

# Fabrication additive de matériaux de construction par activation de lits de poudre : imbibition du fluide activateur

A.Pierre<sup>1</sup>, W. Zuo<sup>2</sup>, E. Keita<sup>2</sup>, F. Rouyer<sup>2</sup>, N. Roussel<sup>2</sup>

<sup>1</sup> CY Cergy Paris University, Laboratory of Mechanics and Materials of Civil Engineering, 5 mail Gay-Lussac – Neuville-sur-Oise, 95031 Cergy-Pontoise, France

<sup>2</sup> Laboratoire Navier, Université Gustave Eiffel, ENPC, CNRS, Marne la Vallée, France

## RESUME .

La fabrication additive (impression 3D) par liaison sélective de particules semble une solution très intéressante pour le domaine de la construction en termes de réduction de matériau utilisé et d'amélioration des propriétés structurelles et hygroscopiques de l'élément final. Le but de cette recherche est d'étudier le comportement de gouttes déposées sur de la poudre de ciment et sur des milieux poreux modèles, en présence d'additifs modificateurs de viscosité pour clarifier les phénomènes qui régissent l'étalement final et sa pénétration dans un lit de particules de ciment.

**Mots-clefs** : Impression 3D, Liaison Sélective, Analyse d'image, Milieux Poreux

## I. INTRODUCTION

Au cours des 20 dernières années, on a produit plus de béton que tout autre matériau synthétique : environ 35 milliards de tonnes (Van Damme, 2018.). Alors que les études et des projets à grande échelle sont en cours, principalement avec la technique d'extrusion, il est toujours possible d'utiliser la technologie du lit de particules, qui est principalement utilisée dans d'autres industries. D'une part, la technique d'extrusion pose de nombreux problèmes car les matériaux doivent être suffisamment fluides pour être pompés mais suffisamment rigides pour garantir leur stabilité une fois déposés. D'autre part, la technique d'activation de lit de particules utilise des particules solides qui sont stables au repos et sont ensuite pénétrées par un fluide newtonien ou non newtonien.

L'amélioration de la compréhension des phénomènes physiques sous-jacents à l'impression 3D sur lit de particules pourrait offrir de nombreux avantages tels que des temps de construction rapides, la rentabilité, la réduction de l'empreinte carbone et la réduction des additifs. D'après un article récent de (Lowke et al. 2020), cette technique pourrait être adaptée au béton léger et aux blocs autoportants. Néanmoins, certains inconvénients apparaissent avec cette technique tels que l'augmentation de la porosité de l'élément structurel final et des performances mécaniques moindres. Certains problèmes subsistent également pour atteindre l'homogénéité de l'élément final.

À notre connaissance, l'exploration scientifique de l'étalement et de l'imbibition d'une seule gouttelette n'a jamais été réalisée sur un lit de poudre de ciment et, par conséquent, l'influence des propriétés physiques du fluide et du lit de poudre n'a pas encore été déterminée.

Une campagne expérimentale a été menée sur une poudre de ciment et sur deux milieux poreux modèles qui diffèrent par leur perméabilité et leur état de surface. La pénétration de gouttes de 1 à 5 mm de diamètres sur ces trois matériaux et sur un milieu non-poreux est suivie par analyse d'images captées par une caméra haute fréquence. Un code Python a été développé afin de suivre les paramètres géométriques de la goutte qui s'étale et pénètre dans le matériau, tels que les angles de contact dynamiques, le diamètre étalé et la hauteur pénétrée au cours du temps.

## II. MATERIAUX ET METHODES

La poudre de ciment utilisée est un ciment CEM I (Calcia) tamisé à travers un tamis de 100  $\mu\text{m}$ . Le diamètre moyen des grains du matériau est égal à 10  $\mu\text{m}$  et aucune particule n'a une taille supérieure à 100  $\mu\text{m}$ . Nous avons également mesuré une densité de 3,1.

La méthode utilisée dans cette étude pour obtenir des échantillons avec des conditionnements reproductibles est choisie en fonction du dépôt sur lit de particules lors d'un processus d'impression 3D. Afin de confronter les résultats sur la poudre de ciment avec des matériaux modèles, deux milieux poreux modèles en verre fritté ont été utilisés. Les propriétés des matériaux poreux sont indiquées dans le tableau 1.

**TABLEAU 1. Propriétés des matériaux poreux utilisés**

	<b>Poudre de ciment</b>	<b>Milieu poreux modèle <math>R_{\text{pore}}=5 \mu\text{m}</math></b>	<b>Milieu poreux modèle <math>R_{\text{pore}}=15 \mu\text{m}</math></b>
<b><math>R_{\text{pore}} (\mu\text{m})</math></b>	0.83	5	15
<b><math>\varepsilon (\%)</math></b>	59	35	35
<b><math>\kappa (\text{m}^2)</math></b>	$4.7 \cdot 10^{-15}$	$1.4 \cdot 10^{-14}$	$1.3 \cdot 10^{-13}$

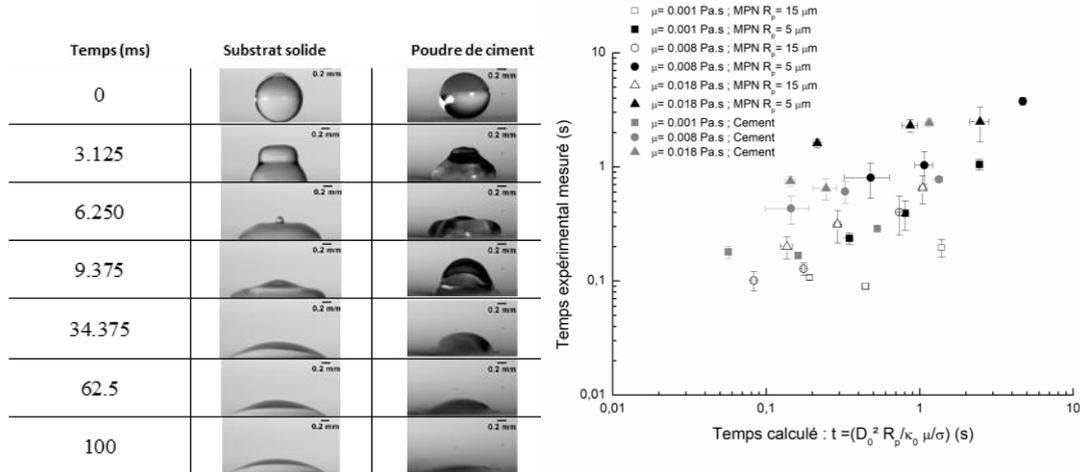
Afin de modifier la viscosité du liquide qui va s'étaler et pénétrer dans la poudre de ciment et modéliser le réseau poreux, un polymère dérivé de la cellulose, noté CE, a été utilisé dans cette étude. Des solutions avec deux dosages d'hydroxy-méthylcellulose (HEMC) ont été préparées (voir les travaux de (Brumaud et al., 2013) ou (Pierre et al., 2015) pour la procédure de mélange et les informations complémentaires sur le CE utilisé).

Le montage expérimental pour suivre l'étalement et la pénétration de la goutte consiste à libérer la goutte de liquide (eau ou une des deux solutions avec CE) d'une hauteur allant jusqu'à 1 cm. La goutte percute verticalement le milieu poreux à une vitesse d'environ 0,5 m/s et la forme de la goutte est capturée dans une séquence vidéo par une caméra vidéo à haute fréquence. Toutes les expériences ont été enregistrées à partir de la vue latérale du dispositif expérimental à une fréquence de 1600 images par seconde (résolution en pixels de 1152\* 2048). Les gouttelettes ont été générées avec une seringue et différents capillaires dont les diamètres varient de 100 à 1500  $\mu\text{m}$ . Le diamètre de la goutte varie approximativement de 1 mm à 5 mm une fois que son propre poids a surmonté l'effet de tension de surface. Un programme a été développé sur le logiciel Python pour détecter la position du front liquide au-dessus de la surface solide. Après avoir fixé une ligne de base à l'altitude du substrat solide ou du milieu poreux, un seuil de valeur de gris est fixé et

permet de distinguer la forme de la gouttelette. Ensuite, le rayon, la hauteur et l'angle de contact sont suivis tout au long de la vie de la gouttelette et permettent de suivre la position de son front pendant son interaction avec le substrat.

### III. RESULTATS

La figure 1 illustre la vie des gouttes capturées avec la caméra haute vitesse sur une plaque de verre et de la poudre de ciment. Nous observons que les gouttes d'eau se répandent sur la surface de la poudre de ciment jusqu'à ce que la surface pince la ligne de contact. Ensuite, la gouttelette diffuse dans le milieu poreux jusqu'à ce que le liquide disparaisse totalement de la surface.



**FIGURE 1.** Gauche : Goutte d'eau déposée sur un substrat solide et un substrat de poudre de ciment ; Droite : Comparaison des temps d'imbibition expérimentaux et calculés selon la théorie de Washburn.

Comme le procédé de fixation sélective 3D a pour but de superposer une couche sur une autre à la vitesse la plus rapide possible pour gagner en productivité, l'objectif est ici d'estimer approximativement le temps de pénétration total de la gouttelette déposée. Nous représentons le temps de pénétration complet de la gouttelette mesuré, c'est-à-dire le temps après l'étape de recul et donc de disparition de la gouttelette, par rapport au temps calculé selon l'équation suivante issue de la théorie de Washburn (Washburn, 2021) (Zuo et al., 2022) :

$$t = \frac{\mu R_p}{\kappa_0 2\sigma} D_0^2 \quad (\text{Eq. (1)})$$

avec  $\mu$  is la viscosité, la perméabilité est estimée via la formule de Kozeny-Carman  $\kappa_0 = \frac{\varepsilon^3}{45(1-\varepsilon)^2} R_p^2$ , avec  $\varepsilon$  la porosité et  $R_p$  le rayon des pores ;  $D_0$  est le diamètre initial de la goutte.

Nous observons sur la figure 1 que la prédiction sous-estime ou surestime parfois les valeurs mesurées pour plusieurs raisons. Concernant le lit de poudre de ciment, une corrélation grossière peut être observée mais le fait que la gouttelette ait pu perturber le tassement de la poudre tend à sous-estimer le temps expérimental de disparition de la gouttelette à la surface. Premièrement,

l'inertie pourrait dominer la première étape des étalements pour les faibles viscosités utilisées dans cette étude. Les résultats obtenus avec les liquides de faible viscosité ont tendance à être dans une courte gamme de temps mesuré et ne sont donc pas en accord avec une augmentation de la taille de la gouttelette et donc une augmentation du temps prédit. Deuxièmement, la rugosité du lit de poudre et le modèle de réseau poreux ne sont pas pris en compte dans le temps prédit. Troisièmement, l'ordre de grandeur du temps prédit est statistiquement en accord avec le temps de pénétration mesuré, ce qui signifie que l'ordre de grandeur du temps nécessaire pour déposer une couche supplémentaire de lit de particules dans un processus d'impression 3D peut être estimé.

### III. CONCLUSION

Dans cette étude, un protocole expérimental a été utilisé pour décrire et analyser la pénétration et l'imbibition de gouttelettes de quelques millimètres sur plusieurs substrats afin d'aider à l'optimisation du processus d'impression 3D industrielle par la technique d'activation sélective du ciment. Il a été possible de suivre la forme des gouttelettes à l'aide d'une caméra haute vitesse. La loi de Washburn pourrait également être utilisée pour donner une première estimation du temps de pénétration totale, c'est-à-dire le temps estimé pour recouvrir une couche lors d'un procédé industriel. Nous avons pu commencer à évaluer la représentativité de certains paramètres mais les besoins futurs de recherche viseront à décrire l'influence de la rugosité à l'interaction liquide-solide.

### REFERENCES

- C. Brumaud, H. Bessaies-Bey, C. Mohler, R. Baumann, M. Schmitz, M. Radler, N. Roussel, Cellulose ethers and water retention, *Cem. Concr. Res.* 53 (2013) 176–184. doi:10.1016/j.cemconres.2013.06.010, n.d.
- Dirk Lowke, Daniel Talke, Inka Dressler, Daniel Weger, Christoph Gehlen, Claudia Ostertag, Ronald Rael, Particle bed 3D printing by selective cement activation – Applications, material and process technology, *Cement and Concrete Research*, Volume 134, 2020, 106077, ISSN 0008-8846, n.d.
- Henri Van Damme, Concrete material science: Past, present, and future innovations, *Cement and Concrete Research* Volume 112, October 2018, Pages 5-24, n.d.
- Pierre, A., Perrot, A., Picandet, V., Guevel, Y., 2015. Cellulose ethers and cement paste permeability. *Cement and Concrete Research* 72, 117–127.
- Washburn, E.W.: The dynamics of capillary flow. *Phys. Rev.* 17, 273–283 (1921). <https://doi.org/10.1103/PhysRev.17.273>, n.d.
- Zuo, W., Dong, C., Belin, P., Roussel, N., Keita, E., 2022. Capillary imbibition depth in particle-bed 3D printing – Physical frame and one-dimensional experiments. *Cement and Concrete Research* 156, 106740. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2022.106740>