

# Caractérisation multi-échelle de l'interface entre bétons imprimés : Zone de fragilité.

**Maria TALEB<sup>1,2</sup>**

<sup>1</sup> Univ. Lille, Institut Mines-Télécom, Univ. Artois, Junia, ULR 4515 - LGCgE – Laboratoire de Génie Civil et géoEnvironnement, F-59000 Lille, France.

<sup>2</sup> IMT Nord Europe, Institut Mines-Télécom, Centre des Matériaux et Procédés, F-59000 Lille, France.

[maria\\_taleb@hotmail.com](mailto:maria_taleb@hotmail.com)

**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. Ce travail vise donc à étudier en particulier le lien entre les conditions d'impression 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, comparables à ceux imprimés manuellement. L'objectif est de caractériser localement le matériau et ses interfaces pour identifier éventuellement des zones de fragilité. Nous proposons alors 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 par exemple une dégradation de celle-ci avec une augmentation du temps d'attente. Pour compléter notre analyse, des essais d'indentation dans le plan de l'interface menés jusqu'à rupture confirment une influence des conditions d'impression alors que les essais de compression ne montrent aucune différence.

**Mots-clés :** Impression 3D, interface, caractérisation mécanique, indentation, critère de fragilité.

## I. INTRODUCTION

La fabrication additive trouve de nombreuses applications dans une grande diversité de secteurs industriels, comme notamment dans le 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.<sup>1</sup> Un matériau cimentaire doit répondre à un cahier des charges très exigeant pour être considéré comme imprimable. Il doit être suffisamment fluide avant dépôt mais il doit raidir rapidement afin d'être constructible. Un second paradoxe se pose quant au temps de séchage nécessaire entre les dépôts successifs : *i*) suffisamment long pour résister à l'affaissement des couches et *ii*) suffisamment court pour éviter un séchage excessif qui pourrait compromettre la qualité de l'interface.<sup>2</sup> L'obtention de bonnes propriétés mécaniques du matériau imprimé est donc très étroitement liée aux paramètres de fabrication (composition du matériau imprimé, temps d'attente entre les couches, conditions environnementales, ...).

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.<sup>2</sup> 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 analyses MEB/EDS pour montrer des hétérogénéités de composition.<sup>3</sup>

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 multi-échelle.

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.

L'objectif de notre travail est multiple : *i*) caractériser la dureté des différentes couches par l'intermédiaire d'une dureté dite absolue qui s'affranchit des problèmes récurrents en indentation (l'effet de taille entre autres), *ii*) caractériser la dureté de l'interface avec des mesures de profils de dureté et *iii*) proposer un critère de fragilité de l'interface sur la base des mesures par indentation. L'ensemble de ces informations est ensuite confronté aux résultats de compression. Il est clairement établi que l'essai d'indentation montre une forte sensibilité aux conditions opératoires comparée aux essais de compression.

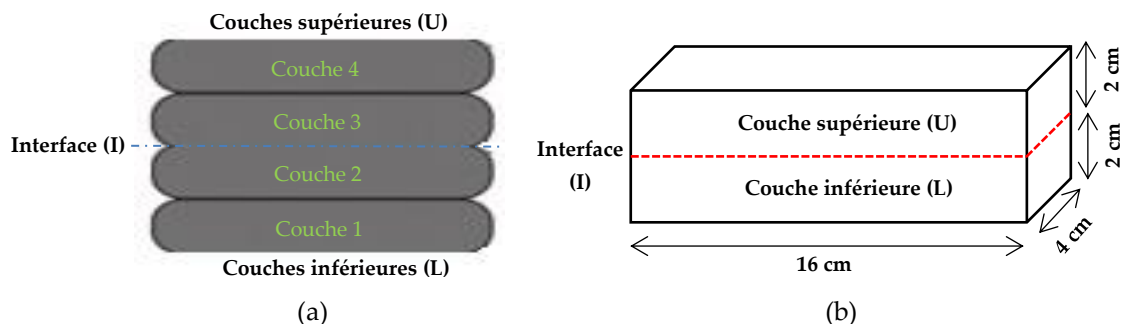
## II. MATERIELS ET METHODES

Le mortier utilisé est préparé avec un CEM I 52,5N. Du sable calcaire (0/2 mm) a été utilisé. Le rapport eau/ciment est de 0,31. Un superplastifiant a également été utilisé avec une teneur de 1,85 % de masse du ciment, fixée par itérations successives, le modifiant jusqu'à atteindre les performances visées en termes d'extrudabilité, d'ouvrabilité et de constructibilité. Le ciment est mélangé avec l'eau et le superplastifiant à faible vitesse pendant 1 min, en ajoutant progressivement le sable selon les proportions suivantes : 900 kg/m<sup>3</sup> de ciment, 279 kg/m<sup>3</sup> d'eau, 16,65 kg/m<sup>3</sup> de superplastifiant et 1121 kg/m<sup>3</sup> de sable. On malaxe pendant 30 s à grande vitesse, et puis on remalaxe pendant 2 min 30 s à grande vitesse après avoir racler le bol du malaxeur.

Le processus d'impression 3D est simulé à l'échelle du laboratoire par une impression manuelle préliminaire qui reproduit celle automatisée mais à petite échelle. Le dispositif manuel utilisé est un pistolet à silicone.<sup>4</sup> Les échantillons imprimés manuellement sont constitués de 4 couches (**FIGURE 1(a)**), deux couches inférieures consécutives puis un arrêt ou pas selon l'intervalle de temps (TG), puis deux couches supérieures supplémentaires. Quant à la nouvelle méthode de mise en place, la première couche est imprimée manuellement dans le moule (4×4×16 cm<sup>3</sup>). Après compactage de la première couche, les éprouvettes sont ensuite placées dans les conditions de température et d'humidité correspondantes. Enfin, et selon le TG entre couches successives, la seconde moitié du moule est remplie et compactée comme décrit ci-dessus, afin de générer une interface (**FIGURE 1(b)**).<sup>5,6</sup>

Notre premier objectif est de faire varier les TG : 0 min, 20 min, 1 heure, 4 heures, 8 heures et 24 heures. Ces différents TG représentent chacun une situation différente qui peut se produire lors d'une impression réelle sur site. Les conditions environnementales comme le taux d'humidité (HR) et la température (T) sont maintenues constantes pendant les premiers tests (T=20°C/HR=100%) pour éliminer leurs impacts. Dans une partie suivante, différentes conditions thermo-hygro-métriques ont été considérées : T=20°C/HR=50%, T=35°C/HR=15% et T=10°C/HR=50%. Après déposition de la première couche, et selon les conditions de T/HR et du TG, celle-ci est mise dans une enceinte climatique « Vötsch 340 L », puis une deuxième couche est déposée, et le tout est remis dans l'enceinte de manière à ce que les 2 couches aient subi les mêmes conditions de séchage dans l'enceinte.

Après préparation des échantillons, la cure est faite dans un environnement humide. Les échantillons pour les tests d'indentation ont été prélevés sur des éprouvettes à l'âge de 7 jours, à ce stade un arrêt d'hydratation a été effectué en les immergeant dans l'acétone. Ensuite, ils ont été séchés dans une étuve à 40 °C puis polis.

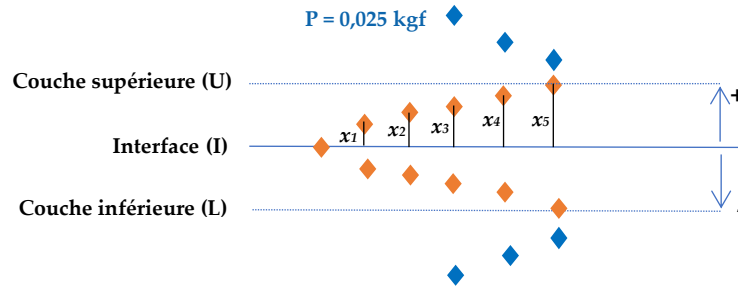


**FIGURE 1.** Illustration schématique de : (a) Échantillons imprimés manuellement ; (b) Échantillons moulés.

Le duromètre utilisé est un « DURAMIN classique Ver 2.08 », avec des charges allant de 0,01 à 2 kgf (9 charges), muni d'une pointe Vickers. Nous avons suivi une approche classique en effectuant au moins 10 essais par charge, pour en déduire la macrodureté de la zone testée. Chaque mesure aberrante enregistrée est exclue ultérieurement de l'étude.

Une méthodologie d'indentation est également proposée afin d'avoir une meilleure représentation de la variation de la dureté dans la zone interfaciale. Ainsi une série d'indentations, avec  $P = 0,025$

kgf, est réalisée perpendiculairement à l'interface allant de la couche inférieure jusqu'à la couche supérieure en « traversant » l'interface (**FIGURE 2**).



**FIGURE 2.** Série d'empreintes perpendiculaires réalisées dans la zone interfaciale.

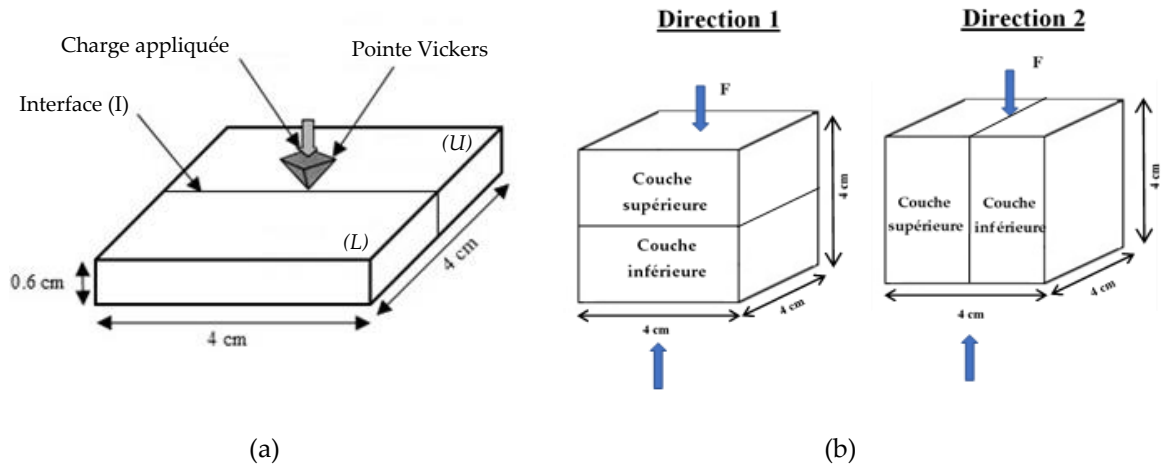
Le nombre de dureté Vickers (HV) est défini comme une contrainte selon la norme internationale ISO 6507-1 :2018(E).<sup>7</sup> Il s'obtient à partir de la charge appliquée et de l'aire de contact entre l'indenteur et le matériau. Cette aire de contact se déduit de la diagonale d'empreinte par une approche géométrique simple entre la forme pyramidale à base carrée de l'indenteur et de son volume image dans le matériau. L'expression de la dureté est donnée par l'équation (1) :

$$HV = 1,8544 \frac{P}{d^2} \quad (1)$$

Où le nombre de dureté HV est exprimé en  $\text{kgf}/\text{mm}^2$  si la charge d'indentation  $P$  est en kgf et la diagonale d'empreinte  $d$  en mm.

Toutefois, il est bien connu que dans un grand nombre de situations, la dureté varie avec la charge d'indentation appliquée. Ce phénomène est mieux connu sous le nom « Effet de taille (ISE) ». Les modèles mathématiques les plus connus pour décrire cette dépendance charge-dureté sont sans doute la loi de Li et Bradt<sup>8</sup> et celle de Bull *et al.*<sup>9</sup> Ces lois permettent de déterminer une dureté absolue ou encore macrodureté,  $HV_0$ , qui peut être considérée comme une propriété intrinsèque représentative du matériau. Nous proposons donc d'utiliser cette approche dans notre étude. D'autre part, des essais d'indentation instrumentée à l'échelle macro ont été réalisés à l'aide d'un « Zwick ZHU 2.5 », équipé d'une pointe Vickers, avec des charges allant de 2 à 2500 N. Ce test consiste à placer l'indenteur dans le plan de l'interface (**FIGURE 3(a)**). La courbe charge-déplacement est enregistrée de manière continue jusqu'à la rupture de l'échantillon et la charge finale est utilisée comme critère de résistance. Au moins 6 échantillons polis ayant chacun une épaisseur de 6 mm ont été testés pour chaque condition.

De plus, des essais de compression ont été réalisés à 28 jours suivant la norme « NF EN 196-1 »,<sup>10</sup> sur des cubes de 4 cm de côté prélevés à partir des éprouvettes moulées. Les surfaces d'essai ont été rectifiées. La machine d'essai est une presse hydraulique couplée 3R. Un facteur supplémentaire entre en jeu et joue un rôle déterminant dans la résistance à la compression des éléments imprimés. Il s'agit de la direction de la charge de compression qui peut être soit parallèle, soit perpendiculaire au plan de l'interface.<sup>6</sup> Afin de valider le comportement anisotrope et éventuellement détecter certaines variations avec les conditions d'impression, des essais ont été effectués dans ces deux directions (**FIGURE 3(b)**).



**FIGURE 3.** (a) Principe de l'essai d'indentation instrumentée interfaciale et (b) Sens de chargement par rapport à l'interface des échantillons cubiques imprimés.

### III. RESULTATS ET DISCUSSION

#### A. Méthodologie de microindentation

Des essais d'indentation ont été réalisés aléatoirement dans la matrice cimentaire de l'échantillon témoin « TG = 4h » dans différentes zones : la couche supérieure (U), la couche inférieure (L) et l'interface (I), cette dernière étant notre zone principale d'intérêt.

#### Couches supérieures (U) et inférieures (L).

L'approche par indentation classique appliquée à une zone de la couche supérieure a révélé un effet de taille, comme mentionné précédemment, où la valeur de dureté varie avec la charge d'indentation appliquée. Par conséquent, nous avons déterminé la dureté absolue  $HV_0$ , en utilisant les modèles de Li et Bradt<sup>8</sup> et de Bull *et al.*<sup>9</sup> Nous avons obtenu respectivement les valeurs de 56 et 58 kgf/mm<sup>2</sup> montrant la convergence des modèles utilisés. La même méthodologie est appliquée dans la zone inférieure où nous avons obtenu cette fois-ci 67 et 74 kgf/mm<sup>2</sup>. Dans ces conditions, nous observons une différence de dureté entre la couche supérieure (U) et la couche inférieure (L). Ce résultat bien qu'inattendu est probablement à relier au processus d'impression à l'échelle du laboratoire et aux conditions d'impression.

#### Dureté à l'interface (I).

Pour caractériser l'interface, une série de tests d'indentation a été réalisée dans le plan de l'interface. Nous avons également observé un effet de taille et déduit une valeur de macrodureté  $HV_0$  à l'interface de 41 kgf/mm<sup>2</sup>, bien en deçà des valeurs obtenues dans chacune des couches voisines, traduisant à l'évidence une altération des propriétés mécaniques. Pour l'établissement de notre critère, une série d'empreintes suivant la méthodologie décrite dans la **FIGURE 2** a été réalisée avec la charge relativement faible de 0,025 kgf pour une mesure très localisée. Les profils de dureté variant de 60 kgf/mm<sup>2</sup> (Couche U) à 70 kgf/mm<sup>2</sup> (Couche L) en passant par 40 kgf/mm<sup>2</sup> (Zone I) de part et d'autre de l'interface mettent en évidence l'étendue de l'altération de la dureté en fonction de TG. Il est à noter que plus TG augmente, plus la zone fragile s'élargit.

### Critère de faiblesse interfaciale (IWC).

Pour représenter à la fois la chute de dureté à l'interface et l'étendue de la zone le long de laquelle la dureté varie, nous proposons un critère de fragilité interfaciale (IWC) lié de manière simplifiée à la fois à la distance selon laquelle la dureté décroît et à l'amplitude de la dureté entre le cœur du matériau et l'interface comme le montre l'équation (2) :

$$IWC = 1/2 (HV_L - HV_I) \cdot x_L + 1/2 (HV_U - HV_I) x_U \quad (2)$$

Où  $HV_L$  est la dureté de la couche inférieure,  $HV_U$  la dureté de la couche supérieure,  $HV_I$  la dureté de l'interface,  $x_L$  la largeur de la zone dans la couche inférieure interfaciale et  $x_U$  la largeur de la zone dans la couche supérieure interfaciale. Un schéma du calcul est proposé sur la FIGURE 4(a). Ce critère de fragilité interfaciale, traduisant la dégradation de cette zone, est ensuite appliqué pour les différents TG. Il est à noter que plus le temps augmente, plus les largeurs des zones selon lesquelles la dureté varie augmentent, ainsi que la valeur de dureté à l'interface  $HV_I$  diminue. En pratique, IWC peut être exprimé par une fonction logarithmique,  $\ln t^n$ , en fonction des TGs, dont la puissance est déduite par ajustement de courbe comme le montre la FIGURE 4(b).

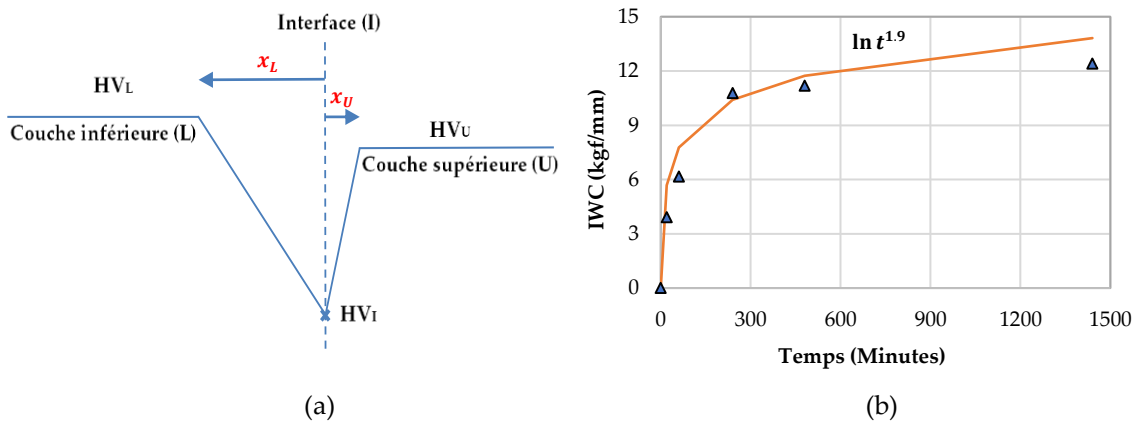


FIGURE 4. (a) Représentation schématique du profil dureté-profondeur dans la zone interfaciale, (b) Variation de IWC en fonction du temps d'attente entre les couches TG.

En conclusion, IWC peut être considéré comme un critère pertinent donnant des informations importantes sur la fragilité de la zone interfaciale des structures imprimées en béton-3D.

### B. Nouvelle méthode de mise en place

#### Comparaison avec l'impression manuelle.

De la même manière, nous avons établi des profils d'indentation pour chaque condition d'impression et calculé les valeurs IWC correspondantes pour la nouvelle méthode de fabrication des bétons 3D. Les valeurs obtenues ont bien montré que la zone interfaciale se fragilisait avec le temps TG tout comme la méthode du pistolet. Sur la base de ces résultats, nous considérons cette nouvelle méthode, plus rigoureuse et surtout plus reproductible, pour le reste de l'étude.

**Essais de compression.**

En comparant la résistance en compression «  $\sigma_c$  » du béton 3D pour les différents TG dans les directions 1 et 2, un écart entre 1 et 5 % est constaté. Cette variation étant négligeable, il peut être déduit qu'il n'y a pas de différence significative détectée pour «  $\sigma_c$  » avec les différents TG. Toutefois, une différence de «  $\sigma_c$  » est constatée entre les deux directions d'essai :  $87 \pm 12$  MPa pour la direction 1 et  $63 \pm 8$  MPa pour la direction 2, soit une différence proche de 40 %. Cela montre clairement le comportement anisotrope de l'échantillon stratifié testé. Nous en concluons que cette anisotropie est indépendante de TG.

**Indentation instrumentée interfaciale.**

Nous avons donc privilégié les essais d'indentation interfaciale instrumentée à l'échelle macro appliqués directement à l'interface jusqu'à la rupture à laquelle nous enregistrons la force maximale «  $F_{max}$  ». On observe une diminution de «  $F_{max}$  » avec l'augmentation du TG entre les couches, montrant une nouvelle fois l'affaiblissement de l'interface. De plus, différents modes de rupture ont été observés où les échantillons avec des TG relativement longs se sont fissurés au niveau de l'interface tandis que des échantillons avec des TG courts ont développé des fissures dans les couches et dans des directions aléatoires. En partant de ce constat, nous proposons un critère de rupture «  $C_f$  » lié à la fois à la longueur de fissure traversant l'interface et à la longueur de l'interface elle-même (**Equation (3)**) :

$$C_f(\%) = \frac{\sum L_c}{L_i} \times 100 \quad (3)$$

Où  $L_c$  est la longueur de la fissure traversant l'interface,  $L_i$  la longueur de la ligne interfaciale ayant la valeur de la largeur de l'éprouvette (aux alentours de 4 cm);  $C_f$  tend vers 100% pour une interface très fragile et vers 0 pour une interface très adhérente.

Nous avons remarqué que  $C_f$  augmente avec TG, prouvant de nouveau que l'interface s'affaiblit avec le temps, étant donné que la fissure se propage suivant un chemin qui lui est le plus facile.

*C. Variation des conditions thermo-hygrométriques*

Vu qu'IWC s'applique et illustre bien une baisse de dureté à l'interface et un élargissement de la zone fragile, on cherchait à voir son évolution en fonction des conditions environnementales (T et HR). Nous avons remarqué une augmentation d'IWC avec la dégradation des conditions thermo-hygrométriques. Pour une condition quasi-idéale (T=20°C/HR=100%), IWC variait faiblement avec le TG alors que pour des conditions plus extrêmes (comme T=35°C/HR=15%), une grande variation est constatée. Afin de corréler ces résultats avec d'autres résultats d'essais mécaniques, des essais de compression multidirectionnels ainsi que des essais de macroindentation instrumentée à l'interface ont été faits dans 2 directions différentes, comme décrit précédemment. Une baisse de «  $\sigma_c$  » est remarquée comme prévu entre les deux directions (anisotropie accentuée), ainsi que pour la condition extrême (T=35°C/HR =15%) par rapport aux autres conditions. On a aussi remarqué une diminution de  $F_{max}$  avec la dégradation des conditions en termes de T et de HR ainsi qu'avec TG ; ceci avec un  $C_f$  qui tend vers 100% pour les conditions extrêmes.

#### IV. CONCLUSION

L'indentation a été utilisée pour une étude localisée des propriétés mécaniques des bétons imprimés 3D. Nous avons testé ici différents protocoles expérimentaux permettant d'évaluer la liaison entre les couches successives et d'établir un lien entre les conditions d'impression et le comportement mécanique de l'interface. Des essais d'indentation classique ont permis d'établir à l'échelle micrométrique des profils de dureté 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, comparables à ceux imprimés manuellement, fiables et reproductibles. De plus, des essais de compression multidirectionnelle, réalisés sur les échantillons moulés (possible ici contrairement à ceux imprimés manuellement), ont été corrélés avec les essais d'indentation instrumentée à l'interface et à l'échelle macro. Une diminution significative de la dureté à l'interface est observée avec la dégradation des conditions de séchage, 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 avec les conditions dégradées suivant une 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. La force de rupture de l'interface en macroindentation instrumentée diminue avec des conditions d'impression plus sévères, montrant divers modes de rupture. Finalement, sans vouloir être un essai de substitution, nous démontrons que l'indentation, une technique peu utilisée dans le domaine du génie civil, s'avère être utile pour une caractérisation fine à l'échelle locale des bétons imprimés en 3D.

#### REFERENCES

1. 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>
2. Nerella, V.N., Hempel, S. & Mechtcherine, V. (2017). Micro-and macroscopic investigations on the interface between layers of 3D-printed cementitious elements, *Proc. ICACMS*, 8.
3. Kruger, J. & van Zijl, G. (2020). A compendious review on lack-of-fusion in digital concrete fabrication. *Additive Manufacturing*, 37, 101654. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101654>
4. Khalil, N., Aouad, G., El Cheikh & Rémond, S. (2017). Use of calcium sulfoaluminate cements for setting control of 3D-printing mortars. *Construction and building materials*, 15, 382-391. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.09.109>
5. 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>
6. Baz, B., Aouad, G., Khalil, N. & Rémond, S. (2021). Inter-layer reinforcement of 3D printed concrete elements, *Asian Journal of Civil Engineering*, 22, 341-349. <https://doi.org/10.1007/s42107-020-00317-0>
7. ISO 6507-1. (2018). International Standard Metallic materials -Vickers hardness test - Part 1: Test method. The International Organization for Standardization.
8. Li, H. & Bradt, R.C. (1996). The effect of indentation-induced cracking on the apparent microhardness. *Journal of materials science*, 31(4), 1065-1070. <https://doi.org/10.1007/bf00352908>
9. 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>
10. NF EN 196-1. (2016). Methods of testing cement – Part 1: Determination of strength. AFNOR.