



HAL
open science

Formulation et caractérisation d'une encre cimentaire à faible impact carbone pour l'impression 3D

Estelle Hynek, D. Bulteel, Urquizar Antoine, Sébastien Rémond

► To cite this version:

Estelle Hynek, D. Bulteel, Urquizar Antoine, Sébastien Rémond. Formulation et caractérisation d'une encre cimentaire à faible impact carbone pour l'impression 3D. NOMAD 2022 - 4e conférence internationale francophone Nouveaux Matériaux et Durabilité, IMT Mines Alès; LMGC; LIFAM, Nov 2022, Montpellier, France. hal-03879722

HAL Id: hal-03879722

<https://hal.science/hal-03879722v1>

Submitted on 30 Nov 2022

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

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

Formulation et caractérisation d'une encre cimentaire à faible impact carbone pour l'impression 3D

HYNEK Estelle^{1,2}, BULTEEL David^{1,2}, URQUIZAR Antoine³, REMOND Sébastien⁴

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

² IMT Nord Europe, Institut Mines-Télécom, Centre for Materials and Processes, F-59000 Lille, France

³ Constructions 3D, 59860 Bruay-sur-l'Escaut, France

⁴ Univ. Orleans, Univ. Tours, INSA-CVL, LaMé – EA7494, 8 Rue Léonard De Vinci, 45072 Orléans, France.

RÉSUMÉ De nos jours, la priorité est au développement de matériaux et de technologies respectueux de l'environnement. C'est dans cette optique que s'inscrit cette étude réalisée en partenariat avec la société Constructions 3D. Cette dernière, dont le but premier est de vendre des imprimantes 3D à travers le monde, est soucieuse de l'impact environnemental que les mortiers imprimables peuvent avoir. Ainsi, des matériaux alternatifs au ciment tels que le métakaolin et le laitier de haut-fourneau ont été choisis afin de formuler une encre plus éco-responsable dont le taux de substitution du ciment s'élève à 70%. En vue des applications souhaitées, ce mortier à liant ternaire se doit d'être imprimable (c'est-à-dire pompable, extrudable et constructible). En effet, le matériau doit dans un premier temps être assez fluide pour être extrudé de la buse puis changer rapidement de comportement afin de supporter le poids des couches successives. Formulé à partir d'une encre de référence à liant uniquement cimentaire et en travaillant à maniabilité constante, le mortier à liant ternaire y est comparé afin d'en apprécier les propriétés à l'état frais et à l'état durci. De ce fait, les essais permettant d'évaluer l'imprimabilité et la constructibilité du mortier tels que le fall cône, l'essai d'étalement à la table à chocs et l'impression manuelle au laboratoire sont utilisés. Des essais de résistance mécanique en flexion et compression à 2, 7, 28 et 90 jours ainsi qu'un suivi dans le temps du comportement au retrait des deux matériaux sont effectués. Enfin, des tests d'impression à l'échelle 1 sont réalisés afin de valider ou non le caractère imprimable de l'encre à liant ternaire dans le but ensuite d'imprimer des objets à plus grande échelle. Il apparaît que l'encre à liant ternaire est bien imprimable à échelle 1 dans les mêmes conditions que l'encre de référence. Elle sera donc utilisée sur chantier pour en évaluer les propriétés en conditions réelles.

Mots-clefs mortier imprimable, liant bas carbone, constructibilité.

I. INTRODUCTION

Cette étude est réalisée dans le cadre d'un partenariat avec la société Constructions 3D, fournisseur mondial d'imprimantes 3D mortier. Pour réaliser les essais d'impression à l'échelle

chantier de cette étude, les systèmes de pompage M-Tech Duomix 2000 et MAI@440GE sont utilisés. Ce type de procédé nécessite l'utilisation de prémix secs et l'incorporation d'adjuvants solides au mélange.

Parmi les avantages que compte l'impression 3D dans le domaine de la construction, on peut citer la rapidité de cette technologie, la variété des formes architecturales qu'elle offre et la réduction de la pénibilité du travail. Cependant, l'impression 3D pourrait également permettre de réduire l'impact environnemental des nouvelles constructions de par l'élimination totale de l'utilisation de moules et la réduction de la quantité de matériaux utilisée (Panda et al., 2016) ; (Perrot et al., 2019) ; (Carneau et al., 2020). En combinant cette technologie à l'utilisation de matériaux à plus faible impact carbone que le ciment, cela permettrait à terme de diminuer encore l'empreinte écologique qu'a le domaine de la construction.

Aujourd'hui, la plupart des encres utilisées sont majoritairement composées de ciment, dont la production constitue une grande part des rejets de CO₂ (Mukhametrakhimov and Lukmanova, 2020). L'objectif de cette étude est de développer un mortier imprimable à bilan carbone réduit et présentant un retrait moindre par rapport à une encre de référence composée uniquement de ciment. Nous avons choisi de remplacer ce dernier par un mélange de métakaolin (MK) et de laitier granulé broyé de haut fourneau (GGBFS). Ces deux matériaux ont été choisis pour leur impact environnemental plus faible que celui du ciment mais également pour leur disponibilité et facilité d'approvisionnement. D'un point de vue environnemental, la quantité de CO₂ émise par tonne de ciment est d'environ 765kg, tandis qu'elle s'approche plutôt des 140kg pour le métakaolin et 95kg pour le GGBFS (données fournisseurs). De plus, laitier de haut-fourneau et métakaolin ont été choisis pour leur capacité à compenser les faiblesses de chacun. En effet, le GGBFS permet de conserver des propriétés mécaniques correctes et un temps d'ouvrabilité adapté à l'impression 3D tandis que le métakaolin permet de limiter le retrait des mortiers (Gleize et al., 2007; Lee et al., 2006; Perlot and Rougeau, 2007; Wei et al., 2011). Sur la base des résultats obtenue dans une étude parallèle, l'encre ternaire développée est composée de 50% de métakaolin, 20% de laitier de haut-fourneau et 30% de ciment.

II. MATÉRIAUX ET PROCÉDÉS

A. Matériaux

Les deux mortiers formulés pour cette étude sont composés d'un ciment Portland ordinaire (OPC) de type I (CEM I 52,5N) fourni par EQIOM. Un laitier de haut-fourneau provenant de chez ECOCEM et un métakaolin fourni par ARGECO sont utilisés pour réaliser l'encre ternaire. Pour les adjuvants, un superplastifiant CHRYSO® (nommé SP), un agent modificateur de viscosité CHRYSO® (nommé VMA-1, il s'agit d'un gélifiant et épaississant dérivé de la cellulose) et un agent stabilisateur de rhéologie CHRYSO® (nommé VMA-2, il s'agit d'un mélange de gélifiant, d'épaississant et de viscosant de type amidon) ont été utilisés. Ces différents adjuvants ont été fournis sous forme solide afin de pouvoir adapter les encres développées aux différents types de systèmes d'impression employés par la société Constructions 3D par la suite. Enfin, un sable calcaire naturel est fourni par Les Carrières du Boulonnais.

La distribution granululaire des matériaux est obtenue via un analyseur de particules à diffraction laser LS 13 320. Les matériaux sont également caractérisés par fluorescence X (FX), analyse par diffraction des rayons-X (DRX) et analyse par adsorption d'azote (avec la méthode BET). Le métakaolin est aussi observé au microscope électronique à balayage (MEB) afin de comprendre les résultats de granulométrie obtenus.

La FIGURE 1 montre les distributions granulométriques des matériaux solides utilisés. Le ciment et le laitier ont des distributions granulométriques très proches, mais le métakaolin est beaucoup plus grossier. Le ciment OPC a une densité de $3,16 \text{ g/cm}^3$ et un diamètre médian de particules D_{50} de $8,2 \mu\text{m}$. Le laitier GGBFS a une densité de $2,90 \text{ g/cm}^3$ et un D_{50} de $11 \mu\text{m}$. Le métakaolin a une densité de $2,63 \text{ g/cm}^3$ et un D_{50} de $39 \mu\text{m}$. Quant au sable, il a une densité de $2,70 \text{ g/cm}^3$ et une distribution granulométrique entre 0 et 2 mm dont 19% de particules ont un diamètre inférieure à $63 \mu\text{m}$. La granulométrie plus grossière du métakaolin est inattendue, et cette distribution est due à l'agglomération de petites particules de métakaolin sur des grains de quartz de tailles plus importantes (pouvant atteindre $200 \mu\text{m}$) naturellement présents dans le matériau comme le montre la FIGURE 2. Cette présence abondante de quartz est observée grâce aux analyses DRX et est confirmée par les travaux de SOUAYFAN qui a travaillé sur le même type de métakaolin utilisé dans cette étude (Souayfan, 2021). De plus, comparé à un métakaolin de haute pureté comme celui utilisé par Gleize et al ($52\% \text{ SiO}_2$, $44\% \text{ Al}_2\text{O}_3$), celui utilisé pour cette étude est donc plus riche en silice à cause de la présence du quartz ($58\% \text{ SiO}_2$, $31\% \text{ Al}_2\text{O}_3$, pourcentages obtenus par analyse FX) (Gleize et al., 2007).

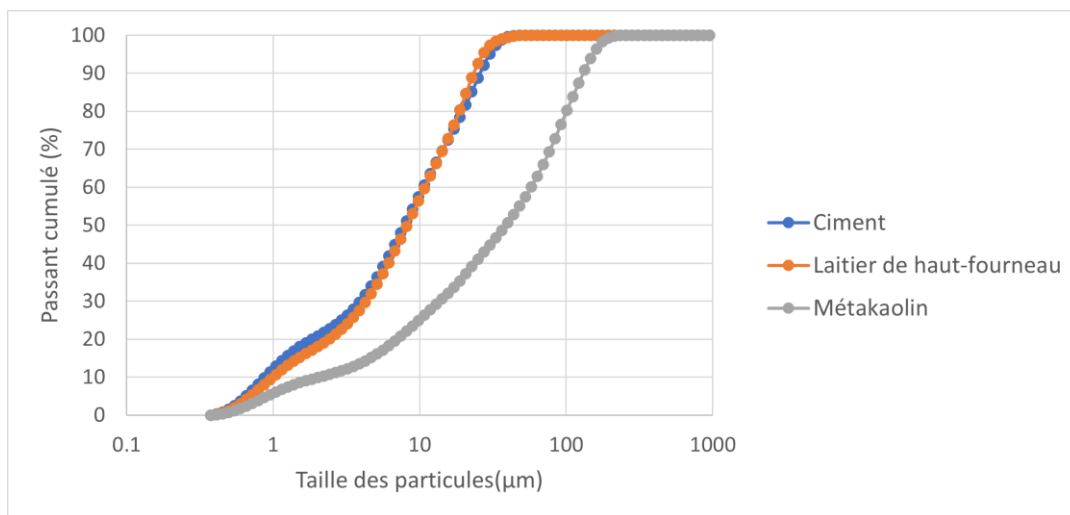


FIGURE 1. Distributions granulométriques du ciment, du laitier de haut-fourneau et du métakaolin

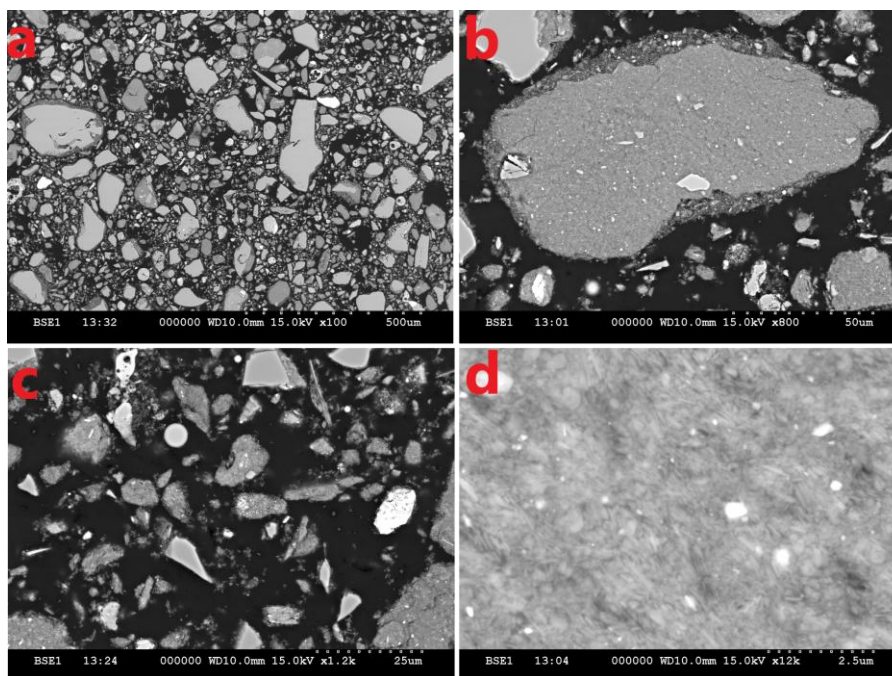


FIGURE 2. Images MEB d'une section polie de métakaolin à différents grossissements. L'image nommée « d » met en avant la structure en feuillets du métakaolin.

B. Stratégie de formulation

Une encre de référence dont le liant est composé uniquement de ciment est d'abord réalisée en laboratoire. L'essai au cône de Marsh (De Larrard et al., 1996) est utilisé pour déterminer la demande en superplastifiant du mortier la plus économique. Conformément aux recommandations du fournisseur, les quantités de VMA combinés sont limitées à 0,3% de la masse du liant. La quantité d'eau est ajustée afin d'obtenir un mortier imprimable en laboratoire, c'est-à-dire extrudable sans blocage et constructible (Khalil, 2018). Un pistolet à colle est utilisé pour simuler l'extrudabilité et l'imprimabilité des encres. L'encre de référence, notée "Référence", est ensuite utilisée pour obtenir une valeur d'étalement cible. Les essais d'étalement à la table à chocs sont réalisés selon la norme NF-EN 1015-3 directement en fin de malaxage.

Les travaux effectués au sein de notre laboratoire ont permis de mener à l'élaboration de l'encre ternaire, notée "Ternaire", composée de 30% de ciment, 50% de métakaolin et 20% de GGBFS en volume. Les proportions volumiques de liant et de sable sont maintenues équivalentes à celles du mortier de référence. Les rapports Eau/Liant sont maintenus égaux pour les deux mortiers. La quantité de superplastifiant a été ajustée pour obtenir la même valeur d'étalement à 15 coups que le mortier de référence. Cette quantité est plus importante que pour celle de l'encre de référence à cause de la structure en feuillets du métakaolin. De plus, l'analyse par adsorption d'azote utilisant la méthode BET montre que le métakaolin a une surface spécifique plus grande que celles du ciment et du laitier ($15,46 \text{ m}^2/\text{g}$ contre $0,98 \text{ m}^2/\text{g}$ et $2,84 \text{ m}^2/\text{g}$ respectivement). L'encre est considérée comme imprimable en laboratoire grâce à l'essai de simulation au pistolet. Les compositions des deux mortiers sont présentées dans le Tableau 1. L'encre ternaire ainsi formulée a un impact carbone beaucoup plus faible qu'une encre contenant uniquement du ciment. En effet, en prenant en compte les valeurs de quantités de CO_2 émises par tonne de matériau

précédemment citées et en ne tenant compte que de la partie « liant » sans tenir compte de la part « sable » peu impactante en termes de CO₂ comparé au liant, l'encre de référence atteint les 660 kg par tonne de matériau tandis que pour l'encre ternaire, cette valeur est diminuée à 263 kg par tonne de matériau. L'émission de CO₂ d'un mètre cube de l'encre de référence est de 684kg contre 290kg pour l'encre ternaire, soit un impact divisé par 2,3.

TABLEAU 1. Composition des mortiers, en kg/m³

Mortier	OPC	GGBFS	MK	Sable	E/L	%SP	%VMA-1	%VMA-2	Etalement (mm)
Référence	863			1076	0,38	0,40	0,1	0,2	146
Ternaire	259	158	360	1076	0,38	0,59	0,1	0,2	147

C. Méthodes

- Estimation de l'évolution du seuil de cisaillement : essai au fall cône.

Initialement basé sur la norme ISO 17892-6, ce test est proposé par Baz et al. (Baz et al., 2021) afin d'estimer la capacité d'un mortier à être constructible dans le temps. Après avoir laissé le matériau au repos durant 30s, des mesures sont prises toutes les 150s en faisant pénétrer un cône d'angle et de masse connue dans le matériau. La profondeur de pénétration permet d'obtenir une valeur de seuil de cisaillement τ_0 pour chaque échéance (Estellé et al., 2015), permettant ensuite de déterminer une valeur du taux de structuration A_{thix} du matériau (Roussel, 2006). Cette valeur de seuil de cisaillement augmente graduellement au cours du temps durant quelques dizaines de minutes lorsque le matériau est laissé au repos. Ainsi, Roussel (Ovarlez and Roussel, 2007; Roussel and Cussigh, 2008) propose une relation linéaire entre la valeur de seuil de cisaillement τ_0 , le temps de repos t et le taux de structuration du matériau A_{thix} . Cette relation est présentée dans l'équation (1) où $\tau_{0,0}$ est le seuil de cisaillement initial.

$$\tau_0(t) = \tau_{0,0} + A_{thix} \cdot t \quad (1)$$

- Performances mécaniques

Des essais de flexion et de compression sont réalisés sur les mortiers ternaire et de référence à 2, 7, 28 et 90 jours selon la norme NF EN 196-1 afin d'apprécier l'influence de la combinaison des deux additions minérales sur les performances mécaniques de l'encre. Les éprouvettes 40x40x160mm sont coulées de façon normée avec une mise en place du matériau par chocs.

- Suivi du retrait

Les valeurs de retrait total et endogène sont mesurées au cours du temps selon la norme NF P15-433 et un suivi massique des éprouvettes 40x40x160mm coulées de façon normée est assuré. Afin de déterminer le retrait total des deux encres, les échantillons de mortiers sont conservés après démoulage à 24h dans une enceinte climatique à 20°C et 50% d'humidité relative. Les conditions sont les mêmes pour le retrait endogène, les éprouvettes sont cependant totalement isolées de l'environnement extérieur grâce à de l'aluminium adhésif. Le suivi de ces deux types de retrait permet d'en déduire le retrait de séchage en faisant l'hypothèse que le retrait total est égal à la somme du retrait endogène et du retrait de séchage (Aïtcin et al., 1998).

- Suivi du flux de chaleur de la réaction et temps de prise

Afin d'estimer le temps de début de prise des matériaux étudiés, des mesures sont réalisées directement sur mortiers à l'aide d'un appareil Vicat selon la norme NF EN 196-3. Ces mesures sont ensuite couplées aux courbes obtenues par analyse au calorimètre Langavant selon la norme NF EN 196-9. Les essais réalisés au calorimètre Langavant ont pour unique but de valider les temps de début de prise obtenus avec l'appareil Vicat, lesquels sont une approximation car les tests sont réalisés sur mortier et non sur pâte, comme préconisé par la norme.

- Tests d'impression 3D à l'échelle 1

Des tests d'impression à échelle 1 ont été réalisés grâce à une imprimante cartésienne munie d'une buse conique de 1cm de diamètre, présentée dans la FIGURE 3. Pour les essais d'impression à l'échelle 1, une pompe permettant l'emploi d'un malaxage discontinu est utilisée. Les mortiers sont préalablement formulés dans un malaxeur de 80L. Des cylindres de 150mm de rayon ont été choisis pour imprimer une gâchée de 50L de chaque matériau et la hauteur d'une couche est fixée à 1cm. Le mortier de référence est imprimé en premier afin de fixer la vitesse de déplacement de l'imprimante, imposant un temps inter-couches de 8 secondes. Le débit de la pompe quant à lui est adapté à chaque mortier de sorte à avoir une largeur de cordon imprimé d'environ 5 ± 1 cm.



Figure 3. Imprimante cartésienne utilisée pour les essais d'impression à échelle 1

III. RESULTATS

A. Propriétés à l'état frais

La FIGURE 4 présente les résultats obtenus au fall cône. Chaque essai a été répété 3 fois pour chaque mortier et les valeurs présentées sont les moyennes obtenues à chaque échéance. Les essais sont réalisés sur une période de 25 minutes mais les calculs de la vitesse de structuration A_{thix} sont faits sur 930 secondes en négligeant la valeur initiale du seuil de cisaillement $\tau_{0,0}$. En effet, au-delà de cette période la relation entre la vitesse de structuration et le seuil de cisaillement n'est plus linéaire. L'essai au fall cône est une méthode relativement simple employée pour estimer de façon satisfaisante la constructibilité d'une encre malgré parfois une certaine

dispersion des mesures avec des triplicatas effectués. C'est pourquoi en dépit des triplicatas effectués, la dispersion des mesures peut être significative.

L'encre ternaire semble être légèrement moins thixotrope que l'encre de référence comme en témoigne la valeur de A_{thix} plus faible. Ce phénomène peut être expliqué par la substitution de certaines particules réactives de clinker par du métakaolin et du GGBFS avec des interactions sans doute différente. Cependant le seuil de cisaillement augmente au cours du temps.

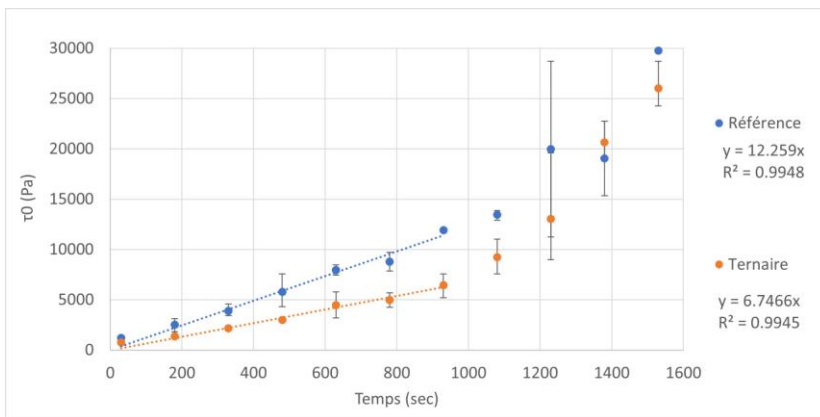


Figure 4. Comparaison des courbes obtenues au fall cône pour le mortier de référence et ternaire

La FIGURE 5 met en relief les courbes obtenues au calorimètre de Langavant pour les deux encres. Le premier pic correspond à la dissolution des grains anhydres. En prenant l'intersection des pentes de la part induction et de la part accélération de l'hydratation, correspondant au début du deuxième pic, il est possible d'obtenir une estimation du début du temps de prise des mortiers. Ainsi, les essais de calorimétrie indiquent des temps de début de prise d'environ 3h tandis que les essais réalisés grâce à l'appareil Vicat indiquent des temps de début de prise d'environ 1h pour les deux matériaux. La substitution du ciment par le mélange MK + GGBS ne semble donc pas affecter très significativement le temps de début de prise du mortier.

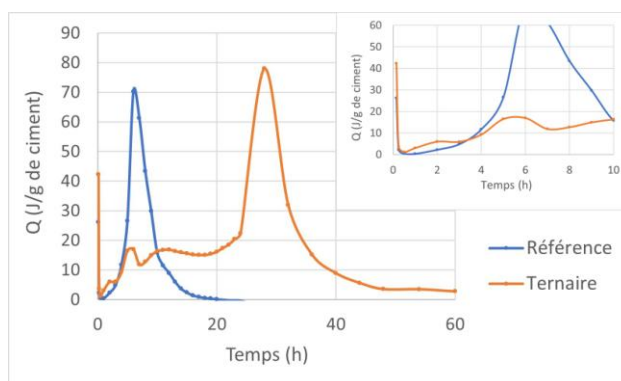


Figure 5. Comparaison des courbes obtenues au calorimètre Langavant pour les mortiers de référence et ternaire avec un zoom sur les premières heures où se passe la prise

B. Propriétés à l'état durci

Le Tableau 2 présente les valeurs moyennes de résistances en flexion et compression obtenues à 2, 7, 28 et 90 jours pour les encres étudiées. L'encre ternaire présente des performances mécaniques

plus faibles que l'encre de référence à ces échéances. Ceci est dû à la plus faible réactivité des additions minérales en comparaison avec le ciment. Cependant, les résistances obtenues pour l'encre ternaire sont tout à fait acceptables pour un mortier imprimable. De plus, la résistance en compression continue à augmenter après 28 jours, là où celle de l'encre de référence a atteint un palier. Ce phénomène est dû au caractère pouzzolanique des additions minérales utilisées et devrait permettre l'amélioration des performances mécaniques à long terme de l'encre ternaire.

Tableau 2. Comparaison des résistances en flexion et compression des mortiers de référence et ternaire à 2, 7, 28 et 90 jours. Les valeurs moyennes sont présentées avec les valeurs d'écart-type

Mortier	Résistance en flexion (MPa)				Résistance en compression (MPa)			
	2 jours	7 jours	28 jours	90 jours	2 jours	7 jours	28 jours	90 jours
Référence	9,1±0,5	13±2	14±2	15±1	43±3	50±5	57±1	58±5
Ternaire	5,9±0,5	10,3±0,4	11±1	10±1	12±1	29±3	36±4	45±2

La FIGURE 6 présente les résultats de retrait total et endogène obtenus pour l'encre ternaire et l'encre de référence. Il apparaît que la substitution de 70% du ciment par 50% de métakaolin et 20% de laitier de haut-fourneau permet de limiter le retrait total, en le divisant par deux. Le retrait endogène quant à lui, n'est que faiblement impacté par cette substitution. Ceci indique une forte amélioration au niveau du retrait de séchage. D'après Gleize, cet effet peut être dû à une nucléation hétérogène et le retrait endogène sur le long terme diminue d'autant plus que la quantité de métakaolin du mélange augmente car la réaction pouzzolanique devient prédominante sur la réaction d'hydratation du ciment (Gleize et al., 2007). Les particules de métakaolin possèdent une structure en feuillets et la surface spécifique du matériau est très élevée en comparaison avec le ciment. Cela engendre une demande en eau plus importante du MK. Or, dans cette étude le rapport E/L est le même pour les deux encres. Le métakaolin consommant plus d'eau que le ciment, le retrait de séchage de l'encre ternaire est diminué face à celui de l'encre de référence.

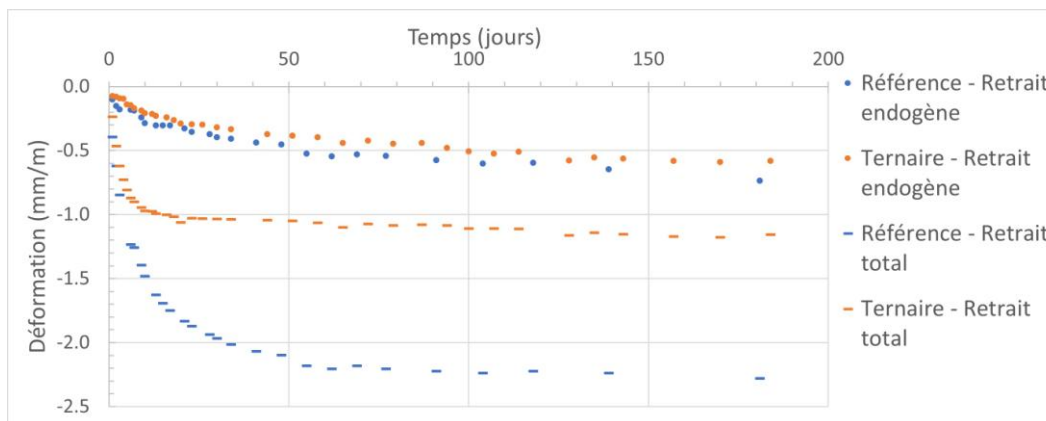


Figure 6. Comparaison des valeurs de retrait total et endogène pour l'encre de référence et l'encre ternaire

C. Tests d'impression à l'échelle 1

La FIGURE 7 présente les mortiers de référence et ternaire imprimés à l'échelle 1. Les impressions ont été réalisées dans des conditions drastiques au vu du court temps inter-couches pour tester la constructibilité. Malgré cela, les deux encres sont imprimables, comme prédit au laboratoire, et la réduction du cylindre des deux impressions observable en haut de la FIGURE 7 est due au manque de matériau en fin d'essai.

Le mortier de référence présenté dans la FIGURE 7 est le résultat d'une étude précédente et possède un rapport E/L de 0,3725 soit légèrement inférieur au rapport E/L du mortier de cette étude, de valeur 0,38. Bien que contenant une quantité d'eau plus importante pouvant porter préjudice à l'impression (Khalil, 2018), l'encre ternaire est également imprimable. Ainsi, l'impression rapide d'un objet étroit de 50 couches de 1cm de hauteur est possible malgré la substitution de 70% de ciment par du métakaolin et du laitier de haut-fourneau.



Figure 7. Mortiers de référence (sur la gauche) et ternaire (sur la droite) imprimés à échelle 1

IV. CONCLUSION

Dans cette étude, une encre ternaire dont 70% de ciment en volume ont été substitués par du métakaolin à hauteur de 50% et du laitier de haut-fourneau à hauteur de 20% a été développée.

En comparant ce mortier imprimable à un mortier de référence, il apparaît que les propriétés aux états frais et durci telles que la constructibilité et les performances mécaniques sont négativement impactées par la substitution. L'encre ternaire est moins thixotrope, ce qui n'empêche cependant pas l'impression rapide d'un objet étroit de 50cm de hauteur, ce qui est largement suffisant pour l'application visée. Les résistances mécaniques obtenues jusqu'à 28 jours sont négativement impactées par la substitution mais les valeurs obtenues restent acceptables pour un mortier imprimable. De plus, la résistance en compression à 90 jours de l'encre ternaire est bien supérieure à celle à 28 jours, ce qui n'est pas le cas de l'encre de référence, laissant supposer que grâce à l'effet pouzzolanique des additions minérales, la résistance en compression à de plus longues échéances devrait continuer à augmenter.

Concernant les avantages de l'encre ternaire, on peut citer le fait qu'elle présente une valeur de retrait total bien moins importante que l'encre de référence. Le retrait endogène, lui, n'est que très faiblement amélioré par l'ajout d'additions minérales. En outre, l'impact environnemental de

l'encre ternaire est 2,3 fois moins élevé que celui de l'encre de référence pour la partie « liant » de l'encre, la rendant plus éco-responsable.

REMERCIEMENTS

Les auteurs remercient vivement la société Constructions 3D, la fondation I-Site ULNE, le FEDER et la région Hauts de France qui soutiennent financièrement cette étude. Ils remercient également Eqiom, Ecocem, Argeco, Chryso et les Carrières du Boulonnais pour leur fourniture de matériaux.

REFERENCES

- Aïtcin, P.-C., Neville, A., Acker, P., 1998. Les différents types de retrait du béton. *Bull. Lab. Ponts Chaussées* 45–51.
- Baz, B., Remond, S., Aouad, G., 2021. Influence of the mix composition on the thixotropy of 3D printable mortars. *Mag. Concr. Res.* <https://doi.org/10.1680/jmacr.20.00193>
- Carneau, P., Mesnil, R., Roussel, N., Baverel, O., 2020. Additive manufacturing of cantilever - From masonry to concrete 3D printing. *Autom. Constr.* 116.
- De Larrard, F., Bosc, F., Catherine, C., Deflorenne, F., 1996. La nouvelle méthode des coulis de l'AFREM pour la formulation des bétons à hautes performances. *Bull. Lab. Ponts Chaussées* 61–69.
- Estellé, P., Michon, C., Lanos, C., Grossiord, J.L., 2015. De l'intérêt d'une caractérisation rhéologique empirique et relative. *Rhéologie* 21, 10–35.
- Gleize, P.J.P., Cyr, M., Escadeillas, G., 2007. Effects of metakaolin on autogenous shrinkage of cement pastes. *Cem. Concr. Compos.* 29, 80–87. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2006.09.005>
- Khalil, N., 2018. Formulation et caractérisation chimique et rhéologique des mortiers imprimables en 3D à base de mélanges de ciments Portland et sulfoalumineux (Thèse de doctorat). Université de Lille, IMT Lille-Douai.
- Lee, K.M., Lee, H.K., Lee, S.H., Kim, G.Y., 2006. Autogenous shrinkage of concrete containing granulated blast-furnace slag. *Cem. Concr. Res.* 36, 1279–1285. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2006.01.005>
- Mukhametrakhimov, R., Lukmanova, L., 2020. Influence of the technological properties of cement-sand mortar on the quality of 3D printed products. *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.* 890, 012082. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/890/1/012082>
- Ovarlez, G., Roussel, N., 2007. A Physical Model for the Prediction of Lateral Stress Exerted by Self-Compacting Concrete on Formwork. *Mater. Struct.* 39, 269–279. <https://doi.org/10.1617/s11527-005-9052-1>
- Panda, B., Tan, M.J., CHUA, C.K., 2016. The disruptive evolution of 3D printing. Presented at the Proc. of the 2nd Intl. Conf. on Progress in Additive Manufacturing, Singapore.
- Perrot, A., Amziane, S., Pierre, A., Rangeard, D., Sonebi, M., 2019. Impression 3D du béton - Etat de l'art et challenges de la révolution de la construction digitale. ISTE Editions. ISBN: 978-1-78405-580-6
- Perlot, C., Rougeau, P., 2007. Intérêt des métakaolins dans les bétons.
- Roussel, N., 2006. A thixotropy model for fresh fluid concretes: Theory, validation and applications. *Cem. Concr. Res.* 36, 1797–1806. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2006.05.025>
- Roussel, N., Cussigh, F., 2008. Distinct-layer casting of SCC: The mechanical consequences of thixotropy. *Cem. Concr. Res.* 38, 624–632. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2007.09.023>
- Souayfan, F., 2021. Coulis alcali-activés pour des travaux souterrains : structuration au jeune âge et à long terme et identification des phases formées (Thèse de doctorat). Ecole centrale de Nantes.
- Wei, Y., Hansen, W., Biernacki, J.J., Schlangen, E., 2011. Unified Shrinkage Model for Concrete from Autogenous Shrinkage Test on Paste with and without Ground-Granulated Blast-Furnace Slag. *ACI Mater. J.* 9.