet échantillon a été indenté jusqu'à sa rupture. On constate que la propagation de la fissure ayant conduit à la rupture de l'échantillon a parfaitement suivie le plan de l'interface.

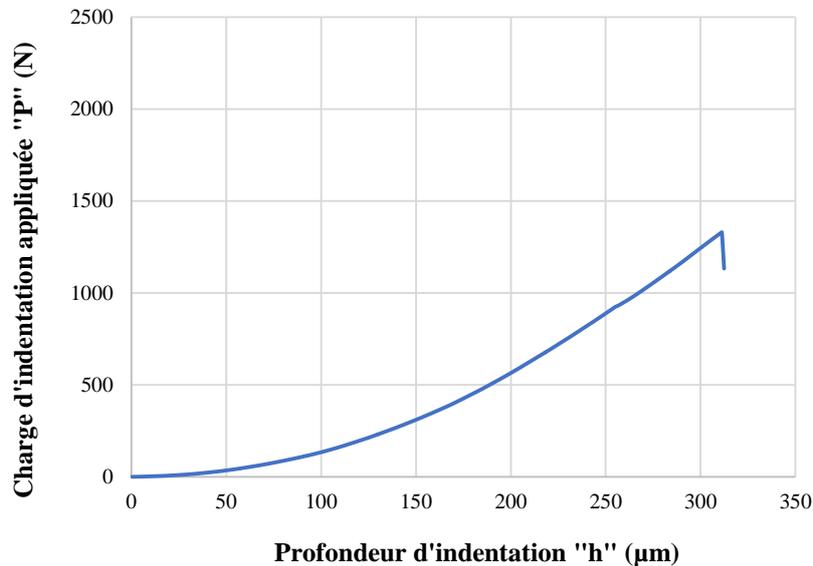


Figure 3-30: Courbe d'indentation représentant la variation de la charge d'indentation appliquée « P » en fonction de la profondeur d'indentation « h » pour un échantillon avec un TAC = 4h.

Les observations des sections d'échantillons imprimés avec des temps d'attente courts (0 minute, 20 minutes) ont montré qu'aucune couche intermédiaire interfaciale ne pouvait être identifiée facilement entre les deux couches supérieure et inférieure. Aucune porosité n'est détectable à la surface des sections et aucune fissure n'a été retrouvée qui puisse indiquer la présence d'un plan de fragilité interfaciale quelconque. Cela indique que les couches superposées se sont bien fusionnées. Par conséquent, les éléments imprimés avec des temps d'attente courts agissent comme des corps monolithiques. Mais pour les temps d'attente plus longs (1h, 4h, 8h et 24h), une fine couche de pâte de ciment continue a été remarquée entre la couche inférieure et la couche supérieure, ce qui pourrait dévoiler la présence d'une faible adhérence entre elles. Cela nous a aidés à positionner la pointe de l'indenteur pour réaliser les essais d'indentation exactement au niveau du plan d'interface.

- Influence de l'épaisseur de l'échantillon.

Plusieurs essais préliminaires ont été effectués sur des échantillons d'épaisseurs différentes (approximativement de 6, 8, 10, 15 et 20 mm), afin de voir l'influence de l'épaisseur de l'échantillon testé sur la charge nécessaire pour atteindre sa rupture. Un minimum de trois échantillons polis par condition d'épaisseur ont été testés, ayant tous le même TAC, soit un temps d'attente de 4 heures, où l'interface était plus facile à détecter.

La Figure 3-31 montre que la charge de rupture maximale « P_{max} » appliquée pour rompre l'interface tend logiquement à augmenter avec l'épaisseur des échantillons. De plus, il semble que la dispersion des résultats a tendance également à augmenter avec l'épaisseur et que l'on tend vers les limites de l'instrument (charge maximale applicable 2500 kgf) également pour les plus fortes épaisseurs.

Dans ces conditions, nous avons choisi une épaisseur spécifique pour la réalisation des essais d'indentation interfaciale, unique pour tous nos échantillons de manière à pouvoir les comparer valablement. L'épaisseur retenue est de 6 mm. En conséquence, un minimum de 6 échantillons polis, par condition de temps d'attente, sont testés dans cette partie de l'étude en indentation instrumentée jusqu'à la rupture.

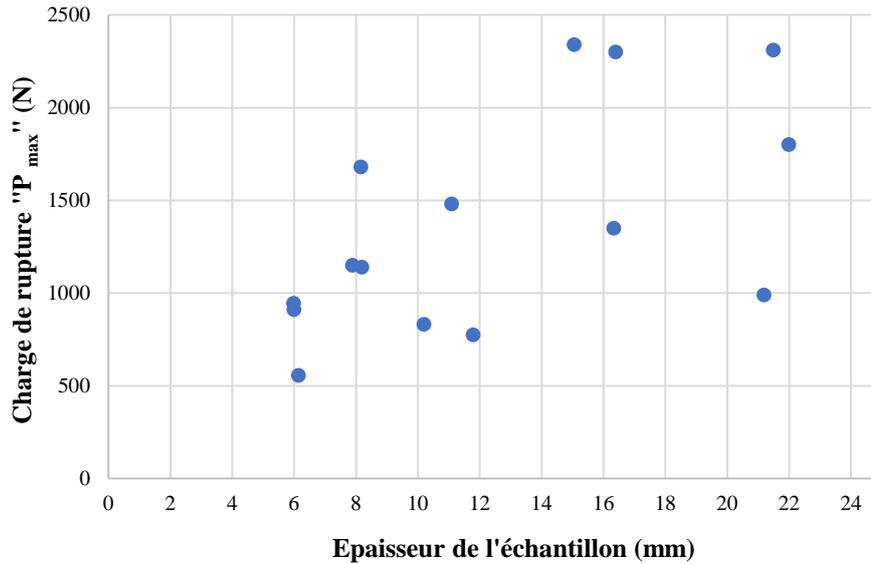


Figure 3-31: Variation de la charge de rupture « P_{max} » en fonction de l'épaisseur de l'échantillon imprimé moulé avec un « TAC=4h ».

- Variation de la charge « P_{max} » en fonction du « TAC ».

La Figure 3-32 représente la variation de la charge critique de rupture « P_{max} » en fonction du temps d'attente entre les couches TAC. Tous les essais sont représentés pour évaluer la répétabilité de l'essai.

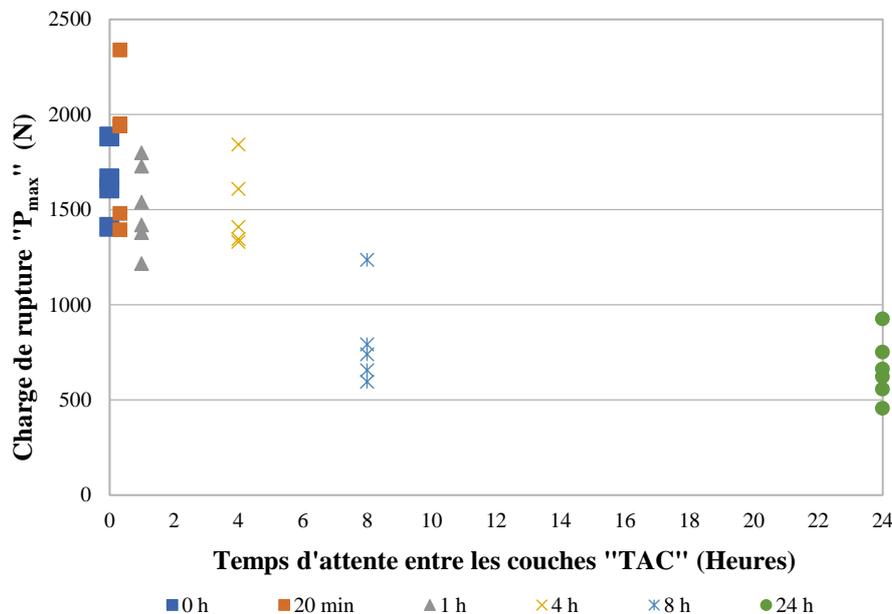


Figure 3-32: Variation de la charge de rupture « P_{max} » en fonction du temps d'attente entre les couches « TAC ».

Malgré la dispersion observée pour chaque temps d'attente TAC, on note globalement une variation de la charge critique de rupture qui augmente lorsque le temps d'attente diminue. Une observation plus fine révèle que la charge maximale nécessaire pour fissurer l'échantillon est quasiment la même pour les 4 premières durées (Figure 3-32). Au-delà de 4 heures de temps d'attente, on observe une chute significative de la charge critique de rupture, et donc le temps où il y a une dégradation de l'interface mesurée par cet essai est entre 4 et 8h. Ceci montre une nouvelle fois l'affaiblissement de l'interface avec un temps d'attente plus long. A l'inverse pour les TAC courts, une qualité de l'interface dans l'industrie de l'impression 3D du béton peut être obtenue, surtout dans des conditions de température (proche de 20°C) et d'humidité adéquates.

Toutefois la limite de cette étude reste le grand écart obtenu entre les résultats d'une même condition. Ceci peut être expliqué en raison de l'hétérogénéité de la matrice cimentaire et du caractère aléatoire de l'emplacement de l'essai d'indentation. En d'autres termes, la position de l'indenteur, où la pointe pourrait être placée sur un grain de sable ou au niveau d'une porosité, peut grandement influencer les résultats. Notons aussi qu'en général, la présence d'une interface dans l'échantillon augmente forcément les valeurs des écarts-types. Quelle que soit l'origine physique de l'interface faible, on introduit une faiblesse variable locale dans le système. La réponse mécanique s'écarte alors de celle d'un matériau homogène et commence à être affectée par la faiblesse niveau de l'interface et ses détails (Keita *et al.* 2019).

- Modes de rupture et critère de fissuration.

Différents modes de rupture ont été observés en fonction du TAC (Figure 3-33). Plus précisément, les échantillons avec des TAC relativement longs entre les couches se sont fissurés au niveau de l'interface, toujours considérée comme la ligne horizontale médiane de l'échantillon, tandis que les échantillons avec des TAC courts ont développé des fissures quittant l'interface pour se propager dans des directions aléatoires dans les couches.

Selon Baz *et al.* 2021, l'interface est considérée comme une voie préférentielle lors de la réalisation d'essais mécaniques, où, dans leur étude, les échantillons imprimés ont rompu au niveau de l'interface tandis que les échantillons non imprimés ont développé des fissures diagonales suite à la rupture de cisaillement typique. Effectivement, la rupture des échantillons imprimés au niveau des interfaces est causée par la superposition des couches et

la formation de zones intercouches développant des plans fragiles et créant des chemins préférentiels pour l'initiation et la propagation des fissures, contrairement au cœur du matériau (les couches).

① TAC = 0 minutes



② TAC = 20 minutes



③ TAC = 1 heure



④ TAC = 4 heures



⑤ TAC = 8 heures



⑥ TAC = 24 heures



Figure 3-33: Différence du mode de rupture en fonction des temps d'attente entre les couches « TAC » sur des échantillons imprimés moulés.

En partant de ce constat, nous proposons un critère de fissuration « C_f » lié à la fois à la longueur de fissure traversant l'interface et à la longueur de la ligne interfaciale elle-même, comme le montre la Figure 3-34. Le calcul de ce critère est proposé suivant l'Eq 3-2 :

$$C_f (\%) = \frac{L_c}{L_i} \times 100 \quad \text{Eq 3-2}$$

Où « L_c » est la longueur de la fissure traversant l'interface, « L_i » la longueur de la ligne interfaciale ayant une valeur constante vu le moulage des échantillons, ici environ 4 cm. Notons que « C_f » tend vers 100 % pour une interface très fragile (Figure 3-29(b)) et, au contraire, vers 0 pour une interface très adhérente.

La Figure 3-34 montre comment sont mesurées la longueur « L_c » à l'interface par rapport à la longueur totale de l'interface « L_i » avant l'essai alors que la Figure 3-35 montre sous forme d'histogramme la variation du critère de fissuration « C_f » avec le temps d'attente entre deux couches « TAC ».

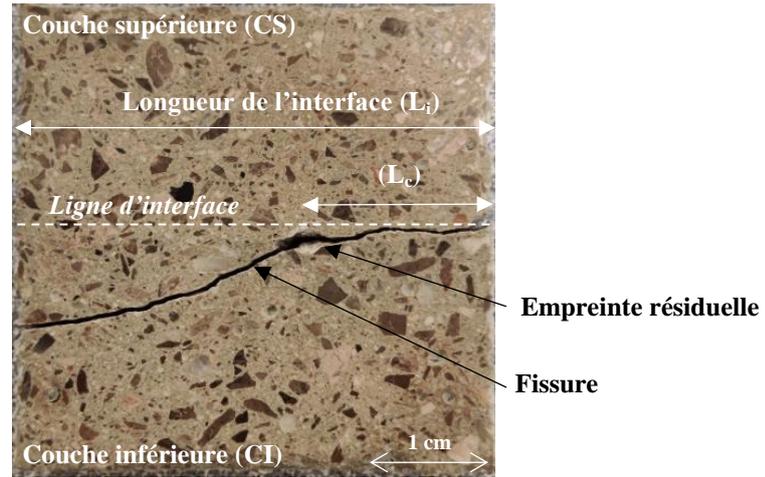


Figure 3-34: Propagation de la fissure à l'interface et dans une couche pour l'échantillon « TAC=1h » et paramètres utilisés pour le calcul du critère de fissuration « C_f ».

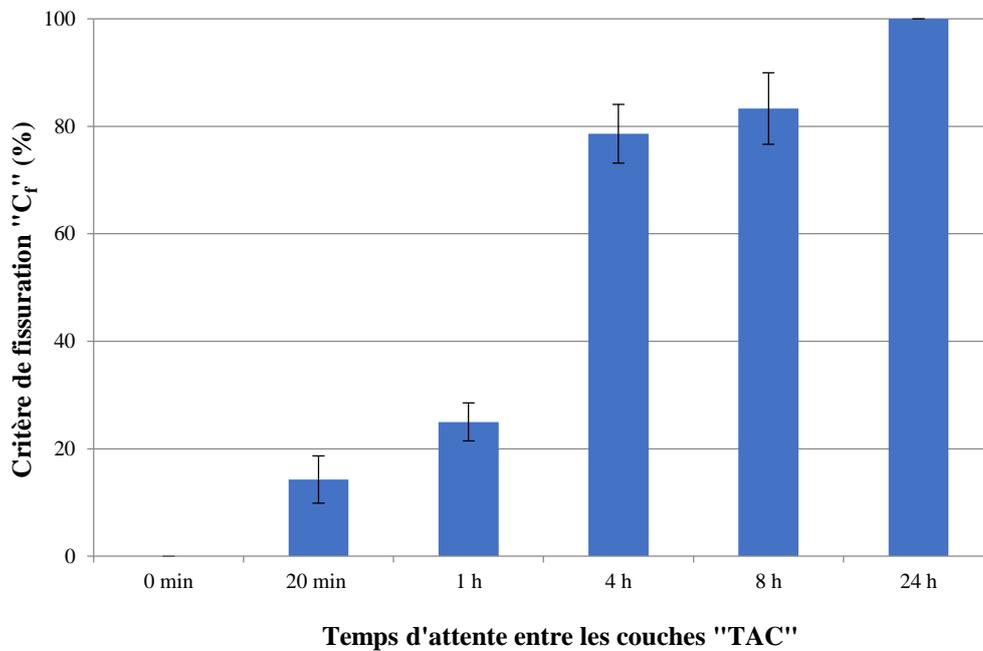


Figure 3-35: Variation du critère de fissuration « C_f » en fonction du temps d'attente entre les couches « TAC » pour des échantillons imprimés moulés.

Comme on pouvait s'y attendre, le critère de fissuration « C_f » augmente avec le TAC passant de 0 % pour TAC égal à 0 min (vu qu'aucune fissure ne passe par l'interface) à 100 % pour TAC égal à 24 heures. Ce résultat prouve de nouveau que l'interface s'affaiblit avec le temps d'attente entre couches, étant donné que la fissure se propage suivant un chemin qui lui est le plus facile, donc uniquement dans le plan de l'interface pour TAC égal à 24 heures et aléatoirement dans la couche supérieure ou inférieure pour un TAC de 0 minute. D'autre part,

pour les TAC de 0 à 1h, C_f augmente légèrement alors qu'il atteint des valeurs très élevées à partir de TAC égal à 4 heures, ce qui est en bon accord avec les résultats de charge de rupture « P_{max} » précédemment présentés dans la Figure 3-32.

Ce que nous pouvons remarquer d'après ces résultats c'est que le TAC = 4h paraît être un temps d'attente critique et décisif envers la qualité de cette interface entre les couches imprimées. Le temps de prise initial était enregistré à 240 minutes (4 heures), suivant la partie 2.2.3, ainsi un véritable lien est clairement établi entre le comportement du mortier (temps de prise) et le temps d'attente entre les couches. De ce fait, nous pouvons constater que si le temps d'attente entre les couches est bien avant le temps de prise initial du mortier, ceci ne pourra avoir que des effets minimes sur la qualité de l'interface dans nos conditions d'essai à savoir 20°C et 100% HR ; par contre pour des temps plus prolongés (après le temps de prise initial du mortier), des conséquences beaucoup plus marquées sont attendues au niveau de l'interface entre les couches. Ceci a déjà été évoqué par Geng *et al.* 2020, qui considéraient que le temps de prise initial du matériau d'impression est un temps critique pour le contrôle de l'interface.

3.7 Conclusion.

Dans ce chapitre, les caractérisations microstructurale et mécanique des mortiers imprimés en 3D ont été réalisées dans différentes zones d'importance dans une section droite du cordon. Nous avons également appliqué différents protocoles expérimentaux permettant d'évaluer la liaison entre les couches successives, afin d'établir un lien entre le temps d'attente entre les couches « TAC » et le comportement mécanique de l'interface.

Des analyses chimiques, en termes de cartographies et de profils élémentaires, ont été réalisées à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB) doté d'une sonde (EDS) afin de détecter des altérations au niveau de la zone interfaciale par rapport à l'intérieur des couches.

La technique d'indentation a été utilisée à l'échelle micrométrique pour une étude localisée des propriétés mécaniques des mortiers imprimés en 3D. Une méthodologie est proposée pour déterminer la macrodureté, utilisée ensuite pour comparer la dureté des couches supérieure « CS » et inférieure « CI », ainsi que la dureté des bords des cordons imprimés. De

plus, une caractérisation mécanique fine de l'interface entre les couches est proposée, où des profils dureté-distance ont été mesurés perpendiculairement au plan de l'interface.

Nous proposons également une nouvelle technique de mise en œuvre afin d'élaborer des échantillons imprimés à l'échelle du laboratoire fiables et répétables, il s'agit des imprimés moulés comparables à ceux imprimés au pistolet. Notre but était de prouver la validité de cette nouvelle méthodologie, en vérifiant sa répétabilité. Une comparaison des profils dureté-distance mesurés perpendiculairement à l'interface dans trois zones interfaciales différentes a été établie, et ce pour trois différentes valeurs de « TAC » entre les couches imprimées successives. Ceci nous a permis de comparer ces résultats à ceux obtenus pour les échantillons imprimés au pistolet.

De plus, des essais de compression multidirectionnels, réalisés sur les échantillons moulés (possible grâce au nouveau protocole d'impression), ont été corrélés avec les essais d'indentation instrumentée à l'échelle macrométrique à l'interface.

A partir des résultats obtenus et présentés précédemment dans le chapitre, les conclusions suivantes sont tirées :

- Les résultats d'analyse chimique n'ont montré aucune présence ou enrichissement de la zone interfaciale par certains hydrates, que ce soit par cartographies de répartition des éléments ou par profils élémentaires perpendiculaires à l'interface. De même, aucune variation n'a été décelée chimiquement dans cette zone d'interface avec l'augmentation du temps d'attente entre les couches.
- Une diminution de la dureté au bord est décelée par rapport au cœur des couches, probablement en lien avec la couche lubrifiante qui présente un rapport E/C localement plus élevé, accroissant la porosité de cette zone conduisant ainsi à une dureté réduite.
- Une diminution significative de la dureté à l'interface est observée avec le temps, ainsi qu'un élargissement de la zone affectée assimilée à une zone de fragilité. Sur cette base, nous proposons un critère de fragilité interfaciale « IWC » qui augmente en fonction du temps d'attente entre les couches suivant une fonction logarithmique d'une loi puissance.

- La comparaison chimique entre les deux méthodes de mise en place pour un même TAC, P₇ et E₇ 4h, n'a pas montré d'influence du mode de déposition sur la répartition des éléments dans la zone interfaciale par rapport à l'intérieur des couches.
- Les résultats valident le nouveau protocole de mise en place (imprimé moulé), où les profils dureté-distance mesurés perpendiculairement à l'interface pour ces échantillons sont comparables à ceux obtenus auparavant pour les échantillons imprimés au pistolet. Le critère de fragilité interfaciale « IWC » a également été appliqué avec succès aux échantillons moulés où il a révélé, de la même manière que pour les échantillons imprimés au pistolet, une augmentation de ce paramètre avec « TAC » suivant le même type de fonction logarithmique.
- Les essais de compression dans les différentes directions n'ont montré aucune variation significative, mis à part de prouver l'anisotropie des éléments imprimés lorsqu'ils sont testés dans deux directions perpendiculaires, c'est-à-dire parallèlement et perpendiculairement au plan d'interface.
- La force de rupture de l'interface en macroindentation instrumentée diminue avec l'augmentation du TAC, surtout à partir un TAC = 4h (temps de début de prise du mortier) dans les conditions d'essai à 20°C et 100% HR, montrant divers modes de rupture. Par ailleurs, un critère de rupture « C_f » a été proposé, lié au cheminement de la fissure lors de la rupture des éprouvettes. Ce critère augmente également avec le TAC.

Enfin, comme résultat principal, nous pouvons déduire ici que la technique d'indentation aux échelles micro et macrométrique, est une technique fiable et pertinente pour caractériser finement le comportement mécanique d'un matériau cimentaire imprimé en 3D, en particulier l'interface entre les couches, contrairement aux essais mécaniques classiques qui ne donnent que des valeurs globales.

Dans le chapitre suivant, l'objectif est de varier certaines conditions environnementales lors de l'impression 3D des mortiers, comme la température et l'humidité, afin de comprendre leurs effets sur les performances mécaniques de l'interface sur la base des variations des critères proposés et validés dans ce chapitre.

Chapitre 4 : Influence des conditions thermo-hygrométriques sur la qualité de l'interface entre les couches

4.1 Introduction.

L'environnement d'impression peut jouer un rôle prépondérant sur l'état de l'interface entre les couches et leur force de liaison. Les résultats expérimentaux de Sanjayan *et al.* 2018, Keita *et al.* 2019, Nerella *et al.* 2019 et Wolfs *et al.* 2019 ont montré que la couche exposée à un environnement de séchage pouvait entraîner une réduction considérable de la force de liaison, tandis que la protection de la couche contre le séchage était un moyen efficace d'améliorer la force de liaison pendant de longs intervalles.

C'est pourquoi, nous avons choisi de varier les conditions de température et d'humidité étant donné l'importance du séchage sur la formation ou non d'interfaces faibles. Dans cette partie, les différentes conditions thermo-hygrométriques considérées sont les suivantes : $T=20^{\circ}\text{C}/\text{HR}=50\%$, $T=35^{\circ}\text{C}/\text{HR}=15\%$ et $T=10^{\circ}\text{C}/\text{HR}=50\%$.

Le but de ce chapitre est de caractériser mécaniquement l'interface, en indentations classique et instrumentée ainsi qu'en compression, afin de mener une étude comparative avec celle de la condition traitée dans le chapitre 3 : $T=20^{\circ}\text{C}/\text{HR}=100\%$. Nos investigations ne s'appuieront que sur la méthode d'impression avec moulage adoptée dans la seconde partie du chapitre 3, qui est finalement assez proche de la méthode d'impression au pistolet. En outre, vu que les analyses chimiques faites dans le chapitre précédent en termes de cartographies d'éléments chimiques par analyse EDS n'ont pas abouties à des conclusions significatives, le travail dans ce chapitre sera focalisé uniquement sur la caractérisation mécanique afin d'étudier l'influence des conditions de température et d'humidité, en plus du facteur « temps », sur la dureté et l'adhérence de l'interface entre les couches. Dans cet objectif, nous appliquons les différents critères présentés au chapitre 3, notamment le critère de fragilité interfaciale « IWC » ainsi que le critère de fissuration « C_f » sur ces conditions.

4.2 Résultats pour différentes températures et humidités relatives.

4.2.1 Evolution de la masse des échantillons en fonction des conditions de séchage.

Lors d'une impression, le processus est effectué couche par couche, ce qui signifie que la surface de la couche inférieure est exposée à l'environnement pendant un certain temps

jusqu'à ce que la couche supérieure soit extrudée à sa surface. Pendant cette période, l'eau s'évapore continuellement de la surface de la couche, diminuant ainsi la teneur en eau de l'interface entre les deux couches (Geng *et al.* 2020).

Des éprouvettes $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ sont imprimées dans un moule en polystyrène dans le but de mesurer la perte de masse de ces éprouvettes avant et après leur exposition, dans l'enceinte climatique, aux différentes conditions de température et d'humidité durant le temps d'attente TAC. Dans ce cas, seule la surface supérieure des éprouvettes fabriquées subie les différentes conditions, pendant que les autres faces sont protégées par les côtés du moule : cette surface sera considérée alors comme représentative de l'état de notre interface, sous différentes conditions.

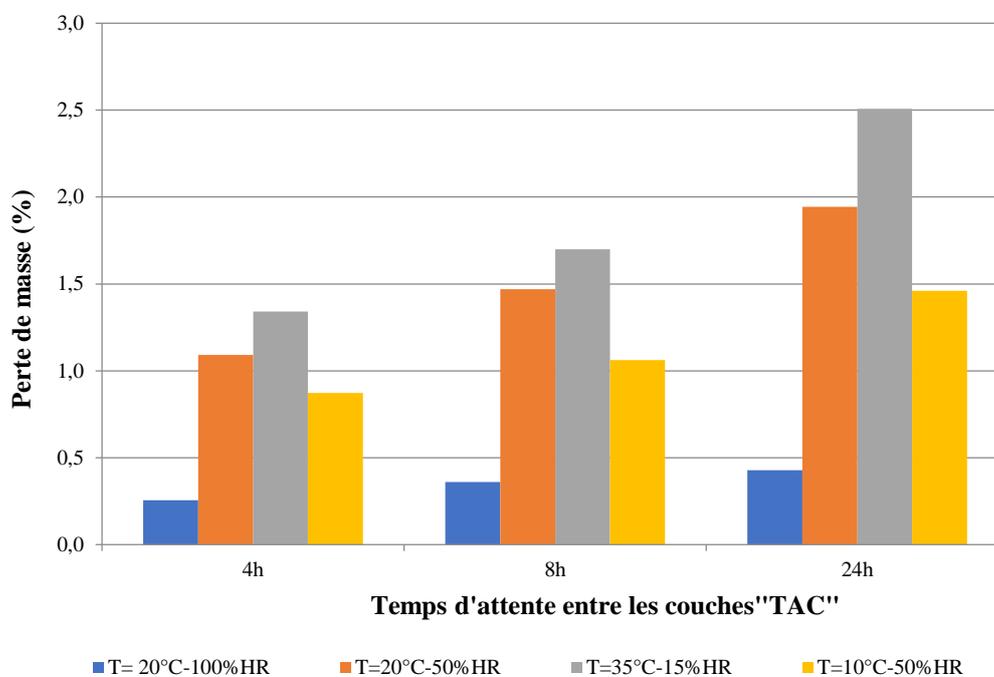


Figure 4-1: Pourcentage de perte de masse des éprouvettes pour les différentes conditions de temps, température et d'humidité.

La Figure 4-1 représente les variations de perte de masse, en pourcentage, des éprouvettes imprimées moulées pour les différentes conditions de température et d'humidité relative pour des TAC choisis de 4h, 8h et 24h afin d'avoir un panel assez large.

Cette perte de masse représente l'évaporation de l'eau de la surface des échantillons, donc la baisse en humidité qui pourrait avoir un impact direct sur l'état de l'interface entre deux couches. D'après la Figure 4-1, la perte de masse pour la condition quasi-idéale

$T=20^{\circ}\text{C}/\text{HR}=100\%$ varie entre 0,26% pour TAC = 4h, 0,36% pour TAC = 8h et 0,43% pour TAC = 24h. Ceci montre un séchage qui s'augmente avec le temps mais qui reste toutefois relativement faible pour cette condition. Par rapport à $T=20^{\circ}\text{C} / \text{HR}=50\%$, la perte de masse est de l'ordre de 1,09% pour TAC = 4h pour atteindre presque 2% pour les 24h. Ces valeurs sont plus élevées par rapport à celles de la condition précédente. Ce sont quasiment les mêmes observations pour $T=10^{\circ}\text{C} / \text{HR}=50\%$, mais avec des valeurs plus faibles (0,87%, 1,06% et 1,46% pour 4h, 8h et 24h respectivement) indiquant ainsi que la baisse de température limite le séchage à humidité relative constante. Par contre, pour $T=35^{\circ}\text{C}/\text{HR}=15\%$, la perte est déjà à 1,35% pour TAC = 4h et atteint 2,51% pour TAC=24h, qui est la valeur la plus élevée de toutes les conditions testées. Ces conditions engendrent donc un séchage important dues à la fois à une température élevée ainsi qu'à une humidité relative faible.

Nous verrons en quoi ces résultats impacteront en termes de caractéristiques mécaniques de l'interface, testées dans la suite de ce chapitre, sous ces différentes conditions de température et d'humidité relative vu leurs rôles déterminants sur la qualité de l'interface.

4.2.2 Profils d'indentation et application de « IWC ».

Selon la technique présentée précédemment dans la partie 2.2.4 du chapitre 2, les différentes éprouvettes sont réalisées. Le même processus de sciage, d'arrêt d'hydratation et de polissage (Partie 2.3.3) est pratiqué afin de préparer les échantillons à tester.

Afin de caractériser les différences mécaniques au niveau de l'interface, des profils d'indentation selon la méthode présentée par la Figure 2-14 sont tracés, afin de voir les conséquences de la variation des conditions de T et de HR sur les propriétés mécaniques de la zone interfaciale. Ainsi, la valeur de dureté Vickers « HV » obtenue sous la charge de 0,025 kgf est représentée en fonction de la distance mesurée perpendiculairement à l'interface. Il s'en suit alors un profil dureté-distance correspondant à chaque temps d'attente entre les couches « TAC », et ceci pour chacune des conditions T / HR. Le critère de fragilité interfaciale « IWC », déjà appliqué dans la condition $T=20^{\circ}\text{C} / \text{HR}=100\%$, est appliqué dans les autres conditions afin de conforter sa pertinence et de pouvoir comparer les interfaces obtenues entre les différentes conditions.

- T=20°C / HR=50%.

La Figure 4-2 représente les différents profils de dureté Vickers « HV » en fonction de la distance de l'interface pour la condition T=20°C / HR=50%, et ceci pour les différents TAC étudiés : 20 min, 1h, 4h et 24 heures. La condition représentant 8 heures de temps d'attente entre les couches n'est pas considérée dans cette partie de l'étude vu l'impossibilité d'introduire les premières couches des éprouvettes dans l'enceinte climatique pour 8 heures, les retirer pour déposer les couches supérieures et les remettre une deuxième fois dans l'enceinte pour 8h additionnelles. Les éprouvettes devraient donc être retirées après minuit ce qui était impossible d'un point de vue accessibilité aux essais.

Pour chaque cas étudié, c'est-à-dire pour chaque valeur de TAC, le profil de dureté en fonction de la distance pour la condition T=20°C / HR=50% confirme les résultats présentés précédemment pour T=20°C / HR=100% (Figure 3-22). Les variations apparaissent d'une façon plus marquée, en comparaison avec celles de la Figure 3-22, surtout la baisse de dureté au niveau de l'interface même, ainsi que l'élargissement de la zone interfaciale. Clairement, on peut remarquer que plus le TAC augmente, plus l'étendue de la zone de variation de dureté augmente, que ce soit vers la couche inférieure ou vers la couche supérieure. Cette étendue de la zone de variation évolue jusqu'à environ 2 à 2,5 mm pour le TAC égal à 24 heures.

Pour un TAC égal à 20 min, une zone de fragilité peu marquée apparaît. La valeur de dureté diminue jusqu'à 57 kgf/mm² dans le plan de l'interface alors que les valeurs de dureté au sein des couches sont proches de 75 kgf/mm² et de 65 kgf/mm² dans la couche inférieure (CI) et la couche supérieure (CS) respectivement. Cette valeur de dureté interfaciale chute encore jusqu'à atteindre la valeur de 53 kgf/mm² pour TAC égal à 1 heure. Pour TAC égal à 4 heures, on trouve une valeur de 48 kgf/mm², alors que pour TAC = 24h, celle-ci atteint la valeur la plus faible proche de 30 kgf/mm².

Ces résultats mettent en évidence l'altération des propriétés mécaniques au niveau de l'interface comme nous l'avons observé et démontré dans le chapitre précédent.

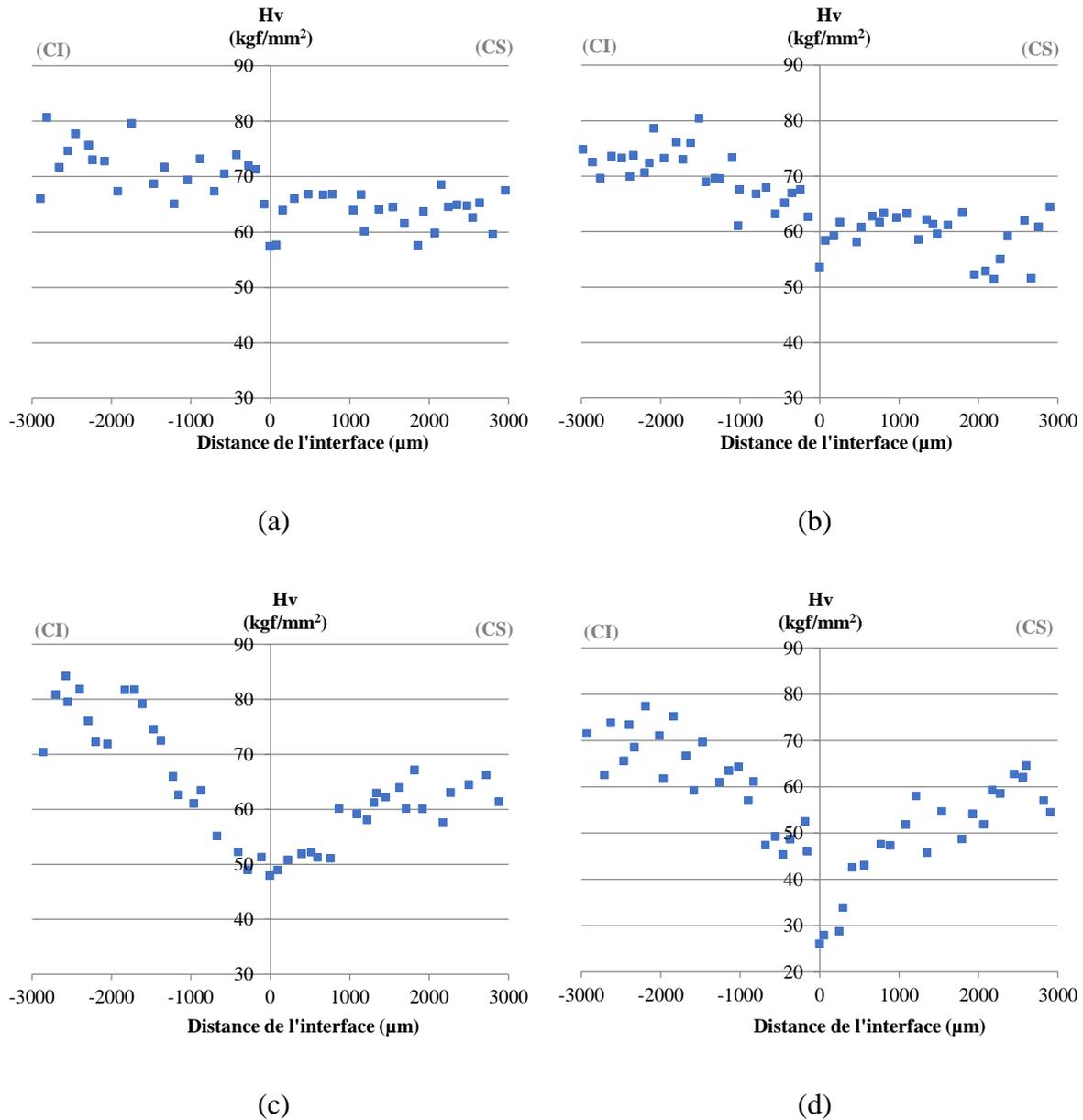


Figure 4-2: Profils dureté-distance pris perpendiculairement à l'interface mesurés avec une charge $P=0,025$ kgf pour les échantillons : (a) TAC=20 min, (b) TAC=1 h, (c) TAC=4 h et (d) TAC=24 h ; $T=20^{\circ}\text{C}$ / HR=50%.

- $T=35^{\circ}\text{C}$ / HR=15%.

A $T=35^{\circ}\text{C}$ / HR=15%, et pour TAC = 24h, les éprouvettes se décollent au niveau de l'interface lors du démoulage provoquant la séparation des 2 couches supérieure et inférieure. Ceci rend impossible toute extraction d'échantillon afin de faire les mesures en indentation classique et en tirer les profils de dureté. Les profils pour TAC = 20min, 1h et 4h sont alors tracés comme le montre la Figure 4-3.

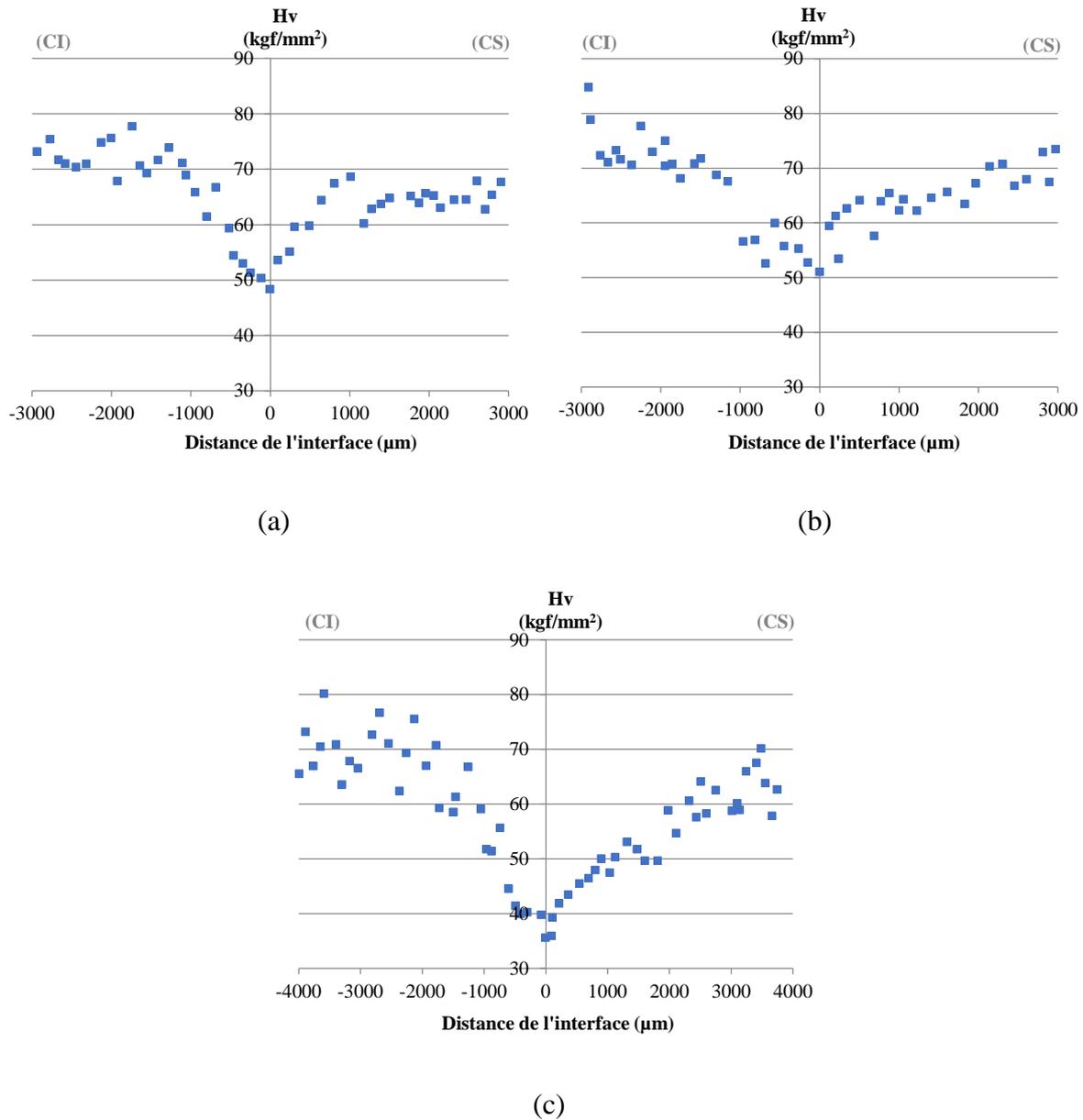


Figure 4-3: Profils dureté-distance pris perpendiculairement à l'interface mesurés avec une charge $P=0,025$ kgf pour les échantillons : (a) TAC=20 min, (b) TAC=1 h et (c) TAC=4 h ; $T=35^{\circ}\text{C}$ / $HR=15\%$.

De la même manière, des observations similaires à celles du cas précédent à $T=20^{\circ}\text{C}/HR=50\%$ sont décelées (Figure 4-2). Les variations apparaissent d'une façon plus marquée, en comparaison avec celles de la Figure 3-22 ($T=20^{\circ}\text{C}$ / $HR=100\%$) et Figure 4-2 ($T=20^{\circ}\text{C}$ / $HR=50\%$), surtout l'élargissement de la zone interfaciale ainsi que la baisse de dureté au niveau de l'interface. Cette étendue de la zone de variation évolue jusqu'à environ 2,5 mm pour le TAC égal à 4 heures, pour la même largeur à 24h pour $T=20^{\circ}\text{C}$ / $HR=50\%$.

De plus, on peut clairement remarquer que l'étendue de la zone de variation de dureté augmente avec le TAC.

Pour TAC égal à 20 min, une zone de fragilité peu marquée apparaît. La valeur de dureté diminue jusqu'à 50 kgf/mm^2 dans le plan de l'interface alors que les valeurs de dureté au sein des couches sont proches de 70 kgf/mm^2 dans la couche inférieure (CI) et autour de 65 kgf/mm^2 dans la couche supérieure (CS). Pas de variation pour TAC = 1h, où la valeur de dureté reste autour de 50 kgf/mm^2 . Cette valeur de dureté interfaciale chute jusqu'à atteindre la valeur de 35 kgf/mm^2 pour TAC égal à 4 h (Figure 4-3(c)), alors qu'elle était autour de 50 kgf/mm^2 pour cette même condition de TAC à $T=20^\circ\text{C}$ / HR=50% (Figure 4-2(c)).

Ce résultat met en évidence une altération plus importante au niveau de l'interface, en comparaison avec les autres conditions de T/HR.

- T=10°C / HR=50%.

Pour TAC = 4h et 24h, les éprouvettes se décolent lors du sciage et du démoulage respectivement, et ceci au niveau de l'interface. Ces échantillons ne sont donc pas pris en compte dans nos mesures. Les profils pour TAC = 20min et 1h sont alors tracés comme le montre la Figure 4-4.

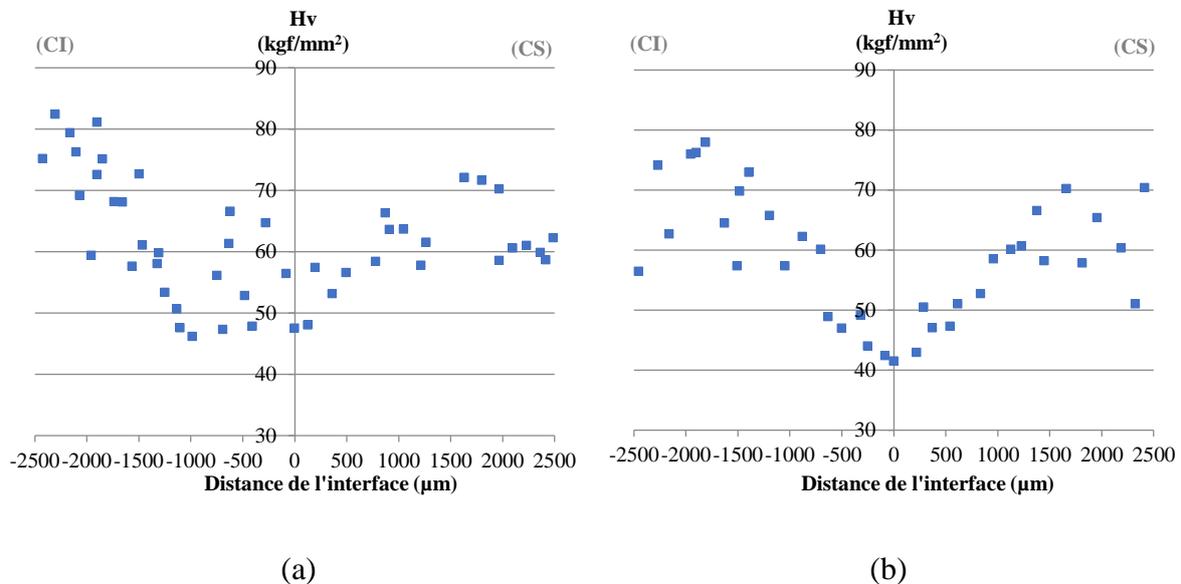


Figure 4-4: Profils dureté-distance pris perpendiculairement à l'interface mesurés avec une charge $P=0,025 \text{ kgf}$ pour les échantillons : (a) TAC=20 min et (b) TAC=1 h ; $T=10^\circ\text{C}$ / HR=50%.

Dans ce cas, l'élargissement de la zone interfaciale est plus marqué que celui de la condition avec la même température ($T=20^{\circ}\text{C}$ / $\text{HR}=50\%$). De plus, la dureté HV à l'interface est d'environ 50 kgf/mm^2 pour $\text{TAC} = 20\text{min}$ et de 40 kgf/mm^2 pour $\text{TAC}=1\text{h}$, alors qu'elle était autour de 60 et 55 kgf/mm^2 respectivement pour la condition $T=20^{\circ}\text{C}$ / $\text{HR}=50\%$.

- Comparaison de profils pour un « TAC » spécifique.

Pour mieux visualiser la variation de ces profils d'indentation en fonction des différentes conditions de température et d'humidité, la Figure 4-5 représente alors ces profils obtenus pour deux « TAC » spécifiques : 1h et 4h. Ce graphique (Figure 4-5) montre nettement l'élargissement de la zone interfaciale et la baisse de la dureté au niveau de l'interface avec les conditions devenant de plus en plus extrêmes.

Pour $\text{TAC} = 1\text{h}$, la dureté interfaciale varie entre 55 et 50 kgf/mm^2 . Alors que pour $\text{TAC}=4\text{h}$, celle-ci varie entre 50 et 35 kgf/mm^2 . Donc, comme nous l'avons déjà observé, une baisse de dureté apparaît avec la sévérité des conditions thermo-hygrométriques en plus de l'augmentation du temps d'attente entre les couches, ainsi que l'élargissement de cette zone interfaciale dans ces mêmes conditions.

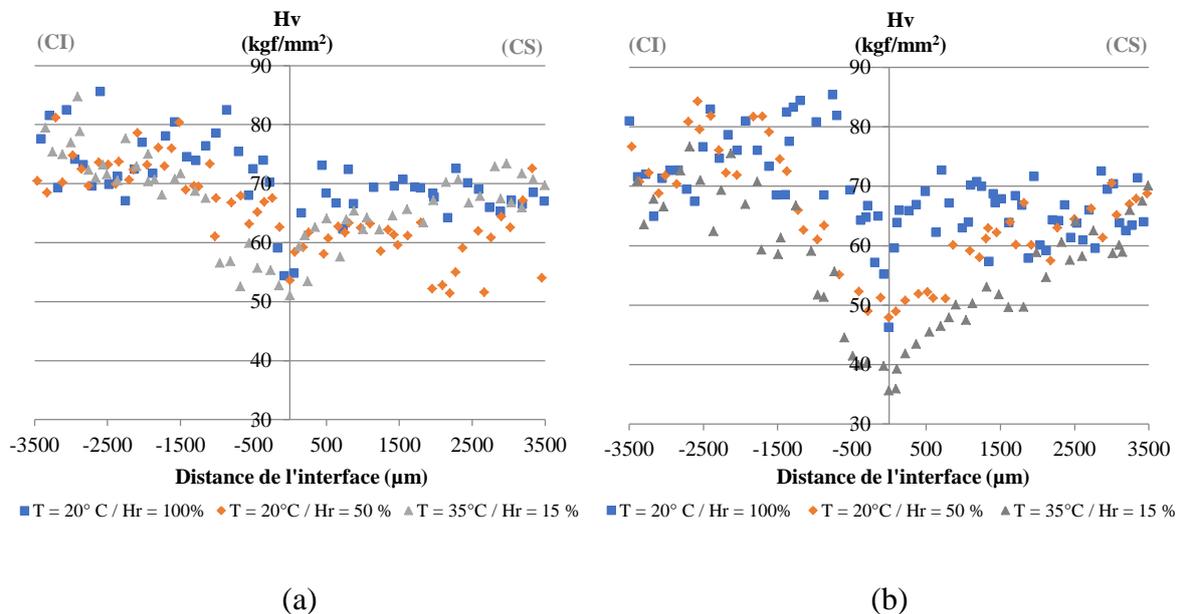


Figure 4-5: Profils dureté-distance pris perpendiculairement à l'interface mesurés avec une charge $P=0,025 \text{ kgf}$ pour les échantillons : (a) $\text{TAC} = 1 \text{ h}$ et (b) $\text{TAC}= 4 \text{ h}$; pour différents T et HR .

- Application du critère de fragilité interfaciale « IWC ».

Afin de quantifier et de mieux visualiser l'influence des conditions de T / HR, en plus du « TAC » sur la fragilité de la zone interfaciale vu avec la chute de dureté à l'interface et l'étendue de la zone de variation de la dureté, nous appliquons le critère de fragilité interfaciale « IWC » présenté et appliqué précédemment dans les conditions $T=20^{\circ}\text{C}/\text{HR}=100\%$. Vu que ce critère justement s'applique et illustre bien une baisse de dureté à l'interface et un élargissement de la zone fragile, il nous est apparu judicieux d'étudier son évolution en fonction des conditions thermo-hygrométriques (température T et humidité relative HR). Ce critère de fragilité interfaciale est donc calculé en utilisant l'Eq 3-1, l'objectif étant de comparer toutes les conditions d'impression pour évaluer la qualité de l'interface et conforter par la même occasion la pertinence du critère proposé.

Le Figure 4-6 représente la variation du critère « IWC » en fonction du temps d'attente entre deux couches, pour les différentes conditions thermo-hygrométriques. Ce graphique met en évidence une sensibilité très nette du critère de fragilité interfaciale « IWC » en combinaison avec le temps d'attente entre deux couches. En effet, comme évoqué précédemment, ce critère « IWC » augmente avec des intervalles de temps prolongés entre les impressions, ce qui montre que la zone d'interface s'affaiblit et s'élargit avec le temps. Nous pouvons également noter que « IWC » augmente rapidement à partir de 4 heures d'attente pour atteindre des valeurs très élevées pour les temps d'attente longs, ce qui rend ces conditions non compatibles pour l'impression. En plus, il est remarqué une augmentation de ce critère « IWC » avec la dégradation des conditions thermo-hygrométriques. Pour une condition quasi-idéale ($T=20^{\circ}\text{C} / \text{HR}=100\%$), « IWC » variait faiblement avec le « TAC » alors que pour des conditions plus sévères (comme $T=35^{\circ}\text{C}/\text{HR}=15\%$), une grande variation est constatée. A titre d'exemple, pour $\text{TAC}= 20 \text{ min}$, « IWC » varie entre 5 et 18 kgf/mm de valeur. Pour $\text{TAC}= 1 \text{ h}$, celui-ci augmente d'une valeur d'environ 12 pour atteindre des valeurs aux alentours de 22 kgf/mm. Les valeurs d'« IWC » pour $\text{TAC} = 24\text{h}$ varie considérablement entre la condition $T=20^{\circ}\text{C} / \text{HR}=100\%$ et $T=20^{\circ}\text{C} / \text{HR}=50\%$. Tandis que pour les conditions $T=10^{\circ}\text{C} / \text{HR}=50\%$ et $T=35^{\circ}\text{C}/\text{HR}=15\%$ déjà mentionnées plus haut où les mesures n'étaient pas réalisables, celles-ci sont mentionnées sur le graphe avec des valeurs d'IWC qui tendent vers l'infini étant donné que dans ce cas, l'interface est beaucoup trop fragile (non résistante).

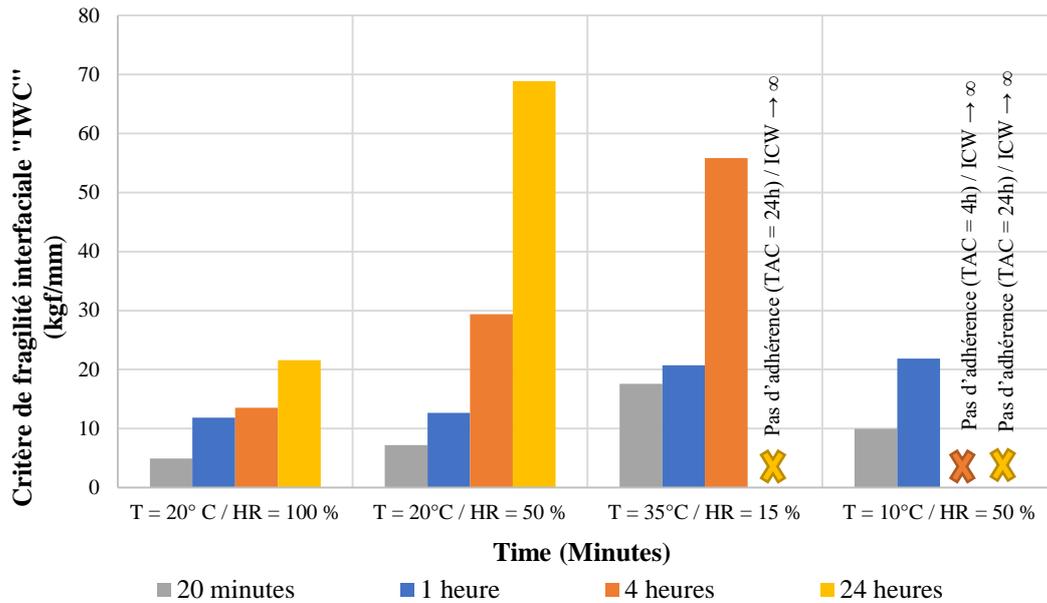


Figure 4-6: Comparaison du critère de fragilité interfaciale « IWC » pour différents « TAC », et ceci pour différents T et HR.

Nous pouvons conclure que ce critère « IWC » est effectivement un critère pertinent qui est susceptible de fournir des informations utiles quant à la notion de fragilité et donc d'altération des propriétés mécaniques de la zone d'interface dans un béton imprimé en 3D, et ceci pour toute variation de conditions de temps, de température ou d'humidité relative.

4.2.3 Comportement mécanique de l'interface et adhérence.

Afin de corréler les résultats obtenus ci-dessus avec d'autres résultats d'essais mécaniques, et suivant la même méthodologie appliquée dans le chapitre 3, des essais de compression bidirectionnels ainsi que des essais de macroindentation instrumentée à l'interface ont été faits en suivant la procédure décrite précédemment dans la partie 2.4.3 du chapitre 2.

- Essais de compression.

Dans cette partie, les résultats d'essais de compression réalisés dans les deux directions « D₁ » et « D₂ », perpendiculaire et parallèle à l'interface respectivement, sont présentés. Les Figure 4-7, Figure 4-8 et Figure 4-9 représentent la variation de la résistance en compression « R_c » en fonction de temps d'attente pour T=20°C / HR=50%, T=35°C / HR=15% et T=10°C / HR=50% respectivement.

D'après la Figure 4-7, et vu les valeurs des écarts-types, pas de variation visible est notée dans la direction « D_1 » avec l'augmentation du temps d'attente entre les couches. Pourtant, la Figure 4-8 montre une diminution de « R_c » pour TAC = 4h et une évolution plus contrastée pour TAC = 4h dans la Figure 4-9.

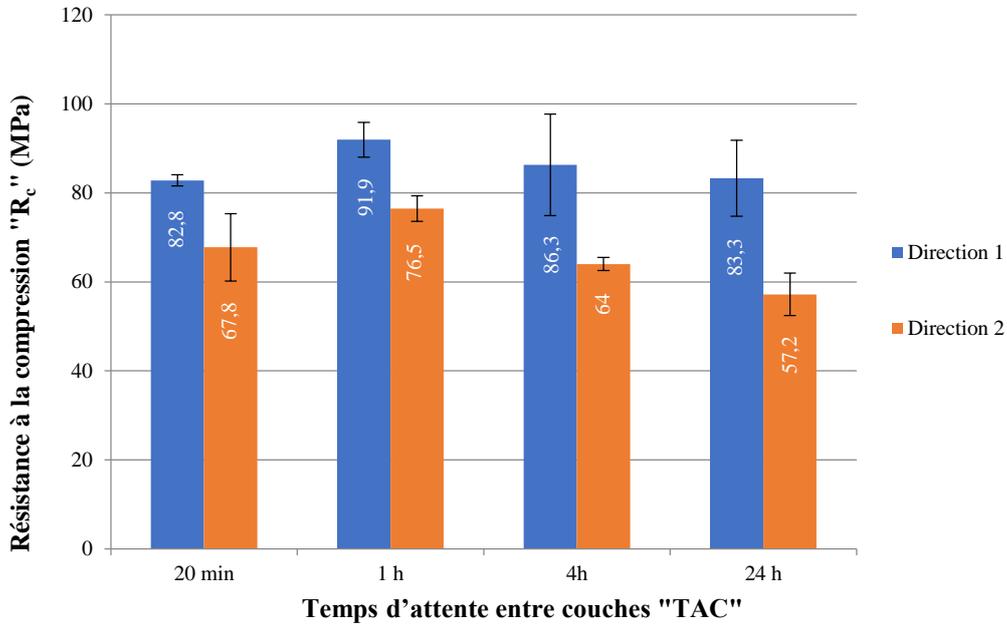


Figure 4-7: Résultats des essais de compression montrant la variation de la résistance en compression « R_c » en fonction du TAC pour les directions D_1 et D_2 ; $T=20^\circ\text{C}$ / $HR=50\%$.

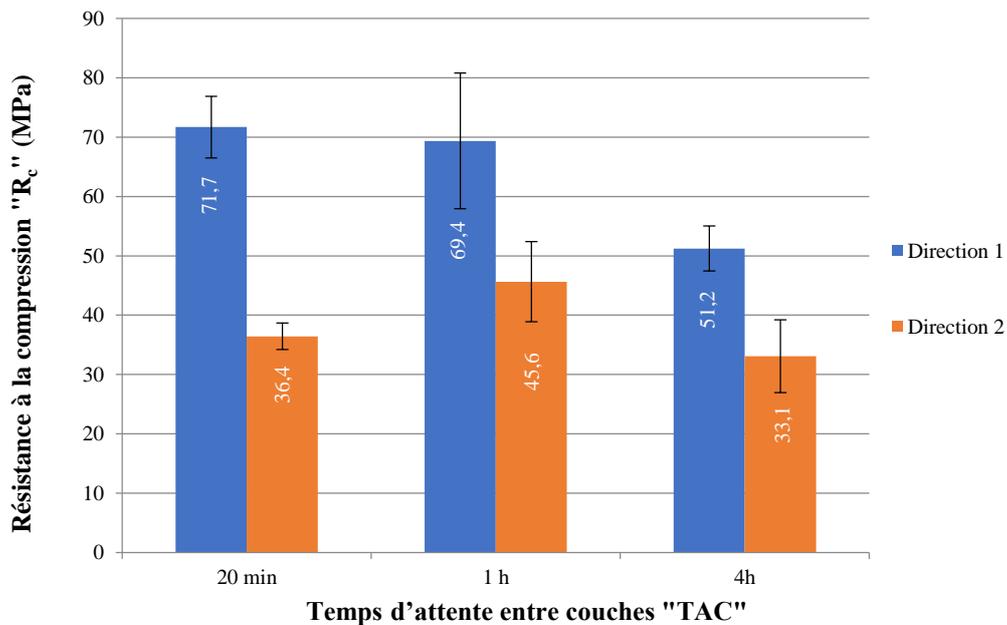


Figure 4-8: Résultats des essais de compression montrant la variation de la résistance en compression « R_c » en fonction du TAC pour les directions D_1 et D_2 ; $T=35^\circ\text{C}$ / $HR=15\%$.

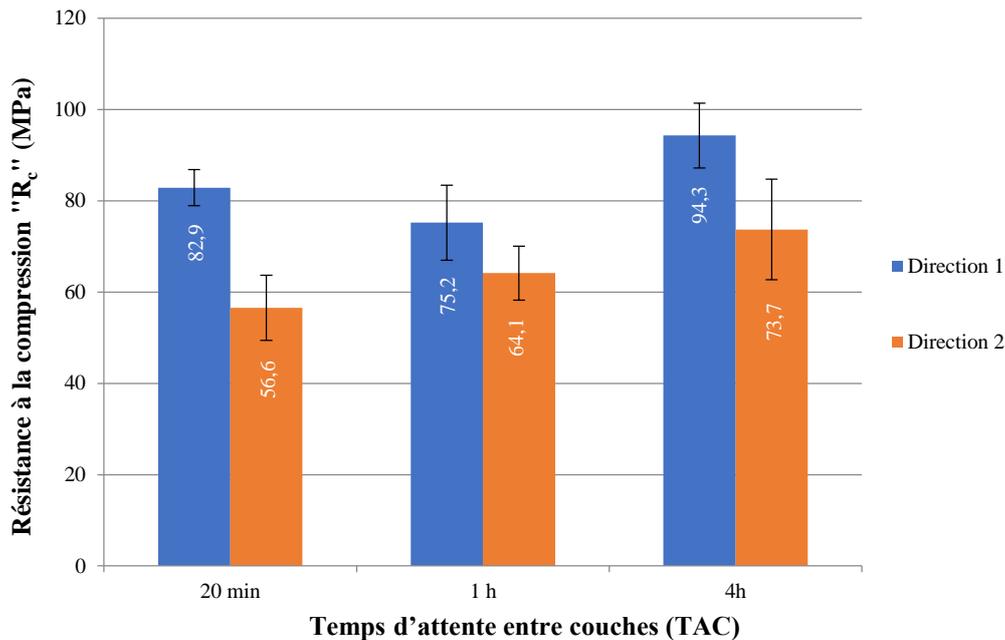


Figure 4-9: Résultats des essais de compression montrant la variation de la résistance en compression « R_c » en fonction du TAC pour les directions D_1 et D_2 ; $T=10^\circ\text{C}$ / $HR=50\%$.

Une baisse de « R_c » est pourtant remarquée pour tous les cas entre les deux directions « D_1 » et « D_2 », montrant l'anisotropie des échantillons testés due à la présence de l'interface. Pourtant cette baisse de résistance est plus marquée pour la condition extrême $T=35^\circ\text{C}$ / $HR=15\%$, donc l'anisotropie est accentuée dans ce cas, et ceci surtout par rapport aux autres conditions.

En comparant ces résultats avec ceux de la condition quasi-idéale ($T=20^\circ\text{C}$ / $HR=100\%$), comme le montre la Figure 4-10, les valeurs de résistance à la compression dans la direction 1 « D_1 » sont presque identiques pour toutes les conditions alors qu'elle baisse pour la condition $T=35^\circ\text{C}$ / $HR=15\%$, surtout pour des TAC étendus. Pour la deuxième direction « D_2 », les résultats de la Figure 4-11 montrent que les mêmes conclusions tirées précédemment pour la direction 1 « D_1 » sont valables pour la direction 2 « D_2 », avec une baisse plus importante de « R_c » pour la condition $T=35^\circ\text{C}$ / $HR=15\%$.

Nous pouvons en conclure que dans ce cas l'essai de compression ne peut détecter la sensibilité de l'interface aux variations de temps, de température et d'humidité relative que lorsque les conditions sont extrêmes et donc avec une zone interfaciale extrêmement fragile. Par contre, ce type d'essai détecte bien l'anisotropie des échantillons étudiés.

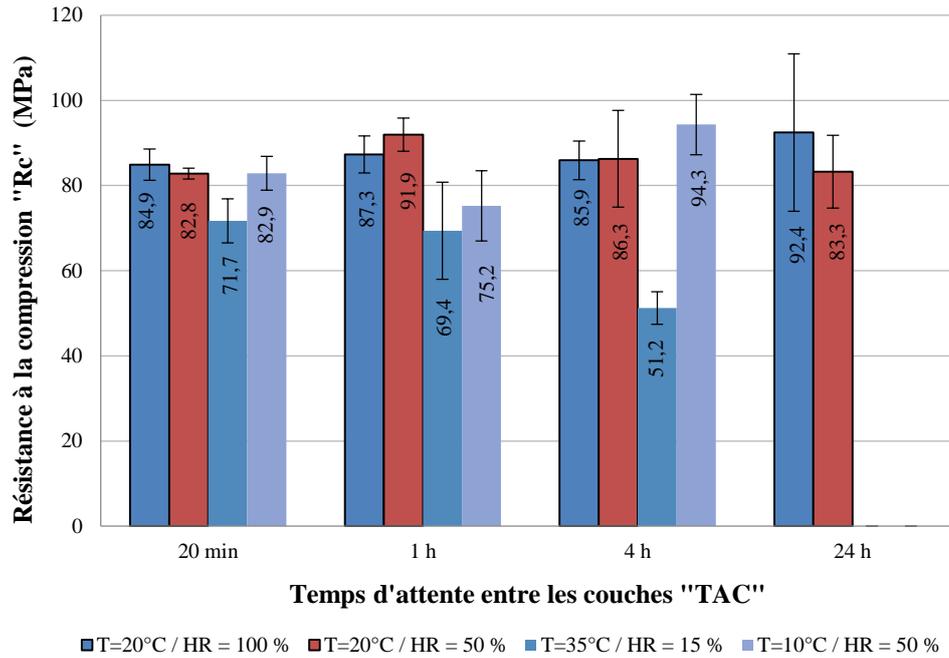


Figure 4-10: Comparaison de résultats d'essais de compression pour $T=20^{\circ}\text{C} / \text{HR} = 100 \%$, $T=20^{\circ}\text{C} / \text{HR} = 50 \%$, $T=35^{\circ}\text{C} / \text{HR} = 15 \%$ et $T=10^{\circ}\text{C} / \text{HR} = 50 \%$ dans la direction perpendiculaire à l'interface « D_1 ».

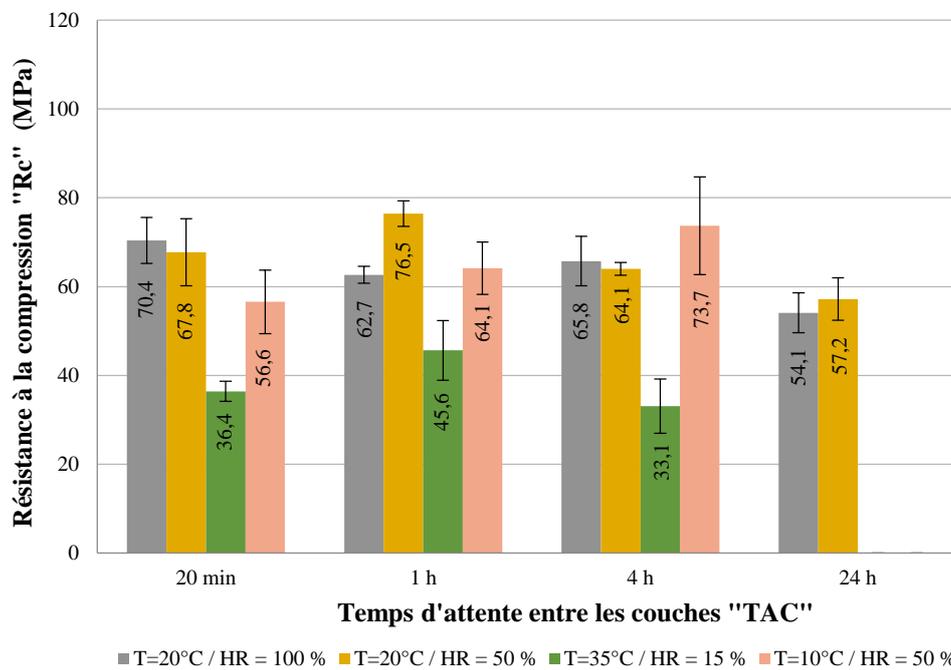


Figure 4-11: Comparaison de résultats d'essais de compression pour $T=20^{\circ}\text{C} / \text{HR} = 100 \%$, $T=20^{\circ}\text{C} / \text{HR} = 50 \%$, $T=35^{\circ}\text{C} / \text{HR} = 15 \%$ et $T=10^{\circ}\text{C} / \text{HR} = 50 \%$ dans la direction parallèle à l'interface « D_2 ».

- Essais de macroindentation instrumentée.

Afin de mieux qualifier et quantifier cette adhérence interfaciale, des essais de macroindentation instrumentée sont réalisés à l'interface en utilisant la technique déjà présentée dans la partie 2.4.3 du chapitre 2. Les mesures faites pour la condition $T=20^{\circ}\text{C} / \text{HR} = 100 \%$ (partie 3.6.2 du chapitre 3) seront refaites pour les autres conditions afin d'en tirer une valeur de charge de rupture « P_{max} » enregistrée lors de la rupture de l'échantillon sous charge progressive.

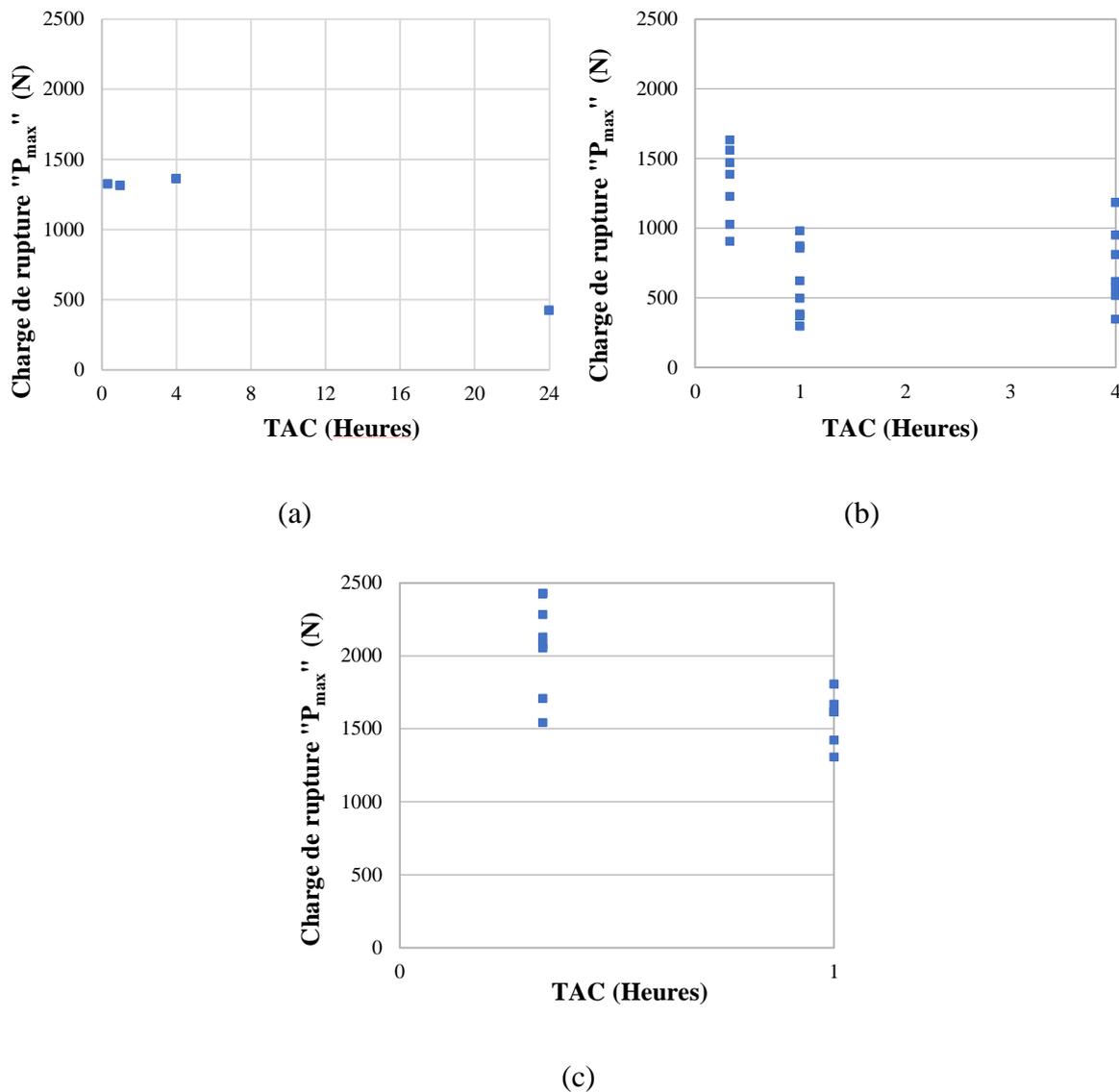


Figure 4-12: Variation de la charge de rupture « P_{max} » en fonction du temps d'attente entre les couches « TAC » ; pour $T=20^{\circ}\text{C} / \text{HR}=50 \%$, $T=35^{\circ}\text{C} / \text{HR}=15 \%$ et $T=10^{\circ}\text{C} / \text{HR}=50 \%$.

Le Figure 4-12 ci-dessus représente la variation de « P_{max} » en fonction de temps d'attente entre couches « TAC », pour les différentes conditions environnementales où il a été remarqué une diminution de la force maximale nécessaire pour fissurer et rompre à l'interface avec le temps d'attente entre les couches, et ceci pour chacune des conditions considérées.

Une diminution de « P_{max} » est aussi remarquée pour chaque « TAC » avec la dégradation des conditions thermo-hygro-métriques surtout pour la condition $T=35^{\circ}\text{C}$ / $\text{HR}=15\%$. Une représentation plus claire des résultats est faite sur la Figure 4-13, en combinant les résultats des différentes conditions de la Figure 4-12, afin de les comparer avec ceux obtenus pour $T=20^{\circ}\text{C}/\text{HR}=100\%$. Par exemple pour $\text{TAC} = 1\text{h}$, la valeur de « P_{max} » était d'environ $1720 \pm 431\text{ N}$ pour $T=20^{\circ}\text{C}/\text{HR}=100\%$, $1300 \pm 700\text{ N}$ pour $T=20^{\circ}\text{C}/\text{HR}=50\%$, et autour de $610 \pm 260\text{ N}$ en moyenne pour $T=35^{\circ}\text{C}/\text{HR}=15\%$ donc presque la moitié, et de même autour de $1500 \pm 480\text{ N}$ pour $T=10^{\circ}\text{C}/\text{HR} = 50\%$.

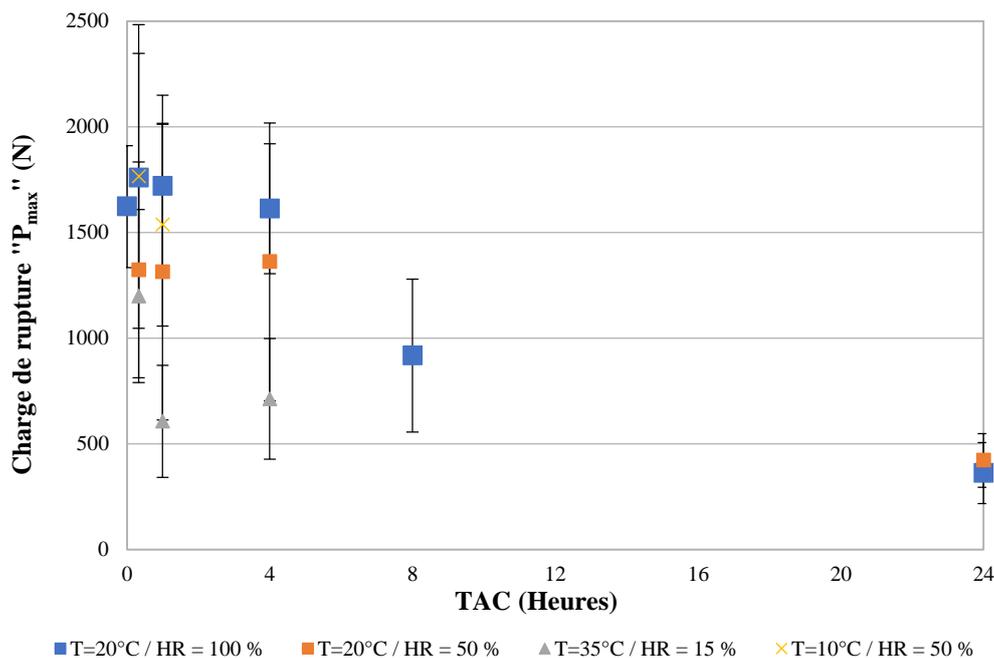


Figure 4-13: Variation de la charge de rupture « P_{max} » en fonction du temps d'attente entre les couches « TAC » ; pour différents T et HR .

- Critère de fissuration.

En plus de la force maximale à la rupture qui montre une faiblesse de l'interface avec la dégradation des conditions d'impression, une variation du mode de rupture est aussi

remarquée avec les différentes conditions. Comme déjà évoqué, normalement la fissure choisit le chemin le plus facile pour rompre l'interface. Donc si l'interface présente une certaine résistance dans des conditions favorables et que des zones fragiles sont présentes dans la matrice cimentaire, la rupture ne passe pas forcément en suivant la ligne d'interface mais plutôt vers le cœur des couches. Les Figure 4-14, Figure 4-15 et Figure 4-16 illustrent quelques exemples de différents modes de rupture des échantillons considérés pour les conditions $T=20^{\circ}\text{C}/\text{HR}=50\%$, $T=35^{\circ}\text{C}/\text{HR}=15\%$ et $T=10^{\circ}\text{C} / \text{HR}=50\%$ respectivement.

① TAC = 20 minutes



② TAC = 1 heure



③ TAC = 4 heures



④ TAC = 24 heures



Figure 4-14: Différence du mode de rupture en fonction du « TAC » pour $T=20^{\circ}\text{C} / \text{HR}=50\%$.

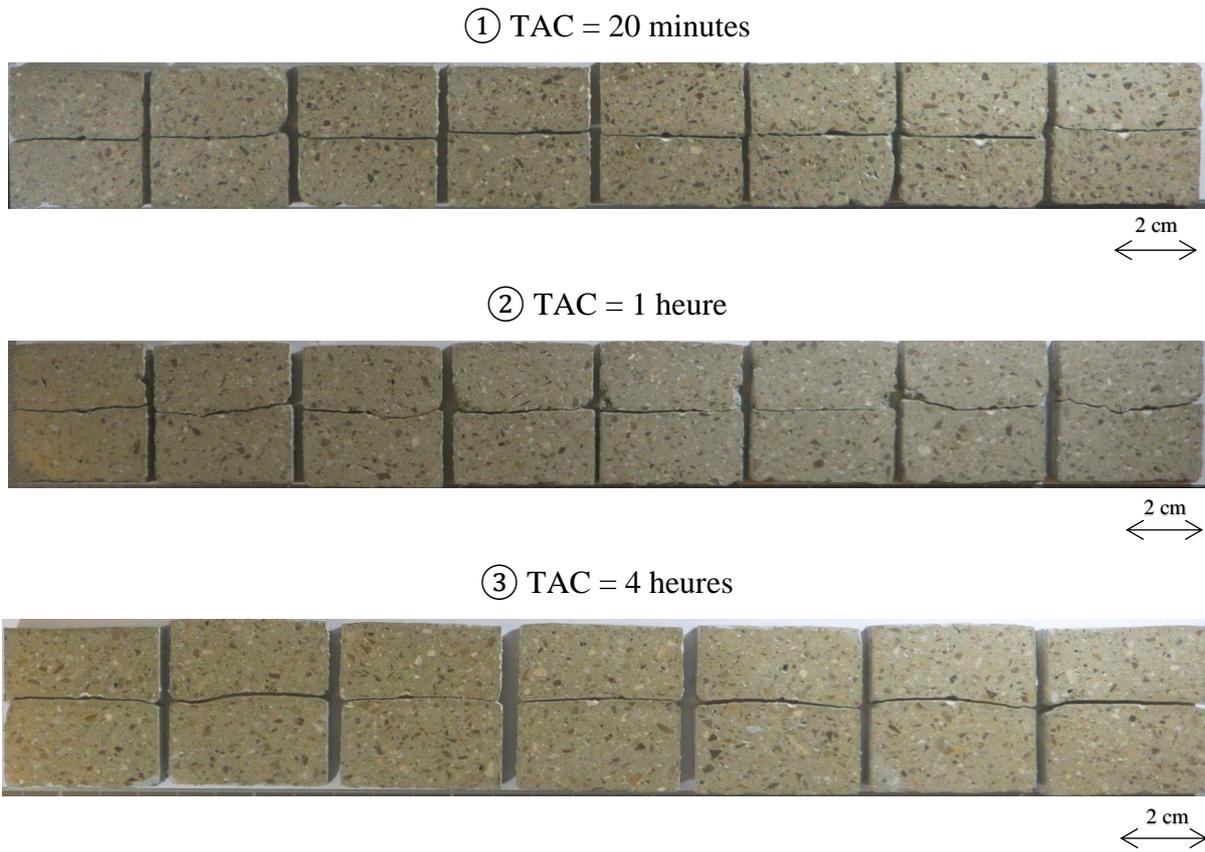


Figure 4-15: Différence du mode de rupture en fonction du « TAC » pour $T=35^{\circ}\text{C}$ / $HR=15\%$.

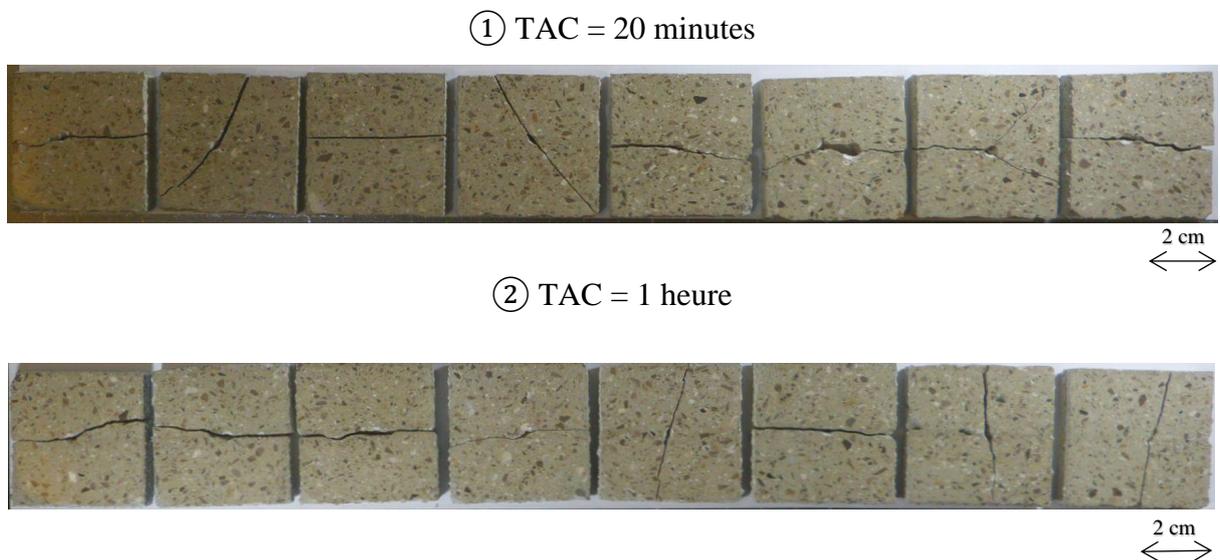


Figure 4-16: Différence du mode de rupture en fonction du « TAC » pour $T=10^{\circ}\text{C}$ / $HR=50\%$.

Le critère de fissuration « C_f » est alors calculé pour toutes les conditions en utilisant l'Eq 3-2, après interprétation des différentes images prises des échantillons. La Figure 4-17 montre sous forme d'histogramme la variation du critère de fissuration « C_f » en fonction du temps d'attente entre deux couches « TAC » pour les différentes conditions de température et d'humidité relative. Les essais non réalisables mentionnés sur le graphique de la Figure 4-17, pour $T=10^\circ\text{C}/\text{HR}=50\%$ (TAC = 4 et 24h) ainsi que pour $T=35^\circ\text{C} / \text{HR}=15\%$ (TAC = 24h), sont dus au fait que les échantillons étaient trop fragiles, impossible à préparer pour l'essai de macroindentation, et donc d'en extraire une valeur de « C_f ».

En comparant les deux conditions $T=20^\circ\text{C} / \text{HR}=100\%$ et $T=20^\circ\text{C} / \text{HR}=50\%$, il est remarqué une augmentation des valeurs de « C_f » à 20 min, 1 h et 4h de temps d'attente entre la première condition et la seconde. En revanche, à 24h la valeur de « C_f » atteint 100% dans ces deux conditions. La condition $T=10^\circ\text{C} / \text{HR}=50\%$ a montré des valeurs encore plus élevées à 20 min et 1h en comparaison avec les deux premières conditions. Il est à noter que « C_f » tend vers 100% pour les conditions extrêmes, ce qui est le cas de presque de tous les échantillons testés à $T=35^\circ\text{C} / \text{HR}=15\%$. Cela traduit bien le fait que « C_f » donne des renseignements intéressants sur la qualité de l'interface, et donc de son altération quand sa valeur tend vers 100%, avec les différentes conditions d'impression comme le temps d'attente entre les couches ou les conditions thermo-hygrométriques.

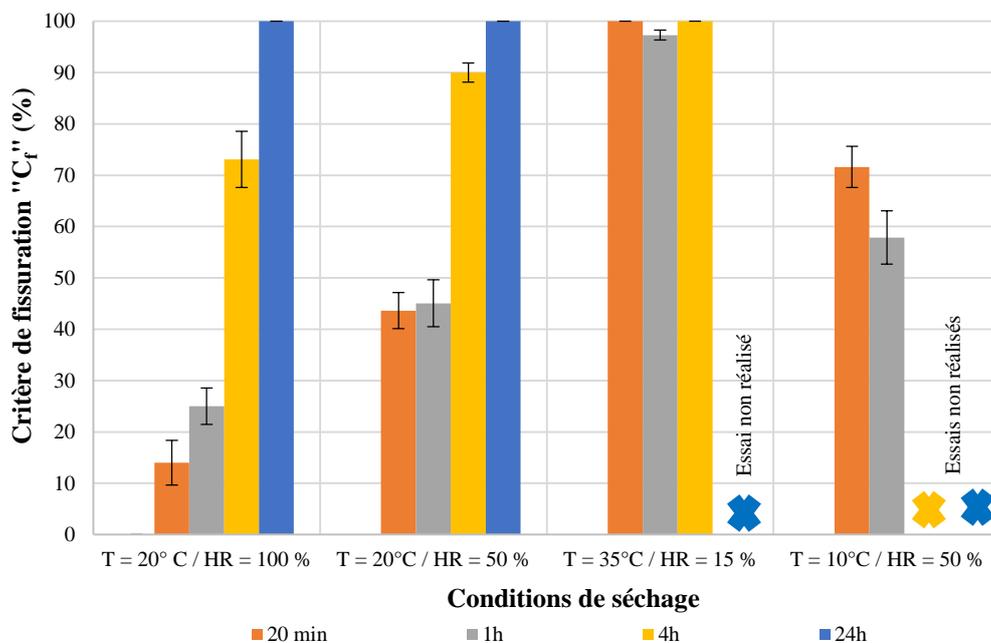


Figure 4-17: Variation du critère de fissuration « C_f » en fonction du « TAC », pour les différentes conditions de température et d'humidité relative.

- Dépouillement avancé des résultats de macroindentation.

A partir des données de macroindentation collectées, la profondeur d'indentation « h » et la charge d'indentation « P » mesurées simultanément point par point jusqu'à la rupture, il est possible de tirer une valeur de dureté Martens « H_{md} » dite dynamique, définie comme le rapport de la charge appliquée sur l'aire de contact réelle. Le concept d'indentation dynamique consiste donc à calculer la dureté, sans prendre en compte un temps de maintien à la charge considérée, tout au long du chargement en considérant chaque point de mesure sur la courbe de chargement et ce pour chaque échantillon testé en utilisant l'Eq 4-1, issue de l'Eq 1-5. Généralement en indentation instrumentée, le calcul de la dureté prend en compte le défaut de pointe dans le calcul de l'aire de contact avec des modèles plus ou moins simples. Dans notre étude, nous étudions la variation de la dureté Martens sans tenir compte du défaut de pointe, comme suit :

$$H_{md} = 0,1 \times \frac{P_i - P_0}{26,43 \left[\frac{h_i - h_0}{1000} \right]^2} \quad \text{Eq 4-1}$$

Où « H_{md} » est exprimée en kgf/mm^2 , « P_i » en N et « h_i » en microns sont les coordonnées de chaque point enregistré lors du chargement. Les valeurs de P_0 et h_0 , qui représentent la charge et la profondeur d'indentation respectivement au point initial enregistré de la courbe de chargement, sont soustraites de tous les points et ceci pour tenter de corriger les valeurs obtenues et de tenir compte d'un décalage du zéro. A noter que ces valeurs sont uniques pour chaque courbe de chargement.

La Figure 4-18 représente la variation de la dureté dynamique Martens « H_{md} », calculée à l'aide de l'Eq 4-1 en fonction de la profondeur d'indentation « h » pour un échantillon issu d'une impression à $T = 20^\circ\text{C}$ / HR = 100%, avec un TAC = 0 min.

Nous pouvons remarquer une évolution de la dureté dynamique Martens « H_{md} » en fonction de la profondeur d'indentation « h », avec des valeurs de dureté très élevées pour les premiers microns lors du contact de la pointe de l'indenteur avec la surface de l'échantillon, et qui diminuent avec l'enfoncement de la pointe dans le matériau testé.

Habituellement, le point ultime marqué sur la Figure 4-18 est utilisé pour calculer la valeur de la dureté Martens du matériau testé « H_{md} », étant la valeur obtenue à la profondeur maximale d'enfoncement de l'indenteur. Cette méthode de calcul sera notre première façon pour obtenir les valeurs de dureté Martens, notée « $H_{md} (1)$ ».

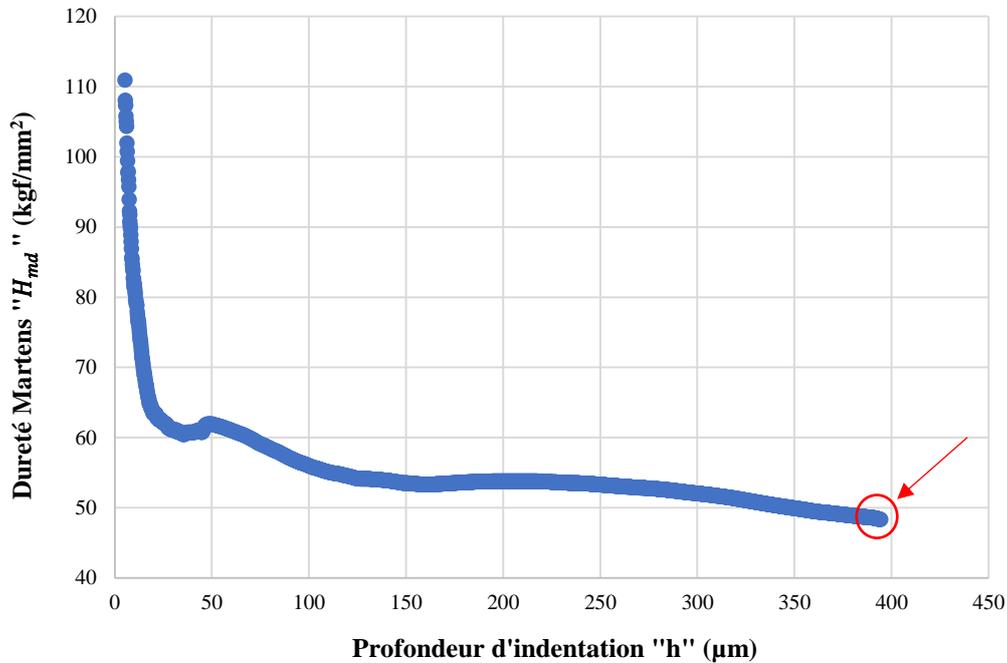


Figure 4-18: Variation de la dureté dynamique « H_{md} » en fonction de la profondeur d'indentation « h_i » pour l'échantillon 1 (TAC=0 min / T= 20°C / HR=100%).

En plus, la dureté, en général, s'exprime par le rapport de la charge appliquée sur une aire représentative de l'enfoncement de l'indenteur dans le matériau. En indentation classique, sa valeur se calcule à partir de l'empreinte résiduelle en considérant soit l'aire de contact théorique indenteur/matériau (dureté Vickers) soit l'aire de contact projetée à la surface de l'échantillon (dureté Meyer). En indentation instrumentée, l'enregistrement en continu de la force appliquée et de la pénétration de l'indenteur permet d'envisager la prise en compte des déformations autour de l'empreinte. Ainsi, on peut se rapprocher de la dureté Vickers en considérant la dureté Martens qui utilise l'aire de contact réelle, comme Vickers, mais calculée à partir de la profondeur maximale atteinte pendant l'indentation et non de la diagonale de l'empreinte résiduelle (Chicot *et al.* 2014).

Les deux grandeurs considérées, la diagonale de l'empreinte et la profondeur d'indentation, sont reliées par des relations géométriques liées à la forme de l'indenteur Vickers pyramidale à base carrée. D'un point de vue purement géométrique il existe une relation simple entre la

diagonale du carré de la base de la pyramide Vickers et sa hauteur, liée au demi-angle au sommet de la pyramide pris entre les arêtes, soit 74° . Ainsi, on obtient la relation suivante :

$$d_p = 2 \tan 74^\circ \times h_p = 6,975 \times h_p \approx 7 h_p \quad \text{Eq 4-2}$$

Où « d_p » et « h_p » sont la diagonale de la base et la hauteur de la pyramide Vickers respectivement.

De ce fait, nous pouvons dire que les duretés Martens et Vickers sont comparables d'un point de vue théorique, comme prouvé mathématiquement d'après la relation reliant la diagonale et la profondeur (Eq 4-2), ainsi qu'en se basant sur leurs formules respectives (Eq 1-2 et Eq 1-5). En effet, on peut démontrer que :

$$H_{m_d} = \frac{P}{26,43 h^2} = \frac{P}{26,43 \left(\frac{d}{7}\right)^2} = \frac{49}{26,43} \frac{P}{d^2} = 1,854 \frac{P}{d^2} = HV \quad \text{Eq 4-3}$$

Donc, la Figure 4-18 est comparable à une courbe de dureté Vickers « HV » en fonction de la diagonale de l'empreinte « d » si on remplace la profondeur par la diagonale d'empreinte, en appliquant simplement l'Eq 4-2.

Dans notre étude, et vu que les essais sont réalisés au niveau de l'interface, le but est de comparer les résultats obtenus en termes de dureté interfaciale « HV_{int} » avec celles de dureté Martens dynamique. La Figure 4-19 représente la variation de la dureté Vickers interfaciale « HV_{int} » issue des profils de microindentation faits à l'interface avec une charge de $P = 0,025$ kgf (partie 3.3.3), et ceci en fonction de la dureté Martens calculée pour les différentes conditions thermo-hygrométriques. Vu que plusieurs échantillons (6 voire plus) étaient testés en macroindentation pour chacune des conditions, une valeur moyenne par condition de TAC est considérée. Le but est de voir si l'on retrouve les mêmes valeurs ou, à défaut, évolue dans le même sens. Ces valeurs de dureté Martens ont été déduites de la courbe (h, H_{m_d}) tracée précédemment (Figure 4-18), en considérant la valeur la plus faible pour chaque échantillon, notée « $H_{m_d}(1)$ », en référence à notre première méthode de calcul de la dureté Martens, comme expliqué précédemment.

Une variation presque linéaire des valeurs « HV_{int} » en fonction des « $H_{md}(1)$ » est remarquée, montrant que les deux duretés évoluent dans le même sens et sont assez comparables.

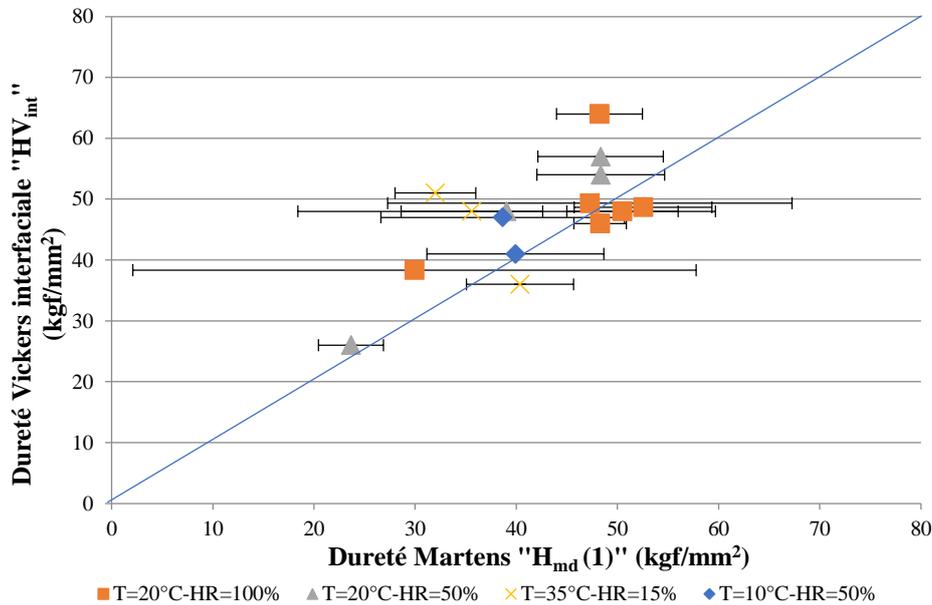


Figure 4-19: Variation de la dureté Vickers interfaciale « HV_{int} » en fonction de la dureté Martens « $H_{md}(1)$ » pour toutes les conditions en utilisant la première méthode de calcul.

Cependant, en se référant sur la Figure 4-18, on peut remarquer que la dureté est très élevée pour les premiers microns lors du contact de la pointe de l'indenteur avec la surface de l'échantillon et les premières valeurs de profondeur d'enfoncement. La valeur de dureté Martens « H_{md} » passe de 110 à 60 kgf/mm² sur les premiers 50 microns. Toutefois, il convient de considérer les capacités de l'instrument. Pour une mesure acceptable, le fabricant indique une valeur minimale de charge d'indentation de 5 N. Il n'est donc pas recommandé de considérer l'ensemble des points correspondant à des charges inférieures. A partir de cette charge limite, l'enregistrement des données charge/déplacement nous permet d'établir une correspondance en termes de pénétration à environ 20 microns selon l'essai, noté « h_{min} ». Ainsi dans la suite, nous prenons en considération uniquement les points situés entre « h_{min} » et « h_{max} ». Entre ces deux limites, la dureté mesurée varie encore dans une relative grande amplitude due probablement à l'hétérogénéité du matériau. Pour prendre en compte cette hétérogénéité, nous proposons de calculer une dureté Martens moyenne « $H_{md}(2)$ » calculées avec toutes les valeurs de « H_{md} » dans cet intervalle. La notation « $H_{md}(2)$ » correspond à notre deuxième méthode considérée pour le calcul de la dureté Martens. Cette

valeur nous paraît plus représentative de la dureté du matériau car elle prend en compte son hétérogénéité plutôt que la valeur calculée au point ultime « $H_{md}(1)$ » vue précédemment qui ne donne la dureté qu'à un point particulier et donc que pour un volume de matériau donné.

Toutefois, il faut noter que très peu de points sont éliminés en considérant cette valeur de 5 N comme étant la charge minimale. En effet, seuls quelques points sont éliminés de la courbe (h, H_{md}) , comme on peut le constater sur la Figure 4-20. Malgré tout, ce sont des points où la dureté Martens est élevée et ils ont une influence non négligeable sur le calcul de la valeur moyenne « $H_{md}(2)$ » même si cela ne concerne que les tous premiers microns d'enfoncement.

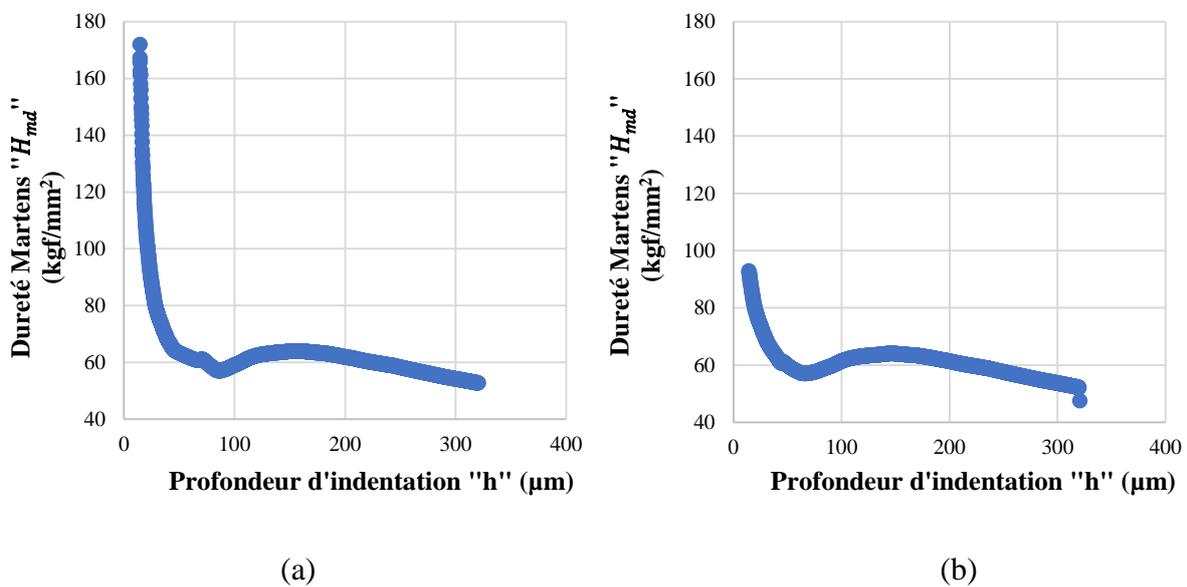


Figure 4-20: Variation de la dureté Martens « H_{md} » en fonction de la profondeur « h » pour l'échantillon 2 ($TAC=0$ min / $T = 20^{\circ}C$ / $HR=100\%$) : (a) en considérant tous les points ;(b) après élimination de points sous 5 N.

Les valeurs de la dureté Vickers interfaciale « HV_{int} » sont alors tracées en fonction des valeurs de dureté Martens « $H_{md}(2)$ » déduites selon la deuxième méthode (Figure 4-21). Alors les valeurs ici montrent plus une tendance linéaire, que celles déjà représentées sur la Figure 4-19.

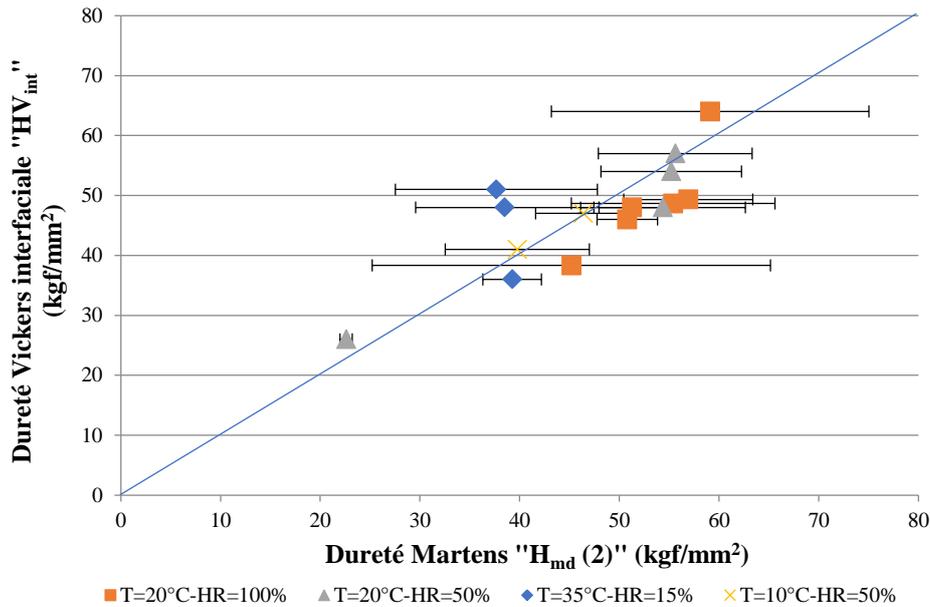


Figure 4-21: Variation de la dureté Vickers interfaciale « HV_{int} » en fonction de la dureté Martens « $H_{md}(2)$ » pour toutes les conditions en utilisant la deuxième méthode de calcul.

D'autre part, généralement la courbe au chargement dans le domaine de la macroindentation suit la loi représentée par l'Eq 4-4 d'Olier et Phaar 1992 (Figure 1-19), laquelle ne prend pas en compte le défaut de pointe qui est négligeable dans ce domaine de charges :

$$P = C \times h^n \quad \text{Eq 4-4}$$

Où « P » est la charge d'indentation appliquée, « h » la profondeur de pénétration de la pointe en indentation et « C » une constante caractéristique du matériau liée à sa dureté. L'exposant n (indice de Meyer) est considéré égal à 2 étant donné d'une part qu'il n'y pas d'effet de taille en macroindentation et d'autre part que la forme de la pointe utilisée est pyramidale.

Donc, et en se référant sur l'Eq 1-5 ou l'Eq 4-1 exprimant la dureté Martens, finalement on peut déduire que C et H_{md} sont reliés selon l'Eq 4-5, ce qui est valable car il est généralement reconnu que la macrodureté n'est pas affectée par l'ISE.

$$C = 26,43 \times H_{md} \rightarrow H_{md} = C/26,43 \quad \text{Eq 4-5}$$

D'où une nouvelle méthode pour calculer la dureté dynamique à partir de « C ». On pourra faire un lissage polynomial mais ceci implique l'introduction d'une incertitude de mesure des points de dureté et aussi l'influence des premiers pointés.

En partant de l'Eq 4-4, et en passant en dérivée, on peut remarquer que « $\frac{dP}{dh}$ » et la pénétration « h » sont proportionnelles (représentation linéaire) (Figure 4-22), selon l'Eq 4-6 :

$$\frac{dP}{dh} = 2C \times h = \Delta \times h \quad \text{Eq 4-6}$$

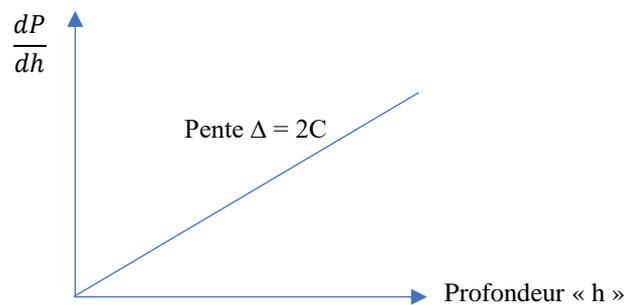


Figure 4-22: Variation de la dérivée « $\frac{dP}{dh}$ » en fonction de la profondeur d'indentation « h ».

Donc, et d'après l'Eq 4-5, nous pouvons conclure que :

$$H_{m_d} = \frac{c}{26,43} = \frac{\Delta/2}{26,43} \rightarrow H_{m_d}(3) = \frac{\Delta}{52,86}$$

Une troisième méthode basée sur le calcul des moyennes glissantes est alors proposée, plus précisément on introduit la notion de moyenne glissante sur la profondeur d'indentation « h » et la charge d'indentation appliquée « P ». L'objectif final est de proposer une méthode de calcul de la dureté dynamique noté « $H_{m_d}(3)$ » qui prend en compte les irrégularités tout au long de la courbe de chargement.

Pour le calcul de la moyenne, si on considère chaque point consécutif lors du chargement, on introduit inévitablement une grande dispersion des données liée à la fréquence d'acquisition. En effet en pratique il est possible d'obtenir des pentes négatives ce qui n'a pas de sens physique. Pour éviter ces erreurs de calcul, nous proposons de calculer des moyennes dites glissantes en considérant à chaque fois un certain nombre de points allant de 2 à 20. Le

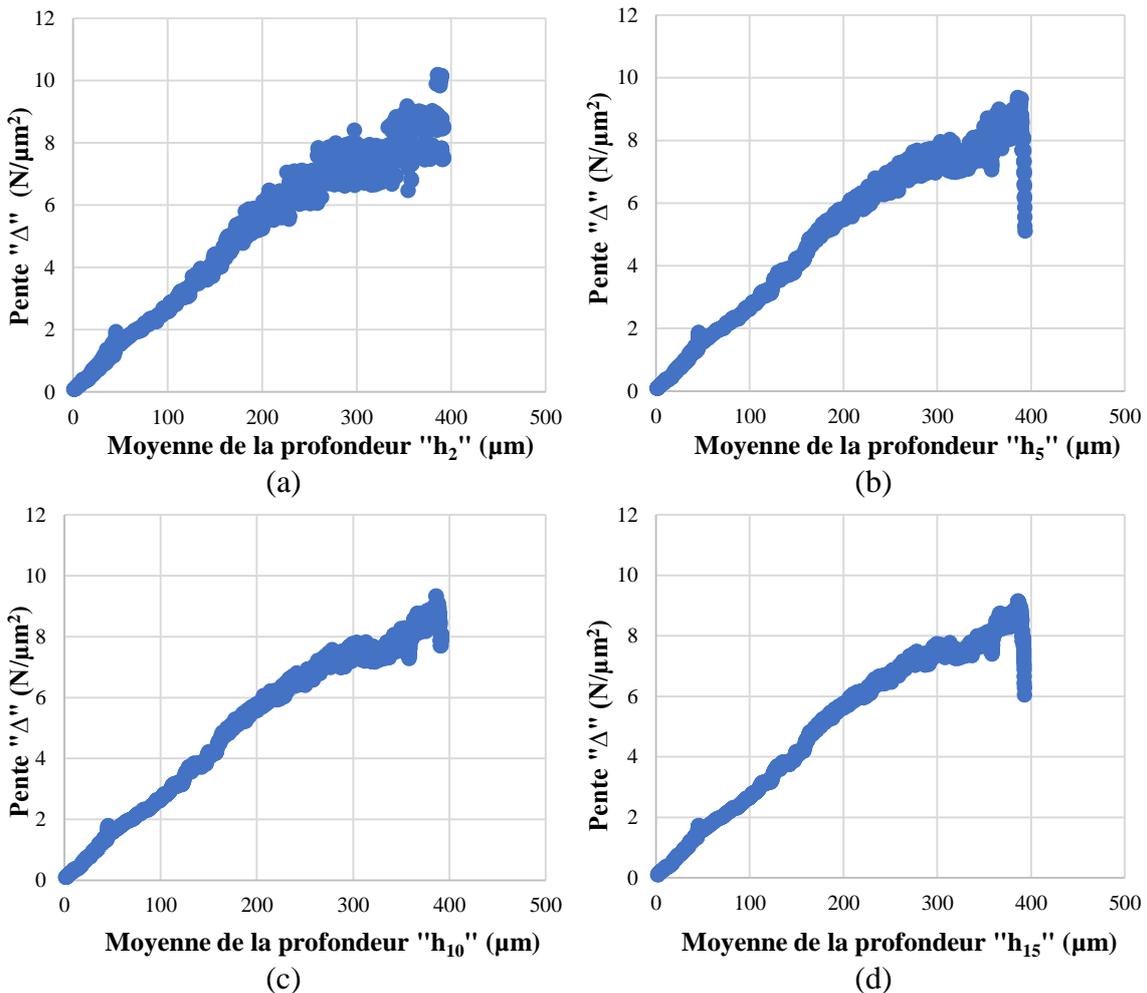
principe est de calculer la moyenne des charges et des profondeurs d'indentations sur x points, de refaire ce calcul sur x points glissants de 1 point.

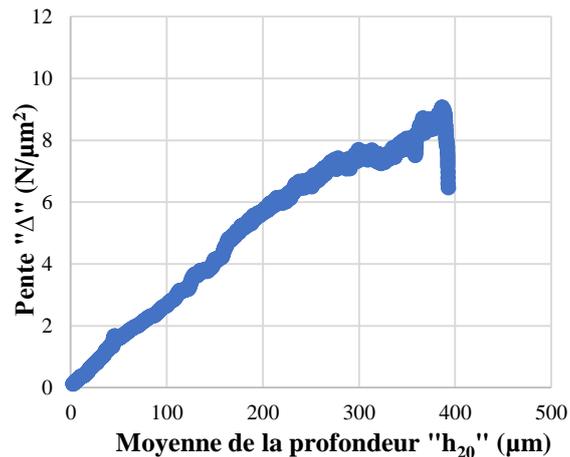
L'expression générale qui permet de calculer la pente au chargement, « $\Delta_{i,i+x}$ », prend en compte ces calculs de moyennes suivant l'Eq 4-7 :

$$\Delta_{i,i+x} = \frac{\sum_{i+1}^{i+1+x} \left(\frac{P_i}{X}\right) - \sum_i^{i+x} \left(\frac{P_i}{X}\right)}{\sum_{i+1}^{i+1+x} \left(\frac{h_i}{X}\right) - \sum_i^{i+x} \left(\frac{h_i}{X}\right)} = \frac{(\bar{P}_x)_{i+1} - (\bar{P}_x)_i}{(\bar{h}_x)_{i+1} - (\bar{h}_x)_i} \quad \text{Eq 4-7}$$

Où « $(\bar{P}_x)_i$ » représente la moyenne des charges d'indentation et « $(\bar{h}_x)_i$ » la moyenne des profondeurs d'indentation calculées sur x points et affectées au point « i » et « x » est le nombre de points considérés pour calculer la moyenne glissante.

La pente « $\Delta_{i,i+x}$ » est alors tracée en fonction de la moyenne de la profondeur d'indentation « $(\bar{h}_x)_i$ », illustrée par la Figure 4-23.





(e)

Figure 4-23: Variation de la pente « Δ » en fonction de la moyenne de la profondeur d'indentation « h_x » pour l'échantillon 1 ($TAC=0$ min / $T=20^\circ\text{C}$ / $HR=100\%$) en considérant (a) 2 points, (b) 5 points, (c) 10 points, (d) 15 points et (e) 20 points.

Comme on pouvait s'y attendre, la Figure 4-23 montre très bien que plus le nombre de points considérés dans le calcul de la pente glissante augmente, plus la courbe s'affine. C'est pourquoi la moyenne glissante obtenue sur 20 points sera considérée dans le reste de notre étude. Ensuite, pour avoir des valeurs et des courbes plus correctes, « $h_i - h_0$ » et « $P_i - P_0$ » sont considérés dans le calcul de « Δ » pour corriger le point de contact à zéro. Notons que les valeurs de « h_0 » et « P_0 » varient pour chaque échantillon comme nous l'avons déjà mentionné.

D'après la Figure 4-24, on note la présence d'un point d'inflexion à environ 270 microns, noté « I » ($h_i = 270 \mu\text{m}$, $\Delta = 7,5 \text{ N}/\mu\text{m}^2$), qui représente un incident qui a eu lieu lors de l'essai d'indentation : des irrégularités qui peuvent se présenter comme des porosités ou des phases plus dures que l'indenteur rencontre durant son enfoncement (et/ou des défauts de la matrice cimentaire). Donc, à partir de ce point, nous avons une pente constante, en d'autres termes un palier, jusqu'à 325 microns où l'indenteur rejoint de nouveau le matériau initial (même nature de la phase indenté avant le point d'inflexion) pour avoir un parallélisme de courbes jusqu'à la rupture. Ceci pourra aussi révéler qu'il y ait eu une première rupture causant l'initiation d'une fissure, puis une propagation de la fissure initiée jusqu'à une deuxième rupture, ce qu'on appelle l'amorçage de la propagation de fissure. Cette distance « x » marquée sur la Figure 4-24 représente alors soit la distance parcourue par la pointe dans une porosité et/ou une irrégularité dans la matrice cimentaire, soit la distance de propagation de la fissure initiée.

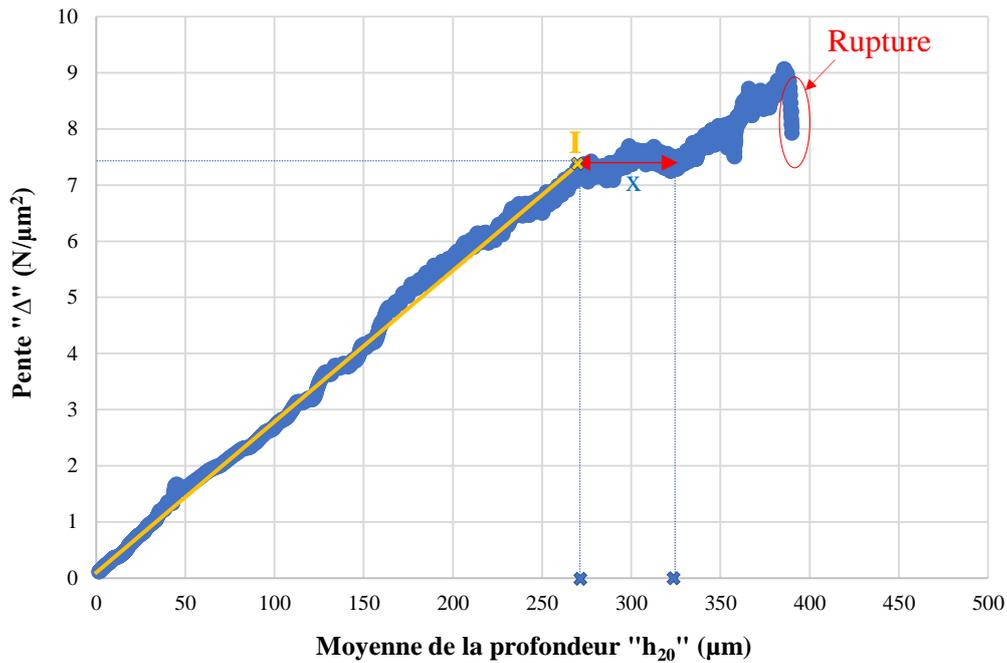


Figure 4-24: Variation de la pente « Δ » en fonction de la moyenne de la profondeur sur 20 points « h_{20} » (Echantillon 1 : TAC=0 min / T=20°C / HR=100%).

Si nous comparons la courbe de la Figure 4-24 pour le même échantillon à sa courbe de chargement initiale (Figure 4-25), quasiment aucune perturbation ne se voit au niveau de cette profondeur (double flèche sur la Figure 4-25). Ceci pourra montrer que la charge à la rupture « P_{\max} » tirée des essais de macroindentation instrumentée interfaciale est importante mais parfois une initiation de fissure est possible même avant la rupture totale de l'échantillon.

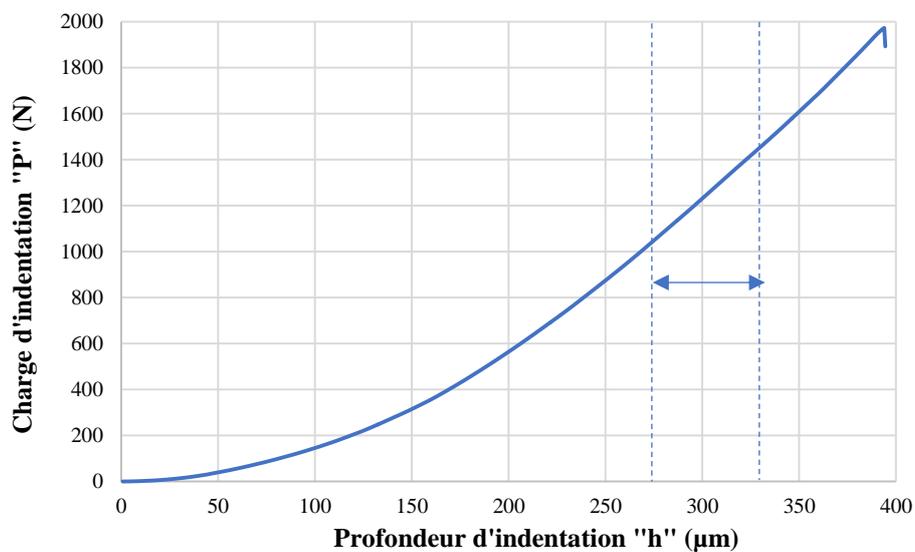


Figure 4-25: Courbe de chargement de l'échantillon 1 (TAC=0 min / T = 20°C / HR=100%).

En considérant la première partie linéaire de la courbe de la Figure 4-24, et afin d'appliquer le calcul précédent sur l'échantillon 1 (TAC = 0 min / T=20°C / HR=100%), nous pouvons déduire que : $H_{m_d}(3) = \frac{10}{375 \times 52,86} \times 10^7 \sim 50,5 \text{ kgf/mm}^2$

Cette valeur représente une dureté que nous pensons encore plus représentative car elle permet de s'affranchir de certains phénomènes pouvant survenir lors du chargement ce qui expliquerait par exemple la portion horizontale de la Figure 4-24, qui représente en effet un enfoncement plus rapide de l'indenteur, comme le montre de manière schématique la Figure 4-26.

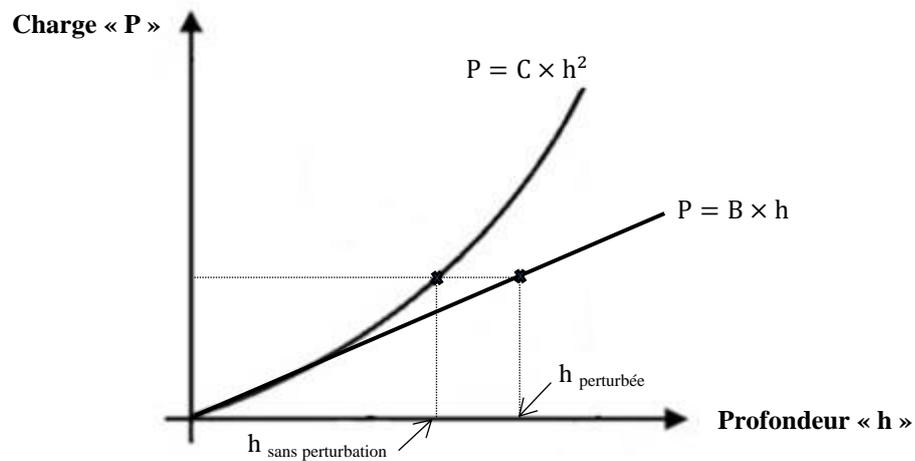


Figure 4-26 : Schéma du phénomène observé dans la zone de perturbation de la courbe charge-déplacement.

En conclusion, la Figure 4-27 représente la variation de la dureté Vickers interfaciale « HV_{int} » en fonction des valeurs de « $H_{m_d}(3)$ » obtenus par la troisième méthode.

En comparaison avec la Figure 4-19 et Figure 4-21, ces valeurs représentées par la Figure 4-27 sont les plus rapprochées de la linéarité avec des valeurs d'écart-types beaucoup plus faibles. Ceci confirme la validité de cette méthode, par rapport aux deux précédentes.

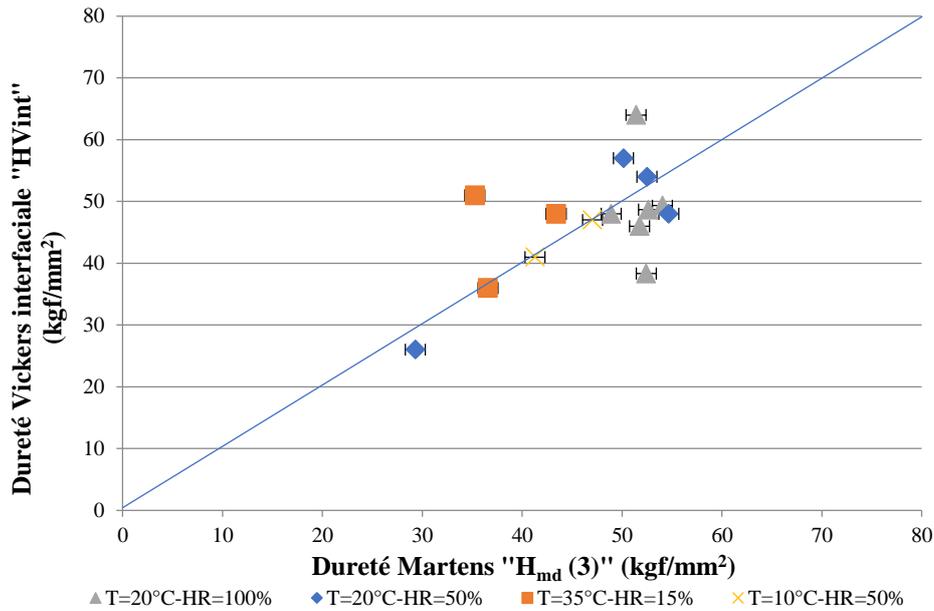


Figure 4-27: Variation de la dureté Vickers interfaciale « HV_{int} » en fonction de la dureté Martens « $H_{md}(3)$ » pour toutes les conditions en utilisant la troisième méthode de calcul.

Afin de mener une comparaison plus fiable des trois méthodes de calcul, nous avons procédé au calcul d'un coefficient de variation (nommé aussi écart-type relatif), point par point, et ceci pour chaque méthode en calculant une moyenne. Dans notre cas, ceci correspond à la dispersion des résultats de la dureté Martens par rapport à la dureté Vickers obtenue à l'interface. Celui-là permet de mesurer la dispersion relative des résultats obtenus autour d'une certaine moyenne. Le coefficient de variation « CV_i » est calculé alors de la manière suivante (Eq 4-8) :

$$CV_i = \frac{|H_{m(i)} - HV_{int}|}{HV_{int}} \times 100 \quad \text{Eq 4-8}$$

« CV_{i_m} » représente alors la moyenne de tous les coefficients de variation calculés pour une certaine méthode de calcul où l'indice « i » correspond au numéro de la méthode de calcul adoptée. Les calculs ont abouti aux valeurs suivantes : $CV_{1_m} = 14,56\%$, $CV_{2_m} = 10,21\%$ et $CV_{3_m} = 11,5\%$. Ceci montre que la première méthode de calcul est la moins fiable ayant le coefficient de variation le plus élevé. La plus faible donnerait sans doute la meilleure méthode. On peut remarquer que les coefficients de variation de la deuxième et de la troisième méthode sont assez proches ce qui montrent la fiabilité des deux méthodes, les deux étant très différentes l'une de l'autre. Mais, la troisième méthode reste, à notre avis, la plus

représentative permettant de s'affranchir de certains phénomènes pouvant survenir lors du chargement, et qui ne sont pas forcément pris en compte par le calcul suivant la deuxième méthode.

4.3 Conclusion.

Étant donné que le séchage joue un rôle prédominant dans la formation des interfaces entre les couches imprimées, nous avons voulu dans ce chapitre étudier des conditions variées de température et d'humidité relative. Le but est de déceler l'influence de ces conditions sur la qualité de l'interface. Différentes conditions thermo-hygrométriques ont été considérées : $T=20^{\circ}\text{C}$ / $\text{HR}=50\%$, $T=35^{\circ}\text{C}$ / $\text{HR}=15\%$ et $T=10^{\circ}\text{C}$ / $\text{HR}=50\%$ afin d'obtenir des conditions de séchage plus importantes que cela à $T=20^{\circ}\text{C}$ / $\text{HR}=100\%$. Une caractérisation mécanique de l'interface, en indentation classique et instrumentée ainsi qu'en compression a été faite, afin de mener une étude comparative avec la condition traitée dans le chapitre 3 : $T=20^{\circ}\text{C}/\text{HR}=100\%$. Ceci a été fait en appliquant les différents critères proposés dans les chapitres précédents.

Nous avons remarqué une augmentation du critère de fragilité interfaciale « IWC » avec la dégradation des conditions thermo-hygrométriques. Pour une condition quasi-idéale ($T=20^{\circ}\text{C}$ / $\text{HR}=100\%$), « IWC » variait faiblement avec le « TAC » alors que pour des conditions plus sévères ($T=35^{\circ}\text{C}$ / $\text{HR}=15\%$ par exemple), une grande variation est constatée. Une baisse de la résistance à la rupture « R_c » en compression est remarquée entre les deux directions perpendiculaire et parallèle à l'interface (anisotropie accentuée), plus particulièrement pour la condition extrême « $T=35^{\circ}\text{C}$ / $\text{HR}=15\%$ » par rapport aux autres conditions. En outre, une diminution de la charge maximale à la rupture « P_{max} » est remarquée avec la dégradation des conditions de T / HR ainsi qu'avec le « TAC » ; ceci avec le critère de fissuration « C_f » résultant de l'indentation instrumentée à l'interface qui tend vers 100% pour les conditions extrêmes engendrant un séchage important.

De tout ceci, on peut conclure que des conditions sont plus favorables que d'autres pour l'impression en 3D de mortier, et surtout à la qualité de l'interface. A part le temps d'attente qui doit être court (bien avant le temps de début de prise du mortier), les conditions thermo-hygrométriques doivent être convenables à cette interface pour un faible séchage ($T=20^{\circ}\text{C}$ et 100% HR). Pour d'autres conditions de T et HR, le séchage pourra être plus marqué et donc une dégradation plus ou moins rapide de la qualité de l'interface avec le TAC

est attendue. Néanmoins, un domaine de valeurs ne peut pas être fixé individuellement pour chaque condition. Une combinaison de valeurs convenables, entre le temps d'attente entre les couches, la température et l'humidité relative doit être choisie pour réussir une impression 3D. Toute sélection inappropriée de ces paramètres peut avoir une influence significative sur l'objet final imprimé en 3D surtout due à une fragilité interfaciale entraînant une perte de performance mécanique de l'objet imprimé. Donc, et suite à l'analyse faite dans ce chapitre, la condition $T=20^{\circ}\text{C}$ / $\text{HR}=100\%$ reste la plus convenable avec un temps ne dépassant pas 1 heure d'attente entre les couches. Aussi, la condition $T=20^{\circ}\text{C}$ / $\text{HR}=50\%$ a présenté de bons résultats, en termes de caractéristiques mécaniques, pour ces temps courts. Nous recommandons ainsi de s'éloigner des hautes températures, basses températures, des taux d'humidité relative faible et des arrêts prolongés en général entre les dépositions successives de couches. Si les conditions de température et d'humidité relative ne sont pas favorables lors de l'impression, il faut respecter un temps d'attente entre les couches faible (quelques minutes) pour préserver la qualité mécanique de l'objet imprimé.

D'un autre côté, nous avons développé une méthode de dépouillement plus fiable à la suite des essais de macroindentation interfaciale en se basant sur la dureté Martens dite dynamique, et qui prend en compte des phénomènes divers au cours du chargement qui ne sont pas forcément pris en compte en considérant la dureté Vickers résultant des essais de microindentation à l'interface, ou en considérant la charge critique à la rupture comme critère de comparaison lors des essais de macroindentation instrumentée à l'interface.

Notons enfin que les critères proposés, IWC et C_f , confortés dans ce chapitre sont des critères pertinents susceptibles de caractériser le comportement mécanique à l'interface et de donner des renseignements utiles sur sa fragilité.

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

Ce travail de thèse s'inscrit principalement dans la caractérisation des interfaces de bétons imprimés en 3D. L'objectif de cette étude est d'étudier les relations entre les conditions de séchage comme le temps d'attente entre deux passages « TAC », les conditions thermo-hygrométriques (température et humidité relative) sur la qualité de la liaison entre les couches imprimées. La qualité de cette interface est évaluée à l'aide d'analyses MEB-EDS, d'essais d'indentation classique et instrumentée à différentes échelles de mesure, ainsi qu'avec des essais de compression. Les essais sont réalisés sur des corps d'épreuve imprimés dans différentes conditions de fabrication et différentes conditions environnementales.

D'après les analyses MEB-EDS menées dans les zones au voisinage de l'interface, nous n'avons pas pu déceler une interface chimique. D'après les cartographies en éléments, ainsi qu'à partir des profils de variation des pourcentages atomiques des différents éléments perpendiculairement à l'interface, aucun des éléments sélectionnés (pouvant démontrer la présence ou pas de certains produits d'hydratation) n'a pu être identifié dans la zone interfaciale analysée.

D'autre part, nous avons proposé une nouvelle méthode de mise en place simulant l'impression 3D à l'échelle du laboratoire. Les échantillons moulés imprimés issu de ce mode de préparation sont comparables à ceux imprimés avec le pistolet, et donnent des résultats similaires en termes de caractéristiques mécaniques. Ceci nous a poussés à retenir cette méthode de mise en place pour la réalisation des essais de compression nécessitant des surfaces planes.

Les essais de compression, désormais possible avec la nouvelle méthode de mise en place, n'ont montré aucune variation significative, mis à part de confirmer l'anisotropie des éléments imprimés lorsqu'ils sont testés parallèlement et perpendiculairement au plan de l'interface.

Par contre, la comparaison des profils dureté-distance mesurés perpendiculairement à l'interface en indentation classique a révélé une diminution significative de la dureté avec le TAC, ainsi qu'un élargissement de la zone affectée assimilée à une zone de fragilité. Sur cette base, nous avons établi un critère de fragilité interfaciale, appelé « IWC », qui prend en compte à la fois la baisse de dureté et l'étendue de la zone sur laquelle la dureté évolue par

rapport à celle du cœur des couches. Nous avons observé que ce paramètre augmente en fonction du temps d'attente entre les couches montrant une dégradation de l'interface.

Les essais de macroindentation instrumentée à l'interface ont montré des différences significatives en fonction des conditions d'impression. En effet, la charge de rupture de l'interface appelée « P_{max} » diminue avec l'augmentation du TAC, montrant divers modes de rupture. De ces dernières, nous avons développé un critère de rupture noté « C_f » qui nous semblait pertinent. Il est défini à partir de la propagation de la fissure le long de l'interface par rapport à la longueur totale de l'interface. En effet, nous avons observé soit une rupture uniquement dans le plan de l'interface lorsque celui-ci est très fragile et, dans certains cas, une déviation de la fissure vers le cœur du matériau. Nous avons montré que ce critère augmente avec le temps d'attente en deux couches TAC.

Nous avons également étudié l'influence des conditions thermo-hygrométriques (température T et humidité relative HR) sur la qualité de l'interface en appliquant les critères développés dans la première partie de ce travail de thèse. Différentes conditions thermo-hygrométriques ont été considérées : $T=20^{\circ}C/HR=50\%$, $T=35^{\circ}C/HR=15\%$ et $T=10^{\circ}C/HR=50\%$. Une augmentation du critère de fragilité interfaciale IWC a été constatée avec la dégradation des conditions thermo-hygrométriques. Pour une condition quasi-idéale ($T=20^{\circ}C/HR=100\%$), « IWC » varie faiblement avec le TAC alors que pour des conditions plus sévères, par exemple $T=35^{\circ}C/HR=15\%$, une grande variation est observée. Une baisse de la résistance à la rupture « R_c » en compression est remarquée entre les deux directions perpendiculaire et parallèle à l'interface (anisotropie accentuée), plus particulièrement pour la condition extrême $T=35^{\circ}C/HR=15\%$ par rapport aux autres conditions étudiées. En outre, une diminution de la charge maximale à la rupture « P_{max} » est remarquée avec la dégradation des conditions de T/HR ainsi qu'avec le TAC ; ainsi que le critère de fissuration C_f en indentation instrumentée à l'interface qui a tendance à atteindre la valeur de 100% pour les conditions extrêmes, c'est-à-dire que la fissuration ne se produit qu'à l'interface.

En conclusion, nous montrons dans cette étude que la technique d'indentation aux échelles micro et macrométrique est une technique fiable et pertinente pour caractériser finement le comportement mécanique à l'échelle locale d'un matériau cimentaire imprimé en 3D, en particulier l'interface entre les couches, contrairement à l'essai de compression qui ne donnent que des caractéristiques à caractère globale. De ce travail, on peut conclure aussi que des conditions sont plus favorables que d'autres pour l'impression en 3D de mortier, et

surtout sur la qualité de l'interface entre les couches. Ainsi, la température doit être aux alentours de 20°C vu que les températures, élevée et basse, ont introduit une fragilité au niveau de l'interface. Cette température avec des conditions de HR modérées, généralement contrôlées dans le cas d'impression dans des unités de préfabrication, permet d'avoir des TAC longs sans problème d'interface jusqu'à plusieurs heures avant la prise du mortier d'impression. Plus ces conditions de T et de HR deviennent extrêmes, plus les TAC doivent être courts, de l'ordre de quelques minutes voire une dizaine de minutes, afin d'obtenir une bonne qualité d'interface. Donc probablement dans ces cas d'impression à l'extérieur, où l'impression est soumise aux conditions climatiques/météorologiques, ce n'est pas impossible d'imprimer mais il faut juste imprimer rapidement.

A l'issu de ce travail, plusieurs perspectives sont envisageables suite aux résultats obtenus dans ces travaux de thèse :

1. Une autre possibilité pouvant faire suite à ce travail est d'appliquer les critères définis dans cette thèse pour mesurer la qualité de l'interface sur des éléments imprimés dans des conditions d'impression automatisée à l'échelle 1, en réglant ainsi les paramètres de vitesse d'impression, de débit de la pompe, etc... difficiles à contrôler de manière précise et rigoureuse dans des conditions d'impression manuelle, et pouvant avoir une influence sur la qualité des interfaces entre les couches.

2. Les résultats de ces travaux pourront être complétés en étudiant d'autres formulations de mortier afin d'établir un lien entre les caractéristiques du mortier à l'état frais et la qualité de l'interface, et cela pour différentes conditions d'impression. Ceci notamment pour des mortiers contenant des additions minérales dans leur partie liante où des substitutions sont désormais possibles en les intégrant dans leurs formulations afin de limiter l'utilisation du ciment qui a une empreinte carbone élevée.

3. Ensuite, ces travaux pourront être appliqués au cas particulier de mortiers imprimables contenant du sable recyclé. Selon l'état d'humidification initial de ce dernier, les conditions de séchage de l'élément imprimé peuvent en effet varier même si l'eau d'absorption est prise en compte dans la formulation du mortier imprimable. Utilisé à l'état sec, le sable recyclé va absorber une partie de l'eau de gâchage et ainsi accélérer le séchage du matériau. Au contraire, utilisé dans un état pré-saturé, le sable recyclé peut apporter une

cure interne qui pourrait compenser la perte d'eau par évaporation. Ainsi, selon son état initial d'humidité, le sable recyclé pourrait avoir un effet néfaste ou bénéfique sur la résistance entre les couches.

4. Une identification plus fine du seul paramètre de lissage « n » dans l'expression « $\ln t^n$ » permettant de décrire la variation de la fragilité interfaciale IWC avec la durée doit être menée pour en déterminer sa représentativité, lui donner un sens physique et peut-être l'associer à certaines propriétés du matériau.

LISTE DES REFERENCES

American Society for Testing and Materials (ASTM). (2013). *ASTM F2792-10*, Standard Terminology for Additive Manufacturing Technologies.

Ashrafi, N., Duarte, J. P., Nazarian, S., & Meisel, N. A. (2019). "Evaluating the relationship between deposition and layer quality in large-scale additive manufacturing of concrete". *Virtual and Physical Prototyping*, 14(2), 135-140. <https://doi.org/10.1080/17452759.2018.1532800>

Aubert, P., & Maciejak, O. (2007). "Mesure de dureté par nano-indentation". *Ed. Techniques Ingénieur*. <https://doi.org/10.51257/a-v1-nm7200>

Austin, S., Robins, P., & Pan, Y. (1995). "Tensile bond testing of concrete repairs". *Materials and structures*, 28(5), 249-259. <https://doi.org/10.1007/bf02473259>

Barthel, E., Chicot, D., Guin, J. P., Le Bourhis, E., & Mauvoisin, G. (2014). "L'indentation : un outil de caractérisation multi-échelle des matériaux". *Commission thématique Indentation, SF2M Info*, 13.

Baz, B., Aouad, G., Khalil, N., & Remond, S. (2021). "Inter-layer reinforcement of 3D printed concrete elements". *Asian Journal of Civil Engineering*, 22(2), 341-349. <https://doi.org/10.1007/s42107-020-00317-0>

Betrancourt, D., Chicot, D., Kossman, S., Louis, G., Roudet, F., & Bulteel, D. (2019). "Instrumented indentation study of slag in view of a better valorization". *Construction and Building Materials*, 199, 349-358. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.12.002>

Beushausen, H., & Alexander, M. G. (2008). "Bond strength development between concretes of different ages". *Magazine of concrete research*, 60(1), 65-74. <https://doi.org/10.1680/mac.2007.00108>

Bissonnette, B., Courard, L., Garbacz, A., Vaysburd, A., & von Fay, K. (2014). "Concrete repair bond: evaluation and factors of influence". *Proceedings of the 5th International Conference on Concrete Repair*, 1, 51-57.

Bos, F., Wolfs, R., Ahmed, Z., & Salet, T. (2016). "Additive manufacturing of concrete in construction: potentials and challenges of 3D concrete printing". *Virtual and physical Prototyping*, 11(3), 209-225. <https://doi.org/10.1080/17452759.2016.1209867>

Bull, S. J., Page, T. F., & Yoffe, E. H. (1989). "An explanation of the indentation size effect in ceramics". *Philosophical Magazine Letters*, 59(6), 281-288. <https://doi.org/10.1080/09500838908206356>

Buswell, R., Thorpe, T., Soar, R. C., & Gibb, A. (2007). “Design data issues for the control of mega-scale rapid manufacturing”.

Buswell, R. A., De Silva, W. L., Jones, S. Z., & Dirrenberger, J. (2018). “3D printing using concrete extrusion: A roadmap for research”. *Cement and Concrete Research*, 112, 37-49. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2018.05.006>

Caër, C. (2013). “Caractérisation par nanoindentation et modélisation micromécanique de l’activation de mécanismes inélastiques : plasticité cristalline et transformation martensitique”. (Doctoral dissertation, Université de Lorraine).

Carlton, H. D., Haboub, A., Gallegos, G. F., Parkinson, D. Y., & MacDowell, A. A. (2016). “Damage evolution and failure mechanisms in additively manufactured stainless steel”. *Materials Science and Engineering: A*, 651, 406-414. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.10.073>

Charleux, L. (2006). “Micromécanique de l’essai d’indentation : expériences et simulations”. (Doctoral dissertation, Grenoble INPG).

Chen, Y., Jansen, K., Zhang, H., Rodriguez, C. R., Gan, Y., Çopuroğlu, O., & Schlangen, E. (2020). “Effect of printing parameters on interlayer bond strength of 3D printed limestone-calcined clay-based cementitious materials: An experimental and numerical study”. *Construction and Building Materials*, 262, 120094. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.120094>

Chicot, D., Démarécaux, P. H., & Lesage, J. (1996). “Apparent interface toughness of substrate and coating couples from indentation tests”. *Thin solid films*, 283(1-2), 151-157. [https://doi.org/10.1016/0040-6090\(96\)08763-9](https://doi.org/10.1016/0040-6090(96)08763-9)

Chicot, D., Yetna N’Jock, M.Y., Puchi-Cabrera, E.S., Iost, A., Staia, M.H., Louis, G., Bouscarrat, G., & Aumaitre, R. (2014). “A contact area function for Berkovich nanoindentation: Application to hardness determination of a TiHfCN thin film”. *Thin Solid Films*, 558, 259-266. <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2014.02.044>

Cho, S., Kruger, P. J., Zeranka, S., & Van Zijl, G. P. A. G. (2019). “3D printable concrete technology and mechanics”. *Concrete Beton*, 158, 11-18.

Choulier, D. (1989). “Contribution à l’étude de l’adhérence de revêtements projetés à la torche à plasma : modélisation et utilisation d’un test d’indentation à l’interface”. (Doctoral dissertation, Compiègne).

Courard, L. (1998). “Contribution à l’analyse des paramètres influençant la création de l’interface entre un béton et un système de réparation. Appétence et adhérence : cause et effet d’une liaison”. (Doctoral dissertation, Université de Liège, Belgique).

De Schutter, G., Lesage, K., Mechtcherine, V., Nerella, V. N., Habert, G., & Agusti-Juan, I. (2018). "Vision of 3D printing with concrete—Technical, economic and environmental potentials". *Cement and Concrete Research*, 112, 25-36.

<https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2018.06.001>

Démarécaux, P. H., Chicot, D., & Lesage, J. (1996). "Interface indentation test for the determination of adhesive properties of thermal sprayed coatings". *Journal of materials science letters*, 15(16), 1377-1380. <https://doi.org/10.1007/bf00275281>

Diggs-McGee, B. N., Kreiger, E. L., Kreiger, M. A., & Case, M. P. (2019). "Print time vs. elapsed time: A temporal analysis of a continuous printing operation for additive constructed concrete". *Additive Manufacturing*, 28, 205-214.

<https://doi.org/10.1016/j.addma.2019.04.008>

Feng, P., Meng, X., Chen, J. F., & Ye, L. (2015). "Mechanical properties of structures 3D printed with cementitious powders". *Construction and Building Materials*, 93, 486-497.

<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.05.132>

Geng, Z., She, W., Zuo, W., Lyu, K., Pan, H., Zhang, Y., & Miao, C. (2020). "Layer-interface properties in 3D printed concrete: Dual hierarchical structure and micromechanical characterization". *Cement and Concrete Research*, 138, 106220.

<https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2020.106220>

Ghaffar, S. H., Corker, J., & Fan, M. (2018). "Additive manufacturing technology and its implementation in construction as an eco-innovative solution". *Automation in Construction*, 93, 1-11. <https://doi.org/10.1016/j.autcon.2018.05.005>

Gillette, R. W. (1963). "Performance of bonded concrete overlays". *Journal Proceedings*, 60(1), 39-50.

Grairia, S., Chrait, Y., Montagne, A., Chicot, D., & Iost, A. (2018). "Interfacial Indentation Test for the Study of Reinforcement bar/concrete matrix Adhesion in High Performance Self Compacting Concretes". *JMESCN*, 9, 189-200. <https://doi.org/10.26872/jmes.2018.9.1.22>

Hager, I., Golonka, A., & Putanowicz, R. (2016). "3D printing of buildings and building components as the future of sustainable construction?" *Procedia Engineering*, 151, 292-299.

<https://doi.org/10.1016/j.proeng.2016.07.357>

Hui-cai, X., Geng-ying, L., & Guang-jing, X. (2002). "Microstructure model of the interfacial zone between fresh and old concrete". *Journal of Wuhan University of Technology-Mater. Sci. Ed.*, 17(4), 64-68. <https://doi.org/10.1007/bf02838421>

ISO 6507-1. (2018). *International Standard Metallic materials -Vickers hardness test - Part 1: Test method*. The International Organization for Standardization.

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

Keita, E., Bessaies-Bey, H., Zuo, W., Belin, P., & Roussel, N. (2019). “Weak bond strength between successive layers in extrusion-based additive manufacturing: measurement and physical origin”. *Cement and Concrete Research*, 123, 105787. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2019.105787>

Khalil, N. (2018). “Formulation et caractérisation chimique et rhéologique des mortiers imprimables en 3D à base de mélanges de ciments Portland et Sulfoalumineux”. (Doctoral dissertation, Ecole nationale supérieure Mines-Télécom Lille Douai).

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

Khoshnevis, B., Hwang, D., Yao, K. T., & Yeh, Z. (2006). “Mega-scale fabrication by contour crafting”. *International Journal of Industrial and Systems Engineering*, 1(3), 301-320. <https://doi.org/10.1504/ijise.2006.009791>

Kruger, J., & van Zijl, G. (2021). “A compendious review on lack-of-fusion in digital concrete fabrication”. *Additive Manufacturing*, 37, 101654. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101654>

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

Le, T. T., Austin, S. A., Lim, S., Buswell, R. A., Law, R., Gibb, A. G., & Thorpe, T. (2012(b)). “Hardened properties of high-performance printing concrete”. *Cement and Concrete Research*, 42(3), 558-566. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2011.12.003>

Le, T. (2015). “Influence de l’humidité des granulats de béton recyclé sur le comportement à l’état frais et durcissant des mortiers”. (Doctoral dissertation, Université de Lille 1).

Lee, H., Kim, J. H. J., Moon, J. H., Kim, W. W., & Seo, E. A. (2019). “Evaluation of the mechanical properties of a 3D-printed mortar”. *Materials*, 12(24), 4104. <https://doi.org/10.3390/ma12244104>

Lesage, J., Demarecaux, P. H., Bartier, O., & Mesmacque, G. (1993). “Cah. Inf. Tech.” *Rev.Métall. CIT Sci. Génie Des Matériaux*, 12, 1655.

Lesage, J., & Chicot, D. (1999). “Models for hardness and adhesion of coatings”. *Surface Engineering*, 15(6), 447-453. <https://doi.org/10.1179/026708499101516821>

- Lesage, J., Staia, M. H., Chicot, D., Godoy, C., & De Miranda, P. E. V. (2000). "Effect of thermal treatments on adhesive properties of a NiCr thermal sprayed coating". *Thin Solid Films*, 377, 681-686. [https://doi.org/10.1016/s0040-6090\(00\)01450-4](https://doi.org/10.1016/s0040-6090(00)01450-4)
- Li, H., & Bradt, R. C. (1993). "The microhardness indentation load/size effect in rutile and cassiterite single crystals". *Journal of Materials Science*, 28(4), 917-926. <https://doi.org/10.1007/bf00400874>
- Lim, S., Le, T., Webster, J., Buswell, R., Austin, A., Gibb, A., & Thorpe, T. (2009, September). Fabricating construction components using layered manufacturing technology. In *Global Innovation in Construction Conference*, 512-520. Leicestershire, UK: Loughborough University.
- Lim, S., Buswell, R. A., Le, T. T., Austin, S. A., Gibb, A. G., & Thorpe, T. (2012). "Developments in construction-scale additive manufacturing processes". *Automation in construction*, 21, 262-268. <https://doi.org/10.1016/j.autcon.2011.06.010>
- Ma, G., & Wang, L. (2018). "A critical review of preparation design and workability measurement of concrete material for largescale 3D printing". *Frontiers of Structural and Civil Engineering*, 12(3), 382-400. <https://doi.org/10.1007/s11709-017-0430-x>
- Ma, G., Buswell, R., da Silva, W. R. L., Wang, L., Xu, J., & Jones, S. Z. (2022). "Technology readiness: a global snapshot of 3D concrete printing and the frontiers for development". *Cement and Concrete Research*, 156, 106774. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2022.106774>
- Malaeb, Z., AlSakka, F., & Hamzeh, F. (2019). "3D concrete printing: machine design, mix proportioning, and mix comparison between different machine setups". *3D Concrete printing technology*, 115-136. Butterworth-Heinemann. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-815481-6.00006-3>
- Mallat, A., & Alliche, A. (2011). "A modified tensile test to study the behaviour of cementitious materials". *Strain*, 47(6), 499-504. <https://doi.org/10.1111/j.1475-1305.2009.00717.x>
- Marchment, T., Xia, M., Dodd, E., Sanjayan, J., & Nematollahi, B. (2017). "Effect of delay time on the mechanical properties of extrusion-based 3D printed concrete". *Proceedings of the International Symposium on Automation and Robotics in Construction (ISARC)*, 34, 240–245. <https://doi.org/10.22260/isarc2017/0032>
- Menčík, J., Rauchs, G., Bardon, J., & Riche, A. (2005). "Determination of elastic modulus and hardness of viscoelastic-plastic materials by instrumented indentation under harmonic load". *Journal of materials research*, 20(10), 2660-2669. <https://doi.org/10.1557/jmr.2005.0338>

- Meyer, E. (1908). “Investigations of Hardness Testing and Hardness”. *Phys. Z*, 9(66), 18.
- Nerella, V. N., M. Krause, M. Näther, & V. Mechtcherine. (2016). “3D-Printing Technology for on-Site Construction”. *CPI-Concr. Plant Int*, 4, 36–41.
- Nerella, V. N., Hempel, S., & Mechtcherine, V. (2017). “Micro-and macroscopic investigations on the interface between layers of 3D-printed cementitious elements”. *Proceedings of the International Conference on Advances in Construction Materials and Systems*, 3, 8.
- Nerella, V. N., Markin, V., Hempel, S., & Mechtcherine, V. (2018). “Characterising bond between concrete layers resulting of extrusion-based digital construction”. *Proceedings of the 1st International Conference on Concrete and Digital Fabrication, Digital Concrete*.
- Nerella, V. N., Hempel, S., & Mechtcherine, V. (2019). “Effects of layer-interface properties on mechanical performance of concrete elements produced by extrusion-based 3D-printing”. *Construction and Building Materials*, 205, 586-601.
<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.01.235>
- NF EN 196-1. (2016). *Methods of testing cement-Part 1: Determination of strength*. AFNOR.
- NF EN 196-3. (2017). *Methods of testing cement-Part 3: Determination of setting times and soundness*. AFNOR.
- Ngo, T. D., Kashani, A., Imbalzano, G., Nguyen, K. T., & Hui, D. (2018). “Additive manufacturing (3D printing): A review of materials, methods, applications and challenges”. *Composites Part B: Engineering*, 143, 172-196.
<https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2018.02.012>
- Ohdaira, E., & Masuzawa, N. (2001). “Presuming the strength of concrete cold joint by ultrasound”. *Proceedings of the International Ultrasonics Symposium (IEEE)*, 1, 755-760.
[10.1109/ULTSYM.2001.991834](https://doi.org/10.1109/ULTSYM.2001.991834)
- Oliver, W. C., & Pharr, G. M. (1992). “An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments”. *Journal of materials research*, 7(6), 1564-1583. <https://doi.org/10.1557/jmr.1992.1564>
- Panda, B., Paul, S. C., & Tan, M. J. (2017). “Anisotropic mechanical performance of 3D printed fiber reinforced sustainable construction material”. *Materials Letters*, 209, 146-149.
<https://doi.org/10.1016/j.matlet.2017.07.123>
- Panda, B., Paul, S. C., Mohamed, N. A. N., Tay, Y. W. D., & Tan, M. J. (2018). “Measurement of tensile bond strength of 3D printed geopolymers mortar”. *Measurement*, 113, 108-116. <https://doi.org/10.1016/j.measurement.2017.08.051>

- Panda, B., Noor Mohamed, N. A., Paul, S. C., Bhagath Singh, G. V. P., Tan, M. J., & Šavija, B. (2019). "The effect of material fresh properties and process parameters on buildability and interlayer adhesion of 3D printed concrete". *Materials*, 12(13), 2149. <https://doi.org/10.3390/ma12132149>
- Paul, S. C., van Zijl, G. P., Tan, M. J., & Gibson, I. (2018). "A review of 3D concrete printing systems and materials properties: Current status and future research prospects". *Rapid Prototyping Journal*, 24(4), 784-798. <https://doi.org/10.1108/rpj-09-2016-0154>
- Pegna, J. (1997). "Exploratory investigation of solid freeform construction". *Automation in construction*, 5(5), 427-437. [https://doi.org/10.1016/s0926-5805\(96\)00166-5](https://doi.org/10.1016/s0926-5805(96)00166-5)
- Perrot, A., D. Rangeard & A. Pierre. (2016). "Structural Built-up of Cement-Based Materials Used for 3D-Printing Extrusion Techniques". *Materials and Structures*, 49(4), 1213–20. <https://doi.org/10.1617/s11527-015-0571-0>
- Pertuz, A. (2003). "L'indentation Vickers et Knoop des matériaux massifs ou revêtus: dureté, ténacité et adhérence". (Doctoral dissertation, Université de Lille 1).
- Pigeon, M. (1992). "Durability of repaired concrete structure". *Advances in concrete technology*, 741-773.
- Pöhl, F. (2019). "Pop-in behavior and elastic-to-plastic transition of polycrystalline pure iron during sharp nanoindentation". *Scientific reports*, 9(1), 1-12. <https://doi.org/10.1038/s41598-019-51644-5>
- Rickerby, D. S. (1988). "A review of the methods for the measurement of coating-substrate adhesion". *Surface and coatings technology*, 36(1-2), 541-557. [https://doi.org/10.1016/0257-8972\(88\)90181-8](https://doi.org/10.1016/0257-8972(88)90181-8)
- Roussel, N., & Cussigh, F. (2008). "Distinct-layer casting of SCC: The mechanical consequences of thixotropy". *Cement and Concrete Research*, 38(5), 624-632. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2007.09.023>
- Roussel, N., Ovarlez, G., Garrault, S., & Brumaud, C. (2012). "The origins of thixotropy of fresh cement pastes". *Cement and Concrete Research*, 42(1), 148-157. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2011.09.004>
- Sanjayan, J. G., Nematollahi, B., Xia, M., & Marchment, T. (2018). "Effect of surface moisture on inter-layer strength of 3D printed concrete". *Construction and building materials*, 172, 468-475. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.03.232>

Santos, P. M. D., & Júlio, E. N. B. S. (2011). “Factors affecting bond between new and old concrete”. *ACI Materials Journal*, 108(4), 449. <https://doi.org/10.14359/51683118>

Sonebi, M., Amziane, S., & Perrot, A. (2019). “Mechanical behavior of 3D printed cement materials”. *3D Printing of Concrete: State of the Art and Challenges of the Digital Construction Revolution*, 101-124. <https://doi.org/10.1002/9781119610755.ch4>

Tay, Y. W. D., Panda, B., Paul, S. C., Noor Mohamed, N. A., Tan, M. J., & Leong, K. F. (2017). “3D printing trends in building and construction industry: a review”. *Virtual and Physical Prototyping*, 12(3), 261-276. <https://doi.org/10.1080/17452759.2017.1326724>

Tay, Y. W. D., Ting, G. H. A., Qian, Y., Panda, B., He, L., & Tan, M. J. (2019). “Time gap effect on bond strength of 3D-printed concrete”. *Virtual and Physical Prototyping*, 14(1), 104-113. <https://doi.org/10.1080/17452759.2018.1500420>

Van Der Putten, J., Schutter, G. D., & Tittelboom, K. V. (2019). “The effect of print parameters on the (micro) structure of 3D printed cementitious materials”. *First RILEM International Conference on Concrete and Digital Fabrication – Digital Concrete 2018, RILEM Bookseries*, 19, 234-244. Springer, Cham. https://doi.org/10.1007/978-3-319-99519-9_22

Van Der Putten, J., Deprez, M., Cnudde, V., De Schutter, G., & Van Tittelboom, K. (2019). “Microstructural characterization of 3D printed cementitious materials”. *Materials*, 12, 2993. <https://doi.org/10.3390/ma12182993>

Van Zijl, G. P. A. G., Paul, S. C., & Tan, M. J. (2016). “Properties of 3D printable concrete”. *Proceedings of the 2nd International Conference on Progress in Additive Manufacturing*, 421-426.

Wangler, T., Lloret, E., Reiter, L., Hack, N., Gramazio, F., Kohler, M., ... & Flatt, R. (2016). “Digital concrete: opportunities and challenges”. *RILEM Technical Letters*, 1, 67-75. <https://doi.org/10.21809/rilemtechlett.2016.16>

Wangler, T., Roussel, N., Bos, F. P., Salet, T. A., & Flatt, R. J. (2019). “Digital concrete: a review”. *Cement and Concrete Research*, 123, 105780. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2019.105780>

Weng, Y., Li, M., Zhang, D., Tan, M. J., & Qian, S. (2021). “Investigation of interlayer adhesion of 3D printable cementitious material from the aspect of printing process”. *Cement and Concrete Research*, 143, 106386. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2021.106386>

Wolfs, R., & Salet, T. (2016). “Potentials and challenges in 3D concrete printing”. *Proceedings of the 2nd International Conference on Progress in Additive Manufacturing*, 8-13.

Wolfs, R. J. M., Bos, F. P., & Salet, T. A. M. (2019). “Hardened Properties of 3D Printed Concrete: The Influence of Process Parameters on Interlayer Adhesion”. *Cement and Concrete Research*, 119, 132–40. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2019.02.017>

Yamazaki, Y., Arai, M., Miyashita, Y., Waki, H., & Suzuki, M. (2013). “Determination of interfacial fracture toughness of thermal spray coatings by indentation”. *Journal of Thermal Spray Technology*, 22(8), 1358-1365. <https://doi.org/10.1007/s11666-013-9961-4>

Yetna N'Jock, M. (2014). “Développement des méthodes d’analyse en indentation instrumentée”. (Doctoral dissertation, Université de Lille 1).

Zareian, B. (2016). “Evaluation of Interlayer Bonding Strength in Contour Crafted Structures: Experimental and Statistical Approach”. (Doctoral dissertation, University of Southern California).

Zareian, B., & Khoshnevis, B. (2017(a)). “Interlayer adhesion and strength of structures in Contour Crafting-Effects of aggregate size, extrusion rate, and layer thickness”. *Automation in Construction*, 81, 112-121. <https://doi.org/10.1016/j.autcon.2017.06.013>

Zareian, B., & Khoshnevis, B. (2017(b)) “Effects of Interlocking on Interlayer Adhesion and Strength of Structures in 3D Printing of Concrete”. *Automation in Construction*, 83, 212–21. <https://doi.org/10.1016/j.autcon.2017.08.019>

Zhang, J., & Scherer, G. W. (2011). “Comparison of methods for arresting hydration of cement”. *Cement and Concrete Research*, 41(10), 1024-1036. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2011.06.003>

ANNEXES

Annexe A : Fiche technique du ciment

CEM I 52,5 N CE PM CP2 NF

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

Définition

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

- + 95 % à 100 % de clinker
 - + 0 % à 5 % de constituants secondaires
- La présence d'une faible quantité de sulfate de calcium assure la régularité de la prise.

Domaines d'utilisation

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

Ce ciment est adapté aux :

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

Caractéristiques physiques et mécaniques garanties

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

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

Caractéristiques chimiques garanties

- + Teneur en $SO_2 \leq 3,0$ % si $C3A \leq 8$ %
- + Teneur en $SO_2 \leq 2,5$ % si 8 % < $C3A \leq 10$ %
- + Teneur en $Al_2O_3 \leq 8,0$ %
- + Teneur en $MgO \leq 3,0$ %
- + Teneur en $Cl^- \leq 0,10$ %
- + Teneur en $C3A + 0,27 C3S \leq 23,5$ %
- + Teneur en $C3A \leq 10$ %
- + Teneur en $S^- \leq 0,2$ %

Emplois particuliers

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

PM : Prise Mer
CP2: Ciments à teneur en sulfates limitée pour béton précontraint $S^- < 0,2$ %

Précautions d'emploi

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

Ce ciment ne convient pas pour :

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

Recommandations spécifiques et générales

- + Utiliser des granulats propres, exempts de matières organiques
- + Respecter les dosages et les règles de l'art pour la mise en œuvre
- + Viser un rapport Eau / Ciment de préférence le plus faible possible, compatible avec la mise en œuvre du béton frais
- + Utiliser des adjuvants normalisés et vérifier leur compatibilité avec ce ciment
- + Eviter une dessiccation précoce par temps chaud ou venteux en réalisant une cure du béton (eau pulvérisée, bâche humide, produits de cure...)
- + Adapter la vibration du béton à sa consistance pour obtenir une compacité optimale sans ségrégation
- + Eviter tout contact avec la peau et les yeux
- + Utiliser des équipements adaptés : gants, chaussures imperméables, lunettes...

EQIOM ne peut être tenu responsable d'une mauvaise application ou interprétation des informations contenues dans le présent document. En cas de question ne pas hésiter à nous consulter.

Annexe B : Fiche technique du sable



Carrières du Boulonnais

SAS CARRIERES DU BOULONNAIS

26 AVENUE DE L'EUROPE
62250 LEULINGHEN BERNES
FRANCE - Tél : 03.21.99.67.00

Fiche Technique de Produit

Engagement du 11/01/2020 au 10/07/2020

Page 1/1. Imprimé le vendredi 10 janvier 2020

Producteur : CARRIERES DU BOULONNAIS

Granulats : SS1902 : Sable calcaire lavé 0/2 mm à 19% de fines

Péetrographie : CALCAIRE VISEEN

Elaboration : Concassé

Usage : Granulats pour bétons hydrauliques

CB-FTP-SS1902-3033

Partie contractuelle

Valeurs spécifiées sur lesquelles le producteur s'engage

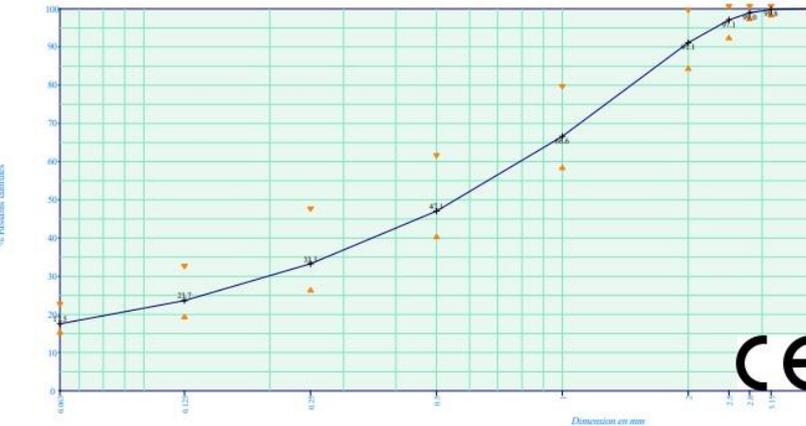
Classe granulaire	Norme						Catégorie		
	0	2	Norme NF P 18-545 Article 10						Code A sauf teneur en fines code D
	D			1.4D		2D		FM	MB
	0.063	0.25	1	2	2.8	4			
V.S.S.+U	24.0	51	83	100	100		2.75	2.00	
V.S.S.	22.0	47	79	99	100		2.60	1.50	
V.S.I.	16.0	27	59	85	98	100	2.00		
V.S.I.-U	14.0	23	55	83	97		1.85		
Ecart-type max		6.06	6.06				0.18		

Partie informative

Résultats de production

du 05/07/19 au 08/01/20

	0.063	0.25	1	2	2.8	4	FM	MB
Maximum	18.3	34	69	93	99	100	2.42	0.50
Moyenne Xf	17.5	33	67	91	99	100	2.38	0.50
Minimum	16.1	33	64	90	99	100	2.35	0.50
Ecart-type	1.02	0.5	2.2	1.2	0.3	0.0	0.030	0.000
Nombre de résultats	3	3	3	3	3	3	3	3



Moyenne

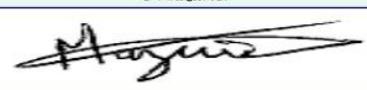
▲ NFP18545/10-Code A sauf teneur en fines code D

Autres caractéristiques

Ar	Alcali-réaction	NR au 24/01/2019
C	Chlorures	<0.0006 % (16/01/2018)
rd	Masse volumique réelle	2.65 Mg/m ³ au 13/08/2019
S	Soufre total	0.04 % au 20/03/2019
WA24	Absorption d'eau fines incluses	0.53 % au 13/08/2019
Na2OEq	Teneur en alcalins actifs	0.0011 % au 24/01/2019
PO	Détermination de la teneur en matière humique	Négatif au 15/01/2019
Imp	Impuretés prohibées	Néant au 08/01/2020

WUE 11.04.16.416 (r) décret

G Mazurier



Annexe C : Fiche technique du superplastifiant

FICHE TECHNIQUE


 CHRYSO
SOLUTIONS
BÉTON

17/11/2021

CHRYSO® Fluid Optima 100

Plastifiant Réducteur d'eau

DESCRIPTIF

CHRYSO® Fluid Optima 100 est un plastifiant - réducteur d'eau à fonction superplastifiant de nouvelle génération à base de phosphonate modifié. Sa structure moléculaire spécialement mise au point lui confère des propriétés exceptionnelles dans le domaine de l'adjuvantation des bétons. CHRYSO® Fluid Optima 100 permet de très longs maintiens d'ouvrabilité à tous niveaux de consistance, par rapport aux adjuvants classiques. CHRYSO® Fluid Optima 100 est ainsi particulièrement adapté aux pompages sur de longues distances.

CHRYSO® Fluid Optima 100 offre une grande compatibilité avec la plupart des ciments. Il est dans la majorité des cas la solution aux problèmes d'incompatibilité ciment/adjuvant. De par ses caractéristiques, CHRYSO® Fluid Optima 100 apparaît comme un superplastifiant très approprié pour les chantiers de génie civil et l'industrie du BPE.

DOMAINES D'APPLICATION

- Bétons pompés
- BHP - BTHP
- Bétons pour ouvrages très ferrailés
- Bétons précontraints
- Tous types de ciments
- Bétonnage par temps chaud
- Long maintien d'ouvrabilité

INFORMATIONS INDICATIVES

Nature du produit	liquide
Couleur	Jaune translucide
Durée de vie	9 mois
Point de congélation	-3 °C

SPÉCIFICATIONS

Extrait sec halogène	30,20 % ± 1,50
Teneur en ions Cl ⁻	≤ 0,100 %
Teneur en Na ₂ O équivalent	≤ 0,30 %
Densité (20°C)	1,061 ± 0,020
pH (20°C)	4,70 ± 1,00
Extrait sec (EN 480-8)	31,00 % ± 1,500

INFORMATIONS NORMATIVES ET RÉGLEMENTAIRES



Les informations contenues dans la présente fiche technique sont l'expression de nos connaissances et de résultats d'essais effectués dans un souci constant d'objectivité. Elles ne peuvent cependant, en aucun cas, être considérées comme apportant une garantie ou comme engageant notre responsabilité en cas d'application défectueuse ou d'utilisation de nos produits en dehors des stipulations de paragraphes "Applications" de la fiche technique. Des essais préalables à chaque utilisation doivent être effectués par les utilisateurs et permettre ainsi de vérifier que les modes d'emploi et les conditions d'application restent satisfaisants. Consulter la version la plus récente de la fiche technique, disponible sur www.chryso.fr

CHRYSO 19 place de la Résistance - 92445 ISSY LES MOULINEAUX France Tél. +33 (0)1 41 17 18 19 Fax: +33 (0)1 41 17 18 80 e-mail: contact@chryso.com

P.1/2

MODE D'EMPLOI

- Il est courant de doser ce produit à 1,0 % du poids du ciment.
- Ce produit est totalement miscible à l'eau.
- Ce produit doit être introduit dans le malaxeur en même temps que l'eau de gâchage.
- Il est possible d'employer ce produit en adjuvantation différée.
- L'efficacité maximale de ce produit doit être déterminée après des essais satisfaisant les caractéristiques rhéologiques et performances mécaniques souhaitées pour le béton.
- Selon les applications prévues, il est possible d'utiliser ce produit en synergie avec d'autres adjuvants CHRYSO®.

Dosage :

0.3 à 5.0 kg pour 100 kg de ciment.

PRÉCAUTIONS

- Stocker à l'abri du gel.
- Éviter l'exposition prolongée à de fortes chaleurs.
- En cas de gel, ce produit conserve ses propriétés. Après dégel, une agitation efficace est nécessaire jusqu'à l'obtention d'un produit totalement homogène.

RÉFÉRENCES CHANTIER

Béton désactivé. Pont de Rion-Antirion, Grèce. Puits d'exploitation de la mine d'or de Moab Khotsong, Afrique du Sud ; béton projeté et béton pompé sur longues distances. Parc aquatique duSkaha à Durban, Afrique du Sud ; piliers et de structures retenant l'eau. Route des Tamarins, Ile de la Réunion ; nombreux ouvrages d'art le long de la route. Viaducs sur l'Autoroute A85

 CHRYSO
INVENTION & DUR CHEMISTRY

FICHE TECHNIQUE

CHRYSO® Fluid Optima 100

Plastifiant Réducteur d'eau



- Ce produit satisfait aux exigences réglementaires du marquage CE. La déclaration correspondante est disponible sur notre site Internet.
- Ce produit est conforme au référentiel de certification NF 085 dont les spécifications techniques sont celles de la partie non harmonisée de la norme NF EN 934-2.

ESSAI TERRAIN

Maintien de rhéologie

(Ingrandes ou "La Pierre" et Roumer), France, Port 2000 Le Havre - 1ère et 2ème tranches, France : parois moulées et masques d'accostage, Pont Nelson Mandela, Afrique du Sud : 4 formulations béton pour les différents éléments du pont, Ecluse du Brault, France : béton pompé sous l'eau, Tunnel de Marseille (TGV Med), France : record du Monde de pompage sur longues distances - 2 719,65 m, Observatoire du Pic du Midi, France : Record européen de pompage de béton en altitude (2 850 m), Viaduc des Barrails, France : voussoirs en béton précontraint.

SÉCURITÉ

Avant toute utilisation, consulter la fiche de données de sécurité.

RESUME / ABSTRACT

Résumé

Pour être imprimable, l'encre cimentaire doit avoir des propriétés contradictoires qui, en s'ajoutant à d'autres paramètres d'impression, peuvent avoir une influence sur la tenue mécanique du béton imprimé et en particulier des zones interfaciales. Ce travail vise donc à étudier en particulier le lien entre les conditions d'impression (temps d'attente entre deux couches, conditions thermo-hygrométriques) et la qualité de la liaison entre les couches. L'étude de l'interface est réalisée à l'aide d'essais d'indentation classique et instrumentée aux échelles micro et macroscopiques, corrélées avec des essais de compression macro multidirectionnels. De plus, un nouveau protocole de préparation des éprouvettes à l'échelle du laboratoire est mis en place. L'objectif est de caractériser localement le matériau et l'interface pour identifier d'éventuelles zones de fragilité. Pour cela, nous proposons un critère de fragilité interfaciale établi à partir de profils de dureté mesurés perpendiculairement au plan de l'interface. Ce critère met particulièrement bien en évidence l'influence des conditions d'impression sur la tenue mécanique de l'interface, avec une dégradation de celle-ci avec une augmentation du temps d'attente et/ou les conditions thermo-hygrométriques. D'autre part, des essais d'indentation interfaciale dans le plan de l'interface menés jusqu'à rupture confirment une influence des conditions d'impression sur la tenue mécanique alors que les essais de compression ne montrent aucune différence significative. Sans vouloir être un essai de substitution, l'essai d'indentation, peu utilisé dans le domaine du génie civil, s'avère pourtant être très utile pour une caractérisation mécanique fine du matériau à l'échelle locale et pour l'étude du rôle de l'interface dans le comportement mécanique global du béton 3D.

Mots-clefs : Impression 3D, interface, caractérisation mécanique, indentation, dureté, adhérence.

Abstract

To be printable, the cementitious ink must have contradictory properties which, in addition to other printing parameters, can have an influence on the mechanical behavior of the printed structure. This work, therefore, aims to study in particular the link between the printing conditions (time gap between layers, environmental conditions) and the quality of the interface between the printed layers. The characterization of the interface is carried out using classical and instrumented indentation tests at micro and macroscopic scales, correlated with multidirectional macro compression tests. In addition, a new protocol for the preparation of laboratory-scale specimens is implemented. The aim is to locally characterize the material and its interface in order to possibly identify fragile zones. For this, we present an interfacial weakness criterion established from hardness profiles measured perpendicularly to the plane of the interface. This criterion particularly highlights the influence of the printing conditions on the mechanical behavior of the interface, showing for example degradation with an increase in the time gap between layers, in addition to thermo-hygrometric conditions. To complete our analysis, instrumented interfacial indentation tests in the plane of the interface carried out until rupture confirm an influence of the printing conditions, whereas the compression tests show no significant difference. The indentation test, little used in the field of civil engineering, nevertheless proves to be very useful for a fine mechanical characterization of the material, especially for the interface, at a local scale.

Keywords: 3D printing, interface, mechanical characterization, indentation, hardness, adhesion.