

Impression 3D sous-marine des matériaux cimentaires : Formulation, optimisation du procédé et durabilité des matériaux imprimés.

Yohan Jacquet

Université Bretagne Sud, Institut de Recherche Dupuy de Lôme, UMR CNRS 6027, 56100 Lorient, France

RESUME

L'impression 3D est un procédé de fabrication additive devenu courant dans de nombreux secteurs de l'industrie grâce à la liberté de forme qu'elle offre. Dans le domaine de la construction, son utilisation reste aujourd'hui marginale en raison de la complexité des matériaux employés et du manque de standardisation du procédé. Cette étude propose de traiter d'une utilisation particulière : l'impression 3D de structures en béton directement dans l'eau. Ce procédé de mise en forme permet d'envisager de multiples applications, allant des ouvrages sous-marins dédiés aux énergies marines, à la gestion de sédiments, ou encore à l'aménagement d'espaces favorables à la biodiversité marine. Outre les problématiques communes liées à l'impression 3D, le lessivage du béton sous l'action de l'eau constitue un enjeu majeur qu'il convient de maîtriser pour garantir l'intégrité structurelle lors de l'impression du matériau dans l'eau. Alors que le comportement en compression vise à caractériser la stabilité dimensionnelle du matériau soumis à son propre poids, le comportement en traction permet quant à lui de prédire la cinétique de fissuration du matériau frais en tension (formes fléchies courbes, étirement des filaments, ...). Ces mécanismes de fissuration induits par la traction sont directement liés aux indicateurs de durabilité finaux de la structure imprimée et se doivent donc d'être évalués.

Mots-clés Impression 3D, rhéologie, fissuration, durabilité, lessivage.

I. INTRODUCTION

La fabrication additive dans le domaine du génie civil n'en est aujourd'hui qu'à ses balbutiements et peine à s'imposer en raison des verrous technologiques qu'elle pose. L'impression 3D de matériaux permet de concevoir les structures en fonction de la localisation des sollicitations mécaniques grâce au contrôle du dépôt de matière. L'utilisation d'un tel procédé dans l'industrie de la construction reste à l'heure actuelle marginale et reste réservée à des usages spécifiques ou à quelques démonstrateurs. Un des principaux avantages de cette technologie réside dans la liberté de forme inédite offerte aux architectes et dans la possibilité de se passer de coffrage rigide. Néanmoins, la stabilité de la structure en cours d'impression doit être assurée et le vieillissement du matériau « laissé à nu » au jeune âge contrôlé, ce qui nécessite un travail conséquent sur l'étude du comportement du matériaux à l'état frais (Roussel and Lowke, 2022).

C'est dans ce contexte que s'inscrit cette étude qui vise à proposer une alternative aux travaux de génie civil en milieu sous-marin grâce à des solutions robotisées. Alors que plusieurs solutions commerciales d'impression de matériaux de construction présentent aujourd'hui un niveau de maturité suffisant, l'adéquation entre matériau et procédé reste encore un enjeu important : l'un

d'entre eux réside notamment dans la capacité à assurer l'acheminement du matériau jusqu'au dépôt, tout en contrôlant la prise des matériaux cimentaires de façon optimale afin d'assurer la stabilité structurelle en cours de l'impression. Dans le cadre spécifique de cette étude s'ajoute la nécessité de contrôler la dynamique de lessivage du matériau directement exposé à l'eau.

L'objectif de cette thèse est d'étudier la faisabilité de l'impression de mortier directement dans l'eau et le potentiel de durabilité associé au matériau ainsi produit. Les méthodes couramment employées pour la caractérisation rhéologique des bétons courants ne suffisant pas à décrire pleinement les mécanismes de lessivage encourus par une structure imprimée dans l'eau, de nouveaux essais sont proposés afin de mettre en évidence l'influence de paramètres rhéologiques jusqu'alors peu considérés. Pour les matériaux fermes, le comportement en traction pilote en effet l'apparition de fissures, ou micro-fissures, qui peuvent entraîner dans l'air une fissuration plus importante (retrait, séchage, ...), mais qui, dans l'eau, sont directement responsables du lessivage du matériau, compromettant alors l'intégrité structurelle.

II. PROGRAMME EXPERIMENTAL ET METHODES D'ESSAI

On distingue dans les pratiques courantes d'impression 3D de béton par couches successives, deux typologies de matériaux : le premier (dît monocomposant) présente un seuil d'écoulement relativement élevé et mise sur son potentiel thixotrope pour gagner en rigidité, tandis que le second (dît bicomposant), est plus fluide et mise sur l'ajout d'accélérateurs de prises pour atteindre un fort niveau de structuration adapté à une impression rapide. Ces deux stratégies imposent un cahier des charges qui diffère de celui de formulations de béton courant du fait de l'addition nécessaire d'agents modificateurs de la viscosité (VMA) permettant d'assurer la qualité des filaments extrudés.

II - 1. Formulations

Dans cette étude, la formulation de base reste relativement semblable à celles rencontrées couramment dans la littérature, à l'exception près que le volume de sable a été porté à 3,5 fois celui du ciment afin de minimiser l'impact environnemental lié au poids carbone du liant hydraulique. Les contraintes liées à l'imprimante (WASP 3MT) restreignent la plage granulaire du sable utilisable, qui est donc tamisé pour présenter un D_{max} de 2mm. Au ciment CEM I 52,5 N employé dans cette étude, est associé un plastifiant de type polycarboxylate à un dosage de 0,3% par rapport au liant. Différents dosages en VMA (Hydroxyproylméthylcellulose à 10 000mPa.s) : 0,11% ; 0,23% ; 0,45% et 0,68% par rapport à la masse d'eau sont utilisés afin de faire varier les propriétés rhéologiques des mélanges. A l'échelle de la pâte de ciment, la fraction volumique solide s'étend de 47,5% à 58,8% (i.e rapport E/C compris entre 0,22 et 0,35), tandis que pour le mortier, la fraction volumique solide est comprise entre 72% et 78,7% (i.e rapport E/C variant de 0,39 à 0,56). Dans un second temps, l'ajout d'un agent anti-lessivage (sel de calcium de l'acide formique) suivant des ratios compris entre 0 et 1,5% par pas de 0,5% par rapport à l'eau permet d'étudier la tenue structurelle du matériau imprimé dans l'eau et ses conséquences sur les indicateurs de durabilité associés.

II - 2 Essais de caractérisation rhéologique

Avant la démocratisation des techniques de fabrication additive appliquées aux matériaux de construction, la dynamique de recherche sur la rhéologie des bétons se concentrait principalement sur la caractérisation des bétons dits autoplaçants. Depuis quelques années, la discipline voit émerger de nouveaux types de matériaux, plus visqueux, plus collants et qui partagent à certains égards, certaines propriétés relatives à la mécanique de solides (fragilité, fissuration, asymétrie de comportement, ...) afin de satisfaire à la stabilité dimensionnelle en l'absence de coffrage.

Cette étude propose de se focaliser sur un des aspects développés au cours de la thèse et de décrire principalement le comportement en traction, en raison de son lien présumé avec la cinétique de fissuration du matériau en cours d'impression. Une synthèse des essais développés ou adaptés des travaux issus de la littérature sont néanmoins indispensables à la mise en perspectives du comportement en traction. On distinguera ainsi quatre types d'essais de caractérisation, dont une vue synoptique est proposée en Fig.3 :

- Essai de compression pour matériaux fluides – *gravity driven slump* (GDS) : essai d'affaissement, dit slump test, adapté afin de calculer la compression induite par la gravité ;
- Essai de compression pour matériaux fermes – *squeeze flow* (SF) : essai issu de la littérature, réalisé ici sur des cylindres d'élanement 2 afin de limiter les effets de consolidation ;
- Essai de traction pour matériaux fluides – *gravity driven tension* (GDT) : essai d'extrusion à débit contrôlé permettant de mesurer la contrainte à la rupture sous poids propre ;
- Essai de traction pour matériaux fermes – detachable dumbbell device tensile test (3DTT).

II - 3 Mécanismes de fissuration

La fissuration des matériaux cimentaires imprimés a trait principalement aux formulations dites monocomposant dont la stabilité structurelle dépend du caractère thixotrope de ce dernier, et ne nécessite pas d'ajout massive pour déclencher la prise chimique. Il convient néanmoins de noter que la fissuration, ou micro-fissuration, est un phénomène qui intervient principalement en raison d'un dépassement localisé de la déformation maximale admissible par le matériau. Pour limiter, ou bien repousser, l'apparition de cette fissuration, il convient d'accroître la déformation admissible à la rupture du matériau.

On considèrera dans cette étude en première approche que le domaine purement élastique est extrêmement faible et trouve son essence dans la structure physico-chimique des hydrates de la pâte cimentaire. La rupture est quant à elle principalement gouvernée par la fraction volumique solide et plus encore, par la présence de granulats qui au-delà d'une certaine fraction, compromettent la continuité de la pâte de ciment.

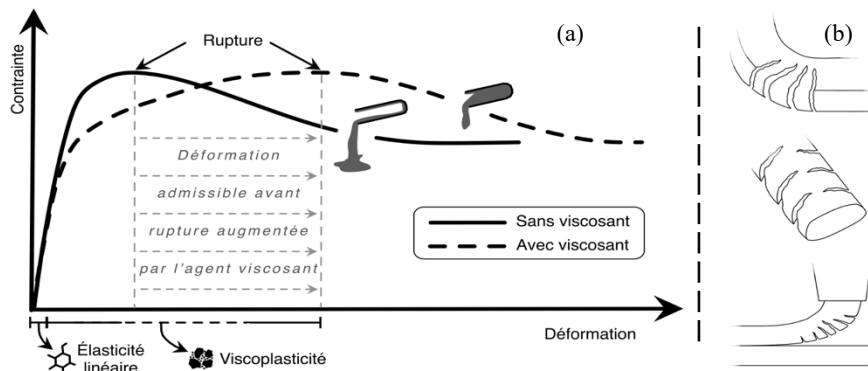


FIGURE 1 Mécanisme de déformation et conséquences observables d'une faible déformabilité

La solution adoptée dans cette étude est d'augmenter la déformabilité du mortier en travaillant sur l'accroissement du domaine visco(élasto)-plastique en augmentant la viscosité du fluide interstitiel et par conséquent la viscosité et la stabilité de la pâte de ciment elle-même. L'ajout d'agents modificateurs de viscosité (VMA) permet ainsi, suivant le dosage employé, d'augmenter la déformation admissible à la rupture et par conséquent, de limiter singifiquement l'apparition de micro-fissurations.

Il est courant de rencontrer ces phénomènes de fissuration lors de l'extrusion de matériaux fermes lors de l'écrasement des couches, lorsque la vitesse d'avance du robot est trop élevée pour un débit de matériau donné, ou encore lorsque le matériau est soumis à de la flexion (singularités de formes, hauteur de dépôt, ...). A ces cas courants, présentés sur la Fig.1, viennent s'ajouter des micro-fissures, qui, si elles ne compromettent pas l'intégrité structurelle pendant l'impression, peuvent induire par la suite lors de la prise ou du séchage, une forte dépréciation des indicateurs de durabilité : dans le cas de l'impression 3D sous-marine, il s'agit de voies de pénétration d'eau responsables d'un fort lessivage qu'il convient alors de limiter par l'ajout d'agent anti-lessivage.

II. RESULTATS ET DISCUSSION

III - 1 Essais de caractérisation rhéologique en traction

Un essai courant de caractérisation rhéologique consiste à mettre en écoulement le matériau en le cisillant. A la différence des fluides newtoniens dont le lien entre vitesse de sollicitations et contrainte de cisaillement est direct, les matériaux cimentaires présentent un comportement fortement non-linéaire. Il est admis que pour une vitesse de sollicitation suffisamment faible, la contrainte d'écoulement mesurée est proche d'une contrainte seuil qualifiée de statique. La contrainte quasi-statique d'écoulement en cisaillement sera utilisée à des fins de comparaison et dans l'appréciation de la véracité du critère de von Mises, largement employé dans le domaine, qui dans le cas de la traction s'écrit : $\sigma_{t,0} = \sqrt{3} \cdot \tau_0$ (Jacquet et al., 2021) avec $\sigma_{t,0}$, la contrainte à la rupture en traction, et τ_0 , le seuil d'écoulement statique en cisaillement.

Dans cette étude, on proposera de ne se concentrer que sur les contraintes quasi-statiques en utilisant un taux de cisaillement de $0,05s^{-1}$ (vane test) pour les essais de cisaillement, et une vitesse de sollicitation en traction (3DTT) de $0,1mm/s$. L'essai de traction, réalisé ici Fig.2 sur une pâte de

ciment à une fraction volumique solide de 53% (HPMC=0,68%), montre une forte déformabilité du matériau : la déformation de Hencky vise à réduire les erreurs d'appréciation de ces grandes déformations, pour lesquelles l'emploi de méthodes de corrélation d'images serait pertinent (Jacquet et al., 2022).

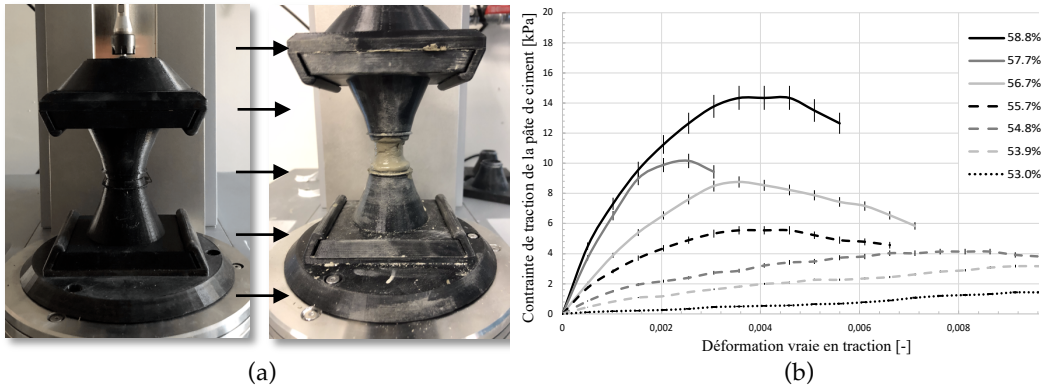


FIGURE 2 Dispositif d'haltères interchangeable pour l'étude du comportement en traction.

III - 2 Asymétrie de comportement traction – compression

De la même façon que pour les essais de cisaillement et de traction sur matériaux fermes présentés précédemment à la partie III-1, de faibles vitesses de sollicitations seront utilisées dans cette partie afin de conserver des conditions d'essais supposées quasi-statiques. Les quatre typologies d'essais sus-cités à la partie II-2 sont réalisés sur une pâte de ciment dont la fraction volumique solide est comprise entre 47,5% et 58,8%. Pour chacune de ces fractions volumiques solides, l'essai de caractérisation adéquat est employé afin de mesurer la contrainte d'écoulement du matériau : la Fig.3 propose une représentation de la contrainte équivalente de von Mises calculée à partir de ces essais de traction et compression en fonction de la fraction volumique solide de pâte de ciment.

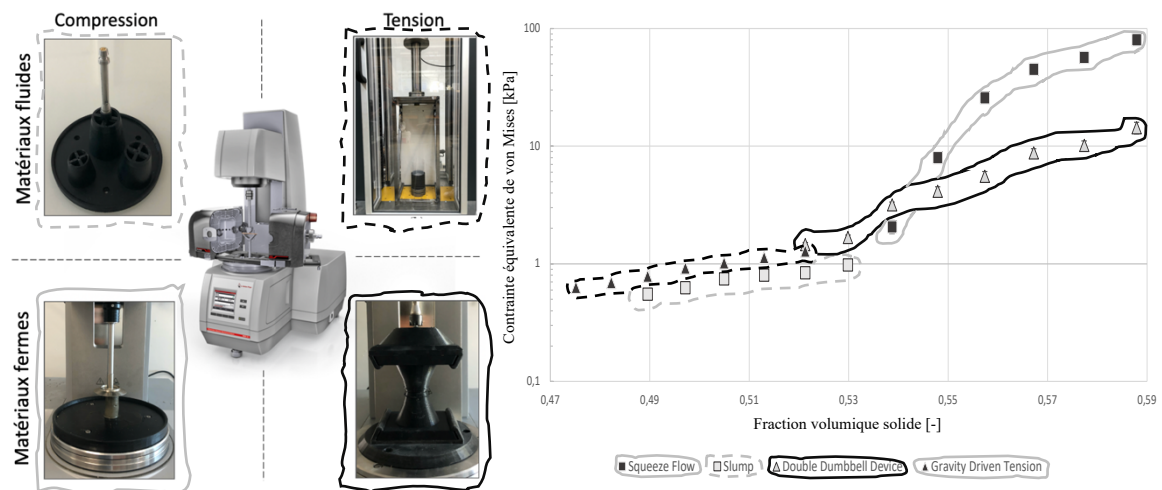


FIGURE 3 Etude de l'asymétrie de comportement traction – compression

Alors que pour les matériaux fluides la contrainte équivalente de von Mises montre une forte corrélation entre traction et compression (*gravity driven tension* et *slump*), au-delà d'une certaine fraction volumique solide (53% dans le cas présent), une asymétrie de comportement entre traction

et compression se déssine et ne cesse de progresser. On peut postuler qu'il s'agit des prémices de l'asymétrie de comportement connue pour les matériaux granulaires et les béton durcis.

L'étude de l'asymétrie de comportement montre ainsi la nécessité de ne pas se limiter à des essais de cisaillement si on souhaite décrire l'impression et la cinétique d'apparition des fissures lors du dépôt de matériaux fermes. Dans cette étude, à partir d'une fraction volumique de 53% (seuil d'écoulement statique en cisaillement de seulement 0,7 kPa), le critère de von Mises est rendu caduc et ceci est d'autant plus vrai avec l'ajout de granulats. Caractériser le comportement d'un matériau en traction devient donc préférable pour un très grand nombre de matériaux imprimables dits monocomposants si on veut estimer la fissuration au jeune âge et ses conséquences potentielles liées au lessivage en conditions immergées ; au retrait empêché et le cas échant au séchage dans l'air.

III - 3 Sensibilité à l'eau des matériaux imprimés

Sachant prédire et estimer les mécanismes de fissuration, pour imprimer un matériau directement sous-l'eau, il convient de proposer des mesures préventives permettant de réduire le lessivage du matériau sur le long terme. Deux axes d'études sont suivis :

- Augmenter la déformabilité grâce à l'emploi d'éthers de cellulose (HPMC).
- Ajouter un agent anti-lessivage pour protéger les particules de ciment contre l'eau (CaFo).

Un mortier à l'état frais de fraction volumique solide initiale de 72% est abondé de différentes quantités de ces deux adjuvants dans le but d'évaluer la réaction de l'échantillon sous une perte de charge hydraulique ΔH [m]. A partir du débit Q [m³/s] mesuré à la sortie de l'échantillon de hauteur H [m] et de section A [m²], la conductivité hydraulique peut être calculée suivant la loi de Darcy :

$$K = \frac{H}{A} \cdot \frac{Q}{\Delta H} \text{ [m/s].}$$

La Fig.4 montre une amélioration des performances à courts termes grâce à l'ajout d'éthers de cellulose et une dégradation moindre avec l'augmentation de l'adjuvantation. Ces éthers de cellulose ne permettent que de différer le lessivage du matériau, ce qui se traduit dans le cas d'une application réelle d'impression sous-marine par une tenue de la structure inférieure à la minute. L'ajout de formate de calcium limite significativement l'accroissement de la conductivité hydraulique jusqu'à rendre négligeable la dégradation du matériau après plus de trois heures pour un dosage de 1,5%.

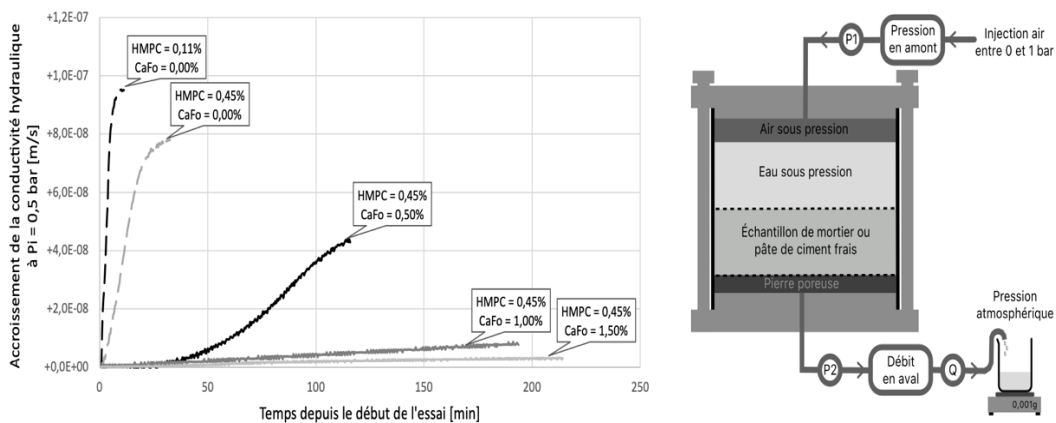


FIGURE 4 Essais de perméabilité à l'eau sur mortiers à l'état frais et dispositif d'essai

Un dosage minimal d’agents modificateurs de viscosité est nécessaire pour assurer la déformabilité du matériau et réduire la fissuration et donc la surface effectivement exposée au lessivage. À ceci s’ajoute la nécessité de protéger dans la durée le matériau contre ce lessivage en ajoutant une barrière hydrophobe : cet ajout peut être pondéré en fonction des conditions de mise en œuvre (profondeur, force des courants, complexité de la structure, taille des granulats, ...)

III - 4 Indicateur de durabilité : perméabilité au gaz

Les leviers de formulation d’un matériau cimentaire imprimable sous l’eau étant clairement identifiés, l’évaluation de l’influence de ces paramètres de formulation sur la durabilité finale de la structure imprimée s’avère indispensable. On se propose ici de faire un focus sur une formulation suffisamment visqueuse pour être imprimée sans pour autant présenter un comportement collant trop prononcé : HMPC 0,23% et CaFo compris entre 0% et 1,5% par pas de 0,5%.

Un échantillon traversé par un gaz noble suivant une différence de pression de percolation en amont et en aval, présente en son centre une pression moyenne P_m . Celle-ci permet de déterminer une perméabilité apparent K_a , qui elle-même exprimée en fonction de l’inverse moyenne permet de déterminer la perméabilité intrinsèque K_i du matériau (ordonnée à l’origine).

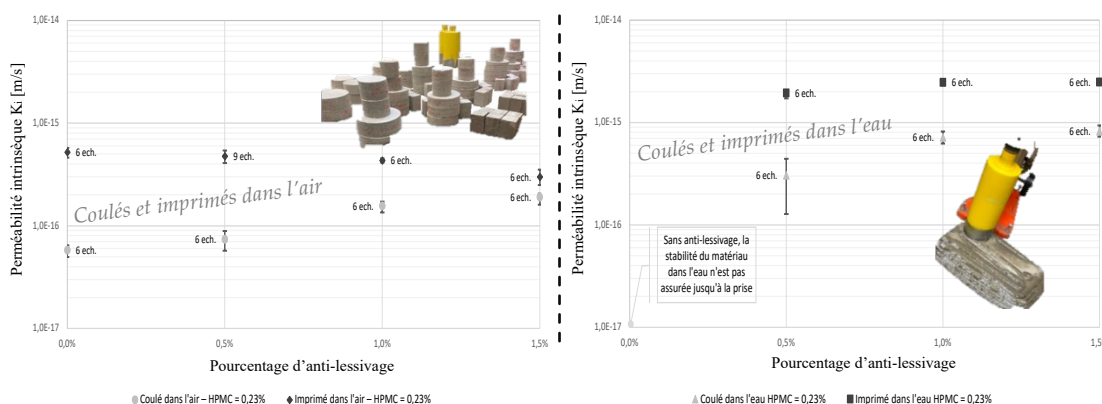


FIGURE 5 Perméabilité intrinsèque au gaz des échantillons coulés/imprimés dans l'air/l'eau (resp.)

La Fig.5 permet d’apprécier, pour un dosage en HPMC de 0,23%, la performance amoindrie des échantillons réalisés dans l’eau, coulés comme imprimés. Les échantillons coulés dans l’air présentent néanmoins de meilleurs indicateurs de durabilité que ceux réalisés dans l’eau.

L’impossibilité de porter à 28 jours la durée d’hydratation des matériaux imprimés dans l’eau en raison de leur perte d’intégrité pendant les premières minutes d’immersion, ne permet d’analyser que les résultats obtenus pour des dosages en anti-lessivage CaFo supérieurs à 0,5%. La diminution des indicateurs de durabilité avec l’accroissement du taux d’agent anti-lessivage pour les matériaux coulés s’explique par la forte augmentation du caractère visqueux collant induit, et donc la difficulté de mise en œuvre par coulage qui en découle. En revanche, la mise en forme par impression 3D permet de réduire ce problème et améliore ainsi que les indicateurs de durabilité associés.

Dans le but de mieux appréhender les différentes contributions des deux adjuvants employés, les rapports entre la perméabilité intrinsèque des matériaux imprimés dans l’air et celle des matériaux imprimés dans l’eau sont synthétisés dans le Tableau 1.

TABLEAU 1 Facteur de dégradation des perméabilité des échantillons imprimés dans l'air et dans l'eau.

$$K_{i,imp.eau}/K_{i,imp.air}$$

HPMC \ CaFo	0%	0,5%	1%	1,5%
0,11%	1,0	3,2	4,8	7,3
0,23%	1,0	4,0	5,8	8,3
0,45%	1,0	5,1	8,3	12,1

Alors que pour les matériaux sans agent anti-lessivage, il est impossible de garantir l'intégrité du matériau à 28 jours (i.e $K_{i,imp.eau}/K_{i,imp.air} = 1$), on observe une nette amélioration des indicateurs de durabilité avec l'augmentation de la déformabilité (offerte par l'HPMC) et de la résistance au lessivage (offerte par le CaFo). De plus, il est intéressant de constater que l'ajout d'éthers de cellulose pour un dosage en anti-lessivage donné, entraîne un accroissement de la viscosité du mélange qui permet alors de réduire la dégradation des indicateurs de durabilité : la déformabilité accrue du matériau se traduit dans l'air par une diminution de la fissuration, et qui, dans le cas de l'impression 3D sous-marine, permet d'en limiter le lessivage.

CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Imprimer un matériau directement dans l'eau révèle avant tout l'importance de caractériser les mécanismes de fissuration ou de microfissuration des matériaux imprimés. Au-delà de cette étude et de ce cas d'usage spécifique, un large panel d'applications requiert un matériau imprimable présentant une forte stabilité initiale, afin de réduire le recours à une adjuvantation trop massive.

La cinétique de fissuration du matériau frais a été mise en perspective avec les problématiques propres aux fluides complexes : l'asymétrie de comportement traction – compression et la nécessité de la prendre en considération. Il été par la suite mis en évidence que cette fissuration avait une conséquence directe sur le lessivage du matériau à l'état frais, et que si elle n'est pas gérée convenablement en amont, impacte significativement la durabilité des matériaux durcis.

Dans une volonté affichée de réduire l'impact environnemental de la solution, une étude complémentaire a été entreprise sur des mélanges à base de chaux et de matériaux pozzolaniques, suivant la même stratégie de protection contre le lessivage proposée dans cette étude. L'objectif est de proposer un matériau plus durable en milieu marin et de le rendre hautement bio-compatible.

REFERENCES

- Jacquet, Y., Perrot, A., Picandet, V., 2022. Monitoring Strain Using Digital Image Correlation During Compressive and Tensile Loading: Assessment of Critical Strain of Cement-Based Materials Containing VMA, Third RILEM International Conference on Concrete and Digital Fabrication, RILEM, pp. 324–329. https://doi.org/10.1007/978-3-031-06116-5_48
- Jacquet, Y., Perrot, A., Picandet, V., 2021. Assessment of asymmetrical rheological behavior of cementitious material for 3D printing application. *Cem. Concr. Res.* 140, 106305. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2020.106305>
- Roussel, N., Lowke, D. (Eds.), 2022. Digital Fabrication with Cement-Based Materials: State-of-the-Art Report of the RILEM TC 276-DFC, RILEM State-of-the-Art Reports. Springer International Publishing, Cham. <https://doi.org/10.1007/978-3-030-90535-4>