



**HAL**  
open science

# Identification rapide des propriétés diffusio-mécaniques de matériaux polymères et composites pour applications aéronautiques

Anani Djato

► **To cite this version:**

Anani Djato. Identification rapide des propriétés diffusio-mécaniques de matériaux polymères et composites pour applications aéronautiques. Autre. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique - Poitiers, 2018. Français. NNT : 2018ESMA0010 . tel-02006359

**HAL Id: tel-02006359**

**<https://theses.hal.science/tel-02006359v1>**

Submitted on 4 Feb 2019

**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.

# THESE

Pour l'obtention du Grade de

## DOCTEUR DE L'ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DE MECANIQUE ET D'AEROTECHNIQUE

(Diplôme National - Arrêté du 25 mai 2016)

Ecole Doctorale :

Sciences et Ingénierie en Matériaux, Mécanique, Energétique et Aéronautique

Secteur de Recherche : Mécanique des solides, des Matériaux, des Structures et des Surfaces

Présentée par :

**Anani DJATO**

### Identification rapide des propriétés diffusio-mécaniques de matériaux polymères et composites pour applications aéronautiques

-

Directeur de thèse : Marco GIGLIOTTI

Co-encadrante : Marianne BERINGHIER

Soutenue le 06 décembre 2018 devant la commission d'examen :

### JURY

*Président :*

**Frédéric JACQUEMIN** Professeur, Université de Nantes

*Rapporteurs :*

**Yoann JOLIFF** Maître de conférences HDR, Université de Toulon

**Paolo VANNUCCI** Professeur, Université de Versailles Saint-Quentin

*Membres du jury :*

**Cyrille ALLERY** Maître de conférences HDR, Université de la Rochelle

**Marco GIGLIOTTI** Professeur, Université de Poitiers

**Marianne BERINGHIER** Maître de conférences, ISAE-ENSMA Poitiers



## Résumé

L'emploi de matériaux composites à matrice organique (CMO) pour la réalisation de structures aéronautiques « tièdes » ( $50^{\circ}\text{C} < T < 300^{\circ}\text{C}$ , structures de moteurs, nacelles,...), peut exposer ces matériaux à l'action d'environnements agressifs : milieux humides ou gazeux, hautes températures, qui peuvent entraîner des phénomènes de vieillissement et de dégradation sévères associés à la diffusion d'espèces ( $\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{O}_2$ , ...) au sein du réseau macromoléculaire des matrices polymères. La complexité de la microstructure des CMO utilisés pour ces applications (les renforts fibreux sont souvent tissés selon des architectures complexes pour répondre à des sollicitations complexes, multiaxiales) peut complexifier la compréhension de phénomènes de dégradation : par exemple, la diffusion d'espèces peut être isotrope, orthotrope ou anisotrope, en fonction de la texture du renfort fibreux. Le vieillissement humide des CMO ( $50^{\circ}\text{C} < T < 100^{\circ}\text{C}$ ) préoccupe particulièrement les industriels du secteur aéronautique ; la diffusion de l'eau dans la matrice polymère du composite peut entraîner des phénomènes de gonflement hygroscopique, des modifications des propriétés mécaniques (rigidité, propriétés à rupture). Des méthodes expérimentales existent pour la caractérisation de ces phénomènes et pour l'identification des paramètres associés : ces méthodes préconisent souvent l'emploi d'éprouvettes saturées en humidité, ce qui nécessite de longs temps de conditionnement, un nombre parfois élevé d'échantillons (1 échantillon pour chaque état saturé), des coûts élevés. Cette thèse a pour but d'établir des protocoles d'identification rapide des propriétés diffuso-mécaniques de matériaux polymères et CMO pour applications aéronautiques. La démarche mise en place dans cette thèse s'organise autour de quatre chapitres. Le premier chapitre présente une étude bibliographique sur les outils de modélisation des couplages diffuso-mécaniques et sur les méthodes de caractérisation des propriétés diffuso-mécaniques, plus particulièrement pour des CMO pour applications aéronautiques. L'étude bibliographique permet de préciser le cadre de travail, qui prévoit l'emploi d'un modèle diffuso-mécanique faiblement couplé où la diffusion d'eau suit la loi de Fick et le comportement mécanique est hygroélastique linéaire, dépendant de la concentration en eau. Le second chapitre présente la mise en place et le développement d'une méthode d'identification rapide des propriétés de diffusion anisotrope, adaptée à des CMO à architecture complexe, tels que par exemple, les CMO tissés 2D ou 3D. La méthode s'appuie sur des mesures de prise de masse d'échantillons de CMO, l'anisotropie de diffusion de ces matériaux est obtenue par rotation des axes principaux d'orthotropie. La méthode proposée représente une extension de la « méthode de la pente » introduite par Shen et Springer dans les années 70 pour l'identification des propriétés de diffusion de matériaux orthotropes (tels que les composites stratifiés), et basée sur l'exploitation des courbes gravimétriques aux temps courts. A travers cette méthode, les coefficients principaux et les axes principaux d'orthotropie peuvent être identifiés. Une discussion sur les conditions d'équivalence de la diffusion 3D à la diffusion 1D en fonction de l'épaisseur de l'échantillon est également présentée à la fin de ce chapitre. Le troisième chapitre explore à travers une étude numérique la possibilité d'identifier rapidement les propriétés mécaniques affectées par la concentration en eau de matériaux polymères à travers des essais mécaniques sur plaques minces avec des gradients de concentration en eau. Des essais de traction et de flexion sont considérés. Pour des matériaux isotropes, dans un cadre hygroélastique, il est montré que cette méthode permet l'identification du module d'Young et du coefficient de Poisson dépendant de la concentration en eau avec un gain remarquable de temps d'essai par rapport à des essais sur des échantillons saturés en humidité. Enfin, le dernier chapitre propose à travers une étude numérique une méthode d'identification rapide des propriétés diffuso-mécaniques de matériaux isotropes basée sur l'emploi de plaques sollicitées par un champ asymétrique de concentration en eau. L'identification est ainsi effectuée à partir du suivi des déflexions engendrées par les champs de concentration. Le coefficient de dilatation hygroscopique et le module d'Young dépendant de la concentration en eau peuvent être identifiés durant l'essai, à l'état transitoire du conditionnement, avec un gain remarquable du temps d'essai par rapport à des essais sur échantillons saturés en humidité, en exploitant favorablement la présence des gradients de concentration en eau.

**Mots-clés** Couplage diffuso-mécanique, Propriétés diffuso-mécaniques, Gradient de concentration en eau, Essai gravimétrique, Essai de traction, Essai de flexion, Loi de Fick, Méthode de Rayleigh-Ritz

## Abstract

The use of organic matrix composite materials (OMC) for the realization of "warm" aeronautical structures ( $50^{\circ}\text{C} < T < 300^{\circ}\text{C}$ , turboengine structures, nacelles, ...), may expose these materials to aggressive environments : wet or gaseous environments, high temperatures, which may promote severe aging and degradation phenomena related to species diffusion ( $H_2O$ ,  $O_2$ , ...) within the macromolecular network of the polymer matrices. The complexity of the OMC microstructure used for these applications (fibrous reinforcements are often woven with complex architectures in order to face complex, multiaxial solicitations) can complicate the understanding of degradation phenomena : for example, species diffusion can be isotropic, orthotropic or anisotropic, depending on the texture of the fibrous reinforcement. Humid aging of OMC ( $50^{\circ}\text{C} < T < 100^{\circ}\text{C}$ ) is of particular concern for the aeronautical industry ; the diffusion of water in the polymer matrix of the composite may promote hygroscopic swelling, changes in mechanical properties (stiffness, strength). Experimental methods exist for the characterization of these phenomena and for the identification of the associated parameters : these methods often recommend the use of moisture saturated specimens, which require long conditioning times, sometimes often a relevant number of samples (1 sample for each saturated state), high costs. The aim of this work is to establish protocols for fast identification of the diffuso-mechanical properties of polymers and polymer based OMC materials for aeronautical applications. The approach implemented in this thesis is organized in four chapters. The first chapter presents a bibliographic study on coupled diffuso-mechanics modeling tools and on methods of characterization/identification of diffuso-mechanical properties, more particularly for OMC for aeronautical applications. The bibliographic study allows specifying the framework of the present research, which foresees the employment of a weakly coupled diffuso-mechanical model, where water diffusion follows the Fick's law and the mechanical behavior is linear hygroelastic, depending on water content. The second chapter presents the setting up and the development of a method for fast identification of anisotropic diffusion properties, suitable for OMC with complex architecture, such as for instance, 2D or 3D woven OMC. The method relies on mass-gain measures of OMC samples, the diffusion anisotropy of these materials is obtained by rotating the axes of orthotropy. The proposed method represents an extension of the "slope method" introduced by Shen and Springer in the 1970s for the identification of the diffusion properties of orthotropic materials (such as laminated composites), and is based on the exploitation of gravimetric curves at short times. Through this method, the principal coefficients and the principal axes of orthotropy can be identified. A discussion about the transition from 3D to 1D diffusion as a function of the sample geometry is also presented at the end of this chapter. The third chapter explores through a numerical study the possibility of identifying in a fast way the mechanical properties affected by moisture of polymeric materials by the use of mechanical tests on thin plates with water concentration gradients. Traction and bending tests are taken into account. For isotropic materials, in a hygroelastic setting, it is showed that this method allows identifying the water concentration dependent Young's modulus and the Poisson's ratio with a remarkable time gain compared to tests on moisture saturated samples. Finally, the last chapter proposes through a numerical study a method for fast identification of the diffuso-mechanical properties of isotropic materials based on the use of plates loaded by an asymmetric water concentration field. The identification is thus carried out from the monitoring deflections generated by the concentration fields. The moisture dependent hygroscopic expansion coefficient and Young's modulus can be identified during the test, by exploiting the transient state of conditioning, with a remarkable time gain compared with moisture saturated samples, favourably exploiting the presence of water concentration gradients.

**Keywords** Diffuso-mechanical coupling, Diffuso-mechanical properties, Humidity gradients, Gravimetric tests, Tensile test, Bending test, Fick's law, Rayleigh-Ritz method

# Remerciements

D'octobre 2015 en décembre 2018, cette thèse a été réalisée à l'institut Pprime de Poitiers. Au-delà des facilités matérielles fournies par cette institution, certaines personnes ont contribué à créer un climat favorable à l'achèvement de ce projet. Avant d'entrer dans le vif du sujet, je tiens tout d'abord à leur exprimer ma gratitude.

Je tiens à remercier mes directeurs de thèse, Marco Gigliotti et Marianne Beringhier. Au delà des qualités scientifiques, je retiendrai d'eux l'efficacité et le pragmatisme. Je leur suis reconnaissant de s'être inquiétés de mon bien être et de s'être montrés réconfortants dans les moments difficiles. Je remercie mes rapporteurs, messieurs Yoann Joliff et Paolo Vannucci, pour leurs patientes relectures de ce manuscrit. En tant qu'examineurs, je remercie messieurs Cyrille Allery et Frédéric Jacquemin pour leur participation à ce jury.

Au quotidien, j'ai de plus bénéficié d'un environnement de qualité au sein du l'institut Pprime de par son accueil chaleureux à travers ses secrétaires Brigitte et Karine. Chacun des membres de ce laboratoire a favorisé le développement de mes recherches. Je les prie tous ici de croire à ma reconnaissance.

Mes derniers remerciements s'adressent enfin à mes proches. En premier lieu, je remercie ma mère, mes sœurs et mes frères pour l'affection et le soutien qu'ils m'ont apporté tout au long de mes études. Je remercie enfin Julius Domfang pour son soutien de toujours et surtout dans les dernières semaines de la thèse en complicité avec Happy N'tsouaglo. Dans le désordre, je remercie Tomoki, Ravi, Ahmad, Vincent, Aurelien, Romain, Satoshi, chacun pour la chaleur de son amitié.



# Table des matières

<b>Abstract</b>	<b>3</b>
<b>Table des figures</b>	<b>11</b>
<b>Liste des tableaux</b>	<b>13</b>
<b>Introduction</b>	<b>1</b>
<b>1 Bibliographie</b>	<b>5</b>
1.1 Introduction	8
1.2 Thermodynamique des Processus Irréversibles (TPI)	8
1.3 Modèles couplés	11
1.3.1 Bilan du mélange	11
1.3.2 Thermodynamique du mélange avec variables internes (TVI)	13
1.3.3 Couplage thermo-diffuso-mécanique	14
1.3.3.1 Couplage diffuso-mécanique	15
1.4 Modèles diffuso-mécaniques découplés	15
1.4.1 Diffusion: la loi de Fick	15
1.4.2 Problème mécanique : modèle hygroélastique	19
1.5 Conclusion	21
<b>2 Protocole pour l'identification de l'anisotropie de diffusion d'espèces dans un matériau composite architecturé</b>	<b>23</b>
2.1 Introduction	26
2.2 Diffusion d'humidité $3D$ isotrope et orthotrope	26
2.2.1 Les solutions analytiques $3D$ de la loi de Fick	26
2.2.2 Solution pour des temps courts	29
2.2.3 Identification rapide du comportement diffusif isotrope et orthotrope en utilisant la solution pour des temps courts de Shen et Springer	29
2.3 Diffusion d'humidité $3D$ dans le cas anisotrope	31
2.3.1 Effet de l'anisotropie pour différentes géométries	34
2.3.1.1 Cas particulier de la diffusion anisotrope plane	34
2.3.1.2 Influence des invariants polaires et de l'angle d'orientation des fibres $\psi$ sur la diffusion	34
2.3.2 Solution pour des temps courts pour le cas anisotrope	37
2.4 Validation de la solution pour les temps courts dans le cas de l'anisotropie plane	38
2.5 Proposition d'un protocole d'identification rapide basé sur la méthode de la pente dans le cas de diffusion anisotrope	40
2.5.1 Cas de diffusion $3D$ anisotrope	40
2.5.2 Cas de diffusion anisotrope plane	42
2.5.3 Discussion sur un cas de diffusion anisotrope plane	42
2.5.4 Proposition d'un protocole d'identification	44
2.6 Conditions d'équivalence $3D - 1D$	45
2.7 Conclusion	49

<b>3</b>	<b>Identification des propriétés mécaniques affectées par l'humidité de matériaux polymères à l'aide d'échantillon à gradients d'humidité</b>	<b>51</b>
3.1	Introduction	54
3.2	Modèle diffuso-mécanique d'une plaque mince	55
3.2.1	Modèle de diffusion de Fick $1D$	56
3.2.2	Modèle hygroélastique contrainte plane $2D$	57
3.3	Solution avec la méthode de Rayleigh-Ritz	58
3.3.1	Ecriture du problème direct	61
3.3.2	Ecriture du problème inverse	61
3.3.2.1	$\nu(m)$ et $E(m)$ fonctions polynomiales de $m$	61
3.4	Solution du problème inverse pour des dépendances particulières des propriétés mécaniques	62
3.4.1	$\nu$ et $E$ fonctions linéaires de $m$	62
3.4.1.1	Essai de traction uniaxiale	62
3.4.1.2	Essai de flexion uniaxiale	64
3.4.2	$\nu$ constant et $E$ fonction linéaire de $m$	65
3.4.2.1	Essai de traction uniaxiale	65
3.4.2.2	Essai de flexion uniaxiale	67
3.4.2.3	Validation de la dépendance linéaire de $E(m)$ sur $m$	68
3.4.2.4	Identification dans le cas saturé en utilisant un essai de traction	68
3.5	Résultats numériques	69
3.5.1	$\nu$ et $E$ fonctions linéaires de $m$	69
3.5.1.1	Essai de traction uniaxiale	70
3.5.1.2	Essai de flexion uniaxiale	71
3.5.1.3	Influence de $\sigma_{xx}^T$ sur les paramètres identifiés	71
3.5.1.4	Influence de $\beta$ sur les paramètres identifiés	72
3.5.1.5	Intervalles de variation de $\xi$ et $\alpha$ - Evaluation de $t_1^T$ et $t_1^f$	73
3.5.2	$\nu$ constant et $E$ fonction linéaire de $m$	74
3.6	Bilan des essais	77
3.7	Conclusions	78
<b>4</b>	<b>Identification des propriétés mécaniques affectées par l'humidité à l'aide de plaques assujetties à des champs de concentration asymétriques</b>	<b>81</b>
4.1	Introduction	84
4.2	Modèle diffuso-mécanique sur plaque mince	84
4.2.1	Équation de diffusion $1D$	84
4.2.2	Théorie géométriquement non linéaire des plaques	85
4.2.3	Problème de minimisation de l'énergie	85
4.3	Cas linéaire géométrique	88
4.3.1	Problème inverse et identification	91
4.3.1.1	Identification avec $\nu$ et $E$ indépendant de $m$	91
4.3.1.2	Identification avec $\nu$ constant et $E(m)$ fonction linéaire de $m$	92
4.4	Cas non linéaire géométrique	93
4.4.1	Évolutions des déformations et courbures	93
4.4.2	Présentation du problème inverse	95
4.5	Conclusion	97
	<b>Conclusions et perspectives</b>	<b>99</b>
	<b>Bibliography</b>	<b>106</b>

<b>A</b>	<b>Annexe du chapitre 2</b>	<b>107</b>
A.1	La méthode PGD pour la résolution d'EDP . . . . .	107
A.2	La méthode PGD pour le calcul d'une solution paramétrique vs identification . . . . .	107
A.3	Algorithme de la méthode PGD . . . . .	108
<b>B</b>	<b>Annexe du chapitre 3</b>	<b>111</b>
B.1	Choix des expressions des déformations résiduelles . . . . .	111
B.1.1	Premier choix - déformations résiduelles sous la forme $c - \frac{A_c^\nu}{Q_c}$ et $d - \frac{A_c^\nu}{Q_c}$ . . . . .	111
B.1.2	Deuxième choix - déformations résiduelles sous la forme de $c - \frac{A_c^\nu}{Q_c}$ et $d - \frac{A_c^\nu}{Q_c}$ . . . . .	112
B.1.3	Troisième choix - déformations résiduelles sous la forme $c - \frac{A_c^H}{Q_c}$ et $d - \frac{A_c^H}{Q_c}$ . . . . .	113
B.1.4	Quatrième choix - déformations résiduelles sous la forme $c - \frac{A_c^{\nu H}}{Q_c}$ et $d - \frac{A_c^{\nu H}}{Q_c}$ . . . . .	114
B.1.5	Conclusion de cette étude . . . . .	115
B.2	Comparaison des déformations avec et sans dépendance de $\nu$ et $E$ en fonction de $m$ . . . . .	115
B.3	Identification pour $\nu$ constant et $E(m)$ fonction quadratique: $E(m) = \lambda m^2 + \zeta m + \eta$ . . . . .	117
B.3.1	$E$ atteint son minimum en $m = m_\infty$ . . . . .	119
B.3.2	$E$ atteint son minimum en $m = m_\infty$ et $E(m_\infty) = \alpha m_\infty + \eta$ . . . . .	120
<b>C</b>	<b>Annexe du chapitre 4</b>	<b>123</b>
C.1	Comparaison des déformations de membrane et des courbures pour $E$ constant et $E(m)$ variable . . . . .	123
C.1.1	Cas linéaire géométrique . . . . .	123
C.1.2	Cas non-linéaire géométrique . . . . .	124



# Table des figures

1.1	Courbe gravimétrique expérimentale en fonction de $\sqrt{t}$ . . . . .	17
1.2	Angle d'orientation des fibres $\psi$ par rapport au repère de l'échantillon dans l'expérience de Arhonime et al., [59] . . . . .	18
1.3	Évolution de $M(t)$ par rapport à $\sqrt{t}.L_z^{-1}$ pour différents angles d'orientation des fibres $\theta$ ( $V_f = 0,43$ ) : (●) $0^\circ$ , (×) $15^\circ$ , (○) $30^\circ$ , (△) $45^\circ$ , (*) $60^\circ$ , (-) $75^\circ$ , (◇) $90^\circ$ , issue de [59] . . . . .	18
1.4	Evolution de $E$ en fonction de $m_\infty$ (essais réalisés sur des échantillons de résine RTM6 de 4mm d'épaisseur, issus de [4]) . . . . .	20
1.5	Evolution de $\nu$ en fonction de $m_\infty$ (essais réalisés sur des échantillons de résine RTM6 de 4mm d'épaisseur, issus de [4]) . . . . .	20
2.1	Prise de masse en fonction de $\sqrt{t}$ pour une solution pour des temps courts et une solution analytique : cas isotrope . . . . .	28
2.2	Angle d'orientation des fibres $\psi$ par rapport au repère de l'échantillon . . . . .	30
2.3	Évolution de $M(t)$ par rapport à $\sqrt{t}.L_z^{-1}$ pour différents angles d'orientation des fibres $\theta$ ( $V_f = 0,43$ ) : (●) $0^\circ$ , (×) $15^\circ$ , (○) $30^\circ$ , (△) $45^\circ$ , (*) $60^\circ$ , (□) $75^\circ$ , (◇) $90^\circ$ , issue de [59] . . . . .	31
2.4	Courbes expérimentales de prise de masse en fonction de $\sqrt{t}$ et mesure de pentes pour $\psi = 0^\circ$ et $\psi = 90^\circ$ . . . . .	32
2.5	Courbes gravimétriques expérimentales et les courbes issues des coefficients identifiés . . . . .	32
2.6	Représentation des angles de rotation autour des axes d'orthotropie (angles d'Euler) . . . . .	33
2.7	Représentation polaire des coefficients de diffusion anisotrope dans le cas $D_1 > D_2$ . . . . .	35
2.8	Influence de la géométrie du matériau sur les courbes de prise de masse . . . . .	35
2.9	Courbes de prise de masse intégrées pour différents $\psi$ avec $AR_{xy} = 1$ (gauche), $AR_{xy} = 2$ (milieu) et $AR_{xy} = 3$ (droite) . . . . .	36
2.10	Champs de concentration pour $\psi = 0$ (gauche), $\psi = 30$ (milieu) et $\psi = 45$ (droite) avec $AR_{xy} = 1$ . . . . .	36
2.11	Évolution des courbes de prise de masse en fonction de $T$ pour $AR_{xy} = 1$ (gauche), $AR_{xy} = 2$ (milieu) et $AR_{xy} = 3$ (droite) . . . . .	36
2.12	Évolution des courbes de prise de masse en fonction de $R$ pour $AR_{xy} = 1$ (gauche), $AR_{xy} = 2$ (milieu) et $AR_{xy} = 3$ (droite) . . . . .	37
2.13	Courbe gravimétrique expérimentale en fonction de $\sqrt{t}$ , mesure de la pente et courbe issue de la simulation MEF du modèle anisotrope pour $\psi = 45^\circ$ . . . . .	38
2.14	Courbe gravimétrique expérimentale en fonction de $\sqrt{t}$ , mesure de la pente et courbe issue de la simulation MEF du modèle anisotrope pour $\psi = 60^\circ$ . . . . .	39
2.15	Comparaison des prises de masse en fonction de $\sqrt{t}$ relatives à $\mathbf{D}_{diago}$ et $\mathbf{D}_{aniso}$ . . . . .	40
2.16	Comparaison des champs de concentration pour différents temps pour $\mathbf{D}_{diago}$ (gauche) et $\mathbf{D}_{aniso}$ (droite) . . . . .	41
2.17	Les changements de bases : domaine actuel, domaine principal et domaine tourné . . . . .	42
2.18	La pente en fonction de $\psi$ et $\psi_t$ pour une valeur donnée de $(D_1, D_2) = (0.0149, 0.0015)\text{mm}^2.\text{h}^{-1}$ . . . . .	44
2.19	La pente en fonction de $\psi_t$ pour différentes valeurs de $\psi$ et pour une valeur donnée de $(D_1, D_2) = (0.0149, 0.0015)\text{mm}^2.\text{h}^{-1}$ . . . . .	44
2.20	Comparaison des champs de concentration 3D et 1D sur un quart de plaque pour $L_z = 2\text{mm}$ pour $t = 3\text{h}$ (gauche) et $t = 200\text{h}$ (droite) . . . . .	48

2.21	Comparaison des champs de concentration 3D et 1D sur un quart de plaque pour $L_z = 4\text{mm}$ pour $t = 3\text{h}$ (gauche) et $t = 200\text{h}$ (droite)	48
2.22	Comparaison des champs de concentration 3D et 1D sur un quart de plaque pour $L_z = 8\text{mm}$ pour $t = 3\text{h}$ (gauche) et $t = 200\text{h}$ (droite)	48
2.23	Courbes de prise de masse 3D et 1D pour $L_z = 2\text{mm}$ (gauche); $L_z = 4\text{mm}$ (droite)	49
2.24	Évaluation des maxima de $\varepsilon_{c3D-1D}$ (gauche) et l'évolution des erreurs relatives des courbes de masse 3D et 1D (droite) pour différentes épaisseurs	49
3.1	Evolution de $E$ en fonction de $m_\infty$ (essais réalisés sur des échantillons de résine RTM6 de 4mm d'épaisseur, issus de [4])	54
3.2	Evolution de $\nu$ en fonction de $m_\infty$ (essais réalisés sur des échantillons de résine RTM6 de 4mm d'épaisseur, issus de [4])	55
3.3	Géométrie de la plaque	56
3.4	Description du problème inverse en fonction de l'essai	61
3.5	Illustration des courbes de traction (à gauche) à différents temps (à droite) avec une différence minimum de $\tau$ entre 2 pentes consécutives	66
3.6	Illustration des courbes de flexion (à gauche) à différents temps (à droite) avec une différence minimale de $\tau$ entre deux pentes consécutives	67
3.7	Evolution de la moyenne $m$ , $\bar{m}$ , en fonction de $t$	70
3.8	Evolution de $m$ selon l'épaisseur $z$ pour différents temps	70
3.9	Evolution de $E(m)$ et $\nu(m)$ selon l'épaisseur $z$ pour différents temps	71
3.10	Evolution des déformations résiduelles, $c - \frac{A_c^H}{Q_c}$ et $d - \frac{A_d^H}{Q_c}$ en fonction du temps	71
3.11	Evolution des courbures, $a$ et $b$ , en fonction du temps	72
3.12	Evolution des paramètres identifiés $\xi$ et $\alpha$ en fonction du temps pour un essai de traction	72
3.13	Evolution des paramètres identifiés $\xi$ et $\alpha$ en fonction du temps pour un essai de flexion	73
3.14	Evolution des paramètres identifiés $\xi$ et $\alpha$ en fonction de $\sigma_{xx}^T$ pour un essai de traction	73
3.15	Evolution des paramètres identifiés $\xi$ et $\alpha$ en fonction de $\sigma_{xx}^T$ pour un essai de flexion	73
3.16	Influence de $\beta$ sur $\xi$ et sur $\alpha$	74
3.17	Evolution de $\overline{Q_c}$ en fonction du temps	75
3.18	Evolution de $t_1^T$ (trait plein pour la traction) et $t_1^f$ (tirets pour la flexion) pour une valeur de $\tau = 5\%$	76
3.19	Evolution de $t_1^T$ (trait plein pour la traction) et $t_1^f$ (tirets pour la flexion) selon $L_z$ pour différentes valeurs de $\alpha_1$	76
3.20	Evolution du paramètre $P$ en fonction de $\alpha$	77
3.21	Comparaison des temps de conditionnement pour des échantillons à gradients d'humidité et des échantillons saturés	78
4.1	Evolution de $m$ selon l'épaisseur $z$ pour différents temps	90
4.2	Évolution des courbures, $a$ et $b$ , et des déformations de membrane, $c$ et $d$ , dans le cas linéaire géométrique pour $E(m)$ et $\nu(m)$ linéaires	91
4.3	Solution en $\beta$ et en $\alpha$ pour le cas linéaire géométrique	93
4.4	Évolution des courbures ( $a$ et $b$ ) et des déformations de membrane ( $c$ et $d$ ) en linéaire et non linéaire géométrique pour $AR_{xz} = AR_{yz} = 10$	93
4.5	Évolution des courbures ( $a$ et $b$ ) et des déformations de membrane ( $c$ et $d$ ) en linéaire et non linéaire géométrique pour $AR_{xz} = AR_{yz} = 100$	94
4.6	Évolution des courbures ( $a$ et $b$ ) en linéaire et non linéaire géométrique pour $AR_{xz} = 100$ et $AR_{yz} = 10$	95
4.7	Évolution des déformations de membrane ( $c$ et $d$ ) en linéaire et non linéaire géométrique pour $AR_{xz} = 100$ et $AR_{yz} = 10$	95
B.1	Premier choix des déformations résiduelles	112
B.2	Évolution du quotient $-\frac{d - \frac{A_d^H}{Q_c}}{c - \frac{A_c^H}{Q_c}}$	112

B.3	Deuxième choix des déformations résiduelles . . . . .	113
B.4	Troisième choix des déformations résiduelles . . . . .	114
B.5	Évolution du quotient $-\frac{d-\frac{A_c^H}{Q_c}}{c-\frac{A_c^H}{Q_c}}$ . . . . .	114
B.6	Quatrième choix des déformations résiduelles . . . . .	115
B.7	Évolution du quotient $-\frac{d-\frac{A_c^H}{Q_c}}{c-\frac{A_c^H}{Q_c}}$ . . . . .	115
B.8	Comparaison des déformations résiduelles pour $\nu$ et $E$ dépendants (ligne continue) et indépendants de $m$ (tiret) . . . . .	116
B.9	Comparaison des courbures pour $\nu$ et $E$ dépendants (ligne continue) et indépendants de $m$ (tiret) . . . . .	117
B.10	Évolutions de $\xi$ et $\alpha$ en fonction du temps en traction . . . . .	120
B.11	Évolution des profils de $E(m)$ en fonction de $z$ pour différents temps pour une dépendance linéaire et quadratique . . . . .	121
C.1	Évolution des courbures ( $a$ et $b$ ) dans le cas linéaire géométrique pour différents rapports d'aspect . . . . .	123
C.2	Évolution des déformations de membrane ( $c$ et $d$ ) dans le cas linéaire géométrique pour différents rapports d'aspect . . . . .	124
C.3	Comparaison des profils des courbures ( $a$ et $b$ ) et des déformations de membrane ( $c$ et $d$ ) dans le cas non linéaire géométrique avec $AR_{xz} = AR_{yz} = 10$ pour une dépendance linéaire et constante de $E$ en fonction de $m$ . . . . .	124
C.4	Comparaison des profils des courbures ( $a$ et $b$ ) et des déformations de membrane ( $c$ et $d$ ) dans le cas non linéaire géométrique avec $AR_{xz} = AR_{yz} = 100$ pour une dépendance linéaire et constante de $E$ en fonction de $m$ . . . . .	125



# Liste des tableaux

2.1	Pentes mesurées et calculées pour $\psi = 45^\circ$ et $\psi = 60^\circ$ . . . . .	39
2.2	Pentes mesurées pour $\psi = 0^\circ$ , $\psi = 45^\circ$ et $\psi = 90^\circ$ . . . . .	43



# Introduction

\*\*\*

## Introduction générale

Les Matériaux Composites à Matrice Organique (CMO) suscitent un intérêt grandissant dans différents domaines technologiques et notamment dans l'industrie aéronautique. Leur utilisation permet un gain de masse par rapport à des solutions classiques comme entre autres les alliages d'aluminium. Ces matériaux possèdent surtout de très bonnes propriétés spécifiques, résistance et rigidité, et une exceptionnelle résistance en fatigue.

Le marché des CMO pour structures aéronautique froides ( $-55^{\circ}\text{C} < T < 50^{\circ}\text{C}$ ) est en train d'atteindre une phase de saturation et les industriels de l'aéronautique envisagent l'emploi des CMO pour la réalisation des parties « tièdes » ( $50^{\circ}\text{C} < T < 300^{\circ}\text{C}$ , structures pour moteurs, nacelles ... ) : dans ces conditions, l'exposition à l'action d'environnements agressifs, milieux humides ou gazeux, hautes températures, peut entraîner la diffusion d'espèces chimiques ( $\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{O}_2$ , ...) au sein des matrices polymères, éventuellement suivie d'une interaction (réactions chimiques, ...) entre les molécules d'eau et le substrat macromoléculaire du polymère. Tout cela peut entraîner à son tour des phénomènes de vieillissement et de dégradation sévères, avec une évolution souvent irréversible des propriétés du matériau, associée à l'action de couplages thermo-diffuso-chimio-mécaniques. La complexité de la microstructure des CMO utilisés pour ces applications (les renforts fibreux sont souvent tissés selon des architectures complexes pour répondre à des sollicitations complexes, multiaxiales) peut complexifier la compréhension de phénomènes de dégradation : par exemple, la diffusion d'espèces peut être isotrope, orthotrope ou anisotrope, selon la texture du renfort fibreux.

Le vieillissement humide des CMO ( $50^{\circ}\text{C} < T < 100^{\circ}\text{C}$ ) préoccupe particulièrement les industriels du secteur aéronautique ; dans ce cas, le couplage diffuso-chimio-mécanique (à haute température), c'est-à-dire, la diffusion de l'eau dans la matrice polymère du composite, associée éventuellement à des réactions chimiques tels que l'hydrolyse par exemple, peut entraîner des phénomènes de gonflement hygroscopique, des modifications des propriétés mécaniques (rigidité, propriétés à rupture) ; cela provoque des contraintes internes d'origine hygroscopique, qui peuvent donner lieu à l'amorçage et à la propagation d'endommagement, à la dégradation et à la ruine de ces matériaux.

L'étude de ces phénomènes et de tous les couplages impliqués nécessite une approche complexe, multi-physique et multi-échelle.

La première étape dans le déploiement de cette approche consiste en la caractérisation des phénomènes purement diffusifs (qui dans tous les cas précèdent la mise en place des réactions chimiques) et des effets de la diffusion sur les propriétés mécaniques. Cette approche, qu'on pourra qualifier de « faiblement couplée » conçoit séquentiellement : la diffusion d'eau, ses effets sur les propriétés mécaniques du matériau et l'installation de contraintes internes d'origine hygroscopique ; c'est une approche certes simplifiée, mais qui permet de garder une bonne maîtrise des couplages en jeu.

Dans cet esprit, et afin de concevoir des pièces de structures optimisées, les ingénieurs et les chercheurs notamment dans le secteur industriel de l'aéronautique développent des modèles numériques et des méthodes expérimentales à cet effet.

Les méthodes expérimentales existantes sont généralement cristallisées dans des normes standardisées :

- pour ce qui concerne la diffusion, ces méthodes prévoient l'emploi du modèle de Fick et le suivi de toute la courbe d'absorption d'eau (courbe de prise de masse, ou gravimétrique) d'échantillons parallélépipédiques, un seul échantillon ou plusieurs échantillons de différentes tailles, en fonction du nombre de paramètres à identifier, jusqu'à saturation : l'identification de ces courbes est effectuée en utilisant des modèles analytiques ou des méthodes de recalage par Eléments Finis, principalement dans le cas isotrope ou orthotrope - les expressions analytiques n'étant valables que pour des échantillons parallélépipédiques, ayant un comportement isotrope ou orthotrope. L'hypothèse de comportement isotrope ou orthotrope est souvent associée à

l'observation directe de la microstructure du matériau : par exemple, pour un matériau polymère, l'hypothèse de comportement diffusif isotrope est souvent considérée car il n'y a aucune directionnalité apparente, du moins à l'échelle d'un échantillon de taille « millimétrique », tel que ceux utilisés par les industriels ; encore, par exemple, pour un composite unidirectionnel à fibres longues, à l'échelle « mésoscopique » (échelle « millimétrique », ou l'échelle d'un pli composite), la diffusion est souvent considérée comme orthotrope (ou isotrope transverse), ayant différents chemins de diffusion apparents selon la direction des fibres et dans la direction transverse aux fibres (dans la direction transverse les fibres agissent comme des obstacles à la diffusion, il y a donc plus de tortuosités). Pour des CMO à architecture complexe (renforts tissés 2D, 3D, tissus « interlock », ...), l'identification a priori de directions privilégiées de diffusion à travers l'observation microstructurale directe n'est pas toujours viable, compte tenu de la complexité de la microstructure,

- pour ce qui concerne les propriétés mécaniques affectées par la diffusion, des essais (généralement de traction ou de cisaillement) sur éprouvettes saturées sont utilisés, la saturation étant le seul état permettant de réaliser un essai sur matériau homogène (homogènement « gorgé d'eau »), plus facile à dépouiller avec des outils de modélisation de type bureaux d'études.

L'emploi d'éprouvettes suivies jusqu'à saturation ou saturées en humidité nécessite clairement de longs temps de conditionnement, un nombre parfois élevé d'échantillons (1 échantillon pour chaque état saturé), des coûts élevés. D'autre part les techniques d'identification numériques qui pourraient être mises en place pour le dépouillement d'essais complexes – par exemple, sur échantillons dans un état transitoire du conditionnement – risquent de conduire à des calculs complexes et à des temps de simulation très longs, ce qui n'est pas adapté à la mise en place de techniques d'optimisation/identification ou au simple recalage par Eléments Finis.

Les travaux de cette thèse constituent un premier pas vers la mise en place d'un protocole d'identification rapide des propriétés diffuso-mécaniques de CMO pour applications aéronautiques. En particulier, la possibilité d'employer des échantillons à l'état transitoire du conditionnement humide, en utilisant des méthodes de dépouillement basées sur des modèles analytiques ou semi-analytiques, compatibles avec les techniques utilisables en bureaux d'études, est explorée.

L'exploitation des phases transitoires du conditionnement humide, dans les temps courts, bien avant la saturation, implique l'emploi d'échantillons comportant des gradients de concentration en eau : le dépouillement des essais, en présence de gradients, requiert l'utilisation de modèles, la gestion des gradients dans la modélisation et dans l'identification représente en soi un verrou. C'est pour cela que le cadre de ce travail inclut – pour l'identification – l'emploi de modèles diffuso-mécaniques relativement simples, faiblement couplés, où la diffusion d'eau suit la loi de Fick et le comportement mécanique est hygroélastique linéaire, dépendant de la concentration en eau. L'identification qui est faite à partir de ces modèles peut être aisément employée dans un contexte de type « bureaux d'études » et exploitée par les ingénieurs.

La thèse est organisée en quatre chapitres :

- Le premier chapitre présente une étude bibliographique sur les outils de modélisation des couplages diffuso-mécaniques et sur les méthodes de caractérisation des propriétés diffuso-mécaniques, plus particulièrement pour CMO pour applications aéronautiques.
- Le second chapitre présente la mise en place et le développement d'une méthode d'identification rapide des propriétés de diffusion anisotrope, adaptée à des CMO à architecture complexe, tels que par exemple, les CMO tissés 2D ou 3D. La méthode s'appuie sur des mesures de prise de masse d'échantillons de CMO, l'anisotropie de diffusion de ces matériaux est obtenue par rotation des axes principaux d'orthotropie. La méthode proposée représente une extension de la « méthode de la pente » introduite par Shen et Springer dans les années 70 pour l'identification des propriétés de diffusion de matériaux orthotropes (tels que les composites stratifiés), et basée sur l'exploitation des courbes gravimétriques aux temps courts. A travers cette méthode, les coefficients principaux et les axes principaux d'orthotropie peuvent être

identifiés. Une discussion sur les conditions d'équivalence de la diffusion 3D-1D en fonction de l'épaisseur de l'échantillon est également présentée à la fin de ce chapitre.

- Le troisième chapitre explore à travers une étude numérique la possibilité d'identifier rapidement les propriétés mécaniques affectées par la concentration en eau de matériaux polymères à travers des essais mécaniques sur plaques minces à gradients d'humidité. Des essais de traction et de flexion sont considérés. Pour des matériaux isotropes, dans un cadre hygroélastique, il est montré que cette méthode permet l'identification du module d'Young et du coefficient de Poisson dépendant de la concentration en eau avec un gain remarquable de temps d'essai par rapport à des essais sur des échantillons saturés en humidité.
- Enfin, le dernier chapitre propose à travers une étude numérique une méthode d'identification rapide des propriétés diffuso-mécaniques de matériaux isotropes basée sur l'emploi de plaques assujetties à un champ asymétrique de concentration en eau. L'identification est ainsi effectuée à partir du suivi des déflexions engendrées par les champs de concentration. Le coefficient de dilatation hygroscopique et le module d'Young dépendant de la concentration en eau peuvent être identifiés avec un gain remarquable du temps d'essai par rapport à des essais sur échantillons saturés en humidité.

Une section Conclusion et Perspectives conclut ce travail, indiquant des pistes pour les travaux de recherche futurs.

# Bibliographie

---

Ce premier chapitre présente une étude bibliographique sur les outils de modélisation des couplages diffuso-mécaniques et sur les méthodes de caractérisation des propriétés diffuso-mécaniques, plus particulièrement pour des CMO pour applications aéronautiques. L'étude bibliographique permet de préciser le cadre de travail, qui prévoit l'emploi d'un modèle diffuso-mécanique faiblement couplé où la diffusion d'eau suit la loi de Fick et le comportement mécanique est hygroélastique linéaire, dépendant de la concentration en eau. La caractérisation et l'identification des propriétés diffuso-mécaniques (coefficients de diffusion, propriétés mécaniques affectées par la diffusion) sont illustrées pour des matériaux isotropes et orthotropes.



# Table des matières

—

1.1	Introduction . . . . .	8
1.2	Thermodynamique des Processus Irréversibles (TPI) . . . . .	8
1.3	Modèles couplés . . . . .	11
1.3.1	Bilan du mélange . . . . .	11
1.3.2	Thermodynamique du mélange avec variables internes (TVI) . . . . .	13
1.3.3	Couplage thermo-diffuso-mécanique . . . . .	14
1.3.3.1	Couplage diffuso-mécanique . . . . .	15
1.4	Modèles diffuso-mécaniques découplés . . . . .	15
1.4.1	Diffusion: la loi de Fick . . . . .	15
1.4.2	Problème mécanique : modèle hygroélastique . . . . .	19
1.5	Conclusion . . . . .	21

## 1.1 Introduction

Comme indiqué dans le chapitre introductif, l'étude de phénomènes de vieillissement humide et de tous les couplages générés nécessite une approche complexe, multi-physique et multi-échelle. En particulier, l'aspect multi-physique de l'approche résulte de l'implication de plusieurs champs physiques (mécaniques, diffusifs, thermiques, chimiques, ...) qui peuvent interagir de façon complexe, dans le respect des principes fondamentaux de la thermodynamique, qui fixe le sens de toute évolution irréversible pour un système physique. Pour atteindre cet objectif, le cadre unifié de la Thermodynamique des Processus Irréversibles (TPI) peut être utilisé. Il s'agit d'un cadre classique, souvent utilisé en mécanique des matériaux et pour la description des couplages ([7], [14], [50], [26]).

Le but de la section 1.2 de ce chapitre est d'établir un état des lieux des possibilités de modélisation de ces phénomènes dans le cadre de la TPI, puis d'illustrer le cheminement qui conduit au développement de modèles diffuso-mécaniques faiblement couplés à partir du cadre de modélisation général de la TPI. Dans la section 1.3, une présentation générale des couplages thermo-diffuso-mécanique est effectuée. Dans la section 1.4, les modèles diffuso-mécaniques découplés et les méthodes de caractérisation et d'identification des propriétés diffuso-mécaniques disponibles dans la littérature, pour des matériaux isotropes et orthotropes sont présentées. Il est important de souligner que, dans la littérature, plusieurs approches alternatives existent pour la modélisation et la simulation des couplages diffuso-mécaniques : on pourra citer la Théorie des Mélanges (Theory of Mixtures, [31]), développée dans le cadre de la Thermodynamique Rationnelle initiée par Clifford Truesdell ([10]), basée sur l'écriture explicite des bilans mécaniques entre les espèces du mélange, ou des modèles basés sur la théorie du volume libre (on peut citer, par exemple, [22], [64]), modèles impliquant soit des expressions phénoménologiques ([13], [8]), soit basés sur la thermodynamique ([6]). Plus de détails sur la cinématique et sur la mécanique des milieux continus peuvent être trouvés dans [46].

## 1.2 Thermodynamique des Processus Irréversibles (TPI)

Dans le cadre de la thermodynamique des processus irréversibles, le système est considéré dans des conditions de proche équilibre où le potentiel d'état classiquement utilisé est l'énergie libre spécifique,  $e^{lib}$

$$e^{lib} = e^{int} - Ts \quad (1.1)$$

où  $e^{int}$ ,  $T$  et  $s$  représentent, respectivement, l'énergie interne spécifique, la température et l'entropie spécifique.  $e^{lib}$  dépend ici des variables d'états ( $\varepsilon, T$ ) avec  $\varepsilon$  désignant le tenseur de déformation sous l'hypothèse des petites perturbations. Dans ces conditions, la température, l'énergie interne et l'entropie sont telles que les relations classiques suivantes soient vérifiées ([30], [49], [56])

$$\begin{cases} \mathbf{T} = \rho \frac{\partial e^{lib}}{\partial \varepsilon} \\ s = -\frac{\partial e^{lib}}{\partial T} \end{cases} \quad (1.2)$$

avec  $\rho$  la masse volumique du matériau et  $\mathbf{T}$  le tenseur de contrainte de Cauchy. Dans l'approche TPI, la relation de Gibbs définie par l'Eq.(1.3)

$$T\rho \frac{ds}{dt} = \rho \frac{de}{dt} - \mathbf{T} : \dot{\varepsilon}^e \quad (1.3)$$

est aussi vérifiée. En utilisant la variation de l'énergie interne, elle peut s'écrire sous la forme (1.4)

$$\rho \frac{ds}{dt} = \frac{q}{T} - \nabla \cdot \left( \frac{\mathbf{q}}{T} \right) - \frac{\mathbf{q}}{T^2} \cdot \nabla T + \frac{1}{T} \mathbf{T} : \dot{\varepsilon}^p \quad (1.4)$$

où  $\mathbf{q}$  représente le vecteur flux de chaleur,  $q$  la source de chaleur,  $\dot{\varepsilon}^e$  la vitesse de déformation élastique et  $\dot{\varepsilon}^p$  la vitesse de déformation plastique.  $\nabla$  et  $\nabla \cdot$  représentent les opérateurs gradient et divergence. D'autre part, le bilan d'entropie qui est une inégalité pour des processus irréversibles peut

s'écrire sous forme d'une équation en rajoutant un terme positif  $\sigma_i[S]$  à son second membre (voir aussi [21])

$$\rho \frac{ds}{dt} = -\nabla \cdot \left( \frac{\mathbf{q}}{T} \right) + \frac{q}{T} + \sigma_i[S] \quad (1.5)$$

Par comparaison des Eqs.(1.4) et (1.5), on peut identifier la source  $\sigma_i[S]$  liée aux processus irréversibles

$$\sigma_i[S] = -\frac{\mathbf{q}}{T^2} \cdot \nabla T + \frac{1}{T} \mathbf{T} : \dot{\boldsymbol{\epsilon}}^P \quad (1.6)$$

La dissipation volumique  $\varphi$  est donnée par

$$\varphi = T\sigma_i[S] = -\frac{\mathbf{q}}{T} \cdot \nabla T + \mathbf{T} : \dot{\boldsymbol{\epsilon}}^P \geq 0, \quad (1.7)$$

et peut être considérée dans le cadre de la TPI sous forme symbolique ( [20])

$$\varphi = \mathbf{y} \cdot \dot{\mathbf{x}} \quad (1.8)$$

où  $\mathbf{y}$  désignent les forces thermodynamiques  $(-\frac{\nabla T}{T}, \mathbf{T}, \dots)$  et les  $\dot{\mathbf{x}}$  représentent les vitesses thermodynamiques  $(\mathbf{q}, \dot{\boldsymbol{\epsilon}}^P, \dots)$ . L'approche TPI stipule que pour des faibles écarts à l'équilibre,  $\mathbf{y}$  et  $\dot{\mathbf{x}}$  sont nuls

$$\begin{cases} \mathbf{y}_{eq} = 0 \\ \dot{\mathbf{x}}_{eq} = 0 \end{cases} \quad (1.9)$$

Dans un tel cas, on peut postuler une relation linéaire affine entre  $\mathbf{y}$  et  $\dot{\mathbf{x}}$

$$\begin{cases} \dot{\mathbf{x}} = \mathbf{P}\mathbf{y} \\ \mathbf{y} = \mathbf{P}^{-1}\dot{\mathbf{x}} \end{cases} \quad (1.10)$$

avec  $\mathbf{P}$  une application linéaire.

Une hypothèse supplémentaire, souvent postulée dans le cadre TPI, est de considérer que  $\mathbf{P}$  est symétrique. En effet, certains auteurs (voir, par exemple, [34], [29]) ont montré que la partie anti-symétrique de l'application linéaire  $\mathbf{P}$  n'a pas d'effet sur la dissipation, seule la partie symétrique agit sur la dissipation. La dissipation volumique peut alors s'écrire comme

$$\varphi = \mathbf{y} \cdot \mathbf{P}\mathbf{y} = \dot{\mathbf{x}} \cdot \mathbf{P}^{-1}\dot{\mathbf{x}} \geq 0 \quad (1.11)$$

La dissipation volumique étant définie positive, un potentiel de dissipation pour décrire l'évolution des processus dissipatifs est utilisé. En thermodynamique des processus irréversible, les lois d'évolution sont définies en introduisant un potentiel de dissipation  $\mathcal{D}$  ( $\mathcal{D} \equiv \mathcal{D}(\mathbf{y})$ ) défini dans un espace de Banach et dépendant des forces thermodynamiques ( [20]). Sa transformée de Legendre (ou le potentiel dual) est définie par

$$\mathcal{D}^*(\dot{\mathbf{x}}) = \sup_{\mathbf{y}} [\langle \mathbf{y}, \dot{\mathbf{x}} \rangle - \mathcal{D}(\mathbf{y})]$$

$\mathcal{D}$  et  $\mathcal{D}^*$  sont des fonctions scalaires homogènes de degré  $\alpha$  deux fois dérivables par rapport aux variables flux, nulles à l'origine et positives. Ainsi, les lois d'évolutions s'obtiennent par dérivation comme suit

$$\begin{aligned} \dot{\mathbf{x}} &= \frac{\partial \mathcal{D}}{\partial \mathbf{y}} \\ \mathbf{y} &= \frac{\partial \mathcal{D}^*}{\partial \dot{\mathbf{x}}} \end{aligned} \quad (1.12)$$

Le problème de la modélisation des phénomènes réside dans la détermination de l'expression analytique de  $e^{lib}$ , de  $\mathcal{D}$  ou  $\mathcal{D}^*$ . Pour satisfaire le deuxième principe de la thermodynamique, on impose donc à  $\mathcal{D}^*$  d'être convexe. De plus, le choix de la forme quadratique définie positive de  $\mathcal{D}$  ou de

$\mathcal{D}^*$  permet de satisfaire automatiquement les relations de symétrie d'Onsager ([34]), et permet également par l'identité d'Euler pour les fonctions homogènes de vérifier les inégalités dissipatives. En réalité, les valeurs de  $\mathcal{D}$  ou de  $\mathcal{D}^*$  ne sont pas accessibles dans la mesure où elles représentent une énergie dissipée sous forme de chaleur. Les forces thermodynamiques et leurs duales (vitesses thermodynamiques) sont elles facilement accessibles par la mesure. Elles sont souvent utilisées dans le cadre de la modélisation et l'identification.

Un exemple classique pour illustrer le formalisme de la TPI est celui de la conduction thermique dans un solide rigide. Dans ce cas, la dissipation volumique se déduit de la relation (1.7) par

$$\varphi = -\frac{\mathbf{q}}{T} \cdot \nabla T \geq 0 \quad (1.13)$$

la partie mécanique étant négligée. Dans ce cadre,  $\mathcal{D}$  est une fonction de  $\mathbf{q}$  et  $\mathcal{D}^*$  une fonction de  $\mathbf{g} = -\frac{\nabla T}{T}$ . Les lois d'évolution sont dès lors obtenues de la manière suivante

$$\begin{aligned} \mathbf{g} &= \frac{\partial \mathcal{D}}{\partial \mathbf{q}} \\ \mathbf{q} &= \frac{\partial \mathcal{D}^*}{\partial \mathbf{g}} \end{aligned} \quad (1.14)$$

Comme précisé précédemment,  $\mathcal{D}^*$  est une forme quadratique définie positive pouvant donc se mettre sous la forme

$$\mathcal{D}^*(\mathbf{g}) = \frac{1}{2} \mathbf{g} \cdot \mathbf{C}_T \mathbf{g} \quad (1.15)$$

Le tenseur d'ordre 2,  $\mathbf{C}_T$ , est symétrique, la forme quadratique choisie de  $\mathcal{D}^*$  étant toujours associée à une forme bilinéaire symétrique définie positive. A partir de l'Eq.(1.14).2, on déduit que

$$\mathbf{q} = \mathbf{C}_T \mathbf{g} = -\mathbf{C}_T \frac{\nabla T}{T} \quad (1.16)$$

En posant  $\mathbf{K}^{th} = \frac{\mathbf{C}_T}{T}$ , on obtient la loi de Fourier

$$\mathbf{q} = -\mathbf{K}^{th} \nabla T \quad (1.17)$$

Par ailleurs, il a été montré ([29]) que la partie antisymétrique de  $\mathbf{K}^{th}$  n'a pas d'influence sur les champs de température et sur l'évolution et les inégalités d'entropie. En effet, si on pose  $\mathbf{K}^{th} = \mathbf{K}_s^{th} + \mathbf{K}_a^{th}$  où  $\mathbf{K}_s^{th}$  est la partie symétrique de  $\mathbf{K}^{th}$  et  $\mathbf{K}_a^{th}$  la partie antisymétrique de  $\mathbf{K}^{th}$ , la loi de Fourier, Eq.(1.17), devient

$$\mathbf{q} = -\mathbf{K}_s^{th} \nabla T - \mathbf{K}_a^{th} \nabla T \quad (1.18)$$

et l'Eq.(1.13) s'écrit

$$\varphi = (\nabla T)^T \mathbf{K}_s^{th} \cdot \nabla T + (\nabla T)^T \mathbf{K}_a^{th} \cdot \nabla T \geq 0 \quad (1.19)$$

où  $(\nabla T)^T$  est la transposée de  $\nabla T$ . Le terme contenant  $\mathbf{K}_a^{th}$  est nul car c'est le produit d'un tenseur symétrique et d'un tenseur antisymétrique  $\mathbf{K}_a^{th}$ . L'Eq.(1.19) se réduit donc à

$$\varphi = (\nabla T)^T \cdot \mathbf{K}_s^{th} \cdot \nabla T \geq 0 \quad (1.20)$$

Ensuite, dans la même référence ([29]), il est montré que l'Eq.(1.20) est vérifiée si et seulement si  $\mathbf{K}_s^{th}$  est semi-définie positive. On en conclut que le tenseur, qui apparait dans l'Eq.(1.17),  $\mathbf{K}^{th}$ , est toujours symétrique et défini positif.

L'énergie interne dépend dans ce cas précis (cas thermique pure) de la seule variable d'état  $T$  et est introduite dans le bilan de l'énergie interne conduisant à la relation suivante en utilisant (1.2).2

$$\rho T \dot{s} = -\nabla \cdot \mathbf{q} + q \quad (1.21)$$

En introduisant la chaleur spécifique,  $C^{th} = T \frac{\partial s}{\partial T} = -T \frac{\partial^2 e^{lib}}{\partial T^2}$ , dans la loi de Fourier, Eq.(1.17), on obtient ainsi l'équation de la chaleur

$$\rho C^{th} \dot{T} = \nabla \cdot (\mathbf{K}^{th} \nabla T) + q \quad (1.22)$$

Lorsqu'il n'y a pas de production interne de chaleur ( $q = 0$ ) créée par des sources externes, on obtient

$$\rho C^{th} \dot{T} = \nabla \cdot (\mathbf{K}^{th} \nabla T) \quad (1.23)$$

La forme de cette dernière équation est analogue à l'équation de Fick, décrivant la diffusion d'espèces au sein des milieux continus, qui sera introduite par la suite.

## 1.3 Modèles couplés

Les modèles couplés sont classiquement introduits en présence d'un mélange d'espèces ([10], [21], [56]). Un solide composé d'une ou plusieurs espèces réactives est considéré. Le mélange est supposé être au sens de Truesdell (toutes les espèces sont contenues simultanément dans un même point). La diffusion d'une espèce est caractérisée par l'introduction du vecteur flux  $\mathbf{f}$  de l'espèce et de la source de l'espèce  $f$ .

### 1.3.1 Bilan du mélange

Pour un mélange de  $N$  espèces, les bilans sont résumés ci-après

– Le bilan de la masse  $M_i$  de l'espèce  $i$  est de la forme

$$\begin{aligned} \frac{\partial \rho_i}{\partial t} + \nabla \cdot (\rho_i \mathbf{v}_i) + \nabla \cdot \mathbf{j}_{cond}[M_i] &= \sigma[M_i] \\ \mathbf{j}_{cond}[M_i] &= \mathbf{f}_i \\ \sigma[M_i] &= f_i = \sum_j \nu_{ji} M_i \omega_j \end{aligned} \quad (1.24)$$

avec  $\rho_i$ ,  $\mathbf{v}_i$ ,  $\mathbf{j}_{cond}[M_i]$ ,  $\mathbf{f}_i$  et  $f_i$  respectivement la masse volumique, le vecteur vitesse, la densité du flux conductif, le vecteur flux et la source de l'espèce  $i$ .  $\sigma[M_i]$  est la source  $M_i$  par unité de temps et de volume,  $\omega_j$  la vitesse de la  $j^{eme}$  réaction et  $\nu_{ij}$  le coefficient de réaction de l'espèce  $i$  sur l'espèce  $j$ .

Si les espèces réagissent entre elles, la source de masse et le flux de conduction ne sont pas nuls. La masse totale du domaine étant conservée, la somme sur  $i$  de l'Eq.(1.24) doit être équivalente à l'équation de continuité, Eq.(1.25), caractérisée par le fait que la masse contenue à l'intérieur du domaine délimité par une surface fermée est constante au cours du temps et qu'il n'y a pas de conduction de masse à travers le contour du solide

$$\begin{aligned} \frac{\partial \rho}{\partial t} + \nabla \cdot (\rho \mathbf{v}) + \nabla \cdot \mathbf{j}_{cond}[M] &= \sigma[M] \\ \mathbf{j}_{cond}[M] &= \mathbf{0} \\ \sigma[M] &= 0 \end{aligned} \quad (1.25)$$

Par identification des équations Eq.(1.24) et Eq.(1.25), on obtient

$$\begin{aligned} \rho &= \sum_i \rho_i \\ \mathbf{v} &= \frac{\sum_i \rho_i \mathbf{v}_i}{\rho} \end{aligned} \quad (1.26)$$

$$\sum_i \sum_j \nu_{ji} M_i \omega_j = 0$$

En conclusion, la somme du bilan de chaque espèce conduit au bilan global de conservation de la masse.

– Le bilan de la quantité de mouvement  $\mathbf{p} = \int_{\Omega} \rho \mathbf{v} dV$  s'écrit

$$\begin{aligned} \frac{\partial(\rho \mathbf{v})}{\partial t} + \nabla \cdot (\rho \mathbf{v} \otimes \mathbf{v}) + \nabla \cdot \mathbf{j}_{cond}[\mathbf{p}] &= \sigma[\mathbf{p}] \\ \mathbf{j}_{cond}[\mathbf{p}] &= -\mathbf{T} \\ \sigma[\mathbf{p}] &= \mathbf{b} \end{aligned} \quad (1.27)$$

où  $\mathbf{T}$  est le tenseur des contraintes de Cauchy et  $\mathbf{b}$  est un ensemble de forces volumiques. Le tenseur des contraintes de Cauchy est symétrique  $\mathbf{T} = \mathbf{T}^T$ .

– Le bilan d'énergie interne,  $E^{int} = \int_{\Omega} \rho e^{int} dV$ , s'écrit

$$\begin{aligned} \frac{\partial(\rho e^{int})}{\partial t} + \nabla \cdot (\rho e^{int} \mathbf{v}) + \nabla \cdot \mathbf{j}_{cond}[E^{int}] &= \sigma[E^{int}] \\ \mathbf{j}_{cond}[E^{int}] &= \mathbf{q} + \sum_i \mu_i \mathbf{f}_i \\ \sigma[E^{int}] &= q + \sum_i \mu_i f_i + \mathbf{T} : \mathbf{D}_v \end{aligned} \quad (1.28)$$

avec  $\mathbf{D}_v$  le tenseur vitesse de déformation et  $\mu_i$  le potentiel chimique de l'espèce  $i$ . On peut observer une source d'énergie  $\mathbf{j}_{cond}[E^{int}]$  et un flux de conduction d'énergie  $\mathbf{f}_i$  autres que ceux d'un milieu homogène (sans transport d'espèces) provenant des réactions chimiques des espèces.

– Pour l'entropie,  $S = \int_{\Omega} \rho s dV$ , le bilan est sous forme d'une inégalité

$$\begin{aligned} \frac{\partial(\rho s)}{\partial t} + \nabla \cdot (\rho s \mathbf{v}) + \nabla \cdot \mathbf{j}_{cond}[S] &\geq \sigma[S] \\ \mathbf{j}_{cond}[S] &= \frac{\mathbf{q}}{T} \\ \sigma[S] &= \frac{q}{T} \end{aligned} \quad (1.29)$$

Elle devient une forme d'égalité lorsqu'on rajoute un terme positif,  $\sigma_i$ , au second membre de l'Eq.(1.29) qui dépend du potentiel chimique,  $\mu_i$

$$\rho \frac{ds}{dt} = -\nabla \cdot \left( \frac{\mathbf{q}}{T} \right) + \frac{q}{T} + \sigma_i[S] \quad (1.30)$$

A partir de l'équation fondamentale de Gibbs généralisée sous la forme

$$T \rho \frac{ds}{dt} = \rho \frac{de^{int}}{dt} - \mathbf{T} : \mathbf{D}_v^e - \sum_i \rho \mu_i \frac{dn_i}{dt} \quad (1.31)$$

avec  $n_i = \frac{\rho_i}{\rho}$  la fraction massique de l'espèce  $i$ , on obtient l'Eq.(1.32) en utilisant le bilan de l'énergie interne, Eq.(1.28), et le bilan de la masse, Eq.(1.24)

$$\rho \frac{ds}{dt} = -\nabla \cdot \left( \frac{\mathbf{q}}{T} \right) + \frac{q}{T} + \frac{1}{T} \mathbf{T} : \mathbf{D}_v^p - \sum_i \mathbf{h}_i \cdot \nabla \left( \frac{\mu_i}{T} \right) + \sum_i \mu_i \mathbf{h}_i \cdot \nabla \left( \frac{1}{T} \right) \quad (1.32)$$

Par comparaison de (1.32) et (1.30), le terme  $\sigma_i[S]$  peut être identifié

$$\sigma_i[S] = -\frac{\mathbf{q}}{T^2} \cdot \nabla T + \frac{1}{T} \mathbf{T} : \mathbf{D}_v^p - \sum_i \mathbf{h}_i \cdot \nabla \left( \frac{\mu_i}{T} \right) + \sum_i \mu_i \mathbf{h}_i \cdot \nabla \left( \frac{1}{T} \right) \quad (1.33)$$

Le bilan d'entropie se met finalement sous la forme

$$\begin{aligned} \frac{\partial(\rho s)}{\partial t} + \nabla \cdot (\rho s \mathbf{v}) + \nabla \cdot \mathbf{j}_{cond}[S] &\geq \sigma[S] + \frac{1}{T} \mathbf{T} : \mathbf{D}_v^p - \frac{\mathbf{q}}{T^2} \cdot \nabla T - \frac{\rho}{T} \sum_i \mu_i \frac{dn_i}{dt} \\ \mathbf{j}_{cond}[S] &= \frac{\mathbf{q}}{T} \\ \sigma[S] &= \frac{q}{T} \end{aligned} \quad (1.34)$$

### 1.3.2 Thermodynamique du mélange avec variables internes (TVI)

En cas d'écart à l'équilibre, des variables internes  $V_j, j = 1, \dots, m$  sont introduites dans la liste des variables d'état ([20]). Ces variables permettent de caractériser les écarts à l'équilibre et les éventuels phénomènes de dissipation associés, intervenant au sein du solide. Les variables duales notées  $A_j$  associées aux  $V_j$  sont appelées affinités. Les affinités représentent les forces motrices des processus de retour à l'équilibre. Dans le cadre de la Thermodynamique avec Variables Internes (TVI), l'équation fondamentale de Gibbs généralisée combinée avec le bilan d'énergie interne, Eq.(1.28), s'écrit

$$\rho \frac{ds}{dt} = -\nabla \cdot \left( \frac{\mathbf{q}}{T} \right) + \frac{q}{T} + \frac{1}{T} \mathbf{T} : \mathbf{D}_v^p - \sum_i \mathbf{h}_i \cdot \nabla \left( \frac{\mu_i}{T} \right) + \sum_i \mu_i \mathbf{h}_i \cdot \nabla \left( \frac{1}{T} \right) + \frac{\rho}{T} \sum_j A_j \frac{dV_j}{dt} \quad (1.35)$$

avec un terme lié aux variables internes qui s'ajoute à l'Eq.(1.33)

$$\sigma_i[S] = -\frac{\mathbf{q}}{T^2} \cdot \nabla T + \frac{1}{T} \mathbf{T} : \mathbf{D}_v^p - \sum_i \mathbf{h}_i \cdot \nabla \left( \frac{\mu_i}{T} \right) + \sum_i \mu_i \mathbf{h}_i \cdot \nabla \left( \frac{1}{T} \right) + \frac{\rho}{T} \sum_j A_j \frac{dV_j}{dt} \quad (1.36)$$

Les variations locales d'entropie dues aux échanges avec l'extérieur,  $\rho \frac{ds}{dt}$ , et celles liées aux évolutions internes,  $\rho \frac{d_i s}{dt}$ , sont telles que  $\sigma_i[S] = \rho \frac{d_i s}{dt}$  et la dissipation volumique s'en déduit par

$$\varphi = T \sigma_i[S] = -\mathbf{j}_{cond}[S] \cdot \nabla T - \sum_i \mathbf{j}_{cond}[M_i] \cdot \nabla \mu_i + \mathbf{T} : \mathbf{D}_v^p + \sum_j \rho A_j \frac{dV_j}{dt} \geq 0 \quad (1.37)$$

La dissipation volumique,  $\mathcal{D}^{vol}$ , présente trois types de dissipation à savoir :

- une dissipation mécanique,  $\varphi_1 = \mathbf{T} : \mathbf{D}_v^p + \sum_j \rho A_j \frac{dV_j}{dt}$  appelée dissipation intrinsèque dissipée par élément de volume sous forme de chaleur,
- une dissipation liée au gradient de température,  $\varphi_2 = -\mathbf{j}_{cond}[S] \cdot \nabla T$  appelée dissipation thermique par conduction et
- une dissipation liée au gradient du potentiel chimique,  $\varphi_3 = -\sum_i \mathbf{j}_{cond}[M_i] \cdot \nabla \mu_i$ .

Dans la configuration lagrangienne, la dissipation volumique  $\Phi = \Phi_1 + \Phi_2 + \Phi_3$  est telle que  $\varphi = J\Phi$  et est définie par

$$\begin{aligned} \Phi_1 &= \mathbf{S} : \dot{\mathbf{E}}^p + \sum_j \rho A_j \frac{dV_j}{dt} \\ \Phi_2 &= -\mathbf{j}_{cond}[S] \cdot \nabla T \\ \Phi_3 &= -\sum_i \mathbf{j}_{cond}[M_i] \cdot \nabla \mu_i \end{aligned} \quad (1.38)$$

avec  $\Phi_1$  la dissipation volumique mécanique,  $\Phi_2$  la dissipation volumique liée au gradient de température,  $\Phi_3$  la dissipation volumique liée au gradient de potentiel chimique ;

$\mathbf{S}$  est le tenseur des contraintes de Piola-Kirchhoff,  $\mathbf{E}^p$  le tenseur de déformation plastique. Comme précisé dans la section 1.2, le potentiel de dissipation  $\mathcal{D} \equiv \mathcal{D}(-\mathbf{j}_{cond}[S], -\mathbf{j}_{cond}[M_i], \dot{\mathbf{E}}^p, \frac{dV_j}{dt})$  est fonction des variables flux et son dual  $\mathcal{D}^*(\nabla T, \nabla \mu_i, \mathbf{S}, A_j)$  est fonction des forces thermodynamiques.

Sous l'hypothèse de couplage total,  $\Phi = \Phi_1 + \Phi_2 + \Phi_3 \geq 0$  et les lois d'évolutions s'écrivent

$$\begin{aligned} \nabla T &= -\frac{\partial \mathcal{D}}{\partial \mathbf{j}_{cond}[S]} \\ \nabla \mu_i &= -\frac{\partial \mathcal{D}}{\partial \mathbf{j}_{cond}[M_i]} \\ \mathbf{S} &= \frac{\partial \mathcal{D}}{\partial \dot{\mathbf{E}}^p} \\ \rho A_j &= \frac{\partial \mathcal{D}}{\partial \left( \frac{dV_j}{dt} \right)} \end{aligned} \quad (1.39)$$

et

$$\begin{aligned}
-\mathbf{j}_{cond}[S] &= \frac{\partial \mathcal{D}^*}{\partial \nabla T} \\
-\mathbf{j}_{cond}[M_i] &= \frac{\partial \mathcal{D}^*}{\partial \nabla \mu_i} \\
\dot{\mathbf{E}}^p &= \frac{\partial \mathcal{D}^*}{\partial \mathbf{S}} \\
\frac{dV_j}{dt} &= \frac{\partial \mathcal{D}^*}{\partial (\rho A_j)}
\end{aligned} \tag{1.40}$$

Dans le cadre d'un découplage partiel,  $\Phi_1 \geq 0$  et  $\Phi_2 + \Phi_3 \geq 0$ .

Sous l'hypothèse de découplage total,  $\Phi_1 \geq 0$ ,  $\Phi_2 \geq 0$ ,  $\Phi_3 \geq 0$ . L'énergie libre spécifique  $e^{lib}$  dépend dans ce cas des variables d'états et des variables internes,  $(T, \mathbf{E}, n_1, \dots, n_N; V_1, \dots, V_m)$

$$e^{lib} \equiv e^{lib}(T, \mathbf{E}, n_1, \dots, n_N; V_1, \dots, V_m)$$

Les lois d'états postulées dans le cadre de la TVI s'obtiennent de la manière suivante

$$\begin{aligned}
s &= -\frac{\partial e^{lib}}{\partial T} \\
\mathbf{S} &= \rho \frac{\partial e^{lib}}{\partial \mathbf{E}} \\
\mu_i &= \frac{\partial e^{lib}}{\partial n_i} \\
A_j &= -\frac{\partial e^{lib}}{\partial V_j}
\end{aligned} \tag{1.41}$$

### 1.3.3 Couplage thermo-diffuso-mécanique

Dans le cadre du couplage thermo-diffuso-mécanique (pour plus de détails voir [21]), nous avons trois modes dissipatifs à savoir, la dissipation mécanique, la dissipation thermique par conduction et la dissipation liée au gradient du potentiel chimique en présence des variables internes. Le couplage fort entre ces trois phénomènes introduit une forme quadratique du potentiel de dissipation,  $\mathcal{D}^*$ , dont l'expression analytique est

$$\begin{aligned}
\mathcal{D}^* &= \frac{1}{2} \nabla T \cdot \mathbf{C}_T \cdot \nabla T + \frac{1}{2} \nabla \mu_i \cdot \mathbf{C}_{\nabla \mu_i} \cdot \nabla \mu_i + \frac{1}{2} \mathbf{S} : \mathbf{C}_S : \mathbf{S} + \frac{1}{2} C_{\mu_i} \mu_i^2 + \frac{1}{2} C_{A_j} A_j^2 \\
&+ \nabla T \cdot \mathbf{C}_{T \nabla \mu_i} \cdot \nabla \mu_i + \frac{1}{2} \mathbf{S} : (\mathbf{C}_{TS} \otimes \nabla T + \nabla T \otimes \mathbf{C}_{TS}) - \mu_i \mathbf{C}_{T \mu_i} \cdot \nabla T \\
&+ A_j \mathbf{C}_{T A_j} \cdot \nabla T + \frac{1}{2} \mathbf{S} : (\mathbf{C}_{\nabla \mu_i S} \otimes \nabla \mu_i + \nabla \mu_i \otimes \mathbf{C}_{\nabla \mu_i S}) - \mu_i \mathbf{C}_{\nabla \mu_i \mu_i} \cdot \nabla \mu_i \\
&+ A_j \mathbf{C}_{\nabla \mu_i A_j} \cdot \nabla \mu_i - \mu_i \mathbf{S} : \mathbf{C}_{S \mu_i} + A_j \mathbf{S} : \mathbf{C}_{S A_j} - C_{\mu_i A_j} \mu_i A_j
\end{aligned} \tag{1.42}$$

où les coefficients  $\mathbf{C}_T$ ,  $\mathbf{C}_{\nabla \mu_i}$ ,  $\mathbf{C}_S$ ,  $C_{\mu_i}$ ,  $C_{A_j}$ ,  $\mathbf{C}_{T \nabla \mu_i}$ ,  $\mathbf{C}_{TS}$ ,  $\mathbf{C}_{T \mu_i}$ ,  $\mathbf{C}_{T A_j}$ ,  $\mathbf{C}_{\nabla \mu_i S}$ ,  $\mathbf{C}_{\nabla \mu_i \mu_i}$ ,  $\mathbf{C}_{\nabla \mu_i A_j}$ ,  $\mathbf{C}_{S \mu_i}$ ,  $\mathbf{C}_{S A_j}$ ,  $C_{\mu_i A_j}$  sont de type Onsager, symétriques définies positives dans le cas des tenseurs.

Les lois d'état linéaires sont par conséquent obtenues par dérivation à partir de l'Eq.(1.48)

$$\begin{aligned}
-\mathbf{j}_{cond}[S] &= \mathbf{C}_T \cdot \nabla T + \mathbf{C}_{T \nabla \mu_i} \cdot \nabla \mu_i - \mu_i \mathbf{C}_{T \mu_i} + A_j \mathbf{C}_{T A_j} \\
-\mathbf{j}_{cond}[M_i] &= \mathbf{C}_{\nabla \mu_i} \cdot \nabla \mu_i + \mathbf{C}_{T \nabla \mu_i} \cdot \nabla T + \mathbf{S} \cdot \mathbf{C}_{\mu_i S} - \mu_i \mathbf{C}_{\nabla \mu_i \mu_i} + A_j \mathbf{C}_{\nabla \mu_i A_j} \\
\dot{\mathbf{E}}^p &= \mathbf{C}_S : \mathbf{S} + \frac{1}{2} (\mathbf{C}_{TS} \otimes \nabla T + \nabla T \otimes \mathbf{C}_{TS}) + \frac{1}{2} (\mathbf{C}_{\nabla \mu_i S} \otimes \nabla \mu_i + \nabla \mu_i \otimes \mathbf{C}_{\nabla \mu_i S}) \\
&- \mu_i \mathbf{C}_{S \mu_i} + A_j \mathbf{C}_{S A_j} \\
\frac{dV_j}{dt} &= C_{A_j} A_j + \mathbf{C}_{T A_j} \cdot \nabla T + \mathbf{C}_{\nabla \mu_i A_j} \cdot \nabla \mu_i + \mathbf{S} : \mathbf{C}_{S A_j} - C_{\mu_i A_j} \mu_i
\end{aligned} \tag{1.43}$$

### 1.3.3.1 Couplage diffuso-mécanique

L'étude du couplage diffuso-mécanique a fait l'objet de plusieurs travaux de recherche ([21], [70], [69], [68], [61]). Dans le cadre de la TVI ([21]), en l'absence de gradients thermiques et de variables internes ( $A_j = 0$ ), le potentiel de dissipation dual peut donc s'exprimer sous une forme quadratique définie positive

$$\begin{aligned} \mathcal{D}^* = & \frac{1}{2} \nabla \mu_i \cdot \mathbf{C}_{\nabla \mu_i} \cdot \nabla \mu_i + \frac{1}{2} \mathbf{S} : \mathbb{C}_S : \mathbf{S} + \frac{1}{2} C_{\mu_i} \mu_i^2 + \frac{1}{2} \mathbf{S} : (\mathbf{C}_{\nabla \mu_i S} \otimes \nabla \mu_i + \nabla \mu_i \otimes \mathbf{C}_{\nabla \mu_i S}) \\ & - \mu_i \mathbf{C}_{\nabla \mu_i \mu_i} \cdot \nabla \mu_i - \mu_i \mathbf{S} : \mathbb{C}_{S \mu_i} \end{aligned} \quad (1.44)$$

à partir de laquelle les lois d'état sont déduites

$$\begin{aligned} -\mathbf{j}_{cond}[M_i] = & \mathbf{C}_{\nabla \mu_i} \cdot \nabla \mu_i + \mathbf{S} \mathbf{C}_{\mu_i S} - \mu_i \mathbf{C}_{\nabla \mu_i \mu_i} \\ \dot{\mathbf{E}}^p = & \mathbb{C}_S : \mathbf{S} + \frac{1}{2} (\mathbf{C}_{\nabla \mu_i S} \otimes \nabla \mu_i + \nabla \mu_i \otimes \mathbf{C}_{\nabla \mu_i S}) - \mu_i \mathbb{C}_{S \mu_i} \end{aligned} \quad (1.45)$$

Dans l'expression du potentiel de dissipation, Eq.(1.45), les couplages sont représentés par les éléments  $\mathbf{C}_{\nabla \mu_i S}$  et  $\mathbb{C}_{S \mu_i}$ . Le tenseur d'ordre 4  $\mathbb{C}_S$  dépend souvent du potentiel chimique  $\mu_i$ .

## 1.4 Modèles diffuso-mécaniques découplés

Dans le cas d'un découplage total, les inégalités suivantes sont vérifiées

$$\Phi_1 \geq 0, \Phi_2 \geq 0 \text{ et } \Phi_3 \geq 0 \quad (1.46)$$

Ceci conduit à introduire trois potentiels de dissipation,  $\mathcal{D}_1$ ,  $\mathcal{D}_2$  et  $\mathcal{D}_3$  tels que

$$\mathcal{D}^* = \mathcal{D}_1^*(\mathbf{S}, -\mu_i, A_j) + \mathcal{D}_2^*(\nabla T) + \mathcal{D}_3^*(\nabla \mu_i) \quad (1.47)$$

avec

$$\begin{aligned} \dot{\mathbf{E}}^p &= \frac{\partial \mathcal{D}_1^*}{\partial \mathbf{S}} \\ \frac{dV_j}{dt} &= \frac{\partial \mathcal{D}_1^*}{\partial (\rho A_j)} \\ -\mathbf{j}_{cond}[S] &= \frac{\partial \mathcal{D}_2^*}{\partial \nabla T} \\ -\mathbf{j}_{cond}[M_i] &= \frac{\partial \mathcal{D}_3^*}{\partial \nabla \mu_i} \end{aligned} \quad (1.48)$$

### 1.4.1 Diffusion : la loi de Fick

Dans le cas d'un phénomène de diffusion pure, les gradients thermiques et les variables internes sont nuls. De plus, les affinités  $A_j$  sont simultanément et identiquement nulles à cause de l'absence de réactions chimiques entre les espèces. Le potentiel de dissipation dual n'est donc lié qu'aux gradients de potentiel chimique

$$\mathcal{D}^* = \mathcal{D}_3^*(\nabla \mu_i) = \frac{1}{2} \nabla \mu_i \cdot \mathbf{C}_{\nabla \mu_i} \cdot \nabla \mu_i \quad (1.49)$$

avec

$$\mathbf{j}_{cond}[M_i] = -\frac{\partial \mathcal{D}_3^*}{\partial \nabla \mu_i} = -\mathbf{C}_{\nabla \mu_i} \cdot \nabla \mu_i \quad (1.50)$$

Par définition du potentiel chimique à partir de l'énergie libre spécifique

$$\mu_i = \frac{\partial e^{lib}}{\partial n_i}$$

on a

$$\begin{aligned}
 \mathbf{j}_{cond}[M_i] &= -\mathbf{C}_{\nabla\mu_i} \cdot \nabla\left(\frac{\partial e^{lib}}{\partial n_i}\right) \\
 &= -\mathbf{C}_{\nabla\mu_i} \frac{1}{\rho} \frac{\partial^2 e^{lib}}{\partial n_i^2} \cdot \nabla(\rho n_i) \\
 &= -\mathbf{D}_i \cdot \nabla c_i
 \end{aligned} \tag{1.51}$$

avec  $c_i = \rho_i = \rho n_i$  la concentration de l'espèce  $i$  et  $\mathbf{D}_i = \mathbf{C}_{\nabla\mu_i} \frac{1}{\rho} \frac{\partial^2 e^{lib}}{\partial n_i^2}$  le tenseur de diffusivité de l'espèce  $i$ .  $\mathbf{D}_i$  est une grandeur cinétique caractérisant la mobilité des espèces dans le matériau. En reportant l'Eq.(1.51) dans le bilan de masse, Eq.(1.24), l'équation de diffusion peut aussi s'écrire avec la source de masse de l'espèce  $i$

$$\frac{\partial c_i}{\partial t} = \nabla \cdot (\mathbf{D}_i \nabla c_i) + \sigma[M_i] \tag{1.52}$$

Cette équation est valable dans un système homogène où la diffusion tend à éliminer les différences de concentration et à les égaliser dans tout le domaine. Quand on somme cette dernière équation sur  $i$  et qu'on pose  $c = \sum_i c_i$  la concentration totale des espèces, on obtient par (1.26).3 l'équation de diffusion des espèces du mélange

$$\frac{\partial c}{\partial t} = \sum_i \nabla \cdot (\mathbf{D}_i \nabla c_i) \tag{1.53}$$

car  $\sum_i \sigma[M_i] = 0$ .

L'étude de la diffusion d'espèces dans les matériaux a été initiée par Adolf Fick ([2]) qui a introduit en 1855 un modèle de diffusion, inspiré par des expériences sur la diffusion des gaz et du sel dans l'eau. Le modèle de diffusion présenté par Fick dans [2] est caractérisé par deux lois phénoménologiques établies par analogie à la loi de conduction de la chaleur de Fourier :

- la première loi de Fick, Eq.(1.51), stipule que le flux de matière est proportionnel au gradient de concentration :

$$\mathbf{j} = -\mathbf{D} \nabla c \tag{1.54}$$

où  $\mathbf{j}$  est le flux de matière qui traverse la surface unitaire par unité de temps et  $\mathbf{D}$  est le tenseur de diffusivité, auquel la matrice des coefficients de diffusion de l'espèce diffusante est associée. L'Eq.(1.54) est établie sous l'hypothèse de diffusion d'une seule espèce, ce qui fait la différence avec l'Eq.(1.51)

- la deuxième loi de Fick dérive du principe de conservation des espèces diffusantes et s'écrit

$$\frac{\partial c}{\partial t} = \nabla \cdot (\mathbf{D} \nabla c) \tag{1.55}$$

L'Eq.(1.55) est analogue à l'Eq.(1.23) décrivant la conduction de la chaleur au sein d'un milieu continu. Les mêmes considérations faites en section 1.2 sur la symétrie du tenseur  $\mathbf{K}$  qui apparaît dans l'Eq.(1.23) peuvent être faites pour le tenseur  $\mathbf{D}$  qui apparaît dans l'Eq.(1.55).

En fonction de la microstructure du matériau, le tenseur  $\mathbf{D}$  peut être isotrope, orthotrope ou anisotrope. En effet, un comportement anisotrope en diffusion peut avoir lieu dans le cas de matériaux architecturés.

Les méthodes développées pour l'identification inverse des paramètres diffusifs sont pour la plupart basées sur la loi de Fick isotrope ou orthotrope. La littérature traite très peu du cas anisotrope. Du point de vue expérimental, pour la caractérisation des phénomènes de diffusion d'eau dans les matériaux polymères, les champs de concentration ne peuvent pas être mesurés directement : cela est dû au fait que les molécules d'eau diffusant au sein de la matière ne sont pas libres mais liées au réseau macromoléculaire. Des méthodes spectroscopiques ou nucléaires (FTIR, Raman) ou RMN (Résonance Magnétique Nucléaire) aptes à détecter le type et l'intensité de ces liens sont disponibles ([60]), mais au jour d'aujourd'hui restent assez qualitatives et difficilement exploitables. Les mesures gravimétriques représentent aujourd'hui le seul moyen pour accéder à des informations quantitatives

quant aux phénomènes d'absorption d'eau dans les polymères : dans ce cas, un échantillon de matériau est plongé dans un liquide ou une vapeur et est régulièrement pesé, afin d'obtenir l'évolution de sa masse au cours du temps. Si le comportement est Fickien, l'allure de cette courbe est comparable à la courbe théorique Fig.1.1. En comparant les deux courbes, expérimentale et théorique, plus précisément, en minimisant l'écart entre les deux courbes, les paramètres de la loi de diffusion (coefficients de diffusion, concentration à saturation) peuvent être identifiés. Le nombre de courbes gravimétriques à utiliser pour l'identification dépend du nombre de paramètres à identifier : souvent, en pratique, le nombre de courbes gravimétriques est égal au nombre de paramètres à identifier.

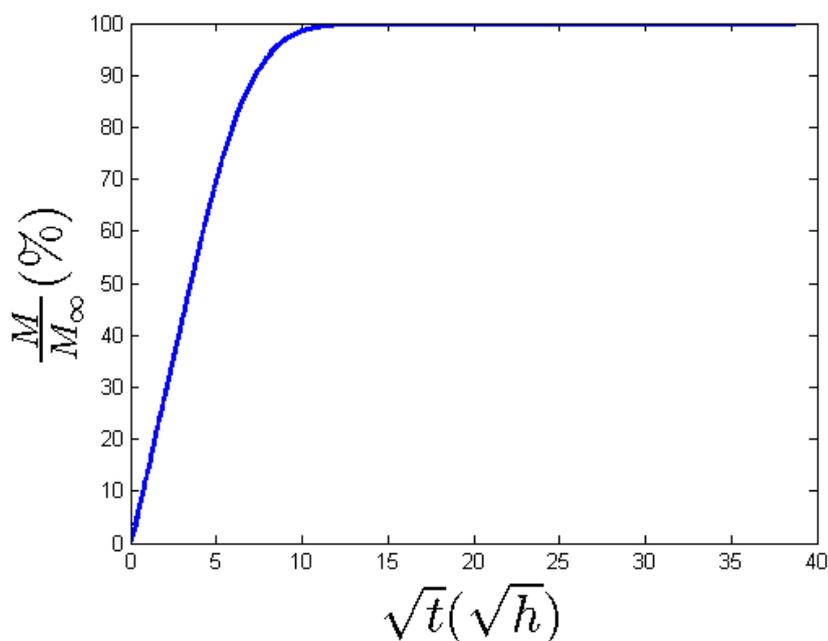


FIGURE 1.1 – Courbe gravimétrique expérimentale en fonction de  $\sqrt{t}$

Parmi les techniques d'identification basées sur l'exploitation de la courbe gravimétrique complète, on peut citer les travaux de Pierron et al. ([18]) : ces auteurs ont proposé des techniques basées sur un schéma d'optimisation pour identifier les paramètres diffusifs. Le principe est la minimisation de l'écart quadratique entre les points simulés à partir de la solution analytique de l'équation de diffusion de Fick 3D et les points expérimentaux à travers les courbes gravimétriques pour un matériau composite. D'autres auteurs ont mené leurs études dans le même sens en utilisant des méthodes analytiques ([9], [35], [24]) ou la méthode des éléments finis (MEF) ([58]) ou plus récemment des méthodes basées sur la Décomposition Propre Généralisée (PGD : Proper Generalized Decomposition) ([39], [38]) qui permet un gain important du temps de calcul. Nous pouvons également citer les travaux de Aktas et al. ([32]) dans lesquels une méthode basée sur la solution de l'équation de diffusion 1D pour déterminer les paramètres diffusifs de l'équation de Fick 3D a été développée. Avec cette approche, les erreurs induites par les effets de bords sur les paramètres identifiés sont évaluées à l'aide de la solution de l'équation de diffusion 3D dans un domaine rectangulaire. Les équations de diffusion 1D ont été également utilisées pour la simulation de champs hygrothermiques complexes, tels que ceux générés par des environnements fluctuants ou cycliques ([41], [23]).

Concernant la diffusion anisotrope, on peut citer les travaux de Arhonime et al. ([59]). Ces auteurs ont étudié expérimentalement la diffusion de l'eau dans des composites de kevlar-époxy unidirectionnels avec une fraction volumique de fibres égale à 0,43 pour différents angles d'orientation  $\psi$  (définis en Fig.1.2) comme illustré en Fig.1.3 ([59]). Dans cette étude, la valeur de la masse à saturation  $M_\infty$  est égale à 3,54% (voir Fig.1.3, [59]) et la taille de l'échantillon est  $L_x = 110\text{mm}$ ,  $L_y = 10\text{mm}$  et  $L_z = 1,7\text{mm}$ .

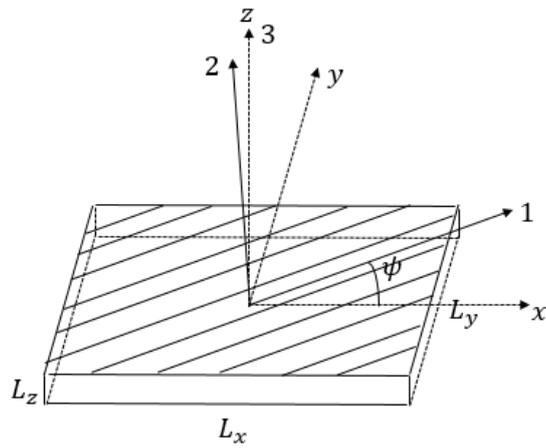


FIGURE 1.2 – Angle d'orientation des fibres  $\psi$  par rapport au repère de l'échantillon dans l'expérience de Arhonime et al., [59]

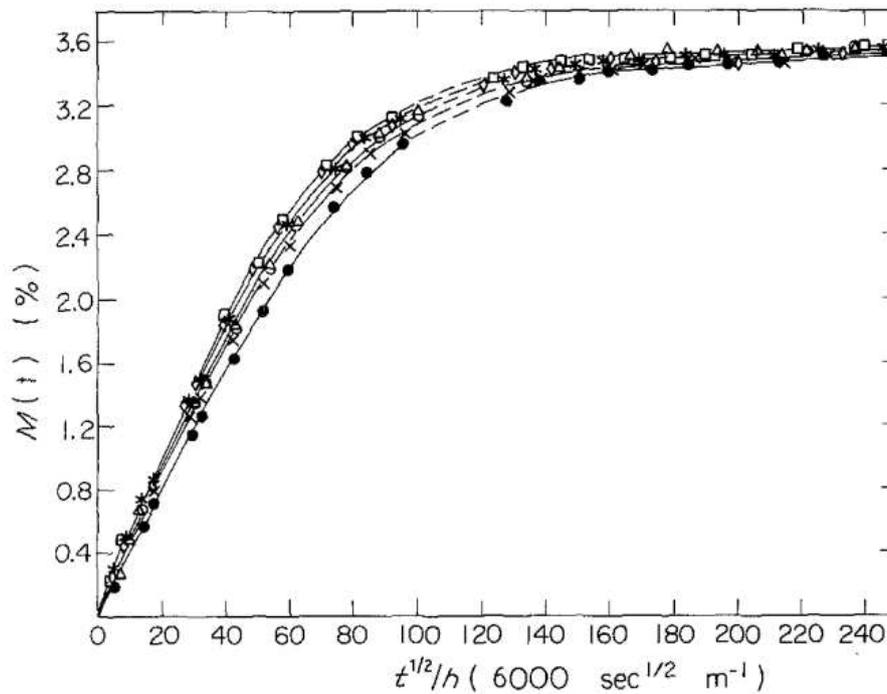


FIGURE 1.3 – Évolution de  $M(t)$  par rapport à  $\sqrt{t} \cdot L_z^{-1}$  pour différents angles d'orientation des fibres  $\theta$  ( $V_f = 0,43$ ) : (●)  $0^\circ$ , (×)  $15^\circ$ , (○)  $30^\circ$ , (△)  $45^\circ$ , (\*)  $60^\circ$ , (◊)  $75^\circ$ , (◇)  $90^\circ$ , issue de [59]

En 1976, Shen and Springer ([9]) ont introduit une méthode - connue comme méthode de la pente - pour l'identification rapide des coefficients de diffusion, dans les cas isotropes et orthotropes. Cette technique d'identification repose sur l'exploitation de la pente de la partie linéaire de Fig.1.1 et la masse à saturation : la méthode consiste à mesurer la pente initiale de la courbe gravimétrique et à utiliser une expression analytique de la pente, qui correspond à une solution approchée pour des temps courts de l'équation de Fick. Cette solution sera présentée en détail dans le Chapitre 2 et sera étendue au cas anisotrope.

Il est important de mentionner l'existence dans la littérature de modèles (1D ou 3D) prenant explicitement en compte la présence d'anomalies de diffusion (écarts à la loi de Fick) dues soit à la présence de réactions chimiques (voir, par exemple, [45], [63], [68], [55], [35]) soit à la présence d'interphases à proximité des interfaces fibre-matrice ([66], [65], [67], [33]), même si ces modèles

ne seront pas considérés dans cette thèse.

### 1.4.2 Problème mécanique : modèle hygroélastique

La dissipation intrinsèque ou mécanique définie par

$$\Phi_1 = \mathbf{S} : \dot{\mathbf{E}}^p + \sum_j \rho A_j \frac{dV_j}{dt} \quad (1.56)$$

conduit aux deux lois d'évolution ci-dessous

$$\begin{aligned} \dot{\mathbf{E}}^p &= \mathbb{C}_S : \mathbf{S} \\ \frac{dV_j}{dt} &= C_{A_j} A_j + \mathbf{S} : \mathbb{C}_{SA_j} \end{aligned} \quad (1.57)$$

En l'absence de variables internes, avec une dépendance des potentiels chimiques, l'énergie libre est fonction des variables d'état  $(\mathbf{E}, c_i)$ , les concentrations d'espèces  $c_i$  étant liés aux titres massiques par  $c_i = \rho n_i$ . Dans l'approche TPI, une forme quadratique de l'énergie libre peut être postulée en fonction des variables d'état

$$e^{lib}(\mathbf{E}, c_i) = \frac{1}{2} \mathbf{E} : \mathbb{C}_E : \mathbf{E} + \frac{1}{2} C_{c_i} c_i^2 + c_i \mathbb{C}_{Ec_i} : \mathbf{E} \quad (1.58)$$

où  $\mathbb{C}_E$  est un tenseur d'ordre 4 qui peut dépendre de la concentration en eau ou du potentiel chimique (couplage indirect),  $C_{c_i}$  est un paramètre matériau à identifier ainsi que le tenseur d'ordre 2,  $\mathbb{C}_{Ec_i}$ . En utilisant l'Eq.(1.41), on obtient

$$\begin{aligned} \mathbf{S} &= \rho \frac{\partial e^{lib}}{\partial \mathbf{E}} = \mathbb{C}_E : \mathbf{E} + c_i \mathbb{C}_{Ec_i} \\ \mu_i &= \frac{\partial e^{lib}}{\partial c_i} = c_i C_{c_i} + \mathbb{C}_{Ec_i} : \mathbf{E} \end{aligned} \quad (1.59)$$

Dans le cas de la diffusion d'humidité, le terme  $\mathbb{C}_{Ec_i} : \mathbf{E}$  est souvent négligé, le terme  $c_i \mathbb{C}_{Ec_i}$  est identifié par le terme  $-\mathbb{C}_E \mathbf{E}^H$  avec  $\mathbf{E}^H$  la déformation hygroscopique. Le tenseur des contraintes de Piola-Kirchhoff s'écrit sous la forme

$$\mathbf{S} = \mathbb{C}_E : (\mathbf{E} - \mathbf{E}^H) \quad (1.60)$$

La déformation hygroscopique,  $\mathbf{E}^H$ , est souvent prise égale à  $\beta \Delta m$ , où  $\beta$  est le tenseur des coefficients de dilatation hygroscopique,  $\Delta m = m - m_0$  ( $m = c/\rho$ ,  $c$  étant la concentration en eau,  $\rho$  la masse volumique du matériau) exprime la différence de teneur en eau par rapport à un état de référence,  $m_0$ . L'identification des couplages diffusio-mécaniques a fait l'objet de plusieurs travaux scientifiques : l'identification des coefficients de dilatation hygroscopique a été effectuée dans Obeid et al. ([48]), l'effet de la concentration sur les propriétés mécaniques des matériaux polymères et composites a été exploré par Shen and Springer ([12]), Loos et al. ([5]), Simar ([3]) et Simar et al. ([4]) Dans les travaux de Simar ([3]) et Simar et al. ([4]), les propriétés mécaniques de pièces de résine époxyde en environnement humide ont été identifiées. Dans sa recherche, l'auteur a principalement utilisé des essais de traction sur des échantillons de résine RTM6 saturés (concentration d'espèces uniforme) conditionnés dans un environnement humide avec température et taux d'humidité contrôlés. A la suite des essais effectués à vitesse et déplacement imposés sur différents échantillons contenant chacun une partie utile de 60mm × 10mm × 4mm, le module d'Young et le coefficient de Poisson ont été identifiés. Afin d'ajuster les différents points expérimentaux correspondant au nombre d'échantillons comme passant par une droite, une régression linéaire pour le module d'Young et le coefficient de Poisson est utilisée avec un coefficient de régression largement supérieur à 0,90. Les Figures, Fig. 1.4 et Fig. 1.5, illustrent les résultats des essais de traction réalisés sur des plaques minces de résine RTM6 saturés en humidité (de 4mm d'épaisseur) à différents taux d'humidité relative (HR%) et à température fixée,  $T = 70^\circ\text{C}$ . Ces essais permettent d'identifier les propriétés élastiques du

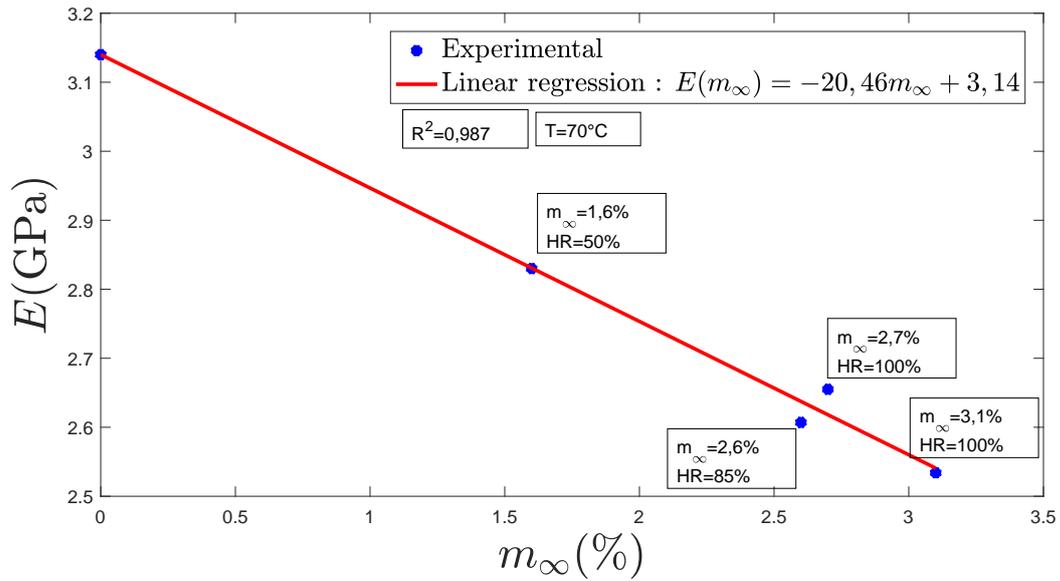


FIGURE 1.4 – Evolution de  $E$  en fonction de  $m_{\infty}$  (essais réalisés sur des échantillons de résine RTM6 de 4mm d'épaisseur, issus de [4])

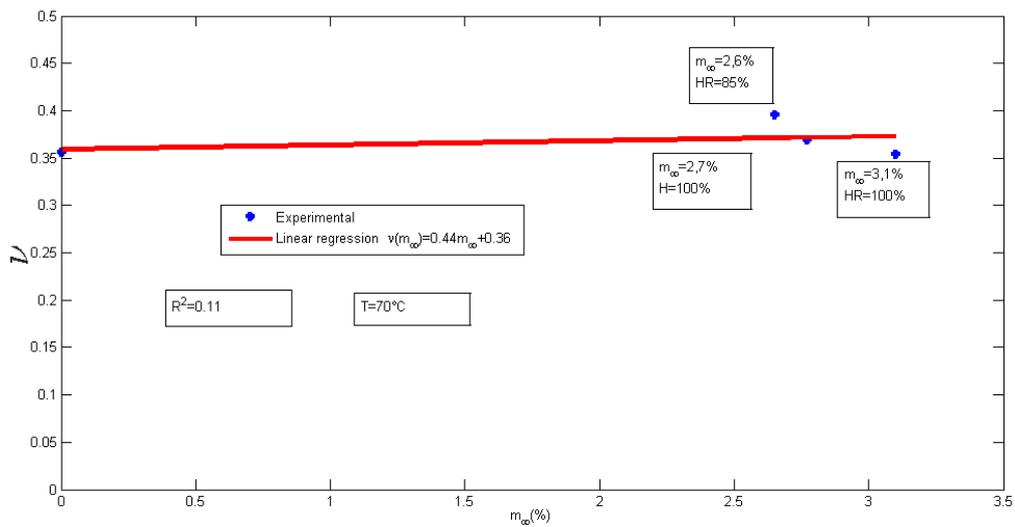


FIGURE 1.5 – Evolution de  $\nu$  en fonction de  $m_{\infty}$  (essais réalisés sur des échantillons de résine RTM6 de 4mm d'épaisseur, issus de [4])

matériau telles que le module d'Young  $E$  et le coefficient de Poisson  $\nu$  comme  $E$  fonction de la teneur en eau à saturation  $m_{\infty}$  (Fig. 1.4 et Fig. 1.5).

Le module d'Young a une dépendance linéaire décroissante tandis que le coefficient de Poisson montre une évolution presque constante par rapport à la teneur en eau à saturation. Par ailleurs, un essai (un point expérimental) nécessite un temps de conditionnement d'environ 1500h et pour détecter une dépendance linéaire du module d'Young par exemple, on a besoin de trois points, donc un temps de conditionnement de  $3 \times 1500h = 4500h$  environ. Bien que cette méthode ait permis d'effectuer l'identification des couplages diffusio-mécaniques dans les travaux de Simar ([3]) et Simar et al. ([4]), elle présente des limites en terme de temps et de coûts d'identification. Dans le chapitre 4, une méthode d'identification rapide des propriétés mécaniques affectées par l'humidité sera présentée.

## 1.5 Conclusion

L'ensemble des outils présentés dans ce chapitre permet de modéliser et caractériser les phénomènes diffusifs et mécaniques avec les différents couplages possibles. La Thermodynamique des Processus Irréversibles à Variables Internes (TPI / TVI) est basée sur la définition du potentiel de dissipation et le potentiel thermodynamique sous forme d'énergie libre, sur lesquels reposent la détermination des lois de comportement et d'évolution. L'approche TPI / TVI permet d'introduire quelques coefficients phénoménologiques de type Onsager (Eq.(1.42)) caractérisant les couplages entre différentes variables du système. L'approche TPI / TVI présentée ici ne traite que des potentiels de dissipation quadratiques, pourtant elle peut aussi être basée sur des formes de potentiels de dissipation autre que quadratiques qui ne seront pas utilisés dans cette thèse. Le phénomène de diffusion suivant la loi de Fick est largement utilisé notamment lorsqu'il y a absence de réactions entre les espèces. Dans ce cas, il est nécessaire de pouvoir identifier les coefficients de diffusivité, particulièrement dans le cas anisotrope.

D'autre part, l'effet de la concentration d'espèces diffusantes sur le comportement du matériau, même dans un cadre élastique, doit être caractérisé.

Le chapitre 2 est consacré à l'étude de l'anisotropie de diffusion d'espèces dans les matériaux composites et la mise en place d'une méthode d'identification rapide des propriétés diffusives, des coefficients de diffusion. Dans le chapitre 3, l'identification des couplages diffuso-mécaniques à l'aide d'essais mécaniques sur des pièces à gradient d'humidité est abordée. Le chapitre 4 poursuit les mêmes études mais dans le cas de distribution asymétrique de concentration en eau et sans chargement mécanique.



# Protocole pour l'identification de l'anisotropie de diffusion d'espèces dans un matériau composite architecturé

---

Ce chapitre est consacré à l'étude de l'anisotropie de diffusion et la mise en place d'un protocole d'identification rapide des propriétés de diffusion anisotrope pour les matériaux polymères et composites. La méthode consiste à effectuer des tests gravimétriques pour des temps courts pour des échantillons et à mesurer les pentes initiales de leurs courbes de prise de masse en fonction de  $\sqrt{t}$ . L'identification est effectuée en utilisant l'expression analytique de la pente de la courbe de prise de masse dans le cas anisotrope qui est la généralisation de la méthode de la pente de Shen et Springer pour la diffusion isotrope et orthotrope. La validité d'une configuration  $1D$  au lieu d'une configuration  $3D$  est aussi étudiée en fonction des rapports d'aspect de l'échantillon.



# Table des matières

—

2.1	Introduction . . . . .	26
2.2	Diffusion d'humidité $3D$ isotrope et orthotrope . . . . .	26
2.2.1	Les solutions analytiques $3D$ de la loi de Fick . . . . .	26
2.2.2	Solution pour des temps courts . . . . .	29
2.2.3	Identification rapide du comportement diffusif isotrope et orthotrope en utilisant la solution pour des temps courts de Shen et Springer . . . . .	29
2.3	Diffusion d'humidité $3D$ dans le cas anisotrope . . . . .	31
2.3.1	Effet de l'anisotropie pour différentes géométries . . . . .	34
2.3.1.1	Cas particulier de la diffusion anisotrope plane . . . . .	34
2.3.1.2	Influence des invariants polaires et de l'angle d'orientation des fibres $\psi$ sur la diffusion . . . . .	34
2.3.2	Solution pour des temps courts pour le cas anisotrope . . . . .	37
2.4	Validation de la solution pour les temps courts dans le cas de l'anisotropie plane . . . . .	38
2.5	Proposition d'un protocole d'identification rapide basé sur la méthode de la pente dans le cas de diffusion anisotrope . . . . .	40
2.5.1	Cas de diffusion $3D$ anisotrope . . . . .	40
2.5.2	Cas de diffusion anisotrope plane . . . . .	42
2.5.3	Discussion sur un cas de diffusion anisotrope plane . . . . .	42
2.5.4	Proposition d'un protocole d'identification . . . . .	44
2.6	Conditions d'équivalence $3D - 1D$ . . . . .	45
2.7	Conclusion . . . . .	49

## 2.1 Introduction

L'étude bibliographique a permis de constater que de nombreuses études sur la diffusion d'eau dans les polymères ou dans les composites à matrice polymères postulent un comportement isotrope et orthotrope. Les prises de masse simulées peuvent dans ce cas être obtenues à l'aide de méthodes analytiques ([35]) mais aussi, de la méthode des éléments finis (MEF) ([68], [18], [58]) ou plus récemment par des méthodes basées sur la Décomposition Propre Généralisée (PGD : Proper Generalized Decomposition) ([39], [38]). Les paramètres d'une loi de diffusion peuvent aussi être identifiés par un recalage avec la méthode des éléments finis (MEF). Les paramètres solution sont ceux qui minimisent l'écart quadratique entre le relevé expérimental, où une ou plusieurs courbes de prise de masse sont obtenues, et la solution numérique ([28]). Shen et Springer ([9]) ont proposé une méthode pour l'identification rapide des coefficients de diffusion valables dans les cas isotropes et orthotropes. Cette méthode aussi appelée "méthode de la pente" consiste à mesurer la pente initiale de la courbe gravimétrique et à utiliser une expression analytique de la pente, qui correspond à une solution approchée pour des temps courts de l'équation de Fick. Dans la littérature, très peu d'articles traitent du comportement diffusif anisotrope. On peut citer les travaux de Arhonge et al. ([59]) qui présentent les courbes gravimétriques pour des échantillons de composite de kelvar-époxy stratifié unidirectionnel pour différentes orientations des fibres. Dans ce cas, les directions des fibres représentent un référentiel d'orthotropie (axes principaux), le comportement anisotrope est obtenu par rotation des axes de l'échantillon par rapport à l'orientation des fibres. Le cas orthotrope est un cas particulier de l'anisotrope pour lequel les axes principaux de l'orthotropie sont connus. Pour les matériaux composites à texture complexe, les axes principaux ne peuvent pas être connus a priori (en fonction de son orientation par rapport à l'orthotropie), le comportement de l'échantillon est généralement anisotrope et la recherche des directions d'orthotropie fait partie de la question de l'identification.

L'objectif de ce chapitre (voir aussi [37]) est de développer un protocole rapide pour l'identification du comportement diffusif anisotrope des composites à matrice polymère à texture complexe, avec à la fois l'identification des coefficients principaux de diffusion et des axes principaux d'orthotropie. Le protocole d'identification est développé en adaptant la méthode de la pente de Shen et Springer au cas anisotrope.

La section 2.2 de ce chapitre est consacré non seulement à la présentation des caractéristiques du comportement diffusif  $3D$  isotrope et orthotrope pour lesquels les solutions analytiques de la loi de Fick peuvent être déterminées mais aussi à la détermination des solutions pour des temps courts par la méthode de la pente de Shen et Springer. Dans la section 2.3, le cas  $3D$  anisotrope est présenté. Pour un cas d'anisotropie plane, une extension à la solution pour des temps courts est ensuite écrite avec la méthode polaire ([54], [53], [52]) et validée pour un cas d'anisotropie plane. Une validation de la solution aux temps courts pour le cas de l'anisotropie plane est présentée dans la section 2.4. Un protocole d'identification rapide dans le cas  $3D$  anisotrope est proposée dans la section 2.5 et illustré dans un cas d'anisotropie plane. Les conditions à satisfaire pour qu'un phénomène de diffusion  $3D$  soit équivalent à un phénomène de diffusion  $1D$  sont étudiées dans la section 2.6 en fonction notamment des rapports d'aspect et de l'épaisseur de la plaque. Enfin, dans la section 2.7, les conclusions de ces différentes études sont présentées.

## 2.2 Diffusion d'humidité $3D$ isotrope et orthotrope

### 2.2.1 Les solutions analytiques $3D$ de la loi de Fick

L'étude de la diffusion dans les matériaux composites dépend de la nature de ces derniers. En effet, de façon générale, un matériau composite peut présenter trois types de comportement : isotrope, orthotrope, anisotrope en fonction des caractéristiques morphologiques de sa microstructure. L'étude et l'identification des propriétés de diffusion des matériaux composites dépend donc du type de matériau composite étudié. Les matériaux composites architecturés tissés, sur lesquels se concentre actuellement l'intérêt de l'industrie du transport aéronautique, peuvent montrer un comportement diffusif complexe, de par la complexité intrinsèque de leur microstructure.

Le modèle de diffusion de Fick caractérisé par la loi de conduction de la chaleur de Fourier et qui stipule que le flux de matière est proportionnel au gradient de concentration s'écrit sous la forme suivante

$$\mathbf{j} = -\mathbf{D}\nabla C \quad (2.1)$$

où  $C$  est la concentration volumique,  $\mathbf{D}$  est la matrice des coefficients de diffusion représentant une mesure de la mobilité de l'espèce diffusante.  $\mathbf{D}$  est un tenseur d'ordre 2 :

$$\mathbf{D} = \begin{bmatrix} D_{xx} & D_{xy} & D_{xz} \\ D_{yx} & D_{yy} & D_{yz} \\ D_{zx} & D_{zy} & D_{zz} \end{bmatrix} \quad (2.2)$$

et  $\mathbf{j}$  un vecteur à 3 composantes

$$\mathbf{j} = \begin{pmatrix} j_x \\ j_y \\ j_z \end{pmatrix} \quad (2.3)$$

L'équation (2.1) s'écrit sous la forme

$$\begin{cases} -j_x = D_{xx} \frac{\partial C}{\partial x} + D_{xy} \frac{\partial C}{\partial y} + D_{xz} \frac{\partial C}{\partial z} \\ -j_y = D_{yx} \frac{\partial C}{\partial x} + D_{yy} \frac{\partial C}{\partial y} + D_{yz} \frac{\partial C}{\partial z} \\ -j_z = D_{zx} \frac{\partial C}{\partial x} + D_{zy} \frac{\partial C}{\partial y} + D_{zz} \frac{\partial C}{\partial z} \end{cases} \quad (2.4)$$

La deuxième loi de Fick dérive du principe de conservation des espèces diffusantes [27] et s'écrit

$$\begin{cases} \frac{\partial C}{\partial t} = -\nabla \cdot \mathbf{j} = \nabla \cdot (\mathbf{D}\nabla C) \\ C(0, x, y, z) = 0 \\ C(t, \frac{L_x}{2}, \frac{L_y}{2}, \frac{L_z}{2}) = C_\infty; \forall t > 0 \end{cases} \quad (2.5)$$

Sous forme développée, Eq.2.5 devient

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D_{xx} \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} + (D_{xy} + D_{yx}) \frac{\partial^2 C}{\partial x \partial y} + D_{yy} \frac{\partial^2 C}{\partial y^2} + (D_{yz} + D_{zy}) \frac{\partial^2 C}{\partial y \partial z} + D_{zz} \frac{\partial^2 C}{\partial z^2} + (D_{xz} + D_{zx}) \frac{\partial^2 C}{\partial x \partial z} \quad (2.6)$$

Dans le cas orthotrope,  $\mathbf{D}$  est une matrice diagonale avec des éléments diagonaux distincts deux à deux

$$\mathbf{D} = \begin{bmatrix} D_1 & 0 & 0 \\ 0 & D_2 & 0 \\ 0 & 0 & D_3 \end{bmatrix} \quad (2.7)$$

Pour le cas isotrope,  $\mathbf{D}$  est tel que  $D_1 = D_2 = D_3 = D$ .

Pour le cas orthotrope, l'Eq.(2.6) se réduit à Eq.(2.8)

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D_1 \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} + D_2 \frac{\partial^2 C}{\partial y^2} + D_3 \frac{\partial^2 C}{\partial z^2} \quad (2.8)$$

à laquelle des solutions analytiques peuvent être obtenues dans le cas isotrope et orthotrope pour des géométries et des conditions aux limites particulières ([35], [18]).

Par exemple, dans le cas d'un solide parallélépipédique de longueur  $L_x$ , largeur  $L_y$  et épaisseur  $L_z$  soumis à une concentration constante  $C_\infty$  sur les surfaces extérieures exposées à l'environnement, la solution analytique de l'Eq.(2.8) est donnée par

$$\frac{C(x, y, z, t)}{C_\infty} = 1 - \left(\frac{64}{\pi^3}\right) \sum_{p=0}^{\infty} \sum_{q=0}^{\infty} \sum_{r=0}^{\infty} \frac{(-1)^{p+q+r}}{(2p+1)(2q+1)(2r+1)} \exp(-Q_{p,q,r}t) \cos\left(\frac{(2p+1)\pi x}{L_x}\right) \cos\left(\frac{(2q+1)\pi y}{L_y}\right) \cos\left(\frac{(2r+1)\pi z}{L_z}\right) \quad (2.9)$$

avec  $x \in X = \left[-\frac{L_x}{2}, \frac{L_x}{2}\right]$ ,  $y \in Y = \left[-\frac{L_y}{2}, \frac{L_y}{2}\right]$ ,  $z \in Z = \left[-\frac{L_z}{2}, \frac{L_z}{2}\right]$  et  $Q_{p,q,r}$  est définie par :

$$Q_{p,q,r} = \pi^2 \left[ D_1 \left( \frac{2p+1}{L_x} \right)^2 + D_2 \left( \frac{2q+1}{L_y} \right)^2 + D_3 \left( \frac{2r+1}{L_z} \right)^2 \right]$$

Les conditions initiales et les conditions aux bords sont données par :

- $C(x, y, z, 0) = 0$  et
- $C\left(\left|\frac{L_x}{2}\right|, \left|\frac{L_y}{2}\right|, \left|\frac{L_z}{2}\right|, t\right) = C_\infty, t > 0$ .

Le problème analogue de conduction thermique est traité dans [27] et [25].

La masse d'eau absorbée peut être obtenue par intégration de l'Eq.(2.9) selon le volume.

$$M(t) = \int_V C(x, y, z, t) dV \quad (2.10)$$

La fraction massique normalisée est donnée par

$$\frac{M(t)}{M_\infty} = 1 - \left(\frac{8}{\pi^2}\right)^3 \sum_{p=0}^{\infty} \sum_{q=0}^{\infty} \sum_{r=0}^{\infty} \frac{1}{(2p+1)^2(2q+1)^2(2r+1)^2} \exp(-Q_{p,q,r}t) \quad (2.11)$$

où  $M_\infty$  est la prise de masse maximale à saturation ( $M_\infty = C_\infty V$ ). L'évolution de la fraction massique  $\frac{M_t}{M_\infty}$  en fonction de  $\sqrt{t}$  illustrée sur la Fig.2.1 (la courbe noire) pour un cas isotrope croit jusqu'à la saturation où  $\frac{M_t}{M_\infty} = 1$  : dans un premier temps la courbe de la prise de masse est linéaire jusqu'à  $\frac{M_t}{M_\infty} \in [0, 2, 0, 4]$ .

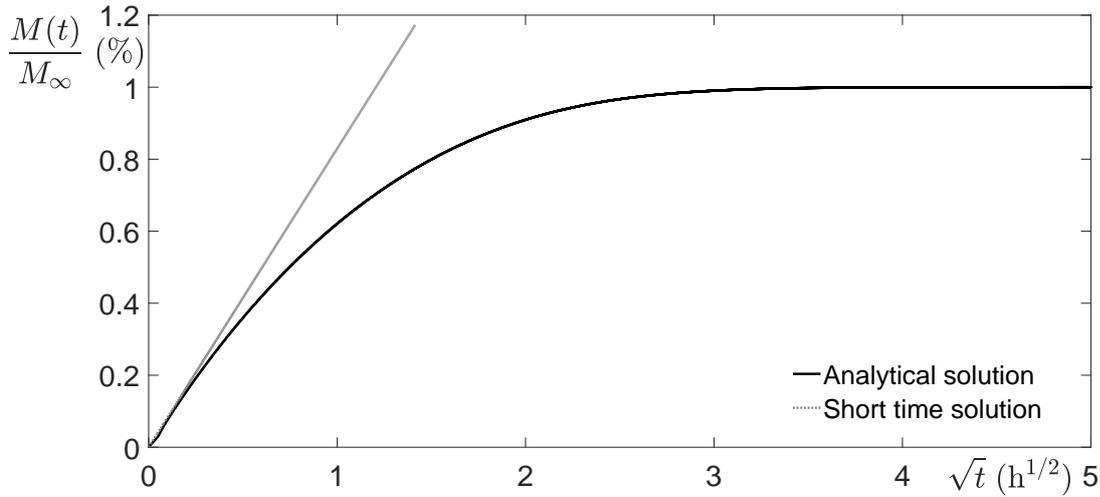


FIGURE 2.1 – Prise de masse en fonction de  $\sqrt{t}$  pour une solution pour des temps courts et une solution analytique : cas isotrope

Du point de vue expérimental, pour la caractérisation des phénomènes de diffusion d'eau dans les matériaux polymères, les champs de concentration ne peuvent pas être mesurés directement. Cela est dû au fait que les molécules d'eau qui diffusent au sein de la matière ne sont pas libres mais liées au réseau macromoléculaire. Des méthodes spectroscopiques ou nucléaires (FTIR, Raman) ou RMN (Résonance Magnétique Nucléaire) aptes à détecter le type et l'intensité de ces liaisons sont disponibles, mais restent de nos jours assez qualitatives et difficilement exploitables ([60]). Les mesures gravimétriques représentent aujourd'hui le seul moyen pour accéder à des informations quantitatives quant aux phénomènes d'absorption d'eau dans les polymères : dans ce cas, un échantillon est plongé dans un liquide ou une vapeur et est régulièrement pesé, afin d'obtenir sa masse au cours du temps. Si le comportement est Fickien, l'allure de cette courbe est comparable ou proche de la courbe théorique, Fig.2.1 (courbe noire). En comparant les courbes expérimentale et théorique, par

minimisation de l'écart entre ces deux courbes, les paramètres de la loi de diffusion (coefficients de diffusion, concentration à saturation) peuvent être identifiés. Le nombre de courbes gravimétriques à utiliser pour l'identification dépend du nombre de paramètres à identifier : en pratique, le nombre de courbes gravimétriques est généralement égal au nombre de paramètres.

Pour le cas isotrope et orthotrope, cette identification a été effectuée dans ([18], [28]), à l'aide de méthodes d'optimisation classiques (recalage par éléments finis), et dans ([39], [38]), à l'aide de la méthode PGD. Dans cette dernière méthode, une solution numérique paramétrique est calculée une fois pour toute sur une plage relativement importante de valeurs des paramètres à identifier : l'identification est alors effectuée en rapprochant la courbe paramétrique calculée (une surface à  $n$  dimensions où  $n$  est le nombre de paramètres considérés) à la courbe expérimentale. Par rapport aux méthodes classiques un gain de temps considérable peut être alors obtenu ([39], [38]).

## 2.2.2 Solution pour des temps courts

Dans [9], Shen et Springer ont proposé une solution analytique approchée pour des temps courts de la prise de masse  $M(t)$  en fonction du temps pour les cas isotrope et orthotrope. La solution est basée sur la solution analytique de l'équation de diffusion de Fick dans un domaine semi-infini avec un champ de concentration constant et homogène aux bords. Dans le cas  $3D$ , Shen et Springer supposent que chacune des six faces du domaine parallélépipédique se comporte comme un domaine semi-infini et la prise de masse est donnée par

$$\frac{M(t)}{M_\infty} = \frac{4}{\sqrt{\pi}} \left[ \frac{\sqrt{D_1}}{L_x} + \frac{\sqrt{D_2}}{L_y} + \frac{\sqrt{D_3}}{L_z} \right] \sqrt{t} \quad (2.12)$$

Cette solution proposée par Shen et Springer pour des temps courts est illustrée sur la Fig.2.1 pour un cas isotrope (courbe grise). Elle représente donc la pente initiale de la courbe analytique de prise de masse et décrit parfaitement le comportement linéaire en fonction de  $\sqrt{t}$  (Eq.(2.11)) jusqu'à  $\frac{M(t)}{M_\infty} \in [0, 2, 0, 4]$ .

L'intérêt de cette approche est qu'elle permet d'établir une relation directe entre les coefficients de diffusion et la mesure de la pente notée  $S$ , de la courbe de prise de masse  $\frac{M(t)}{M_\infty}$  en fonction de  $\sqrt{t}$

$$S = \frac{M(t)}{M_\infty \sqrt{t}} = \frac{4}{\sqrt{\pi}} \left[ \frac{\sqrt{D_1}}{L_x} + \frac{\sqrt{D_2}}{L_y} + \frac{\sqrt{D_3}}{L_z} \right] \quad (2.13)$$

Cette approche, appelée méthode de la pente, est adaptée à la détermination des propriétés de diffusion car elle permet de réduire considérablement le temps de conditionnement. Notons que même avec la méthode de la pente, la valeur de la masse à saturation,  $M_\infty$ , doit être connue, puisqu'elle intervient dans l'équation de la pente, Eq.(2.13) : au moins un test gravimétrique doit être effectué jusqu'à saturation.

## 2.2.3 Identification rapide du comportement diffusif isotrope et orthotrope en utilisant la solution pour des temps courts de Shen et Springer

Le protocole d'identification rapide pour un comportement diffusif orthotrope (isotrope) basé sur la méthode de la pente est résumé ici [9] :

1. Identification de  $M_\infty$  par 1 test gravimétrique jusqu'à la saturation
2. Réalisation de 3 (1) tests gravimétriques en temps court ( $\frac{M(t)}{M_\infty} < 0.4$ ) pour obtenir 3 (1) pentes différentes
3. Mesure des 3 (1) pentes
4. Utilisation des équations de la pente (Eq.(2.13)) pour résoudre un système linéaire algébrique de 3 (1) équations à 3 (1) inconnues ( $D_1, D_2, D_3$ ) ( $D$ )

La première étape peut être réalisée aux temps courts en utilisant un petit échantillon (pour limiter le temps pour atteindre la saturation) : cette étape est utile pour effectuer une première évaluation

des cinétiques de diffusion, en indiquant l'ordre de grandeur du temps pour les tests gravimétriques courts et l'ordre de grandeur des coefficients de diffusion. Cela permet ensuite de maximiser le nombre de points expérimentaux à utiliser dans les tests gravimétriques aux temps courts, afin d'obtenir de bonnes interpolations linéaires et une mesure précise des pentes. Les pentes doivent alors être séparées d'au moins 5% pour prendre en compte la dispersion des essais gravimétriques. On peut voir dans l'Eq.(2.13) que l'expression de la pente dans le cas orthotrope (isotrope) dépend de 3(1) paramètres  $\frac{D_1}{L_x^2}, \frac{D_2}{L_y^2}, \frac{D_3}{L_z^2}$  ( $\frac{D}{L^2}$ ). Pour différencier les pentes, on peut soit changer l'orientation de l'échantillon afin d'accentuer l'effet d'un coefficient particulier  $D_i$  par rapport à un autre, soit choisir des dimensions de l'échantillon appropriées pour favoriser la diffusion dans une direction particulière. L'optimisation des 3 paramètres  $\frac{D_i}{L_i^2}$  n'est en général pas simple : la connaissance des ordres de grandeur pour les coefficients de diffusion de l'étape 1 peut aider à déterminer les dimensions appropriées de l'échantillon (rotations d'échantillons) pour l'étape 2.

Nous allons illustrer le protocole d'identification rapide à travers un exemple basé sur des expériences de Arhonge et al. ([59]). Ces auteurs ont étudié expérimentalement la diffusion de l'eau dans des composites de kevlar-époxy unidirectionnels avec une fraction volumique de fibres égale à 0,43 pour différentes angles d'orientation  $\psi$  (définis en Fig.2.2) comme illustré en Fig.2.3 ([59]). Dans cette étude, la valeur de  $M_\infty$  est égale à 3,54% (voir Fig.2.3, [59]) et la taille de l'échantillon est  $L_x = 110\text{mm}$ ,  $L_y = 10\text{mm}$  et  $L_z = 1,7\text{mm}$ .

On considère ici deux échantillons avec deux angles d'orientation différentes,  $\psi = 0^\circ$  (fibres dans le sens longitudinal) et  $\psi = 90^\circ$  (fibres dans le sens transversal). Pour ces échantillons, le comportement de diffusion est orthotrope, puisque les axes des échantillons coïncident avec les axes d'orthotropie. Les résultats expérimentaux de [59] obtenues pour ces valeurs d'angles particulières sont représentés Fig.2.4.

Pour la configuration  $\psi = 0^\circ$ , la matrice de diffusivité est donnée par

$$\mathbf{D}^{\psi=0^\circ} = \begin{bmatrix} D_1 & 0 & 0 \\ 0 & D_2 & 0 \\ 0 & 0 & D_3 \end{bmatrix}. \quad (2.14)$$

tandis que pour la configuration  $\psi = 90^\circ$ ,

$$\mathbf{D}^{\psi=90^\circ} = \begin{bmatrix} D_2 & 0 & 0 \\ 0 & D_1 & 0 \\ 0 & 0 & D_3 \end{bmatrix}. \quad (2.15)$$

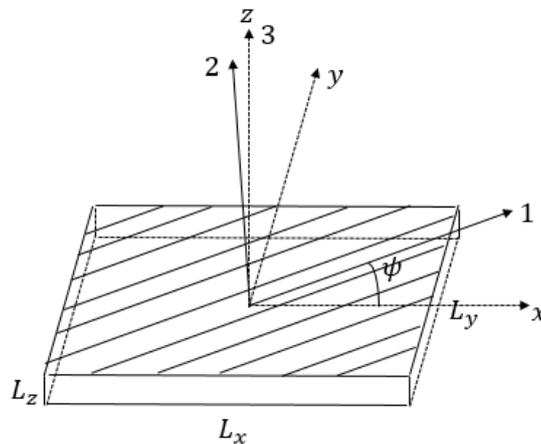


FIGURE 2.2 – Angle d'orientation des fibres  $\psi$  par rapport au repère de l'échantillon

Sous l'hypothèse  $D_3 = D_2$ , deux paramètres inconnus  $D_1$  et  $D_2$  peuvent être calculés en utilisant la solution pour des temps courts de Shen et Springer (Eq.(2.12)). Les deux pentes expérimentales notées  $S_0$  pour  $\psi = 0^\circ$  et  $S_{90}$  pour  $\psi = 90^\circ$  permettent de calculer  $D_1$  et  $D_2$  en résolvant le système

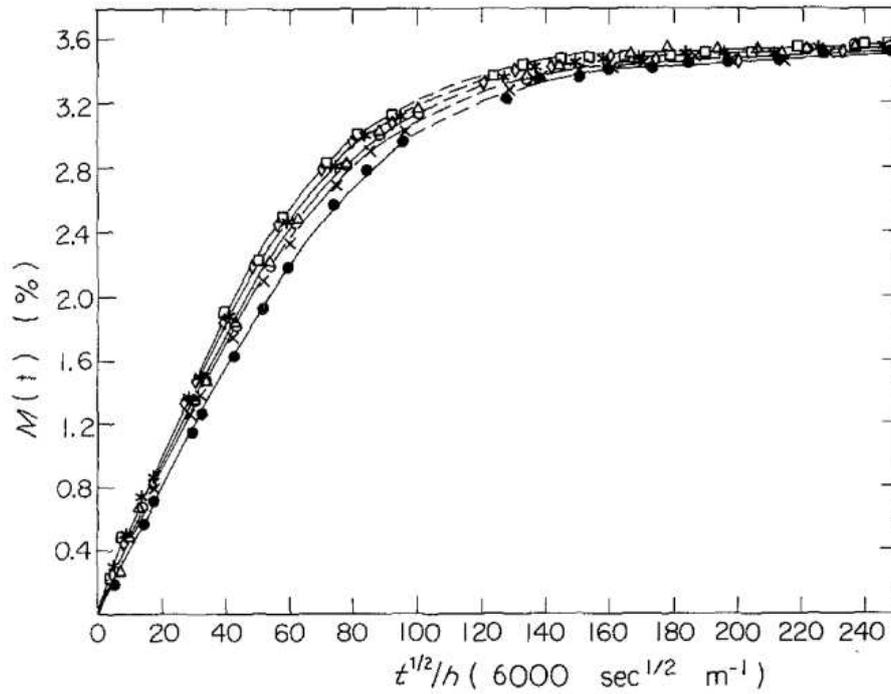


FIGURE 2.3 – Évolution de  $M(t)$  par rapport à  $\sqrt{t}.L_z^{-1}$  pour différents angles d'orientation des fibres  $\theta$  ( $V_f = 0,43$ ) : (●)  $0^\circ$ , (×)  $15^\circ$ , (○)  $30^\circ$ , (△)  $45^\circ$ , (\*)  $60^\circ$ , (□)  $75^\circ$ , (◇)  $90^\circ$ , issue de [59]

linéaire par rapport à  $\sqrt{D_1}$  et  $\sqrt{D_2}$

$$\frac{4}{\sqrt{\pi}} \begin{bmatrix} \frac{1}{L_x} & \frac{L_y+L_z}{L_y L_z} \\ \frac{1}{L_y} & \frac{L_x+L_z}{L_x L_z} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \sqrt{D_1} \\ \sqrt{D_2} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} S_0 \\ S_{90} \end{bmatrix} \quad (2.16)$$

Afin d'utiliser l'approximation aux temps courts, les courbes expérimentales représentées Fig.2.4 sont coupées à  $\frac{M(t)}{M_\infty} = 0,4$ . Les pentes sont ensuite déterminées via une régression linéaire de chaque courbe expérimentale. Les valeurs des pentes trouvées sont :  $S_0 = 0,0627 \text{ h}^{-1/2}$  et  $S_{90} = 0,00798 \text{ h}^{-1/2}$ . On déduit donc de Eq.(2.16) que  $D_1 = 0,01490976 \text{ mm}^2.\text{h}^{-1/2}$  et  $D_2 = 0,00150202 \text{ mm}^2.\text{h}^{-1/2}$ . Les coefficients identifiés par la méthode de la pente sont ensuite utilisés dans l'expression analytique de la masse pour simuler les prises de masse pour tous les temps (Fig.2.5). La coïncidence entre les courbes calculées et expérimentales pour  $\psi = 0^\circ$  et  $\psi = 90^\circ$  valide le protocole d'identification aux temps courts.

Il est essentiel de noter que puisque la courbe gravimétrique est stoppée à  $\frac{M(t)}{M_\infty} = 0,4$  avec la méthode de la pente, le gain en temps par rapport à un test gravimétrique jusqu'à saturation est approximativement entre 3 et 5, selon le temps nécessaire pour atteindre la saturation.

## 2.3 Diffusion d'humidité 3D dans le cas anisotrope

Comme établi au Chapitre 1, dans le cadre de la TPI, pour le cas de la diffusion anisotrope, le tenseur de diffusivité  $\mathbf{D}$  défini par Eq.(2.2) est symétrique d'après le principe de symétrie d'Onsager. De plus, ce tenseur est défini positif afin que la dissipation soit positive au cours de l'absorption de l'humidité ([29]). Dans ces conditions, les valeurs et les vecteurs propres de  $\mathbf{D}$  (Eq.2.2) peuvent être calculés et permettent de déterminer les axes principaux suivant lesquels la matrice de diffusivité est diagonale. Le comportement diffusif est alors caractérisé par 3 coefficients principaux de diffusion,  $D_1$ ,  $D_2$  et  $D_3$  (les valeurs propres de  $\mathbf{D}$ ) et 3 rotations d'angles  $\theta$ ,  $\phi$  et  $\psi$  (les angles d'Euler) autour des axes principaux (les vecteurs propres de  $\mathbf{D}$ ) comme on peut voir sur Fig.2.6.

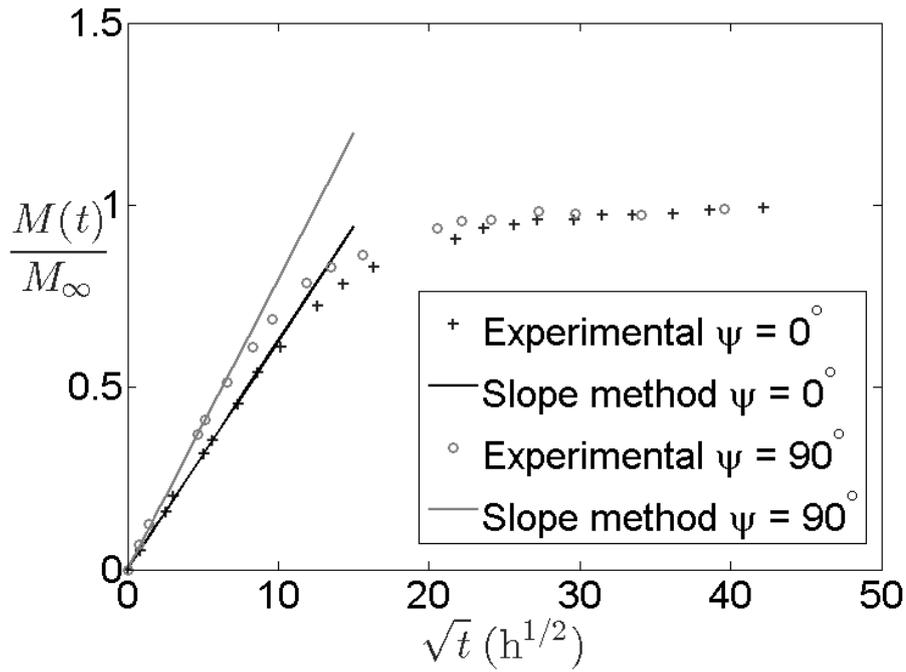


FIGURE 2.4 – Courbes expérimentales de prise de masse en fonction de  $\sqrt{t}$  et mesure de pentes pour  $\psi = 0^\circ$  et  $\psi = 90^\circ$

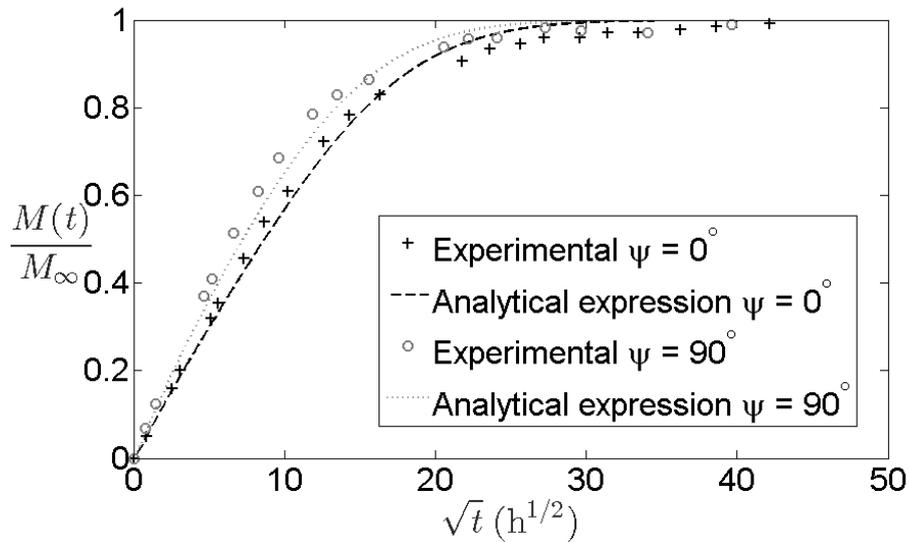


FIGURE 2.5 – Courbes gravimétriques expérimentales et les courbes issues des coefficients identifiés

Notons que le comportement diffusif est orthotrope suivant les axes principaux.

Le problème d'identification de la diffusion anisotrope implique 6 paramètres : 3 coefficients principaux de diffusion et 3 angles de rotation au lieu de 3 paramètres à identifier dans le cas orthotrope.

La relation entre la matrice de diffusion anisotrope (Eq.(2.2)) et la matrice de diffusion orthotrope (Eq.(2.7)) est donnée par les relations algébriques entre les 2 systèmes de coordonnées (orthotrope et anisotrope) à travers les angles d'Euler ( $\theta$ ,  $\phi$ ,  $\psi$ )

$$\begin{bmatrix} D_1 & 0 & 0 \\ 0 & D_2 & 0 \\ 0 & 0 & D_3 \end{bmatrix} = \mathbf{G}^T \begin{bmatrix} D_{xx} & D_{xy} & D_{xz} \\ D_{xy} & D_{yy} & D_{yz} \\ D_{xz} & D_{yz} & D_{zz} \end{bmatrix} \mathbf{G} \quad (2.17)$$

où  $\mathbf{G}$  est l'opérateur représentant le changement de base des axes d'anisotropie aux axes principaux.

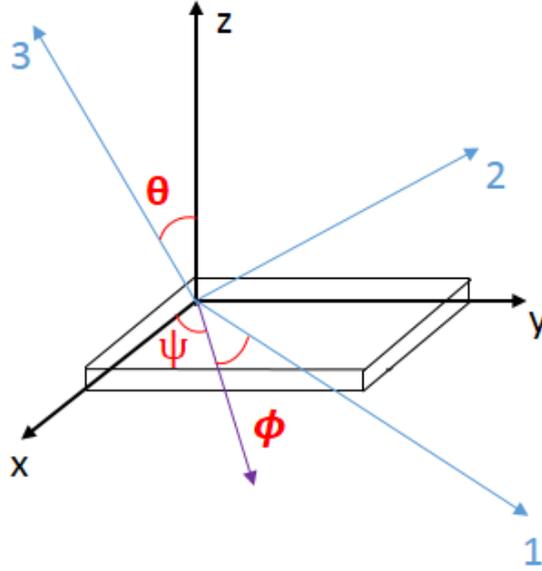


FIGURE 2.6 – Représentation des angles de rotation autour des axes d'orthotropie (angles d'Euler)

La matrice  $\mathbf{G}$  peut s'exprimer sous la forme suivante

$$\mathbf{G} = \mathbf{R}_1 \mathbf{R}_2 \mathbf{R}_3 \quad (2.18)$$

où

–  $\mathbf{R}_1$  est la matrice de rotation d'angle  $\theta$  autour de l'axe  $x$

$$\mathbf{R}_1 = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos(\theta) & -\sin(\theta) \\ 0 & \sin(\theta) & \cos(\theta) \end{bmatrix} \quad (2.19)$$

–  $\mathbf{R}_2$  est la matrice de rotation d'angle  $\phi$  autour de l'axe  $y$

$$\mathbf{R}_2 = \begin{bmatrix} \cos(\phi) & 0 & \sin(\phi) \\ 0 & 1 & 0 \\ -\sin(\phi) & 0 & \cos(\phi) \end{bmatrix} \quad (2.20)$$

–  $\mathbf{R}_3$  est la matrice de rotation d'angle  $\psi$  autour de l'axe  $z$

$$\mathbf{R}_3 = \begin{bmatrix} \cos(\psi) & -\sin(\psi) & 0 \\ \sin(\psi) & \cos(\psi) & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \quad (2.21)$$

On en déduit ainsi les relations entre les coefficients de diffusion anisotropes,  $D_{xx}$ ,  $D_{yy}$ ,  $D_{zz}$  et les coefficients principaux d'identification  $D_1$ ,  $D_2$ ,  $D_3$ , à travers les angles d'Euler  $\theta$ ,  $\phi$  et  $\psi$  :

$$\begin{aligned} D_{xx} &= D_1 \cos^2(\phi) \cos^2(\psi) + D_2 \cos^2(\phi) \sin^2(\psi) + D_3 \sin^2(\phi) \\ D_{yy} &= D_1 \sin(\theta) \sin(\phi) \cos(\psi) + \cos(\theta) \sin(\psi)^2 + D_2 [\cos(\theta) \cos(\psi) - \sin(\theta) \sin(\phi) \sin(\psi)]^2 \\ &\quad + D_3 \sin^2(\theta) \cos^2(\phi) \\ D_{zz} &= D_1 [\sin(\theta) \sin(\phi) \cos(\psi) - \cos(\theta) \sin(\psi)]^2 + D_2 [\sin(\theta) \cos(\psi) + \cos(\theta) \sin(\phi) \sin(\psi)]^2 \\ &\quad + D_3 \cos^2(\theta) \cos^2(\phi) \\ D_{xy} &= D_1 \cos(\phi) \cos(\psi) [\cos(\theta) \sin(\psi) + \cos(\psi) \sin(\phi) \sin(\theta)] \\ &\quad - D_2 \cos(\phi) \sin(\psi) [\cos(\psi) \cos(\theta) - \sin(\phi) \sin(\psi) \sin(\theta)] - D_3 \cos(\phi) \sin(\phi) \sin(\theta) \\ D_{xz} &= D_1 \cos(\phi) \cos(\psi) [\sin(\psi) \sin(\theta) - \cos(\psi) \cos(\theta) \sin(\phi)] \\ &\quad - D_2 \cos(\phi) \sin(\psi) [\cos(\psi) \sin(\theta) + \cos(\theta) \sin(\phi) \sin(\psi)] + D_3 \cos(\phi) \cos(\theta) \sin(\phi) \\ D_{yz} &= D_1 [\cos(\theta) \sin(\psi) + \cos(\psi) \sin(\phi) \sin(\theta)] [\sin(\psi) \sin(\theta) - \cos(\psi) \cos(\theta) \sin(\phi)] \\ &\quad + D_2 [\cos(\psi) \sin(\theta) + \cos(\theta) \sin(\phi) \sin(\psi)] [\cos(\psi) \cos(\theta) - \sin(\phi) \sin(\psi) \sin(\theta)] \\ &\quad - D_3 \cos(\theta) \sin(\theta) \cos^2(\phi) \end{aligned} \quad (2.22)$$

Rappelons qu'aucune solution analytique n'est disponible dans le cas anisotrope.

## 2.3.1 Effet de l'anisotropie pour différentes géométries

L'effet de l'anisotropie est maintenant étudié afin d'isoler les paramètres clés influençant le comportement diffusif des matériaux composites. Dans cette partie, nous nous limitons à l'anisotropie plane qui peut être décrite à l'aide des invariants polaires du tenseur  $\mathbf{D}$ . Dans cette étude, les simulations sont effectuées à l'aide de la méthode PGD (qui est décrite en annexe A) implémentée sur le logiciel de calcul numérique Matlab.

### 2.3.1.1 Cas particulier de la diffusion anisotrope plane

Dans le cas anisotrope, la matrice des coefficients de diffusion définie dans l'Eq.(2.2) prend une forme symétrique et l'Eq.(2.6) se met sous la forme

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D_{xx} \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} + 2D_{xy} \frac{\partial^2 C}{\partial x \partial y} + D_{yy} \frac{\partial^2 C}{\partial y^2} + 2D_{yz} \frac{\partial^2 C}{\partial y \partial z} + D_{zz} \frac{\partial^2 C}{\partial z^2} + 2D_{xz} \frac{\partial^2 C}{\partial x \partial z} \quad (2.23)$$

Dans le cas de l'anisotropie plane dans le plan  $(x, y)$ , il y a une seule rotation (au lieu de 3), celle autour de  $z$  noté  $\psi$ . La matrice de diffusion,  $\mathbf{D}$  se réduit donc à

$$\mathbf{D} = \begin{bmatrix} D_{xx} & D_{xy} & 0 \\ D_{xy} & D_{yy} & 0 \\ 0 & 0 & D_{zz} \end{bmatrix}$$

avec

$$\begin{aligned} D_{xx} &= D_1 \cos^2(\psi) + D_2 \sin^2(\psi) \\ D_{yy} &= D_1 \sin^2(\psi) + D_2 \cos^2(\psi) \\ D_{zz} &= D_3 \\ D_{xy} &= D_1 \cos(\psi) \sin(\psi) - D_2 \sin(\psi) \cos(\psi) \\ D_{xz} &= D_{yz} = 0 \end{aligned} \quad (2.24)$$

Le comportement diffusif dans le plan  $(x, y)$  est découplé de celui selon  $z$ . Dans le cas particulier où  $D_3 = D_2$ , en utilisant les invariants  $R$  et  $T$  définis par la méthode polaire ([54], [53], [51], [52]), les coefficients de diffusion prennent les formes suivantes

$$\begin{aligned} D_{xx} &= T + \text{sgn}(D_1 - D_2) R \cos(2\psi) \\ D_{yy} &= T - \text{sgn}(D_1 - D_2) R \cos(2\psi) \\ D_{zz} &= T - \text{sgn}(D_1 - D_2) R \\ D_{xy} &= \text{sgn}(D_1 - D_2) 2R \cos(\psi) \sin(\psi) \end{aligned} \quad (2.25)$$

où  $\text{sgn}$  est la fonction signe,  $T$  et  $R$  sont les invariants polaires définis par l'Eq.(2.26) et représentés en Fig.2.7

$$\begin{aligned} T &= \frac{D_1 + D_2}{2} \\ R &= \frac{|D_1 - D_2|}{2} \end{aligned} \quad (2.26)$$

### 2.3.1.2 Influence des invariants polaires et de l'angle d'orientation des fibres $\psi$ sur la diffusion

Dans cette partie nous allons étudier l'influence des invariants  $T$ ,  $R$  et de l'angle de rotation  $\psi$  sur les courbes de prise de masse en fonction de la géométrie du matériau. La courbe de sorption de référence est obtenue pour un angle de rotation nul ( $\psi = 0^\circ$ ) autour de  $z$  et pour une plaque carrée (rapport d'aspect :  $AR_{xy} = \frac{L_x}{L_y} = 1$ ). Puisqu'il faut un écart d'au moins 5% entre les courbes de prise de masse, la courbe de référence sera bruitée de 5% donnant une bande dans laquelle toutes

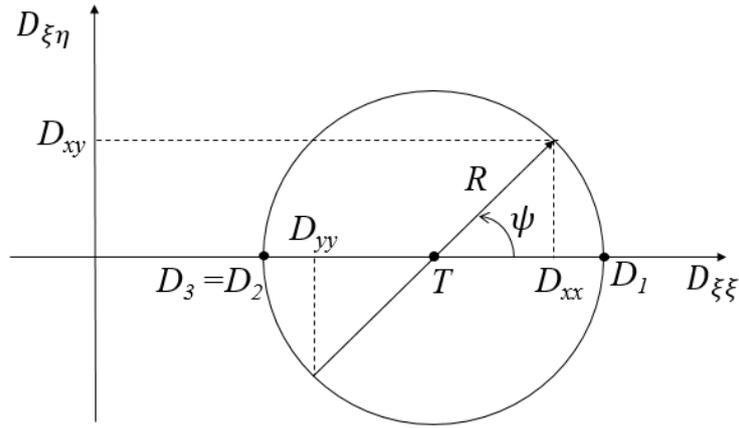


FIGURE 2.7 – Représentation polaire des coefficients de diffusion anisotrope dans le cas  $D_1 > D_2$

les courbes sont considérées comme égales (la bande sera représentée en rouge dans les figures suivantes). Afin de mieux quantifier les différences entre les courbes de prise de masse, elles seront intégrées par rapport au temps et représentées sous forme de diagrammes en bâtons

$$I = \int_0^{T_\infty} \frac{M(t)}{M_\infty} dt$$

avec  $T_\infty$  le temps de saturation. Les bâtons qui sont dans la bande d'incertitude seront donc considérés comme égaux. La figure de gauche de Fig.2.8, représente les courbes de prise de masse en fonction de  $\sqrt{t}$  pour différents rapports d'aspect  $AR_{xy}$ . On peut voir sur la figure de droite que la géométrie a une influence notable sur les courbes de prise de masse.

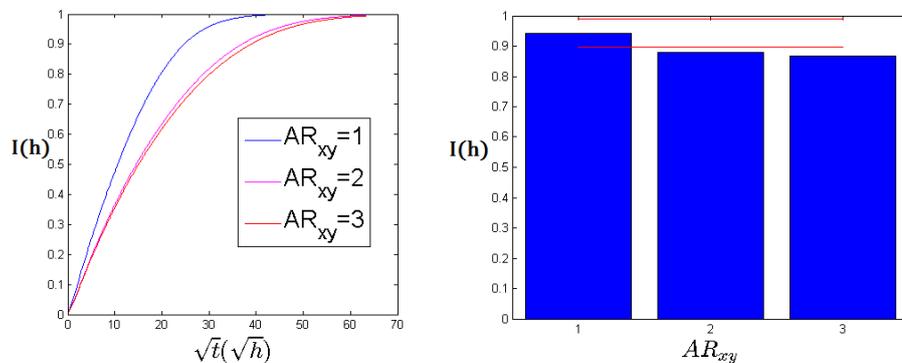


FIGURE 2.8 – Influence de la géométrie du matériau sur les courbes de prise de masse

Pour différentes valeurs des paramètres polaires  $T$  et  $R$  et de l'angle  $\psi$ , l'aire sous les courbes de prise de masse sont calculées.

· *Influence de l'angle de rotation  $\psi$*

L'histogramme des aires sous les courbes de prise de masse pour différentes valeurs de  $\psi$  ( $\psi = 0, 30, 45, 60, 90^\circ$ ), Fig.2.9, montre que pour une plaque carrée ( $AR_{xy} = 1$ ), l'angle de rotation n'a pas d'effet ou a un effet négligeable sur les courbes de prise de masse. La Fig.2.10 représente les champs de concentration dans le plan  $(x, y)$  moyen de l'échantillon ( $z = 0$ ) en un temps donné pour  $\psi = 0^\circ$ ,  $\psi = 30^\circ$  et  $\psi = 45^\circ$ . On observe des différences qui indiquent que l'angle de rotation  $\psi$  a un effet sur les champs de concentration. Rappelons que ces effets ne sont pas observables sur les courbes de prise de masse. Une mesure directe des champs de concentration pourrait donc permettre d'identifier l'anisotropie, tandis que des mesures de prise de masse ne permettent pas de discriminer entre les trois types de comportement.

Cependant, pour une plaque rectangulaire de même volume, les courbes montrent une sensibilité à la variation de  $\psi$ . On peut pour cette géométrie particulière noter que pour  $\psi = 60^\circ$  et  $\psi = 90^\circ$  les bâtons dépassent un peu la bande délimitée par les segments en rouge pour  $AR_{xy} = 2$  (Fig.2.9). Cette sensibilité est plus marquée lorsque le rapport d'aspect  $AR_{xy}$  croit (par exemple pour une plaque de  $AR_{xy} = 3$  (Fig.2.9)). Un domaine parallépipédique (plaque rectangulaire) dont  $AR_{xy} \geq 2$  est donc plus approprié pour l'identification du comportement anisotrope.

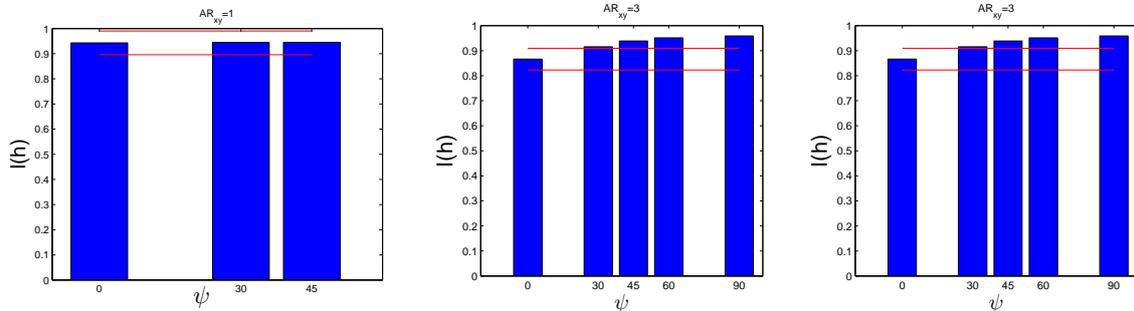


FIGURE 2.9 – Courbes de prise de masse intégrées pour différents  $\psi$  avec  $AR_{xy} = 1$  (gauche),  $AR_{xy} = 2$  (milieu) et  $AR_{xy} = 3$  (droite)

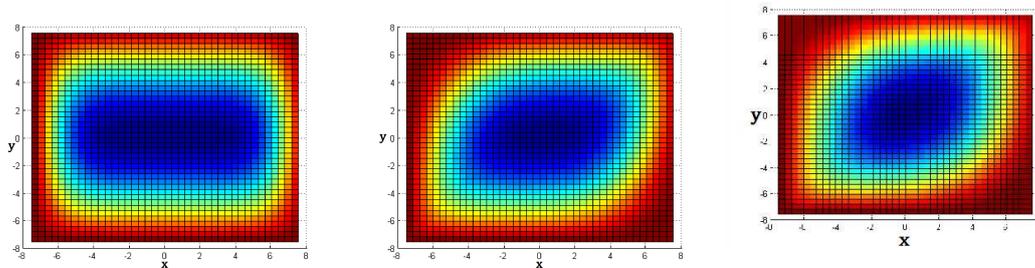


FIGURE 2.10 – Champs de concentration pour  $\psi = 0$  (gauche),  $\psi = 30$  (milieu) et  $\psi = 45$  (droite) avec  $AR_{xy} = 1$

#### · Influence du centre $T$

L'augmentation (la diminution) de  $T$  entraîne une augmentation (une diminution) des coefficients de diffusion. Les coefficients de  $\mathbf{D}$  étant des mesures de mobilité de l'espèce diffusante, lorsque la valeur d'un coefficient augmente, la vitesse de diffusion devient plus importante dans la direction concernée. Ainsi la variation de  $T$  devrait avoir une influence notable sur la vitesse de diffusion. Pour des variations du paramètre  $T$  de 5%, 10%, 15% et 20%, la Fig.2.11 montre une sensibilité relativement faible des courbes de prise de masse par rapport à cette variation de  $T$  quelque soit la géométrie (plaque carrée ou rectangulaire) du matériau.

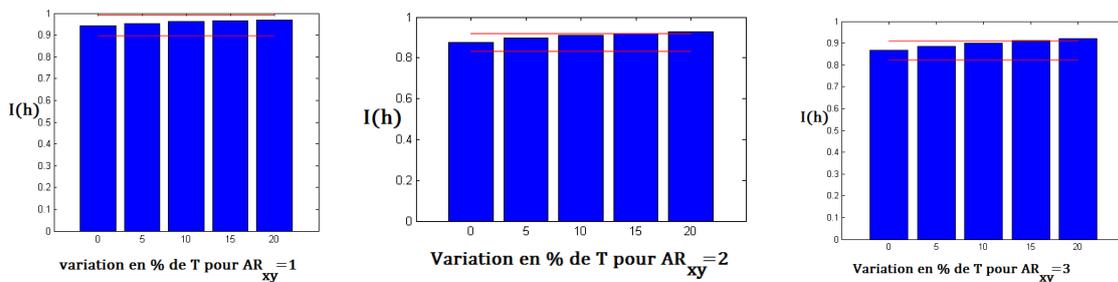


FIGURE 2.11 – Évolution des courbes de prise de masse en fonction de  $T$  pour  $AR_{xy} = 1$  (gauche),  $AR_{xy} = 2$  (milieu) et  $AR_{xy} = 3$  (droite)

#### · Influence du rayon $R$

Quelque soit la géométrie du matériau, la sensibilité de la courbe de sorption à la variation de  $R$  est relativement importante (Fig.2.12). Pour une augmentation de 15% et 20% de  $R$ , les courbes de sorption sortent de l'intervalle d'incertitude.

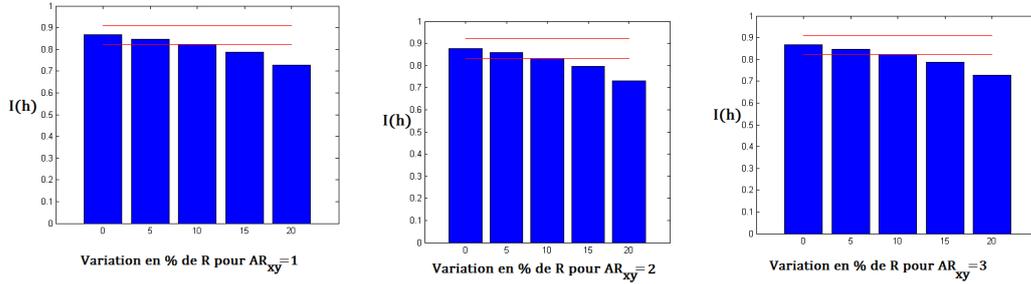


FIGURE 2.12 – Évolution des courbes de prise de masse en fonction de  $R$  pour  $AR_{xy} = 1$  (gauche),  $AR_{xy} = 2$  (milieu) et  $AR_{xy} = 3$  (droite)

En résumé, les effets de l'angle de rotation  $\psi$  et du paramètre  $T$  sont de plus en plus marqués lorsque le rapport d'aspect  $AR_{xy}$  augmente. Il a été constaté que l'influence du paramètre  $R$  sur les prises de masse ne dépend pas de la géométrie du matériau. Un domaine parallélépipédique (plaque rectangulaire) dont  $AR_{xy} \geq 2$  est donc plus approprié pour l'identification du comportement anisotrope.

### 2.3.2 Solution pour des temps courts pour le cas anisotrope

L'intérêt de l'identification pour des temps courts et l'absence de solution analytique pour la diffusion anisotrope nous conduit à proposer une généralisation de l'expression de la pente orthotrope (isotrope) de Shen et Springer (Eq.(2.12)) au cas anisotrope en remplaçant les coefficients  $D_1$ ,  $D_2$  et  $D_3$  par  $D_{xx}$ ,  $D_{yy}$  et  $D_{zz}$

$$\frac{M(t)}{M_\infty} = \frac{4}{\sqrt{\pi}} \left[ \frac{\sqrt{D_{xx}}}{L_x} + \frac{\sqrt{D_{yy}}}{L_y} + \frac{\sqrt{D_{zz}}}{L_z} \right] \sqrt{t} \quad (2.27)$$

Nous supposons ici que les coefficients extra-diagonaux du tenseur d'anisotropie n'ont pas d'influence sur le comportement diffusif aux temps courts. Nous discuterons plus tard de la pertinence d'une telle approximation.

En remplaçant  $D_{xx}$ ,  $D_{yy}$  et  $D_{zz}$  par leurs expressions données Eq.(2.22), la pente  $S$  de la courbe  $\frac{M(t)}{M_\infty}$  en fonction de  $\sqrt{t}$  s'écrit

$$S = \frac{4}{\sqrt{\pi}} \left[ \frac{\sqrt{D_{xx}}}{L_x} + \frac{\sqrt{D_{yy}}}{L_y} + \frac{\sqrt{D_{zz}}}{L_z} \right] \quad (2.28)$$

Pour la diffusion anisotrope plane avec  $D_3 = D_2$  (Eq.(2.24)) : la pente a pour expression

$$S = \frac{4}{\sqrt{\pi}} \left[ \frac{\sqrt{D_1 \cos^2(\psi) + D_2 \sin^2(\psi)}}{L_x} + \frac{\sqrt{D_1 \sin^2(\psi) + D_2 \cos^2(\psi)}}{L_y} + \frac{\sqrt{D_2}}{L_z} \right] \quad (2.29)$$

et avec la représentation polaire, Eq.(2.25), la pente est donnée par

$$S = \frac{4}{\sqrt{\pi}} \left[ \frac{\sqrt{T + \operatorname{sgn}(D_1 - D_2) R \cos(2\psi)}}{L_x} + \frac{\sqrt{T - \operatorname{sgn}(D_1 - D_2) R \cos(2\psi)}}{L_y} + \frac{\sqrt{T - \operatorname{sgn}(D_1 - D_2) R}}{L_z} \right] \quad (2.30)$$

## 2.4 Validation de la solution pour les temps courts dans le cas de l'anisotropie plane

Cette partie est consacrée à la validation de la solution pour des temps courts de la diffusion anisotrope donnée par l'Eq.(2.27) par comparaison aux données expérimentales de la littérature ([59]). Comme annoncé, Arhounime et al. ([59]) ont étudié la diffusion anisotrope de l'eau dans les composites Kelvar-époxy unidirectionnels en mesurant la prise de masse de l'échantillon en fonction du temps pour différents angles d'orientation des fibres et différentes fractions volumiques constantes de fibres. Ils ont considéré uniquement des rotations autour de l'axe  $z$ , ce qui signifie que  $\psi$  varie et  $\theta$  et  $\phi$  sont nuls comme illustré Fig.2.2.

Nous considérons ici uniquement les résultats obtenus par [59] pour une fraction volumique de fibre égale à 0,43, car pour cette valeur la masse à saturation n'est pas affectée par l'angle d'orientation des fibres. Les résultats expérimentaux de [59] donnent l'évolution de  $\frac{M(t)}{M_\infty}$  en fonction de  $\sqrt{t}$  pour 4 valeurs différentes de  $\psi$  (0, 45, 60 et 90°) avec  $M_\infty = 3,54\%$  (cf. Fig.2.3). Avec les valeurs de  $D_1$  et  $D_2$  identifiées dans la sous-section 2.2.3, on calcule à l'aide de l'Eq.2.24 les valeurs de  $D_{xx}$ ,  $D_{yy}$ ,  $D_{zz}$ ,  $D_{xy}$  associées aux deux valeurs différentes de  $\psi$ . On choisit  $\psi = 45^\circ$  et  $\psi = 60^\circ$  pour avoir des coefficients extra-diagonaux non nuls dans le tenseur de diffusivité ( $D_{xy} \neq 0$ ). Les résultats obtenus pour  $\psi = 45^\circ$  et  $\psi = 60^\circ$  sont comparés aux résultats expérimentaux, Fig.2.13 et Fig.2.14, respectivement.

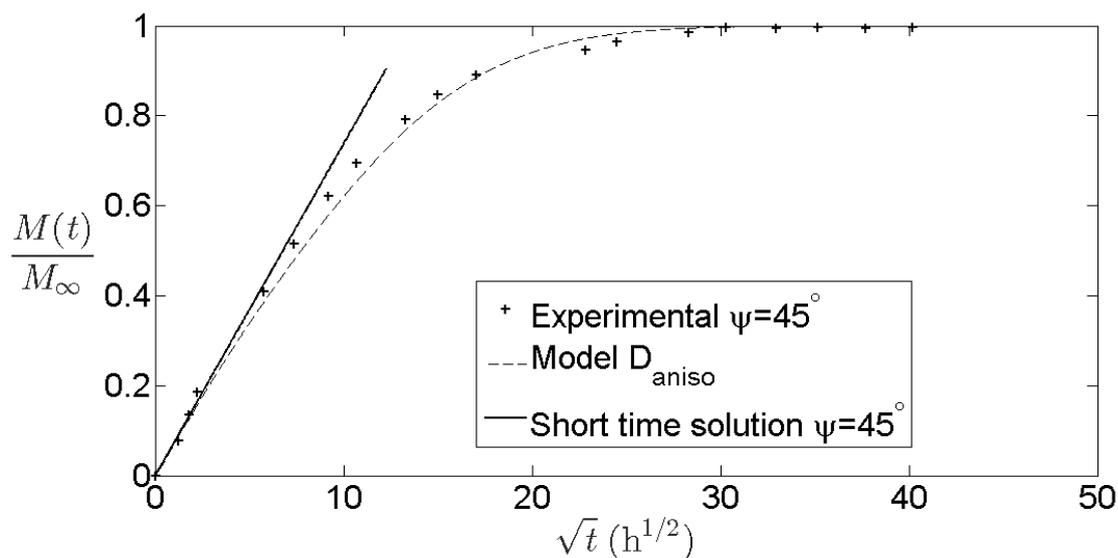


FIGURE 2.13 – Courbe gravimétrique expérimentale en fonction de  $\sqrt{t}$ , mesure de la pente et courbe issue de la simulation MEF du modèle anisotrope pour  $\psi = 45^\circ$

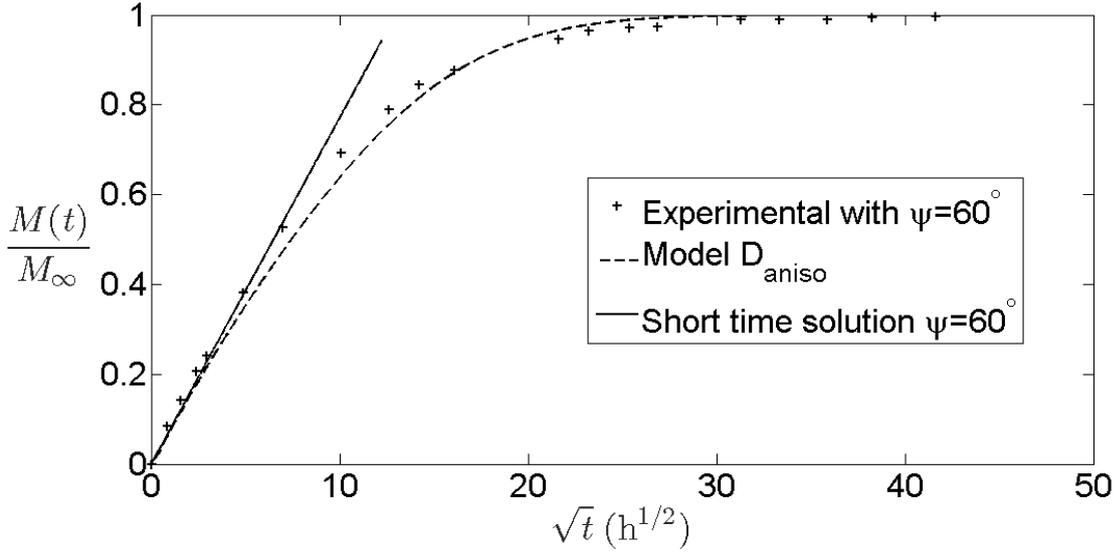


FIGURE 2.14 – Courbe gravimétrique expérimentale en fonction de  $\sqrt{t}$ , mesure de la pente et courbe issue de la simulation MEF du modèle anisotrope pour  $\psi = 60^\circ$

Les coefficients anisotropes sont aussi utilisés pour calculer la solution pour des temps longs en utilisant la méthode des éléments finis (MEF). Une prédiction correcte est obtenue. Ceci valide à travers un exemple l'utilisation de l'extension de l'expression de la pente pour calculer les coefficients de diffusion anisotrope.

Les pentes calculées par l'Eq.(2.27) sont comparées à celles mesurées. Les différentes valeurs des pentes sont résumées dans le tableau Tab.2.1.

TABLE 2.1 – Pentes mesurées et calculées pour  $\psi = 45^\circ$  et  $\psi = 60^\circ$

$\psi(^\circ)$	Pente calculée ( $h^{-1/2}$ )	Pente mesurée ( $h^{-1/2}$ )
45	0.0738	0.0721
60	0.0771	0.0807

La pente calculée surestime celle mesurée à partir de l'expérience avec une erreur relative de 2,3% pour  $\psi = 45^\circ$  et de 4,4% pour  $\psi = 60^\circ$ . Notons que cette différence peut être plus petite si l'on augmente le nombre de points mesurés dans l'intervalle de temps. De plus, la valeur de l'erreur relative se situe dans la plage de dispersion du test gravimétrique (généralement autour de 5%).

Discutons maintenant l'influence des termes extra-diagonaux des coefficients de diffusion sur le comportement diffusif. Nous considérons ici le cas particulier de l'anisotropie plane avec  $\psi = 45^\circ$ .

Nous comparons le comportement diffusif totalement anisotrope

$$\mathbf{D} = \mathbf{D}_{\text{aniso}} = \begin{bmatrix} D_{xx} & D_{xy} & 0 \\ D_{xy} & D_{yy} & 0 \\ 0 & 0 & D_{zz} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 0.0082 & 0.0067 & 0 \\ 0.0067 & 0.0082 & 0 \\ 0 & 0 & 0.0015 \end{bmatrix} (\text{mm}^2 \cdot \text{h}^{-1}) \quad (2.31)$$

avec celui où les coefficients extra-diagonaux sont considérés nuls

$$\mathbf{D} = \mathbf{D}_{\text{diago}} = \begin{bmatrix} D_{xx} & 0 & 0 \\ 0 & D_{yy} & 0 \\ 0 & 0 & D_{zz} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 0.0082 & 0 & 0 \\ 0 & 0.0082 & 0 \\ 0 & 0 & 0.0015 \end{bmatrix} (\text{mm}^2 \cdot \text{h}^{-1}) \quad (2.32)$$

Il convient de noter qu'à première vue, les deux comportements devraient être différents : les termes extra-diagonaux ne peuvent pas être négligés car ils ont le même ordre de grandeur que  $D_{xx}$ . Les

dimensions de l'échantillon dans le plan  $(x, y)$  sont :  $10 \times 10 \text{ mm}^2$ . Les prises de masse des échantillons de matériaux associés à  $\mathbf{D}_{\text{aniso}}$  et  $\mathbf{D}_{\text{diago}}$  sont représentées en Fig.2.15.

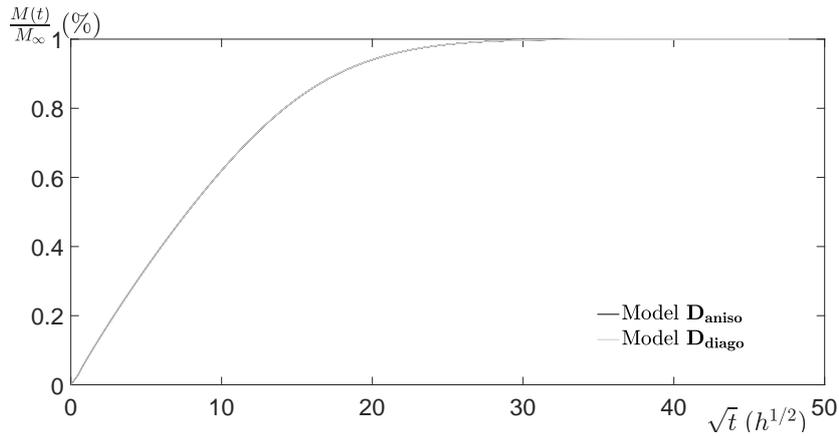


FIGURE 2.15 – Comparaison des prises de masse en fonction de  $\sqrt{t}$  relatives à  $\mathbf{D}_{\text{diago}}$  et  $\mathbf{D}_{\text{aniso}}$

Une erreur relative de 0,01% peut être mesurée entre les deux courbes. Cela signifie que les termes extradiagonaux n'ont aucun effet ou ont un effet négligeable sur la prise de masse. La Fig.2.16 illustre les champs de concentration dans le plan  $(x, y)$  des échantillons de comportements diffusifs  $\mathbf{D}_{\text{diago}}$  et  $\mathbf{D}_{\text{aniso}}$  pour différents temps de conditionnement.

Des différences sont observées : les termes extra-diagonaux ont un effet sur le champ de concentration. Ces effets n'apparaissent pas sur les courbes de prise de masse, où le champ de concentration est moyenné par intégration selon le volume. Notons que le cas testé est défavorable car le terme extra-diagonal a le même ordre de grandeur que les termes diagonaux du tenseur de diffusivité. D'autres cas défavorables ont été testés et aboutissent à la même conclusion : le terme extra-diagonal n'a pas d'impact sur la prise de masse, en particulier pour les temps courts.

## 2.5 Proposition d'un protocole d'identification rapide basé sur la méthode de la pente dans le cas de diffusion anisotrope

### 2.5.1 Cas de diffusion 3D anisotrope

Cette partie est consacrée à l'étude du problème d'identification dans le cas anisotrope 3D. La diffusion anisotrope est due aux rotations d'angles  $\theta$ ,  $\phi$  et  $\psi$  autour des axes  $x$ ,  $y$  et  $z$  respectivement. Le changement de bases du domaine actuel (domaine lié à la configuration initiale) au domaine principal d'orthotropie peut être représenté par l'opérateur  $\mathbf{G} = \mathbf{R}_\theta \mathbf{R}_\phi \mathbf{R}_\psi$ . Afin d'identifier ces trois angles, l'échantillon est tourné à partir de sa configuration courante selon trois angles autour des axes  $x$ ,  $y$  et  $z$  notés respectivement  $\theta_t$ ,  $\phi_t$  et  $\psi_t$ . Ces rotations peuvent être représentées par l'opérateur  $\mathbf{G}_t = \mathbf{R}_{\theta_t} \mathbf{R}_{\phi_t} \mathbf{R}_{\psi_t}$ . Le changement de base du domaine tourné au domaine principal peut être représenté par l'opérateur  $\mathbf{G}_{tm} = \mathbf{G}_t \mathbf{G}$  qui décrit la composition des rotations 3D et est schématiquement illustré en Fig.2.17. Notons que les axes de rotation représentent les axes généralisés ou les axes de l'échantillon pour lequel les tests gravimétriques sont effectués.

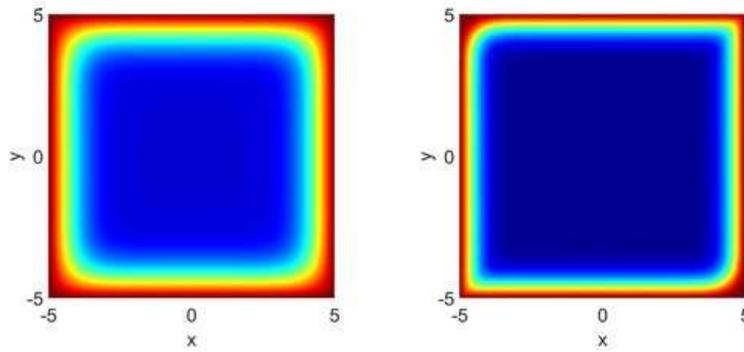
Les expressions des coefficients de diffusion anisotrope dépendent des :

- 3 coefficients principaux de diffusion,  $D_1$ ,  $D_2$  et  $D_3$ , des angles  $\theta$ ,  $\phi$  et  $\psi$  qui expriment la rotation du domaine initial aux axes principaux. Ces 6 paramètres sont inconnus.
- 3 angles  $\theta_t$ ,  $\phi_t$  et  $\psi_t$  qui expriment la rotation du repère tourné par rapport à la configuration initiale (actuelle). Ces 3 paramètres sont inconnus.

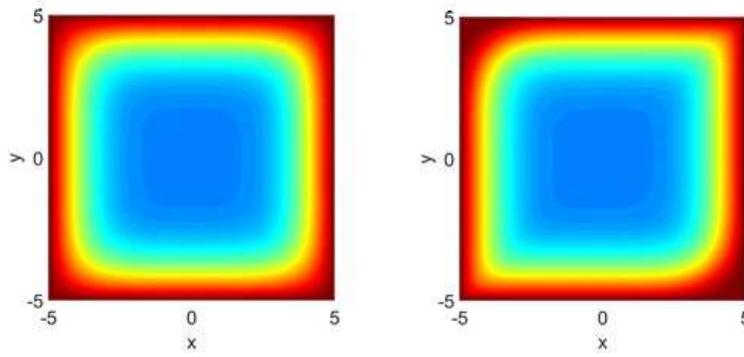
et sont données par la relation suivante

$$\begin{bmatrix} D_{xx} & D_{xy} & D_{xz} \\ D_{yx} & D_{yy} & D_{yz} \\ D_{zx} & D_{zy} & D_{zz} \end{bmatrix} = Q_{tm}(\theta, \phi, \psi, \theta_t, \phi_t, \psi_t) \begin{bmatrix} D_1 & 0 & 0 \\ 0 & D_2 & 0 \\ 0 & 0 & D_3 \end{bmatrix} Q_{tm}(\theta, \phi, \psi, \theta_t, \phi_t, \psi_t)^T \quad (2.33)$$

$$t = \sqrt{7.5} \text{ h}$$



$$t = \sqrt{10} \text{ h}$$



$$t = \sqrt{15} \text{ h}$$

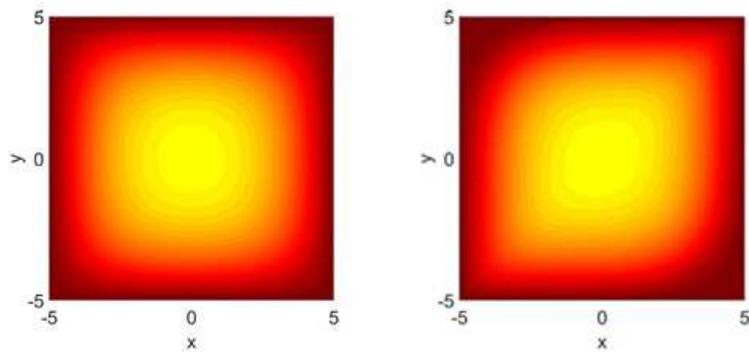


FIGURE 2.16 – Comparaison des champs de concentration pour différents temps pour  $\mathbf{D}_{\text{diago}}$  (gauche) et  $\mathbf{D}_{\text{aniso}}$  (droite)

$D_{xx}$ ,  $D_{yy}$  et  $D_{zz}$  sont alors utilisés dans l'expression de la pente analytique.

En considérant 6 différents 3-uplet  $(\theta_t, \phi_t, \psi_t)$ , 6 pentes peuvent être calculées. Le système qui détermine les 6 inconnues  $D_1$ ,  $D_2$ ,  $D_3$ ,  $\theta$ ,  $\phi$  et  $\psi$  est un système algébrique de 6 équations à 6 inconnues. Ce système se simplifie dans le cas de la diffusion anisotrope plane. En effet, dans ce cas, on considère la combinaison de deux rotations de même axe et cela conduit à simplifier les relations comme nous allons le voir dans la sous-section suivante.

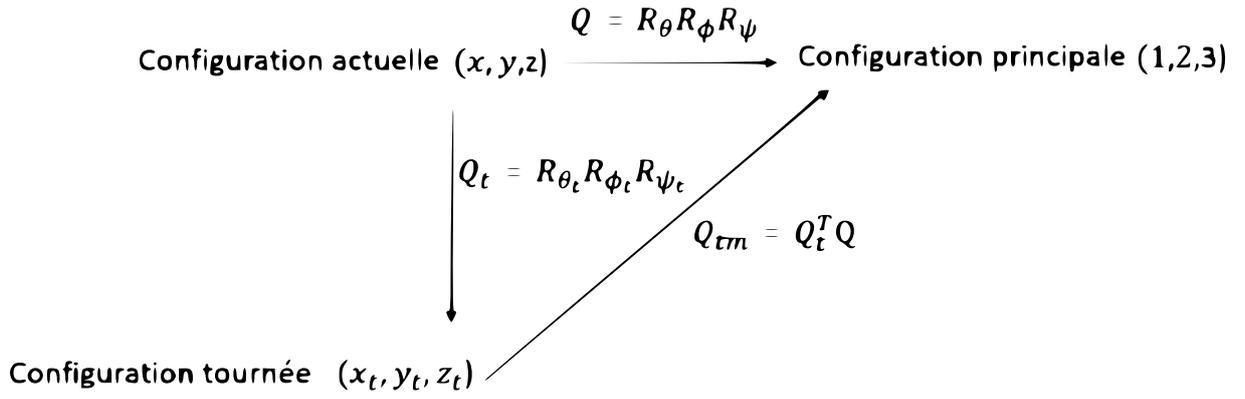


FIGURE 2.17 – Les changements de bases : domaine actuel, domaine principal et domaine tourné

## 2.5.2 Cas de diffusion anisotrope plane

Nous allons étudier la diffusion anisotrope plane dans le plan  $(x, y)$ . Dans ce cas, seule la rotation autour de l'axe  $z$  est considérée :  $\psi$  la rotation de l'axe initial (configuration actuelle) par rapport à l'axe d'orthotropie (configuration principale),  $\psi_t$  la rotation de l'axe initial par rapport à l'axe tourné (configuration tournée). L'opérateur  $Q_{tm}$  est ici la rotation d'angle  $\psi - \psi_t$  autour de l'axe  $z$  conduisant à exprimer les coefficients de diffusion anisotrope comme fonction de  $D_1$ ,  $D_2$ ,  $D_3$ ,  $\psi$  et  $\psi_t$

$$\begin{aligned}
 D_{xx} &= D_1 \cos^2(\psi - \psi_t) + D_2 \sin^2(\psi - \psi_t) \\
 D_{yy} &= D_1 \sin^2(\psi - \psi_t) + D_2 \cos^2(\psi - \psi_t) \\
 D_{zz} &= D_3 \\
 D_{xy} &= D_1 \cos(\psi - \psi_t) \sin(\psi - \psi_t) - D_2 \sin(\psi - \psi_t) \cos(\psi - \psi_t) \\
 D_{xz} &= D_{yz} = 0
 \end{aligned} \tag{2.34}$$

En considérant le cas particulier où  $D_3 = D_2$ , la pente dépend de  $D_1$ ,  $D_2$ ,  $\psi$  et  $\psi_t$  et est donnée par

$$S = \frac{4}{\sqrt{\pi}} \left[ \frac{\sqrt{D_1 \cos^2(\psi - \psi_t) + D_2 \sin^2(\psi - \psi_t)}}{L_x} + \frac{\sqrt{D_1 \sin^2(\psi + \psi_t) + D_2 \cos^2(\psi - \psi_t)}}{L_y} + \frac{\sqrt{D_2}}{L_z} \right] \tag{2.35}$$

Les trois inconnues  $D_1$ ,  $D_2$  et  $\psi$  peuvent être déterminées en considérant trois valeurs différentes pour  $\psi_t$  conduisant à trois expressions différentes de la pente. Finalement, un système algébrique non-linéaire de 3 équations à 3 inconnues est résolu.

Réécrivons le problème en utilisant la représentation polaire, la pente dépend maintenant de  $T$ ,  $R$ ,  $\psi$  et  $\psi_t$  et est donnée par

$$S = \frac{4}{\sqrt{\pi}} \left[ \frac{\sqrt{T + \operatorname{sgn}(D_1 - D_2) R \cos(2(\psi - \psi_t))}}{L_x} + \frac{\sqrt{T - \operatorname{sgn}(D_1 - D_2) R \cos(2(\psi - \psi_t))}}{L_y} + \frac{\sqrt{T - \operatorname{sgn}(D_1 - D_2) R}}{L_z} \right] \tag{2.36}$$

Un système non-linéaire de 3 équations à 3 inconnues doit être résolu afin de déterminer les trois inconnues  $T$ ,  $R$  et  $\psi_t$ .  $D_1$  et  $D_2$  sont ensuite calculés à l'aide des valeurs identifiées  $T$  et  $R$ .

## 2.5.3 Discussion sur un cas de diffusion anisotrope plane

Considérons les valeurs expérimentales de Arhonge et al. [59] pour un matériau avec une diffusion anisotrope plane. Les dimensions de l'échantillon sont fixées et seul les angles de rotation varient. Trois configurations différentes sont étudiées :  $\psi_t = 0^\circ$  (configuration 1),  $\psi_t = 45^\circ$ , (configuration

2),  $\psi_t = 90^\circ$  (configuration 3) car les données expérimentales sont obtenues pour ces 3 angles et nous donnent trois pentes différentes mesurées. Ces pentes sont répertoriées dans le tableau Tab.2.2. L'expression de la pente, Eq.(2.35), peut être écrite sous la forme

TABLE 2.2 – Pentes mesurées pour  $\psi = 0^\circ$ ,  $\psi = 45^\circ$  et  $\psi = 90^\circ$

$\psi(^\circ)$	0	45	90
Pente mesurée ( $h^{-1/2}$ )	0.0627	0.0721	0.0798

$$f_{\psi_t^i}(D_1, D_2, \psi) = 0 \quad (2.37)$$

pour une valeur fixée de  $\psi_t^i$  où l'exposant  $i$  désigne la configuration.  $f_{\psi_t^i}$  est une fonction non-linéaire des 3 variables. Trois inconnues sont à déterminer. Nous considérons 3 valeurs de  $\psi_t^i$  notées  $\psi_t^1$ ,  $\psi_t^2$  et  $\psi_t^3$  et qui correspondent à  $\psi_t = 0$ ,  $\psi_t = 45^\circ$  et  $\psi_t = 90^\circ$  respectivement. On obtient alors un système de trois équations à trois inconnues

$$\begin{aligned} f_{\psi_t^1}(D_1, D_2, \psi) &= 0 \\ f_{\psi_t^2}(D_1, D_2, \psi) &= 0 \\ f_{\psi_t^3}(D_1, D_2, \psi) &= 0 \end{aligned} \quad (2.38)$$

Ce système peut être résolu numériquement, une fois celui-ci transformé en un problème de minimisation sous contraintes

$$\min_{D_1, D_2, \psi} \left( f_{\psi_t^1}^2(D_1, D_2, \psi) + f_{\psi_t^2}^2(D_1, D_2, \psi) + f_{\psi_t^3}^2(D_1, D_2, \psi) \right) \quad (2.39)$$

sous les contraintes

$$\begin{aligned} D_1 &\geq 0 \\ D_2 &\geq 0 \\ \psi &\in \left[ -\frac{\pi}{2}, \frac{\pi}{2} \right] \end{aligned} \quad (2.40)$$

Ce problème a été résolu en utilisant le solveur non-linéaire de la boîte à outils d'optimisation Matlab, lsqnonlin (minimisation au sens des moindres carrés). La solution dépend du point de départ pour des intervalles particuliers de  $D_1$  et  $D_2$ . Cela signifie qu'il existe des minima locaux. Si nous choisissons des plages plus petites pour  $D_1$  et  $D_2$ , par exemple  $D_1 \in [0,005, 0,05]$  et  $D_2 \in [0,0005, 0,005]$ , la solution ne dépend pas du point de départ et vaut  $D_1 = 0,01490976 \text{ mm}^2 \cdot \text{h}^{-1}$ ,  $D_2 = 0,00150202 \text{ mm}^2 \cdot \text{h}^{-1}$ ,  $\psi = 0,17^\circ$ . On obtient un résultat très proche de celui de la section 2.2. Ce résultat valide la procédure d'identification pour un matériau à diffusion anisotrope plane. Afin de mieux comprendre la procédure d'identification, la Fig.2.18 illustre la pente en fonction de  $\psi$  et  $\psi_t$  pour une valeur donnée de  $(D_1, D_2)$  égale à  $(0,0149, 0,0015) \text{ mm}^2 \cdot \text{h}^{-1}$ . Nous pouvons observer que pour une valeur donnée de  $\psi_t$  on peut trouver plusieurs valeurs différentes de  $\psi$  avec une même pente. Ceci illustre la nécessité de considérer différentes valeurs de  $\psi_t$  pour avoir l'unicité du couple  $(\psi, \psi_t)$  pour un couple donné  $(D_1, D_2)$ . Pour les 3 valeurs considérées dans cet exemple, l'évolution de la pente par rapport à  $\psi$  est illustré en Fig.2.19.

Le même résultat pour la procédure d'identification est obtenu avec la représentation polaire de la pente (Eq.(2.36)) :

- pour de petites plages de  $R$  et  $T$  comme par exemple  $R \in [0, 0, 1]\text{mm}^2.\text{h}^{-1}$  et  $T \in [0, 0, 01]$  on obtient pour tous les points de départ :  $R = 0,0085\text{mm}^2.\text{h}^{-1}$ ,  $T = 0,0007\text{mm}^2.\text{h}^{-1}$  et  $\psi = 0,01^\circ$ . Ce qui conduit à  $D_1 = 0,0156\text{mm}^2.\text{h}^{-1}$  et  $D_2 = 0,00147\text{mm}^2.\text{h}^{-1}$ .
- de grandes plages pour  $R$  et  $T$  comme par exemple  $R \in [0, 0, 1]\text{mm}^2.\text{h}^{-1}$  et  $T \in [0, 0, 1]$  donnent différentes valeurs pour différents points de départ.

Un algorithme plus robuste doit être évalué pour ce système particulier comme par exemple un algorithme génétique .

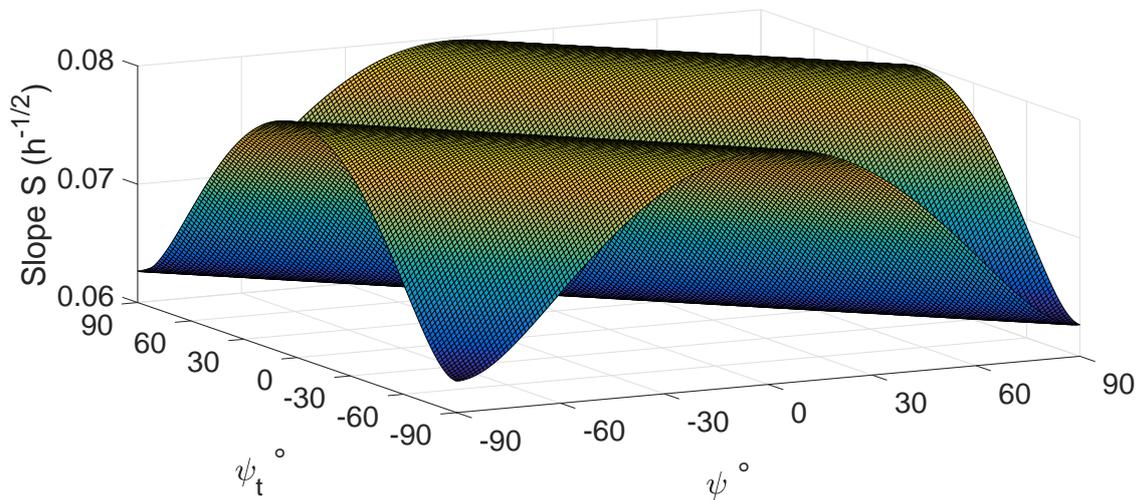


FIGURE 2.18 – La pente en fonction de  $\psi$  et  $\psi_t$  pour une valeur donnée de  $(D_1, D_2) = (0.0149, 0.0015)\text{mm}^2.\text{h}^{-1}$

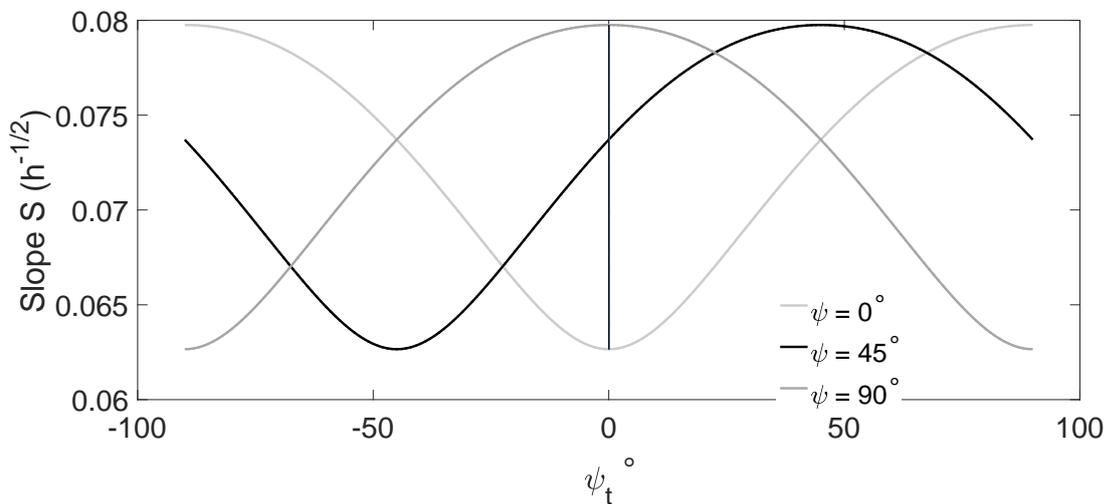


FIGURE 2.19 – La pente en fonction de  $\psi_t$  pour différentes valeurs de  $\psi$  et pour une valeur donnée de  $(D_1, D_2) = (0.0149, 0.0015)\text{mm}^2.\text{h}^{-1}$

## 2.5.4 Proposition d'un protocole d'identification

Un protocole d'identification rapide basé sur la méthode de la pente dans le cas anisotrope est proposé ici et consiste à :

1. Identification de la masse à saturation par un test gravimétrique effectué jusqu'à la saturation

2. Réalisation d'au moins 6 tests gravimétriques pour des temps courts ( $\frac{M(t)}{M_\infty} < 0.4$ ) pour obtenir 6 pentes différentes. Les échantillons doivent être réalisés en effectuant 6 rotations différentes convenablement choisies autour d'un référentiel donné (par exemple celui du matériau tel que reçu)
3. Mesure des pentes
4. Exploitation des équations des pentes pour résoudre un système non-linéaire de 6 équations à 6 inconnues ( $D_1, D_2, D_3, \theta, \phi, \psi$ )

Pour la diffusion anisotrope plane, le nombre d'inconnues est réduit à 3 avec la nécessité de mesurer 3 pentes distinctes sur des échantillons réalisés en effectuant 3 rotations différentes par rapport à un référentiel donné (par exemple celui du matériau).

Rappelons que comme la courbe gravimétrique est coupée à  $\frac{M(t)}{M_\infty} = 0,4$  pour utiliser la méthode de la pente, le gain en temps par rapport au test gravimétrique jusqu'à saturation peut approximativement s'étendre entre 3 et 5, dépendant du temps de saturation.

Remarque : Pour séparer les pentes d'au moins 5% afin de prendre en compte la dispersion expérimentale, on peut soit changer l'orientation de l'échantillon afin de renforcer l'effet d'un coefficient  $D_i$  par rapport à un autre, soit choisir des dimensions d'échantillon appropriées pour améliorer la diffusion dans une direction particulière. L'optimisation des paramètres généralisés  $\frac{D_i}{L_i^2}$  ne peut généralement pas être simple : la connaissance des valeurs indicatives (ordre de grandeur) pour les coefficients de diffusion de l'étape 1 peut aider à déterminer les dimensions appropriées de l'échantillon (rotations d'échantillons) pour l'étape 2.

Selon l'ordre de grandeur d'un coefficient diffusif  $D_i$  par rapport au carré de la longueur de la direction correspondante,  $L_i^2$ , la diffusion suivant la direction concernée peut être négligée comme nous le verrons dans la section suivante.

## 2.6 Conditions d'équivalence 3D – 1D

Cette partie concerne l'étude des conditions pour lesquelles une diffusion 3D peut être modélisée par une diffusion 1D. Nous avons vu dans la section 2.2 qu'une solution analytique de l'équation de diffusion existe uniquement pour les cas orthotrope et isotrope. La solution analytique en concentration pour le cas de diffusion orthotrope, Eq.(2.9), peut aussi se mettre sous la forme de

$$C_{3D} = \frac{C(t, x, y, z, L_x, L_y, L_z, D_1, D_2, D_3)}{C_\infty} = 1 - g_x(x, t, L_x, D_1)g_y(y, t, L_y, D_2)g_z(z, t, L_z, D_3) \quad (2.41)$$

avec  $g_i$  une série de fonction telle que

$$g_j(j, t, L_j, D) = \frac{4}{\pi} \sum_{i=0}^{\infty} \frac{(-1)^i}{2i+1} \exp[-\pi^2 D (\frac{2i+1}{L_j})^2 t] \cos[\frac{(2i+1)\pi j}{L_j}]; \quad j = x, y, z$$

Remarque : le deuxième terme de  $C_{3D}$ , solution 3D en concentration, a une forme séparée (dont chaque facteur dépend d'une direction, de la longueur associée à cette direction et du coefficient de diffusion correspondante).

La solution analytique de l'équation de diffusion de Fick 1D,  $C_{1D}$ , suivant l'épaisseur  $z$  s'écrit de manière semblable

$$C_{1D} = \frac{C(t, z, L_z, D_3)}{C_\infty} = 1 - g(z, t, L_z, D_3) \quad (2.42)$$

Une relation directe peut être établie entre les deux solutions, Eq.(2.41) et Eq.(2.42)

$$\frac{1 - C_{3D}}{g_x(x, t, L_x, D_1)g_y(y, t, L_y, D_2)} = 1 - C_{1D} \quad (2.43)$$

Pour que les deux solutions soient équivalentes ( $C_{3D} = C_{1D}$ ), une condition nécessaire et suffisante est que

$$g(x, t, L_x, D_1)g(y, t, L_y, D_2) = 1 \quad (2.44)$$

La plupart des études sur les phénomènes de diffusion se basent sur la solution massique de l'équation de diffusion plutôt que la solution en concentration, la solution expérimentale en concentration n'étant pas accessible. En posant dans l'Eq.(2.11) la fonction  $f$  telle que

$$f_j(t, L_j, D) = \frac{8}{\pi^2} \sum_{i=0}^{\infty} \frac{1}{(2i+1)^2} \exp[-\pi^2 D_j (\frac{2i+1}{L_j})^2 t]$$

on obtient

$$M_{3D} = \frac{M(t, L_x, L_y, L_z, D_1, D_2, D_3)}{M_{\infty}} = 1 - f_x(t, L_x, D_1) f_y(t, L_y, D_2) f_z(t, L_z, D_3) \quad (2.45)$$

$M_{3D}$ , la solution massique 3D, est liée à la solution massique 1D,  $M_{1D}$ , par

$$\frac{1 - M_{3D}}{f(t, L_x, D_1) f(t, L_y, D_2)} = 1 - M_{1D} \quad (2.46)$$

Pour qu'il y ait équivalence entre les solutions massiques 3D et 1D, une condition nécessaire et suffisante est que

$$f_x(t, L_x, D_1) f_y(t, L_y, D_2) = 1 \quad (2.47)$$

Cette condition qui peut aussi s'exprimer par

$$\left(\frac{8}{\pi^2}\right)^2 \sum_{i=0}^{\infty} \sum_{j=0}^{\infty} \frac{1}{(2i+1)^2 (2j+1)^2} \exp[-\pi^2 \left\{ \frac{D_1}{L_x^2} (2i+1)^2 + \frac{D_2}{L_y^2} (2j+1)^2 \right\} t] = 1 \quad (2.48)$$

Elle sera vérifiée si l'une des conditions suivantes est satisfaite :

- À  $t = 0$ , la série entière suivante converge vers 1

$$f_x(0, L_x, D_1) f_y(0, L_y, D_2) = \left(\frac{8}{\pi^2} \sum_{i=0}^{\infty} \frac{1}{(2i+1)^2}\right) \left(\frac{8}{\pi^2} \sum_{j=0}^{\infty} \frac{1}{(2j+1)^2}\right) = 1$$

Cependant, ce cas se limite à l'état initial où les coefficients de diffusion et les dimensions du matériau n'interviennent pas.

- Pour  $t > 0$ , la relation (2.48) est vérifiée si

$$\exp[-\pi^2 \left\{ \frac{D_1}{L_x^2} (2i+1)^2 + \frac{D_2}{L_y^2} (2j+1)^2 \right\} t] = 1$$

ce qui implique que le terme en exposant est nul

$$\frac{D_1}{L_x^2} (2i+1)^2 + \frac{D_2}{L_y^2} (2j+1)^2 = 0; \forall i, j$$

et puisque c'est une somme nulle de termes positifs, cela entraîne que chaque terme est nul, ce qui conduit à

$$\frac{D_1}{L_x^2} = \frac{D_2}{L_y^2} = 0 \quad (2.49)$$

En d'autres termes, lorsque les coefficients de diffusion  $D_1$  et  $D_2$  suivant les directions  $x$  et  $y$  sont très petits respectivement devant  $L_x^2$  et  $L_y^2$  ( $D_1 \ll L_x^2$  et  $D_2 \ll L_y^2$ ), la diffusion 3D peut être modélisée par une diffusion 1D suivant l'épaisseur  $z$  de l'échantillon.

Bien que la condition d'équivalence des phénomènes de diffusion 3D et 1D (Eq.(2.49)) soit issue des solutions analytiques de l'équation de diffusion orthotrope, elle peut être généralisée au cas anisotrope puisque nous avons vu dans la section précédente que les coefficients extra-diagonaux de la matrice de diffusion  $\mathbf{D}$  n'ont pas d'effet sur les courbes de prise de masse. Cependant, cette condition de passage de la diffusion 3D à la diffusion 1D établie à partir des solutions massiques ne peut

pas s'appliquer aux solutions en concentration. En effet, en reportant l'Eq.(2.49) dans l'Eq.(2.44) on obtient

$$\left(\frac{4}{\pi}\right)^2 \sum_{i=0}^{\infty} \sum_{j=0}^{\infty} \frac{(-1)^i (-1)^j}{(2i+1)(2j+1)} \cos\left[\frac{(2i+1)\pi x}{L_x}\right] \cos\left[\frac{(2j+1)\pi y}{L_y}\right] = 1 \quad (2.50)$$

Cette dernière relation n'est vérifiée que si

$$\cos\left[\frac{(2i+1)\pi x}{L_x}\right] = \cos\left[\frac{(2j+1)\pi y}{L_y}\right] = 1; \forall i, j \in \mathbb{N}$$

ou encore

$$x = y = 0$$

autrement dit, sur l'épaisseur c'est au voisinage du centre de l'échantillon que cette condition d'équivalence des solutions 3D et 1D en concentration est satisfaite.

Etudions maintenant l'effet de la tridimensionnalité sur la diffusion pour un cas de diffusion 3D isotrope. Pour cela, les écarts entre les champs de concentration 3D et 1D sur le plan moyen de la plaque ( $z = 0$ ) ont été évalués avec la relation

$$\varepsilon_{c3D-1D} = \left| \frac{C_{3D} - C_{1D}}{C_{\infty}} \right| \quad (2.51)$$

Les figures 2.20, 2.21 et 2.22 représentent l'évolution de  $\varepsilon_{c3D-1D}$  pour différentes épaisseurs ( $L_z = 2\text{mm}$ ,  $L_z = 4\text{mm}$  et  $L_z = 8\text{mm}$ ) et différents temps. Pour les cas testés, le coefficient de diffusion isotrope est  $D = D_1 = D_2 = D_3 = 0,016\text{mm}^2.\text{h}^{-1}$  et les longueurs de l'échantillon selon les directions  $x$  et  $y$  sont fixes et égales à  $L_x = 200\text{mm}$  ( $\frac{D}{L_x^2} = 4.10^{-7} \text{h}^{-1}$ ) et  $L_y = 20\text{mm}$  ( $\frac{D}{L_y^2} = 4.10^{-5} \text{h}^{-1}$ ).

Il est remarqué que pour une épaisseur donnée,  $\varepsilon_{c3D-1D}$  diminue quand le temps augmente. En effet, les solutions  $C_{3D}$  et  $C_{1D}$  en concentration tendent vers une même valeur à saturation où  $\varepsilon_{c3D-1D}$  s'annule aux temps longs.

De plus, les écarts sont plus importants aux bords qu'ailleurs du fait que la condition d'équivalence sur les solutions 3D et 1D (Eq.(2.49)) n'est satisfaite sur les champs de concentration qu'au voisinage de  $x = y = 0$ . Le calcul des maxima de ces écarts représentés sur Fig.2.24 pour trois différentes épaisseurs montre des évolutions décroissantes de ces écarts en fonctions de  $\sqrt{t}$ . On constate que pour des épaisseurs plus petites, l'évolution pourrait être assimilée à une droite jusqu'à un certain temps avec une pente plus grande. Ainsi, pour une précision  $\varepsilon$  donnée,  $\varepsilon = 0,1$  par exemple, il faudrait se placer au delà de

- $\sqrt{t} = 9,30\sqrt{h}$  pour  $L_z = 2\text{mm}$ ,
- $\sqrt{t} = 17,10\sqrt{h}$  pour  $L_z = 4\text{mm}$  et
- $\sqrt{t} = 31,62\sqrt{h}$  pour  $L_z = 8\text{mm}$

pour que la condition d'équivalence des solutions en concentration 3D et 1D soit vérifiée aux voisinages des bords  $x = \pm \frac{L_x}{2}$  et  $y = \pm \frac{L_y}{2}$ .

L'identification étant effectuée sur les courbes de prise de masse, la figure 2.23 illustre en fonction de  $\sqrt{t}$  les évolutions des masses 3D et 1D pour  $L_z = 2\text{mm}$ ,  $L_z = 4\text{mm}$  et  $L_z = 8\text{mm}$  dont les erreurs quadratiques sont respectivement de  $9.10^{-3}$ ,  $3.10^{-2}$  et  $6.10^{-2}$ . D'autre part, Fig.2.24 représente en fonction de  $\sqrt{t}$  les maxima de  $\varepsilon_{c3D-1D}$  (figure de gauche) et les erreurs relatives des courbes de masse (figure de droite) qui pourraient être alignés suivant une droite passant par l'origine. Pour une précision donnée,  $\varepsilon = 0,1$  par exemple, l'équivalence des masse 3D et 1D (Eq.(2.49)) n'est valable que pour des échantillons dont les longueurs des épaisseurs sont strictement inférieures à  $L_z = 8\text{mm}$ , correspondant à une valeur de  $\frac{D}{L_z^2}$  de  $2.5 \cdot 10^{-4} \text{h}^{-1}$ .

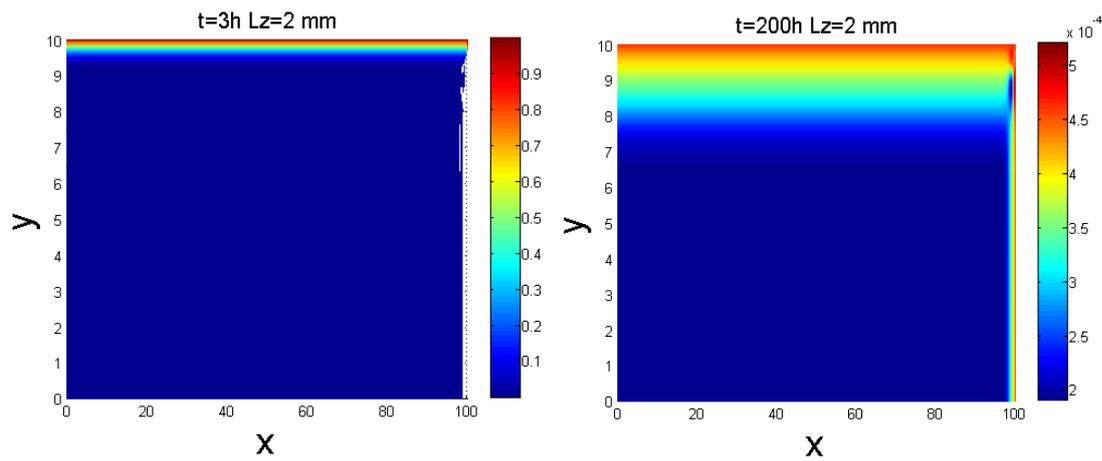


FIGURE 2.20 – Comparaison des champs de concentration  $3D$  et  $1D$  sur un quart de plaque pour  $L_z = 2\text{mm}$  pour  $t = 3\text{h}$  (gauche) et  $t = 200\text{h}$  (droite)

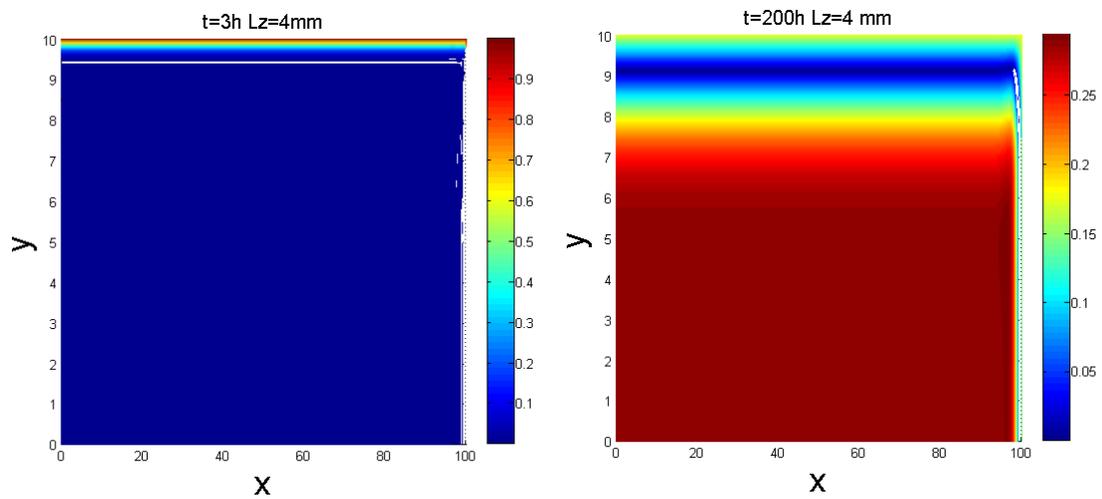


FIGURE 2.21 – Comparaison des champs de concentration  $3D$  et  $1D$  sur un quart de plaque pour  $L_z = 4\text{mm}$  pour  $t = 3\text{h}$  (gauche) et  $t = 200\text{h}$  (droite)

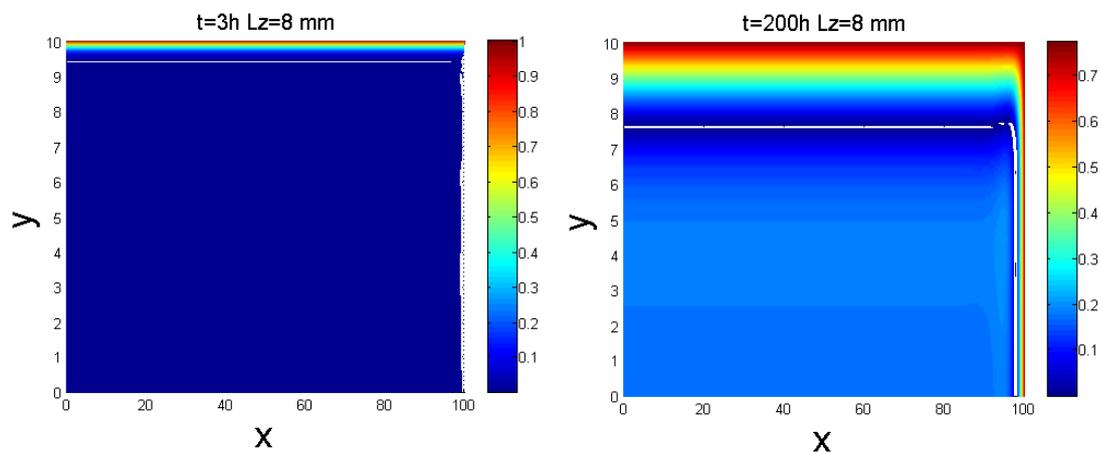


FIGURE 2.22 – Comparaison des champs de concentration  $3D$  et  $1D$  sur un quart de plaque pour  $L_z = 8\text{mm}$  pour  $t = 3\text{h}$  (gauche) et  $t = 200\text{h}$  (droite)

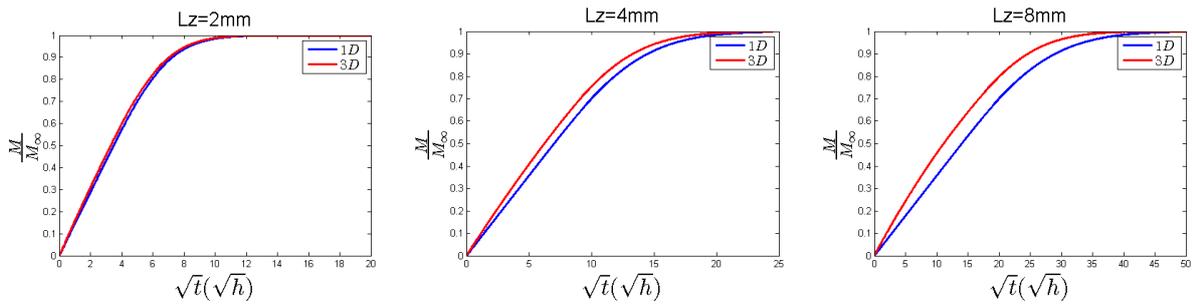


FIGURE 2.23 – Courbes de prise de masse 3D et 1D pour  $L_z = 2\text{mm}$  (gauche);  $L_z = 4\text{mm}$  (droite)

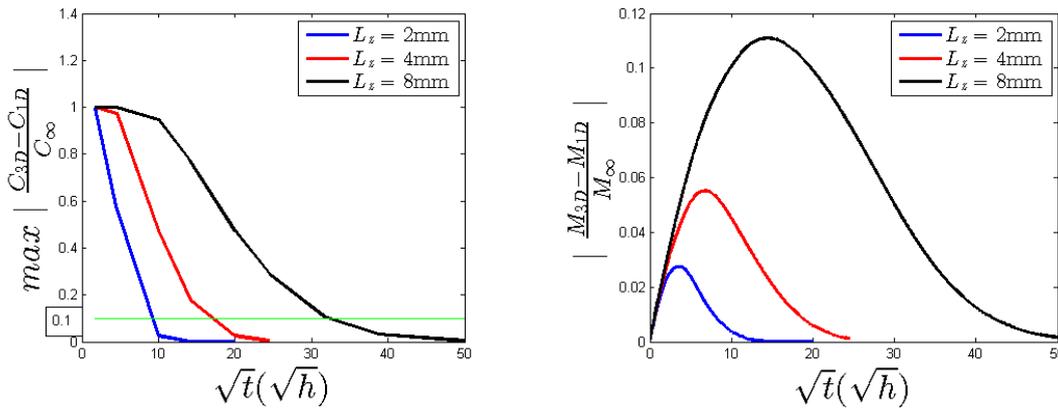


FIGURE 2.24 – Évaluation des maxima de  $\varepsilon_{c3D-1D}$  (gauche) et l'évolution des erreurs relatives des courbes de masse 3D et 1D (droite) pour différentes épaisseurs

## 2.7 Conclusion

Dans ce chapitre, un protocole novateur pour l'identification rapide des propriétés de diffusion anisotrope de matériaux composites à texture complexe est proposé. Il consiste à effectuer des tests gravimétriques aux temps courts sur des échantillons composites et à mesurer la pente initiale de la courbe de prise de masse par rapport à  $\sqrt{t}$ . L'identification est ensuite effectuée en utilisant l'expression analytique de la pente dans le cas anisotrope obtenue comme une extension de la méthode de la pente de Shen et Springer ([9]) valable pour la diffusion isotrope et orthotrope. Il a été montré que l'expression de la pente dans le cas anisotrope ne dépend pas des termes extra-diagonaux de la matrice de diffusion anisotrope. Outre les dimensions de l'échantillon, la pente est affectée par les 3 valeurs des coefficients principaux de diffusion (le long des axes principaux) et par les 3 angles de rotation entre l'échantillon et le repère orthotrope. Dans le cas général 3D, le problème d'identification consiste à identifier ces 6 quantités inconnues, qui se réduisent à 3 dans le cas de l'anisotropie plane. L'analyse et la discussion de ce protocole d'identification ont été réalisées dans un cas test de diffusion anisotrope plane issu de la littérature ([59]). L'identification a été effectuée en utilisant un algorithme de minimisation au sens des moindres carrés. La solution n'a été trouvée que pour des plages particulières et étroites des coefficients orthotropes. Si les plages sont étendues, l'algorithme utilisé pour la procédure d'identification n'est pas robuste car il existe des minima locaux. Un algorithme plus robuste doit être évalué pour étendre l'application de ce protocole, ce qui constitue l'une des perspectives de ce travail.

Les conditions d'équivalence d'une diffusion 3D à une diffusion 1D sont ensuite établies sur la base des solutions massiques de l'équation de Fick orthotrope ou isotrope. Elles se traduisent par le fait que les diffusivités suivant deux directions pour la diffusion 3D sont négligeables devant les carrés des longueurs de leurs directions correspondantes. Ces conditions sont également valables sur les solutions en concentration au voisinage du centre de l'échantillon et sur tout l'échantillon à partir

d'un certain temps. Ces résultats ont été validés sur un cas particulier de diffusion isotrope. Pour une précision donnée, l'équivalence des deux solutions ne pourra plus être valable qu'à partir d'une certaine épaisseur de l'échantillon.

Le chapitre suivant sera consacré à l'identification pour des temps courts des propriétés diffusio-mécaniques sur échantillons de matériau polymère avec gradients d'humidité.

# Identification des propriétés mécaniques affectées par l'humidité de matériaux polymères à l'aide d'échantillon à gradients d'humidité

---

Ce chapitre étudie à travers des analyses numériques la possibilité d'identifier les propriétés mécaniques affectées par l'humidité de matériaux polymères à l'aide d'échantillons à gradients d'humidité. L'identification est basée sur l'utilisation d'un modèle faiblement couplé diffuso-mécanique :

- un modèle 1D de diffusion de Fick
- un modèle 2D plaque mince contrainte plane hydroélastique.

Les solutions numériques sont calculées avec la méthode de décomposition propre généralisée (PGD - Proper Generalized Decomposition) pour le modèle de diffusion et la méthode de Rayleigh-Ritz pour le modèle hydroélastique. Une configuration correspondant à celle d'un essai couplé traction-flexion est envisagée. Il est montré que la traction et la flexion peuvent être découplées lorsque les propriétés élastiques de la matrice sont des fonctions polynomiales de la concentration en eau. Les identifications menées pour des essais de traction et flexion sur des échantillons à gradients d'humidité sont comparées notamment en terme de temps d'identification (lié au temps des essais). Les essais étudiés permettent une réduction significative du temps d'identification comparé à l'utilisation d'échantillons saturés en humidité.



# Table des matières

3.1	Introduction . . . . .	54
3.2	Modèle diffusio-mécanique d'une plaque mince . . . . .	55
3.2.1	Modèle de diffusion de Fick 1D . . . . .	56
3.2.2	Modèle hydroélastique contrainte plane 2D . . . . .	57
3.3	Solution avec la méthode de Rayleigh-Ritz . . . . .	58
3.3.1	Ecriture du problème direct . . . . .	61
3.3.2	Ecriture du problème inverse . . . . .	61
3.3.2.1	$\nu(m)$ et $E(m)$ fonctions polynomiales de $m$ . . . . .	61
3.4	Solution du problème inverse pour des dépendances particulières des propriétés mécaniques . . . . .	62
3.4.1	$\nu$ et $E$ fonctions linéaires de $m$ . . . . .	62
3.4.1.1	Essai de traction uniaxiale . . . . .	62
3.4.1.2	Essai de flexion uniaxiale . . . . .	64
3.4.2	$\nu$ constant et $E$ fonction linéaire de $m$ . . . . .	65
3.4.2.1	Essai de traction uniaxiale . . . . .	65
3.4.2.2	Essai de flexion uniaxiale . . . . .	67
3.4.2.3	Validation de la dépendance linéaire de $E(m)$ sur $m$ . . . . .	68
3.4.2.4	Identification dans le cas saturé en utilisant un essai de traction . . . . .	68
3.5	Résultats numériques . . . . .	69
3.5.1	$\nu$ et $E$ fonctions linéaires de $m$ . . . . .	69
3.5.1.1	Essai de traction uniaxiale . . . . .	70
3.5.1.2	Essai de flexion uniaxiale . . . . .	71
3.5.1.3	Influence de $\sigma_{xx}^T$ sur les paramètres identifiés . . . . .	71
3.5.1.4	Influence de $\beta$ sur les paramètres identifiés . . . . .	72
3.5.1.5	Intervalles de variation de $\xi$ et $\alpha$ - Evaluation de $t_1^T$ et $t_1^f$ . . . . .	73
3.5.2	$\nu$ constant et $E$ fonction linéaire de $m$ . . . . .	74
3.6	Bilan des essais . . . . .	77
3.7	Conclusions . . . . .	78

### 3.1 Introduction

Comme montré dans le chapitre introductif et dans la revue bibliographique, l'environnement humide ( $50^{\circ}\text{C} < T < 100^{\circ}\text{C}$ ,  $50\% < \text{RH}\% < 100\%$ ) est particulièrement insidieux : l'humidité diffuse à l'intérieur de la matrice polymère (les renforts en fibres de carbone utilisés dans l'industrie aéronautique n'absorbe pas l'eau), menant à un gonflement de la matrice et une plastification : celle-ci affecte la réponse mécanique et les propriétés mécaniques induites ([68], [11], [62], [12], [5], [3]). L'identification des propriétés mécaniques affectées par l'humidité des matériaux à matrice polymère est généralement menée sur des échantillons saturés en humidité ([12], [3], [4]). Dans les travaux de Simar et al. ([3]) et Simar ([4]), les essais de traction ont été réalisés sur des plaques minces de résine RTM6 saturés en humidité (de 4mm d'épaisseur) à différents taux d'humidité relative (HR%) et à température fixée,  $T = 70^{\circ}\text{C}$ . Ces essais permettent d'identifier les propriétés élastiques du matériau telles que le module d'Young  $E$  et le coefficient de Poisson  $\nu$  comme une fonction de la teneur en eau à saturation  $m_{\infty}$  (Fig. 3.1 and Fig. 3.2). On peut remarquer que le module d'Young  $E$  décroît linéairement lorsque  $m_{\infty}$  augmente tandis que  $\nu$  est presque constant en fonction de  $m_{\infty}$ . Ces essais nécessitent de considérer un grand nombre d'échantillons afin de tester les différents niveaux de conditionnement. De plus, comme il est nécessaire que les échantillons soient saturés en humidité, le temps de conditionnement de chaque essai est très long (dans [4], environ 1500h pour chaque échantillon de 4mm d'épaisseur). Par exemple, pour obtenir les résultats représentés dans les Figs. 3.1 et 3.2 ([4]), au moins trois essais sur 3 échantillons saturés doivent être réalisés, menant à de longs temps de conditionnement ( $1500\text{h} \times 3 = 4500\text{h}$  pour 3 échantillons de 4mm d'épaisseur). Ce chapitre étudie à travers des analyses numériques la possibilité d'identifier les propriétés mé-

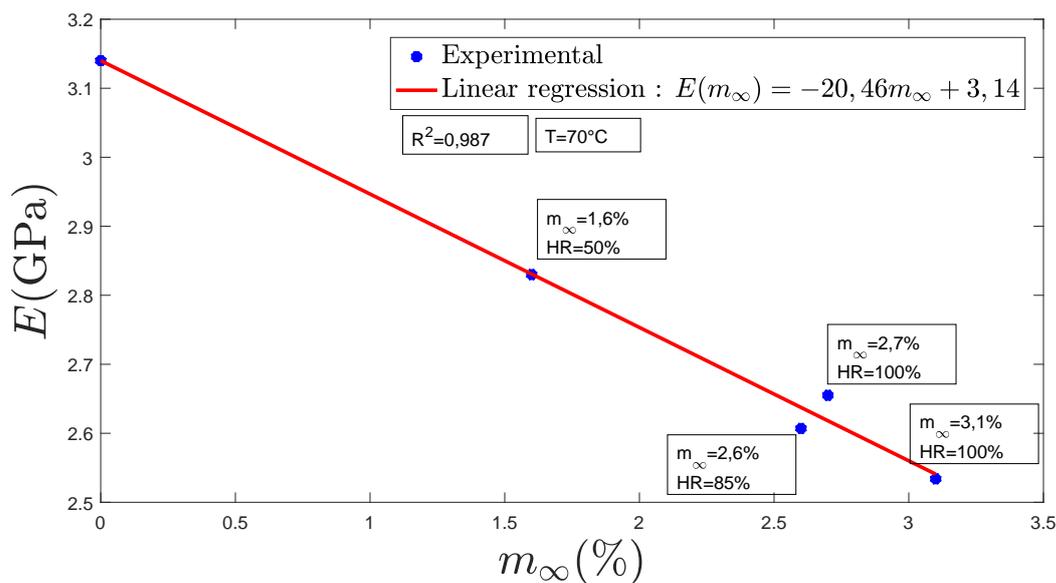


FIGURE 3.1 – Evolution de  $E$  en fonction de  $m_{\infty}$  (essais réalisés sur des échantillons de résine RTM6 de 4mm d'épaisseur, issus de [4])

caniques affectées par l'humidité de matériaux à matrice polymère en utilisant des échantillons à gradients d'humidité dans le but d'obtenir un gain significatif en terme de temps d'identification comparé à l'utilisation d'échantillons saturés en humidité. L'exposition de l'échantillon à un environnement humide pour un temps de conditionnement court mène à un échantillon contenant des gradients d'humidité, ces gradients peuvent être exploités dans le cadre de l'identification. L'identification est basée sur l'utilisation : d'un modèle faiblement couplé diffusio-mécanique - un modèle de diffusion de Fick 1D et un modèle plaque mince 2D contrainte plane hygroélastique. Les solutions numériques sont calculées avec la méthode PGD dans le cas du modèle de diffusion 1D et la méthode de Rayleigh-Ritz pour le modèle hygroélastique. Une configuration correspondant à celle

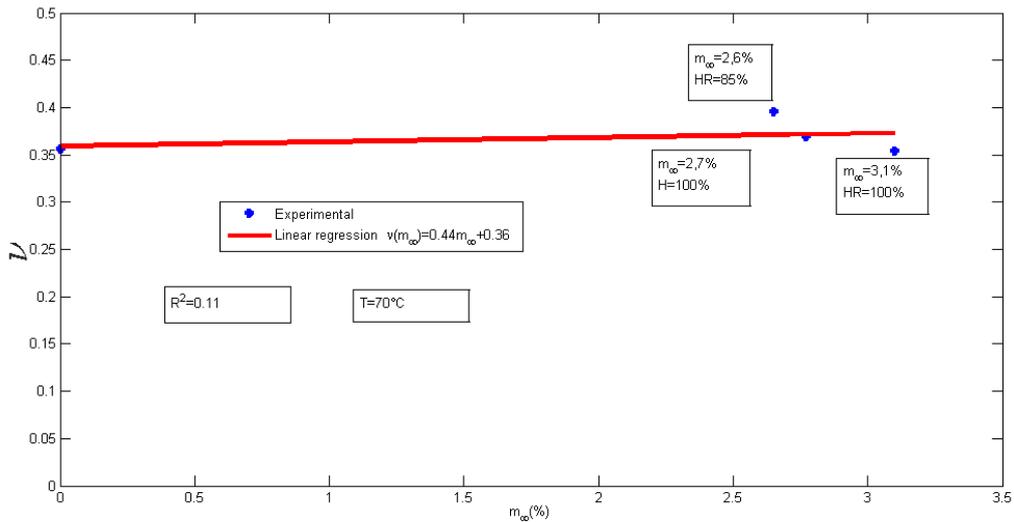


FIGURE 3.2 – Evolution de  $\nu$  en fonction de  $m_\infty$  (essais réalisés sur des échantillons de résine RTM6 de 4mm d'épaisseur, issus de [4])

d'un essai couplé traction-flexion est envisagée. Il est montré que la traction et la flexion peuvent être découplées lorsque les propriétés élastiques de la matrice sont des fonctions polynomiales de la teneur en eau. Les identifications menés pour des essais de traction et flexion sur des échantillons à gradients d'humidité sont comparées notamment en terme de temps d'identification (lié au temps des essais). Ces essais permettent une réduction significative du temps d'identification comparé à l'utilisation d'échantillons saturés en humidité.

Le chapitre est organisé comme suit. Dans la section 3.2, le modèle couplé diffuso-mécanique - la loi de diffusion de Fick 1D ainsi que le modèle de plaque mince 2D contrainte plane élastique - est présenté. Dans la section 3.3, la solution dans le cas traction-flexion combinée est calculée avec la méthode de Rayleigh-Ritz adaptée dans le cas des plaques minces suivie d'une discussion concernant le problème direct et le problème inverse. Dans la section 3.4, le problème inverse d'identification est présenté et discuté en considérant des dépendances particulières du module d'Young et du coefficient de Poisson vis-à-vis de la teneur en eau. La section 3.5 concerne les résultats numériques de la procédure d'identification. Les résultats sont discutés pour différentes dépendances des paramètres et différents essais, traction et flexion en terme de précision des paramètres identifiés et de temps d'identification. La section 3.6 présente le résumé des essais. Enfin, la section 3.7 présente les conclusions et perspectives de cette étude.

## 3.2 Modèle diffuso-mécanique d'une plaque mince

Cette section présente le modèle faiblement couplé diffuso-mécanique pour les plaques minces. Dans le cadre de l'approximation de plaques minces, il est raisonnable de considérer que la diffusion est principalement unidirectionnelle selon la direction de l'épaisseur alors que les champs de contrainte et de déformation sont gouvernés par une approximation 2D contrainte plane : un modèle de diffusion 1D de Fick et un modèle d'une plaque mince 2D contrainte plane hygroélastique sont considérés. Les champs de contrainte et de concentration en eau sont résolus séquentiellement, c'est-à-dire le champ de concentration en eau est déterminé en résolvant l'équation 1D de Fick et ensuite il est utilisé pour calculer les déformations et les contraintes avec le modèle 2D hygroélastique. Le champ de concentration en eau est responsable de la déformation hygroscopique (gonflement) qui affecte les propriétés élastiques de la plaque. La Fig. 3.3 présente la géométrie de la plaque.

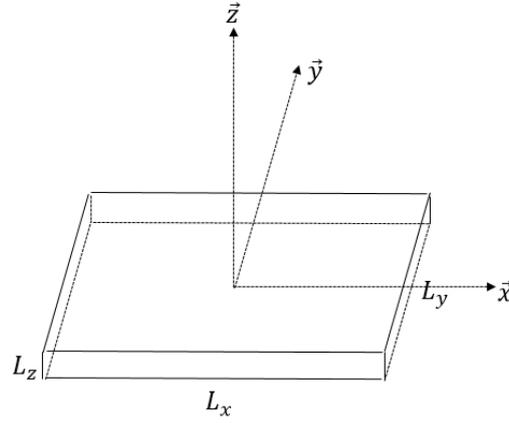


FIGURE 3.3 – Géométrie de la plaque

### 3.2.1 Modèle de diffusion de Fick 1D

La cinétique de diffusion de l'eau dans le matériau est décrite par la loi de Fick ([2]). Comme les plaques sont minces, le modèle unidimensionnel selon la direction de l'épaisseur  $z$  est valable et s'écrit comme suit

$$\begin{cases} \frac{\partial C}{\partial t}(t, z) = D_{zz} \frac{\partial^2 C}{\partial z^2}(t, z) \\ C(0, z) = C_i \quad \forall z \in Z = [-\frac{L_z}{2}; \frac{L_z}{2}] \\ C(t, -\frac{L_z}{2}) = C(t, \frac{L_z}{2}) = C_\infty \quad \forall t > 0 \end{cases} \quad (3.1)$$

où  $C(t, z)$  représente le champ de concentration en eau à  $(t, z)$ ,  $C_i$  est la concentration initiale (à  $t = 0$ ),  $C_\infty$  est la quantité maximum d'eau absorbée,  $D_{zz}$  est le coefficient de diffusion selon l'épaisseur et  $L_z$  est l'épaisseur de la plaque.

Pour des conditions aux bords uniformes, il existe une solution analytique pour le champ de concentration en eau ([27], [18]) qui est

$$\frac{C(t, z) - C_i}{C_\infty - C_i} = 1 - \frac{4}{\pi} \sum_{i=0}^{\infty} \frac{(-1)^i}{2i+1} \exp[-\pi^2 D_{zz} (\frac{2i+1}{L_z})^2 t] \cos[\frac{(2i+1)\pi z}{L_z}] \quad (3.2)$$

La prise de masse en eau peut être déduite par intégration selon l'épaisseur du champ de concentration en eau

$$\frac{M(t) - M_i}{M_\infty - M_i} = 1 - \frac{8}{\pi^2} \sum_{i=0}^{\infty} \frac{1}{(2i+1)^2} \exp[-\pi^2 D_{zz} (\frac{2i+1}{L_z})^2 t] \quad (3.3)$$

où  $M_i$  est la masse de l'échantillon initiale,  $M(t)$  est la masse d'eau absorbée au temps  $t$  est  $M_\infty$  est la prise de masse d'eau à saturation. Comme les conditions aux bords sont uniformes, les champs de concentration sont symétriques par rapport à  $z$  pour tous temps  $t > 0$ . En supposant qu'il n'y a pas d'humidité à l'état initial (échantillon sec), on a :  $C_i = C(0, z) = 0 \quad \forall z \in Z = [-\frac{L_z}{2}; \frac{L_z}{2}]$ .

La teneur en eau noté  $m(t)$  est alors donnée par la relation (3.4)

$$m(t, z) = \frac{C(t, z)}{\rho} \quad (3.4)$$

où  $\rho$  représente la densité du matériau.

Dans ce chapitre, les propriétés de diffusion sont supposées connues et ne doivent donc pas être identifiées. Dans la section résultats numériques 3.5, la prise de masse est calculée en considérant la solution numérique de l'équation de diffusion obtenue en utilisant la méthode PGD (Proper Generalized Decomposition) ([40]). Dans ce qui suit, la concentration en eau  $m$  sera supposée tacitement être une fonction du temps et de la position selon la direction de l'épaisseur  $m = m(t, z)$ .

### 3.2.2 Modèle hygroélastique contrainte plane 2D

Le modèle 2D hygroélastique contrainte plane décrivant le comportement de la plaque est couplé au modèle de diffusion via les dépendances des propriétés mécaniques et des déformations hygroscopiques à la teneur en eau  $m$  comme suit

$$\sigma = \mathbf{Q}(m)(\mathbf{E} - \mathbf{E}^H) \quad (3.5)$$

où  $\mathbf{Q}(m)$  est le tenseur élastique sous l'hypothèse de contraintes planes qui s'écrit

$$\mathbf{Q}(m) = \begin{bmatrix} Q(m) & \nu(m)Q(m) & 0 \\ \nu(m)Q(m) & Q(m) & 0 \\ 0 & 0 & \frac{1}{2}(1 - \nu(m))Q(m) \end{bmatrix} \quad (3.6)$$

avec  $Q(m) = \frac{E(m)}{1 - \nu(m)^2}$ .

On peut remarquer que les paramètres matériau  $\nu$  et  $E$  dépendent de la teneur en eau. Le tenseur de déformation hygroscopique  $\mathbf{E}^H$  est donné par

$$\mathbf{E}^H = \begin{cases} \varepsilon_{xx}^H = \beta \Delta m \\ \varepsilon_{yy}^H = \beta \Delta m \\ 2\varepsilon_{xy}^H = 0 \end{cases} \quad (3.7)$$

où  $\Delta m = m - m_0$  est la prise en eau de l'état courant  $m$  par rapport à la valeur de référence initiale  $m_0$ .

Pour les matériaux isotropes, le coefficient  $\beta$  peut être identifié directement par la dilatation hygroscopique  $Y_{v,r}$ , c'est-à-dire à partir du changement de volume lié à l'absorption d'eau ([4]) comme suit

$$\begin{aligned} Y_{v,r}(\%) &= \frac{V_t - V_0}{V_0} \\ &= 3\varepsilon_{xx}^H \\ &= 3\beta \Delta m \end{aligned}$$

où  $V_t$  et  $V_0$  sont les volumes de l'échantillon aux temps  $t$  et  $t = 0$  (échantillon sec) respectivement. Le coefficient  $\beta$  peut dépendre de  $m$  mais il est généralement supposé constant pour les matériaux composites à matrice polymère et les polymères [4].

Dans le cadre de la théorie linéaire des plaques (modèle de Kirchhoff [19]), le tenseur des déformations  $\mathbf{E}$  est donné par

$$\mathbf{E} = \mathbf{E}^0 - z\mathbf{K} \quad (3.8)$$

où  $\mathbf{E}^0$  est le tenseur des déformations de membrane dans le plan

$$\mathbf{E}^0 = \begin{cases} \varepsilon_{xx}^0 = \frac{\partial u}{\partial x}(x, y) \\ \varepsilon_{yy}^0 = \frac{\partial v}{\partial y}(x, y) \\ 2\varepsilon_{xy}^0 = \frac{\partial v}{\partial x}(x, y) + \frac{\partial u}{\partial y}(x, y) \end{cases} \quad (3.9)$$

avec  $\varepsilon_{xx}^0$  et  $\varepsilon_{yy}^0$  les déformations de membrane dans le plan longitudinal et transversal et  $\varepsilon_{xy}^0$  la déformation de cisaillement.

Le champ de déplacement longitudinal plan  $u$  et le champ de déplacement transversal plan  $v$  du plan moyen ( $z = 0$ ) dépend uniquement de  $x$  et  $y$  ([19]). Le tenseur  $\mathbf{K}$  représente les courbures de la plaque dans le plan moyen et est donné par

$$\mathbf{K} = \begin{cases} k_{xx} = \frac{\partial^2 w}{\partial x^2}(x, y) \\ k_{yy} = \frac{\partial^2 w}{\partial y^2}(x, y) \\ 2k_{xy} = \frac{\partial^2 w}{\partial x \partial y}(x, y) \end{cases} \quad (3.10)$$

où  $k_{xx}$  et  $k_{yy}$  sont les courbures transversales et longitudinales de la plaque et  $k_{xy}$  est la courbure de cisaillement.  $w(x, y)$  est le champ de déplacement hors-plan.

### 3.3 Solution avec la méthode de Rayleigh-Ritz

Le problème hydroélastique contrainte plane 2D est résolu avec la méthode de Rayleigh-Ritz (cf. [16]). La première étape consiste à définir l'énergie potentielle totale de la plaque comme

$$E^{tot} = E^d + E^{ext} \quad (3.11)$$

où  $E^d$  est l'énergie de déformation et  $E^{ext}$  est le travail extérieur dû aux chargements extérieurs. L'énergie de déformation est donnée par

$$E^d = \int_V e^d dV \quad (3.12)$$

où  $e^d$  est la densité d'énergie de déformation

$$e^d = \frac{1}{2} \mathbf{E} \cdot \mathbf{Q}(m) \mathbf{E} - \Delta m \mathbf{b} \cdot \mathbf{Q}(m) \mathbf{E}, \quad (3.13)$$

$V$  est le volume de la plaque et  $\mathbf{b}$  est le vecteur des coefficients de dilatation hygroscopique. Le travail extérieur est exprimé grâce aux forces de traction et aux moments

$$\begin{aligned} E^{ext} = & - \int_S (M_{xx} \frac{\partial^2 w}{\partial x^2} + M_{xy} \frac{\partial^2 w}{\partial x \partial y} + M_{yy} \frac{\partial^2 w}{\partial y^2}) dS \\ & - \int_S [N_{xx} \frac{\partial u}{\partial x} + N_{yy} \frac{\partial v}{\partial y} + N_{xy} (\frac{\partial u}{\partial y} + \frac{\partial v}{\partial x})] dS \\ & - \frac{1}{2} \int_S [N_{xx} (\frac{\partial w}{\partial x})^2 + N_{yy} (\frac{\partial w}{\partial y})^2 + 2N_{xy} \frac{\partial w}{\partial x} \frac{\partial w}{\partial y}] dS \end{aligned} \quad (3.14)$$

où  $M_{xx}$  et  $M_{yy}$  sont les moments de flexion selon les axes  $x$  et  $y$ ,  $M_{xy}$  est le moment de torsion autour du plan moyen et lié aux contraintes de cisaillement.  $N_{xx}$ ,  $N_{xy}$  et  $N_{yy}$  sont les efforts normaux et  $S$  est la surface plane  $X \times Y$  où  $X = [-\frac{L_x}{2}; \frac{L_x}{2}]$  et  $Y = [-\frac{L_y}{2}; \frac{L_y}{2}]$  avec  $L_x$ ,  $L_y$  les longueurs dans le plan de la plaque.

Dans cette étude, les contraintes de cisaillement  $\tau_{xy}$  sont nulles, ceci implique des valeurs nulles pour  $N_{xy}$  et  $M_{xy}$ . Le travail externe, Eq.(3.14), se réduit à

$$E^{ext} = - \int_S (M_{xx} \frac{\partial^2 w}{\partial x^2} + M_{yy} \frac{\partial^2 w}{\partial y^2}) dS - \int_S (N_{xx} \frac{\partial u}{\partial x} + N_{yy} \frac{\partial v}{\partial y}) dS \quad (3.15)$$

En introduisant les expressions de  $\mathbf{Q}(m)$  et  $\mathbf{E}$  (Eq.(3.8)) dans l'Eq.(3.13), il vient

$$\begin{aligned} e^d = & \frac{1}{2} Q(m) [(\frac{\partial u}{\partial x} - z \frac{\partial^2 w}{\partial x^2})^2 + (\frac{\partial v}{\partial y} - z \frac{\partial^2 w}{\partial y^2})^2 + 2\nu(m) (\frac{\partial u}{\partial x} - z \frac{\partial^2 w}{\partial x^2}) (\frac{\partial v}{\partial y} - z \frac{\partial^2 w}{\partial y^2}) \\ & + \frac{1}{2} (1 - \nu(m)) (\frac{\partial u}{\partial y} + \frac{\partial v}{\partial x} - z \frac{\partial^2 w}{\partial x \partial y})^2] - \beta \Delta m Q(m) (1 - \nu(m)) [(\frac{\partial u}{\partial x} - z \frac{\partial^2 w}{\partial x^2}) + (\frac{\partial v}{\partial y} - z \frac{\partial^2 w}{\partial y^2})] \\ & - \frac{1}{2} \beta \Delta m Q(m) (1 - \nu(m)) (\frac{\partial u}{\partial y} + \frac{\partial v}{\partial x} - z \frac{\partial^2 w}{\partial x \partial y}) \end{aligned} \quad (3.16)$$

Les expressions de  $E^d$  et  $E^{ext}$  permettent de définir le problème de minimisation qui traduit l'équilibre stable de la plaque

$$\begin{cases} \delta E^{tot} = 0 \\ \delta^2 E^{tot} > 0 \end{cases} \quad (3.17)$$

Seules les solutions stables sont recherchées (seconde équation). La première équation mène à une équation aux dérivées partielles (EDP) non linéaire sous une forme variationnelle dont les inconnues sont les champs de déplacement  $u$ ,  $v$  et  $w$ .

Pour résoudre ce problème de minimisation, la méthode de Rayleigh-Ritz est utilisée, elle consiste à trouver un ensemble de fonctions du champ de déplacement cinématiquement admissibles qui donne une bonne approximation des champs de déplacement et qui satisfait la condition de compatibilité donnée par l'Eq.(3.18) dans un sous-espace de  $N$  fonctions de base notées  $h_i$  ( $i = 1..N$ ).

$$\frac{\partial^2 \varepsilon_{xx}^0}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 \varepsilon_{yy}^0}{\partial x^2} - 2 \frac{\partial^2 \varepsilon_{xy}^0}{\partial x \partial y} = 0 \quad (3.18)$$

Un champ de déplacement noté  $U$  peut s'écrire

$$U(x, y, z) = \sum_{i=1}^N a_i h_i(x, y, z) \quad (3.19)$$

$a_i$  sont les paramètres inconnus tandis que les  $h_i$  sont les fonctions de base choisies a priori (elles peuvent être polynomiales, des fonctions trigonométriques, des polynômes de Tchebychev ...) qui doivent seulement satisfaire les conditions cinématiques ([16]).

Dans [47] et [42], les solutions approchées des champs de déplacement ( $u, v, w$ ) sont calculées sous les hypothèses suivantes : les déformations planes de membrane  $\varepsilon_{xx}^0$  et  $\varepsilon_{yy}^0$  sont indépendantes de  $x$  et  $y$ , et  $\varepsilon_{xy}^0 = 0$ . Le champ de déplacement hors-plan,  $w$ , lié à la flexion de la plaque est supposé avoir une forme quadratique en  $x$  et  $y$ . Dans la théorie linéaire des plaques, les champs de déplacement plans dus à la traction sont des fonctions linéaires de  $x$  et  $y$ .

Les champs de déplacement sont ainsi cherchés sous la forme

$$\begin{cases} u(x, y) = cx \\ v(x, y) = dy \\ w(x, y) = \frac{1}{2}(ax^2 + by^2) \end{cases} \quad (3.20)$$

En introduisant l'Eq.(4.23) dans les Eqs.(3.9) et (3.10), les relations entre  $a, b, c, d$  et les composantes du tenseur plan de déformations et les courbures de la plaque sont

$$\begin{cases} \varepsilon_{xx}^0 = c \\ \varepsilon_{yy}^0 = d \\ \varepsilon_{xy}^0 = 0 \end{cases} \quad (3.21)$$

et

$$\begin{cases} k_{xx} = a \\ k_{yy} = b \\ k_{xy} = 0 \end{cases} \quad (3.22)$$

Les équations (3.21) et (3.22) définissent des champs de déformation et de courbures constants qui - pour des matériaux orthotropes - sont compatibles avec la cinématique induite par les essais de traction et flexion, pour lesquels les déformations de cisaillement  $\varepsilon_{xy}^0$  et la courbure de torsion  $k_{xy}$  sont nulles, menant ainsi à des valeurs nulles de la force de cisaillement  $N_{xy}$  et du moment de torsion  $M_{xy}$ .

L'énergie potentielle totale dépend des déformations de membrane et des courbures de la manière suivante

$$E^{tot} \equiv E^{tot}(c, d, a, b).$$

Le problème de minimisation de l'énergie potentielle totale de la plaque l'Eq.(3.17) devient trouver  $a, b, c, d$  tels que

$$\begin{cases} \delta E^{tot} = \frac{\partial E^{tot}}{\partial c} \delta c + \frac{\partial E^{tot}}{\partial d} \delta d + \frac{\partial E^{tot}}{\partial a} \delta a + \frac{\partial E^{tot}}{\partial b} \delta b = 0 \\ \frac{\partial^2 E^{tot}}{\partial a_i^2} > 0 \text{ for } i = 1, 2, 3, 4 \text{ where } a_1 = c, a_2 = d, a_3 = a, a_4 = b \end{cases} \quad (3.23)$$

En introduisant l'Eq.(4.23) dans les Eqs.(3.16) et (3.15),  $E^d$  et  $E^{ext}$  s'écrivent

$$E^d = \frac{1}{2} \int_Z Q(m)[(c-az)^2 + 2\nu(m)(c-az)(d-zb) + (d-bz)^2] L_x L_y dz - \beta \int_Z (1+\nu(m))Q(m)\Delta m[c+d-z(a+b)] L_x L_y dz \quad (3.24)$$

et

$$E^{ext} = -(aM_{xx} + bM_{yy})L_x L_y - (cN_{xx} + dN_{yy})L_x L_y \quad (3.25)$$

et le système (4.16) mène au système suivant

$$\begin{cases} \frac{\partial E^{tot}}{\partial c} = c\overline{Q_c} + d\overline{Q_c^\nu} - a\overline{Q_{cz}} - b\overline{Q_{cz}^\nu} - A_c^H - A_c^{\nu H} - \sigma_{xx}^T = 0 \\ \frac{\partial E^{tot}}{\partial d} = c\overline{Q_c^\nu} + d\overline{Q_c} - a\overline{Q_{cz}^\nu} - b\overline{Q_{cz}} - A_c^H - A_c^{\nu H} - \sigma_{yy}^T = 0 \\ \frac{\partial E^{tot}}{\partial a} = c\overline{Q_{cz}} + d\overline{Q_{cz}^\nu} - a\overline{Q_{cz^2}} - b\overline{Q_{cz^2}^\nu} - A_{cz}^H - A_{cz}^{\nu H} + \frac{M_{xx}}{L_z} = 0 \\ \frac{\partial E^{tot}}{\partial b} = c\overline{Q_{cz}^\nu} + d\overline{Q_{cz}} - a\overline{Q_{cz^2}^\nu} - b\overline{Q_{cz^2}} - A_{cz}^H - A_{cz}^{\nu H} + \frac{M_{yy}}{L_z} = 0 \end{cases} \quad (3.26)$$

où

$$\sigma_{ii}^T = \frac{N_{ii}}{L_z}; \quad i = x, y$$

$$\begin{aligned} \overline{Q_c} &= \frac{1}{L_z} \int_Z Q(m) dz; & \overline{Q_c^\nu} &= \frac{1}{L_z} \int_Z \nu(m) Q(m) dz \\ \overline{Q_{cz}} &= \frac{1}{L_z} \int_Z Q(m) z dz; & \overline{Q_{cz}^\nu} &= \frac{1}{L_z} \int_Z \nu(m) Q(m) z dz \\ \overline{Q_{cz^2}} &= \frac{1}{L_z} \int_Z Q(m) z^2 dz; & \overline{Q_{cz^2}^\nu} &= \frac{1}{L_z} \int_Z \nu(m) Q(m) z^2 dz \\ A_c^H &= \frac{1}{L_z} \int_Z Q(m) \varepsilon_{xx}^H dz; & A_c^{\nu H} &= \frac{1}{L_z} \int_Z \nu(m) Q(m) \varepsilon_{xx}^H z dz \\ A_{cz}^H &= \frac{1}{L_z} \int_Z Q(m) \varepsilon_{xx}^H z dz; & A_{cz}^{\nu H} &= \frac{1}{L_z} \int_Z \nu(m) Q(m) \varepsilon_{xx}^H z dz \end{aligned} \quad (3.27)$$

Une fois que les déformations et les courbures sont connues, les propriétés du matériau  $\nu(m)$  et  $E(m)$ , qui sont données à travers des relations intégrales Eq.(3.27), peuvent être identifiées. En mécanique expérimentale, il est classique de mesurer directement les courbures et les déformations résiduelles,  $\varepsilon_{xx}^0 - \frac{A_c^H}{Q_c}$  et  $\varepsilon_{yy}^0 - \frac{A_c^H}{Q_c}$ . Par contre, la mesure directe des déformations de nature hygroscopique est difficile dans l'état transitoire, c'est-à-dire lorsque des gradients d'humidité sont présents dans l'échantillon. En effet, dans ce cas, le champ de déformation est hétérogène le long de l'épaisseur de la plaque.

Le problème (3.26) peut se réécrire comme

$$\begin{cases} \overline{Q_c}(c - \frac{A_c^H}{Q_c}) + \overline{Q_c^\nu}(d - \frac{A_c^H}{Q_c}) - \overline{Q_{cz}}a - \overline{Q_{cz}^\nu}b + \frac{\overline{Q_c^\nu}}{Q_c}A_c^H - A_c^{\nu H} = \sigma_{xx}^T \\ \overline{Q_c^\nu}(c - \frac{A_c^H}{Q_c}) + \overline{Q_c}(d - \frac{A_c^H}{Q_c}) - \overline{Q_{cz}^\nu}a - \overline{Q_{cz}}b + \frac{\overline{Q_c}}{Q_c}A_c^H - A_c^{\nu H} = \sigma_{yy}^T \\ \overline{Q_{cz}}(c - \frac{A_c^H}{Q_c}) + \overline{Q_{cz}^\nu}(d - \frac{A_c^H}{Q_c}) - \overline{Q_{cz^2}}a - \overline{Q_{cz^2}^\nu}b + (\frac{\overline{Q_{cz}}}{Q_c} + \frac{\overline{Q_{cz}^\nu}}{Q_c})A_{cz}^H - A_{cz}^{\nu H} = -\frac{M_{xx}}{L_z} \\ \overline{Q_{cz}^\nu}(c - \frac{A_c^H}{Q_c}) + \overline{Q_{cz}}(d - \frac{A_c^H}{Q_c}) - \overline{Q_{cz^2}^\nu}a - \overline{Q_{cz^2}}b + (\frac{\overline{Q_{cz}}}{Q_c} + \frac{\overline{Q_{cz}^\nu}}{Q_c})A_{cz}^H - A_{cz}^{\nu H} = -\frac{M_{yy}}{L_z} \end{cases} \quad (3.28)$$

ou sous forme matricielle

$$\begin{bmatrix} \overline{Q_c} & \overline{Q_c^\nu} & -\overline{Q_{cz}} & -\overline{Q_{cz}^\nu} \\ \overline{Q_c^\nu} & \overline{Q_c} & -\overline{Q_{cz}^\nu} & -\overline{Q_{cz}} \\ \overline{Q_{cz}} & \overline{Q_{cz}^\nu} & -\overline{Q_{cz^2}} & -\overline{Q_{cz^2}^\nu} \\ \overline{Q_{cz}^\nu} & \overline{Q_{cz}} & -\overline{Q_{cz^2}^\nu} & -\overline{Q_{cz^2}} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} c - \frac{A_c^H}{Q_c} \\ d - \frac{A_c^H}{Q_c} \\ a \\ b \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} \frac{\overline{Q_c^\nu}}{Q_c}A_c^H - A_c^{\nu H} \\ \frac{\overline{Q_c}}{Q_c}A_c^H - A_c^{\nu H} \\ (\frac{\overline{Q_{cz}}}{Q_c} + \frac{\overline{Q_{cz}^\nu}}{Q_c})A_{cz}^H - A_{cz}^{\nu H} \\ (\frac{\overline{Q_{cz}}}{Q_c} + \frac{\overline{Q_{cz}^\nu}}{Q_c})A_{cz}^H - A_{cz}^{\nu H} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \sigma_{xx}^T \\ \sigma_{yy}^T \\ -\frac{M_{xx}}{L_z} \\ -\frac{M_{yy}}{L_z} \end{bmatrix} \quad (3.29)$$

On remarque que le vecteur  $(c - \frac{A_c^H}{Q_c}, d - \frac{A_c^H}{Q_c}, a, b)$  dépend du temps via  $m$ , c'est-à-dire  $(c - \frac{A_c^H}{Q_c}, d - \frac{A_c^H}{Q_c}, a, b) \equiv (c - \frac{A_c^H}{Q_c}, d - \frac{A_c^H}{Q_c}, a, b)(t)$ . La mesure expérimentale directe du vecteur  $(c - \frac{A_c^H}{Q_c}, d - \frac{A_c^H}{Q_c}, a, b)$  élimine  $\beta$  des variables qui peuvent être identifiées en inversant le système Eq.(3.29). Dans la suite,  $\beta$  sera considérée comme connue et constante, comme montré expérimentalement dans [3] et [4]. Dans l'annexe B, l'écritures des équations (3.28) et (3.29) est détaillée.

### 3.3.1 Ecriture du problème direct

Le problème direct est obtenu lorsque les propriétés mécaniques ( $\beta$ ,  $\nu(m)$  et  $E(m)$  (Eq.(3.27))) et les chargements appliqués (forces normales et moments de flexion) sont connus tandis que le vecteur  $(c - \frac{A_c^H}{Q_c}, d - \frac{A_c^H}{Q_c}, a, b)$  est la seule inconnue de l'Eq.(3.29).

Dans l'annexe B, nous avons présenté et comparé les évolutions des déformations résiduelles d'une part et des courbures d'autre part lorsque  $\nu$  et  $E$  sont constants et dans le cas où  $\nu$  et  $E$  sont des fonctions de  $m$ .

### 3.3.2 Ecriture du problème inverse

Le problème inverse consiste à supposer les quantités  $(c - \frac{A_c^H}{Q_c}, d - \frac{A_c^H}{Q_c}, a, b)$  connues à  $t > 0$  (mesurées par les essais de traction ou flexion) et à chercher  $\nu(m)$  et  $E(m)$ . Le problème est non linéaire car l'application  $(\nu, E) \mapsto (c - \frac{A_c^H}{Q_c}, d - \frac{A_c^H}{Q_c}, a, b)$  est non linéaire ([43]). La Fig. 3.4 détaille les termes couplés dans le problème défini dans l'Eq.(3.29) en utilisant :

- la couleur rouge pour les termes couplés traction-flexion,
- la couleur violette pour les termes de traction,
- la couleur verte pour les termes de flexion.

$$\begin{bmatrix} \overline{Q_c} & \overline{Q_c^v} & -\overline{Q_{cz}} & -\overline{Q_{cz}^v} \\ \overline{Q_c^v} & \overline{Q_c} & -\overline{Q_{cz}^v} & -\overline{Q_{cz}} \\ \overline{Q_{cz}} & \overline{Q_{cz}^v} & -\overline{Q_{cz^2}} & -\overline{Q_{cz^2}^v} \\ \overline{Q_{cz}^v} & \overline{Q_{cz}} & -\overline{Q_{cz^2}^v} & -\overline{Q_{cz^2}} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} c - \frac{A_c^H}{Q_c} \\ d - \frac{A_c^H}{Q_c} \\ a \\ b \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} \overline{Q_c^v} A_c^H - A_c^{\nu H} \\ \overline{Q_c} A_c^H - A_c^{\nu H} \\ (\frac{\overline{Q_{cz}}}{Q_c} + \frac{\overline{Q_{cz}^v}}{Q_c}) A_{cz}^H - A_{cz}^{\nu H} \\ (\frac{\overline{Q_{cz}}}{Q_c} + \frac{\overline{Q_{cz}^v}}{Q_c}) A_{cz}^H - A_{cz}^{\nu H} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \sigma_{xx}^T \\ \sigma_{yy}^T \\ \frac{M_{xx}}{L_z} \\ \frac{M_{yy}}{L_z} \end{bmatrix}$$

FIGURE 3.4 – Description du problème inverse en fonction de l'essai

Les paramètres à identifier  $\nu(m)$  et  $E(m)$  apparaissent seulement sous forme intégrale (Eq.(3.27)), une solution générale du problème inverse ne peut donc pas être trouvée. L'identification de  $\nu(m)$  et  $E(m)$  nécessite de postuler des hypothèses sur leurs dépendances par rapport à  $m$ . Dans ce chapitre, des dépendances particulières sont postulées et discutées.

#### 3.3.2.1 $\nu(m)$ et $E(m)$ fonctions polynomiales de $m$

Une dépendance polynomiale de  $E$  et  $\nu$  par rapport à  $m$  est étudiée. Sous cette hypothèse, les quantités  $\overline{Q_{cz}}$ ,  $\overline{Q_{cz}^v}$ ,  $A_{cz}^H$  et  $A_{cz}^{\nu H}$  sont nulles car  $m$  est symétrique par rapport à l'épaisseur. Cela se traduit dans la Fig. 3.4 par le fait que les blocs rouges et violets de la matrice (premier terme) sont

nuls, menant à un problème avec une matrice diagonale par blocs comme suit

$$\begin{bmatrix} \overline{Q_c} & \overline{Q_c^\nu} & 0 & 0 \\ \overline{Q_c^\nu} & \overline{Q_c} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -\overline{Q_{cz^2}} & -\overline{Q_{cz^2}^\nu} \\ 0 & 0 & -\overline{Q_{cz^2}^\nu} & -\overline{Q_{cz^2}} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} c - \frac{A_c^H}{\overline{Q_c}} \\ d - \frac{A_c^H}{\overline{Q_c}} \\ a \\ b \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} \frac{\overline{Q_c^\nu}}{\overline{Q_c}} A_c^H - A_c^{\nu H} \\ \frac{\overline{Q_c}}{\overline{Q_c}} A_c^H - A_c^{\nu H} \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \sigma_{xx}^T \\ \sigma_{yy}^T \\ -\frac{M_{xx}}{L_z} \\ -\frac{M_{yy}}{L_z} \end{bmatrix} \quad (3.30)$$

Sous l'hypothèse de dépendances polynomiales, le problème peut être séparé en deux systèmes indépendants :

– un lié à la sollicitation de traction

$$\begin{bmatrix} \overline{Q_c} & \overline{Q_c^\nu} \\ \overline{Q_c^\nu} & \overline{Q_c} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} c - \frac{A_c^H}{\overline{Q_c}} \\ d - \frac{A_c^H}{\overline{Q_c}} \end{bmatrix} + \left( \frac{\overline{Q_c^\nu}}{\overline{Q_c}} A_c^H - A_c^{\nu H} \right) \begin{bmatrix} 1 \\ 1 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \sigma_{xx}^T \\ \sigma_{yy}^T \end{bmatrix} \quad (3.31)$$

– un autre lié à la sollicitation de flexion

$$\begin{bmatrix} \overline{Q_{cz^2}} & \overline{Q_{cz^2}^\nu} \\ \overline{Q_{cz^2}^\nu} & \overline{Q_{cz^2}} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} a \\ b \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{M_{xx}}{L_z} \\ \frac{M_{yy}}{L_z} \end{bmatrix} \quad (3.32)$$

Considérer des dépendances polynomiales de  $\nu(m)$  et  $E(m)$  permet de simplifier le problème inverse dans la mesure où la traction et la flexion sont découplées. Notons néanmoins que chaque système reste non linéaire.

## 3.4 Solution du problème inverse pour des dépendances particulières des propriétés mécaniques

### 3.4.1 $\nu$ et $E$ fonctions linéaires de $m$

Le problème inverse est maintenant considéré pour une dépendance linéaire de  $\nu$  et  $E$  par rapport à  $m$

$$\begin{cases} \nu(m) = \xi m + \mu \\ E(m) = \alpha m + \eta \end{cases} \quad (3.33)$$

4 paramètres  $\xi$ ,  $\mu$ ,  $\alpha$  et  $\eta$  doivent être identifiés pour chaque essai. Les systèmes Eq.(3.31) et Eq.(3.32) sont des systèmes de deux équations à quatre inconnues.

Cependant, ces systèmes peuvent être résolus en considérant deux étapes :

- à  $t = 0$ ,  $m = 0$ ,  $\mu$  et  $\eta$  peuvent être identifiés
- à un temps donné  $t > 0$ ,  $\xi$  et  $\alpha$  peuvent être identifiés,  $\mu$  et  $\eta$  étant identifiés dans l'étape 1.

#### 3.4.1.1 Essai de traction uniaxiale

Nous nous restreignons ici à un essai de traction uniaxiale selon la direction  $x$ . Dans l'Eq.(3.31), les quantités suivantes contiennent les paramètres à identifier.

$$\begin{aligned} \overline{Q_c}(t, \alpha, \eta, \xi, \mu) &= \frac{1}{L_z} \int_Z \frac{\alpha m + \eta}{1 - (\xi m + \mu)^2} dz \\ \overline{Q_c^\nu}(t, \alpha, \eta, \xi, \mu) &= \frac{1}{L_z} \int_Z \frac{(\xi m + \mu)(\alpha m + \eta)}{1 - (\xi m + \mu)^2} dz \\ A_c^{\nu H}(t, \alpha, \eta, \xi, \mu, \beta) &= \frac{1}{L_z} \int_Z \frac{\beta(\xi m + \mu)(\alpha m + \eta)m}{1 - (\xi m + \mu)^2} dz \\ A_c^H(t, \alpha, \eta, \xi, \mu, \beta) &= \frac{1}{L_z} \int_Z \frac{\beta(\alpha m + \eta)m}{1 - (\xi m + \mu)^2} dz \end{aligned} \quad (3.34)$$

A  $t = 0$ , les quantités  $\overline{Q}_c$  et  $\overline{Q}_c^\nu$  dépendent seulement de  $\mu$  et  $\eta$ , les quantités  $A_c^H$  et  $A_c^{\nu H}$  étant nulles.

$$\begin{aligned}\overline{Q}_c(0, \alpha, \eta, \xi, \mu) &= \frac{\eta}{1 - \mu^2} \\ \overline{Q}_c^\nu(0, \alpha, \eta, \xi, \mu) &= \frac{\mu\eta}{1 - \mu^2} \\ A_c^H(0, \alpha, \eta, \xi, \mu) &= A_c^{\nu H}(0, \alpha, \eta, \xi, \mu) = 0\end{aligned}\quad (3.35)$$

L'Eq.(3.31) se réduit à l'Eq.(3.36) où les solutions sont données dans (3.37) pour le cas particulier de la traction uniaxiale selon  $x$

$$\begin{cases} \eta c(0) + \mu\eta d(0) = (1 - \mu^2)\sigma_{xx}^T \\ \mu c(0) + d(0) = 0 \end{cases}\quad (3.36)$$

et

$$\begin{cases} \mu = -\frac{d(0)}{c(0)} \\ \eta = \frac{(1 - \mu^2)\sigma_{xx}^T}{c(0) + \mu d(0)} = \frac{\sigma_{xx}^T}{c(0)} \end{cases}\quad (3.37)$$

L'Eq.(3.36) reste un problème non linéaire car la première équation est non linéaire. Cependant, la linéarité de la seconde équation et la nullité du second membre permettent de résoudre analytiquement l'Eq.(3.36).

Au temps  $t = t_1^T > 0$ , l'erreur de mesure expérimentale est supposée égale à  $\tau$ , c'est-à-dire les mesures entre deux temps consécutifs sont considérées différentes si la différence est au moins de  $\tau$ . Avant l'identification, les relations suivantes doivent être satisfaites

$$\begin{aligned}\left| \frac{(c - \frac{A_c^H}{Q_c})(0) - (c - \frac{A_c^H}{Q_c})(t_1^T)}{(c - \frac{A_c^H}{Q_c})(0)} \right| &= \tau \\ \left| \frac{(d - \frac{A_c^H}{Q_c})(0) - (d - \frac{A_c^H}{Q_c})(t_1^T)}{(d - \frac{A_c^H}{Q_c})(0)} \right| &= \tau\end{aligned}\quad (3.38)$$

$\xi$  et  $\alpha$  sont ensuite déterminés en résolvant le système non linéaire (3.39) où les solutions dépendent des paramètres connus :  $\beta$  et le chargement de traction imposé noté  $\sigma_{xx}^T$

$$\begin{cases} \overline{Q}_c(c - \frac{A_c^\nu}{Q_c}) + \overline{Q}_c^\nu(d - \frac{A_c^\nu}{Q_c}) + \frac{\overline{Q}_c^\nu}{Q_c}A_c^H - A_c^{\nu H} = \sigma_{xx}^T \\ \overline{Q}_c^\nu(c - \frac{A_c^\nu}{Q_c}) + \overline{Q}_c(d - \frac{A_c^\nu}{Q_c}) + \frac{\overline{Q}_c^\nu}{Q_c}A_c^H - A_c^{\nu H} = 0 \end{cases}\quad (3.39)$$

où

$$\begin{aligned}\overline{Q}_c &\equiv \overline{Q}_c(t_1^T, \alpha, \xi) \\ \overline{Q}_c^\nu &\equiv \overline{Q}_c^\nu(t_1^T, \alpha, \xi) \\ A_c^H &\equiv A_c^H(t_1^T, \alpha, \xi, \beta)\end{aligned}\quad (3.40)$$

### 3.4.1.2 Essai de flexion uniaxiale

Considérons maintenant un essai de flexion uniaxiale selon l'axe  $x$  (axe de la longueur de la plaque). Cela implique  $M_{yy} = 0$ . Les quantités suivantes dépendent de  $\xi, \alpha, \mu$  et  $\eta$

$$\begin{aligned}\overline{Q_{cz^2}}(t, \alpha, \eta, \xi, \mu) &= \frac{1}{L_z} \int_Z \frac{(\alpha m + \eta)z^2}{1 - (\xi m + \mu)^2} dz \\ \overline{Q_{cz^2}^\nu}(t, \alpha, \eta, \xi, \mu) &= \frac{1}{L_z} \int_Z \frac{(\xi m + \mu)(\alpha m + \eta)z^2}{1 - (\xi m + \mu)^2} dz \\ A_{cz}^{\nu H}(t, \alpha, \eta, \xi, \mu, \beta) &= \frac{1}{L_z} \int_Z \frac{\beta(\xi m + \mu)(\alpha m + \eta)mz}{1 - (\xi m + \mu)^2} dz \\ A_{cz}^H(t, \alpha, \eta, \xi, \mu, \beta) &= \frac{1}{L_z} \int_Z \frac{\beta(\alpha m + \eta)mz}{1 - (\xi m + \mu)^2} dz\end{aligned}\quad (3.41)$$

et au temps  $t = 0$ , cela se réduit à

$$\begin{aligned}\overline{Q_{cz^2}}(0, \alpha, \eta, \xi, \mu) &= \frac{\eta L_z^2}{12(1 - \mu^2)} \\ \overline{Q_{cz^2}^\nu}(0, \alpha, \eta, \xi, \mu) &= \frac{\mu \eta L_z^2}{12(1 - \mu^2)} \\ A_{cz}^H(0, \alpha, \eta, \xi, \mu) &= A_{cz}^{\nu H}(0, \alpha, \eta, \xi, \mu) = 0\end{aligned}\quad (3.42)$$

menant à la résolution du système suivant

$$\begin{cases} \eta a(0) + \mu \eta b(0) = \frac{12(1 - \mu^2)\sigma_{xx}^T}{L_z} \\ \mu a(0) + b(0) = 0 \end{cases}\quad (3.43)$$

La solution de ce système est

$$\begin{cases} \mu = -\frac{b(0)}{a(0)} \\ \eta = \frac{12(1 - \mu^2)\sigma_{xx}^T}{(a(0) + \mu b(0))L_z} = \frac{12\sigma_{xx}^T}{a(0)L_z} \end{cases}\quad (3.44)$$

On peut remarquer que la contrainte de traction  $\sigma_{xx}^T$  apparaît dans le problème de flexion car elle est associée au moment de flexion  $M_{xx}$  à travers la relation

$$\sigma_{xx}^T = \frac{N_{xx}}{L_z} = \frac{M_{xx}}{L_z^2}$$

Au temps  $t = t_1^f > 0$  tel que les courbes sont suffisamment séparées (d'au moins  $\tau$ )

$$\begin{aligned}\left| \frac{a(0) - a(t_1^f)}{a(0)} \right| &= \tau \\ \left| \frac{b(0) - b(t_1^f)}{b(0)} \right| &= \tau\end{aligned}\quad (3.45)$$

le système s'écrit

$$\begin{cases} \overline{aQ_{cz^2}} + \overline{bQ_{cz^2}^\nu} = \sigma_{xx}^T L_z \\ \overline{aQ_{cz^2}^\nu} + \overline{bQ_{cz^2}} = 0 \end{cases}\quad (3.46)$$

où

$$\begin{aligned}\overline{Q_{cz^2}} &\equiv \overline{Q_{cz^2}}(t_1^f, \alpha, \xi) \\ \overline{Q_{cz^2}^\nu} &\equiv \overline{Q_{cz^2}^\nu}(t_1^f, \alpha, \xi)\end{aligned}\quad (3.47)$$

Ce système est un système non linéaire de deux équations à de deux inconnues où les solutions ne dépendent pas de  $\beta$ .

### 3.4.2 $\nu$ constant et $E$ fonction linéaire de $m$

Dans ce cas

$$\begin{aligned} \nu(m) &= \nu \\ E(m) &= \alpha m + \eta \end{aligned} \quad (3.48)$$

Ce type de dépendance est cohérent avec ce qui est souvent observé dans la littérature ([4], [3]).

#### 3.4.2.1 Essai de traction uniaxiale

En considérant un essai de traction uniaxiale dans la direction  $x$ , l'Eq.(3.39) se réduit à

$$\begin{cases} \frac{B_c}{1-\nu^2} \left[ \left( c - \frac{A_c}{B_c} \right) + \nu \left( d - \frac{A_c}{B_c} \right) \right] = \sigma_{xx}^T \\ \nu \left( c - \frac{A_c}{B_c} \right) + \left( d - \frac{A_c}{B_c} \right) = 0 \end{cases} \quad (3.49)$$

où  $B_c$  peut être considéré comme une valeur moyenne du module d'Young

$$B_c = \frac{1}{L_z} \int_{-\frac{L_z}{2}}^{\frac{L_z}{2}} E(m) dz$$

et

$$A_c = \frac{1}{L_z} \int_{-\frac{L_z}{2}}^{\frac{L_z}{2}} E(m) \varepsilon_{xx}^H dz$$

La pente de la courbe de traction  $\sigma_{xx}^T$  vs.  $\left( c - \frac{A_c}{B_c} \right)$ , évolue (décroit) avec le temps alors que le temps de conditionnement croît (Fig. 3.5). On peut remarquer que les déformations résiduelles n'ont pas la même expression que dans le cas où  $\nu$  est une fonction linéaire de  $m$ . En fait, dans l'Eq.(3.49), le terme  $\frac{A_c^H}{Q_c}$  correspond à  $\frac{A_c}{B_c}$  car

$$\frac{A_c^H}{Q_c} = \frac{\frac{A_c}{1-\nu^2}}{\frac{B_c}{1-\nu^2}} = \frac{A_c}{B_c}$$

L'Eq.(3.49) reste non linéaire par rapport aux inconnues  $\nu$  et  $B_c$ . La seconde équation dans l'Eq.(3.49) permet de calculer  $\nu$  qui est ensuite inséré dans la première équation pour déterminer  $B_c$

$$\begin{cases} \nu = -\frac{d - \frac{A_c}{B_c}}{c - \frac{A_c}{B_c}} \\ B_c = \frac{\sigma_{xx}^T}{c - \frac{A_c}{B_c}} \end{cases} \quad (3.50)$$

L'existence de solutions analytiques, Eq.(3.50), du système non linéaire, Eq.(3.49), permet de pallier les difficultés associées à la résolution des systèmes non linéaires. On peut remarquer que les solutions  $\nu$  et  $B_c$  dépendent des inconnues  $\alpha$  et  $\eta$  et du coefficient de dilatation hygroscopique  $\beta$  contenu dans les quantités  $A_c$  et  $B_c$ . Mais cela n'introduit pas de difficultés car les quantités  $c - \frac{A_c}{B_c}$  et  $d - \frac{A_c}{B_c}$  sont mesurées expérimentalement. La pente  $B_c$  peut donc être exprimée comme une fonction de  $\alpha$  et  $\eta$  par

$$B_c = \alpha \bar{m} + \eta \quad (3.51)$$

où  $\bar{m}$  est la moyenne de  $m$  selon l'épaisseur

$$\bar{m} = \frac{1}{L_z} \int_{-\frac{L_z}{2}}^{\frac{L_z}{2}} m dz \quad (3.52)$$

Au temps  $t = 0$  c'est-à-dire pour un échantillon sec,  $B_c(0)$  est calculé. Après un temps de conditionnement en humidité  $t = t_1^T > 0$ , une autre pente est calculée pour obtenir une différence de  $\tau$  avec  $B_c(0)$

$$\left| \frac{B_c(0) - B_c(t_1^T)}{B_c(0)} \right| = \tau \quad (3.53)$$

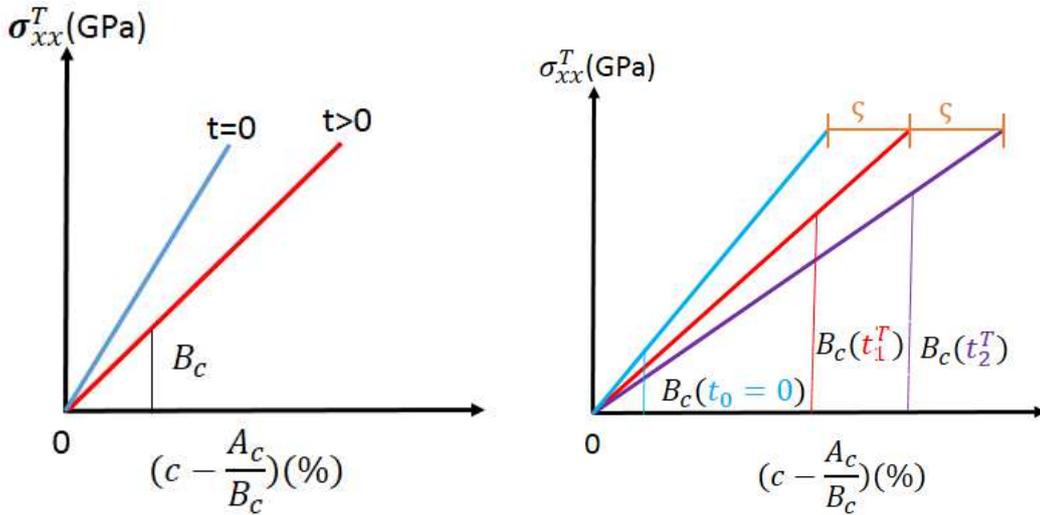


FIGURE 3.5 – Illustration des courbes de traction (à gauche) à différents temps (à droite) avec une différence minimum de  $\tau$  entre 2 pentes consécutives

Cette différence doit être satisfaite pour deux valeurs de pente consécutives comme illustré en Fig. 3.5. En notant  $\alpha^T$  et  $\eta^T$  les paramètres de l'Eq.(3.51) pour un essai de traction, les valeurs de  $\alpha_1^T$ ,  $\alpha_2^T$ , ... identifiées aux temps  $t_1^T, t_2^T$ , ... doivent satisfaire une relation du type (3.53) entre deux temps consécutifs.  $\nu$  et  $B_c$  étant identifiés par la relation (3.50), l'identification de  $\alpha^T$  et  $\eta^T$  est faite avec la pente  $B_c$ . En effet,  $B_c$  est une fonction du temps à travers la dépendance de  $\bar{m}$  au temps. Pour un échantillon sec, on a

$$B_c(0) = \alpha^T \bar{m}(0) + \eta^T$$

et pour  $\bar{m}(0) = 0$ , cela mène à

$$\eta^T = B_c(0) = \frac{\sigma_{xx}^T}{c(0)} \quad (3.54)$$

Après cette étape,  $\eta^T$  est utilisé pour déterminer  $\alpha^T$  après un conditionnement en humidité de l'échantillon. Au temps  $t_1^T > 0$ , on a

$$\alpha_1^T = \frac{B_c(t_1^T) - B_c(0)}{\bar{m}(t_1^T)} \quad (3.55)$$

Une difficulté peut être la détermination du temps  $t_1^T$  permettant d'identifier  $\alpha_1^T$ . En effet, ce temps n'est pas connu a priori. Néanmoins, un intervalle de variation de ce temps peut être déterminé grâce à la connaissance de la teneur en eau à saturation  $m_\infty$ . En utilisant la relation (3.53), il vient

$$\alpha_1^T \bar{m}(t_1^T) = -\tau \eta^T \quad (3.56)$$

Comme  $\bar{m}$  est plus petite que  $m_\infty$  pour tous les temps, on obtient

$$\bar{m} \leq m_\infty \implies \alpha_1^T \leq -\frac{\tau \eta^T}{m_\infty} \quad (3.57)$$

De plus, comme le module d'Young est toujours positif, on en déduit

$$E(m_\infty) > 0 \implies \alpha_1^T > -\frac{\eta^T}{m_\infty} \quad (3.58)$$

A partir des équations Eq.(3.57) et Eq.(3.58), un intervalle de variation de  $\alpha_1^T$  est déduit

$$-\frac{\eta^T}{m_\infty} < \alpha_1^T \leq -\frac{\tau \eta^T}{m_\infty} \quad (3.59)$$

Remarquons que  $\eta^T$  et  $m_\infty$  qui sont connus avant le conditionnement permettent de déterminer l'intervalle de variation de  $\alpha_1^T$ . Chaque borne de cet intervalle permet ensuite l'évaluation du temps  $t_1^T$  grâce à l'équation (3.56) car  $\bar{m}$  est une fonction croissante du temps et est réversible.

### 3.4.2.2 Essai de flexion uniaxiale

Considérons maintenant un essai de flexion uniaxiale dans la direction  $x$ , le problème se réduit à

$$\begin{cases} B_c^f(a + \nu b) = (1 - \nu^2) \frac{M_{xx}}{L_z} \\ \nu a + b = 0 \end{cases} \quad (3.60)$$

où

$$B_c^f L_z^2 = B_{cz^2} = \frac{1}{L_z} \int_{-\frac{L_z}{2}}^{\frac{L_z}{2}} E(m) z^2 dz \quad (3.61)$$

et  $B_c^f$  est la pente de la courbe de flexion  $\sigma_{xx}^T$  vs.  $a$  (Fig. 3.6)

$$\begin{cases} \nu = -\frac{b}{a} \\ B_c^f = \frac{\sigma_{xx}^T}{a L_z} = \frac{1}{L_z^2} B_{cz^2} \end{cases} \quad (3.62)$$

Comme dans le cas de la traction, une différence d'au moins  $\tau$  entre les pentes est nécessaire pour que les courbes soient suffisamment séparées comme illustré en Fig. 3.6

$$\left| \frac{B_c^f(0) - B_c^f(t_1^f)}{B_c^f(0)} \right| = \tau \quad (3.63)$$

Les paramètres à identifier ne sont pas contenus dans les quantités mesurées : les courbures longi-

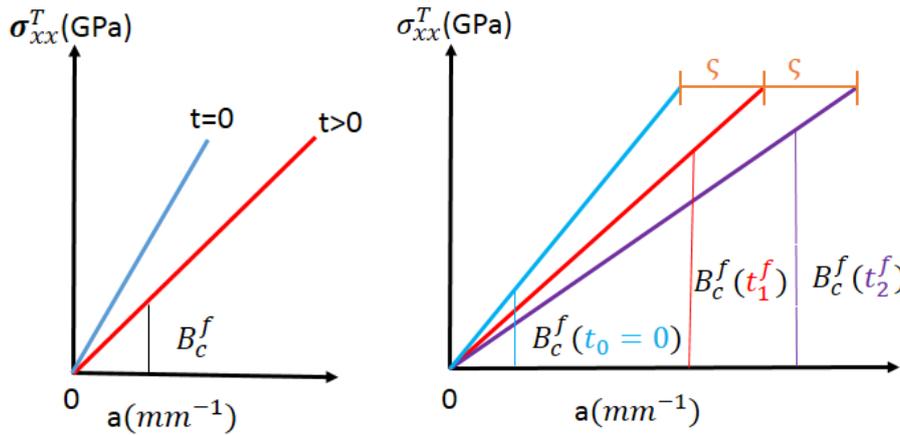


FIGURE 3.6 – Illustration des courbes de flexion (à gauche) à différents temps (à droite) avec une différence minimale de  $\tau$  entre deux pentes consécutives

tudinales et transversales  $a$  et  $b$  respectivement.

La pente de la courbe de flexion  $B_c^f$  peut être exprimée par rapport à  $\alpha^f$  et  $\eta^f$  par

$$B_c^f = \frac{\alpha_1^f}{L_z^2} m z^2 + \frac{\eta^f}{12} \quad (3.64)$$

où  $\alpha^f$  et  $\eta^f$  sont les équivalents de  $\alpha^T$  et  $\eta^T$  pour un essai de flexion.

Pour un échantillon sec, on a

$$\eta^f = 12 B_c^f(0) = \frac{12 \sigma_{xx}^T}{a(0) L_z} \quad (3.65)$$

Au temps  $t = t_1^f$  tel que la condition (3.63) soit satisfaite, il vient

$$\alpha_1^f = \frac{(12 B_c^f(t_1^f) - B_c^f(0)) L_z^2}{12 m z^2 (t_1^f)} \quad (3.66)$$

L'intervalle de variation de  $\alpha_1^f$  est calculé en utilisant (3.63)

$$\alpha_1^f \overline{mz^2}(t_1^f) = -\frac{\tau \eta^f L_z^2}{12} \quad (3.67)$$

Comme  $\overline{mz^2}$  est une fonction croissante qui converge vers  $m_\infty \frac{L_z^2}{12}$  si  $t$  tend vers  $+\infty$ , il vient

$$\overline{mz^2} \leq m_\infty \frac{L_z^2}{12} \implies \alpha_1^f \leq -\frac{\tau \eta^f}{m_\infty} \quad (3.68)$$

et la relation (3.58) devient

$$-\frac{\eta^f}{m_\infty} < \alpha_1^f \leq -\frac{\tau \eta^f}{m_\infty} \quad (3.69)$$

Les propriétés mécaniques ne dépendent pas de l'essai choisi

$$\alpha_1^T = \alpha_1^f = \alpha_1$$

ce qui justifie le fait que les deux paramètres  $\eta^T$  et  $\eta^f$  ont le même intervalle de variation.

### 3.4.2.3 Validation de la dépendance linéaire de $E(m)$ sur $m$

Afin de valider la dépendance linéaire de  $E(m)$  sur  $m$ , un autre temps de conditionnement,  $t_2$ , doit être considéré : la valeur de  $\alpha$  est évaluée à ce nouveau temps,  $t_2$ , et est notée  $\alpha_2$ . Cette valeur est telle que

$$\left| \frac{B_c(t_1^T) - B_c(t_2^T)}{B_c(t_1^T)} \right| = \tau$$

$$\left| \frac{B_c(t_1^f) - B_c(t_2^f)}{B_c(t_1^f)} \right| = \tau$$

$\alpha_2$  prend la forme

$$\alpha_2^T = \frac{B_c(t_1^T) - B_c(t_2^T)}{\overline{m}(t_1^T) - \overline{m}(t_2^T)} = \frac{(B_c^f(t_1^f) - B_c^f(t_2^f))L_z^2}{\overline{mz^2}(t_1^f) - \overline{mz^2}(t_2^f)} = \alpha_2^f = \alpha_2 \quad (3.70)$$

avec une précision de

$$\Delta\alpha = \left| \frac{\alpha_1 - \alpha_2}{\alpha_1} \right| \quad (3.71)$$

Si  $\Delta\alpha \leq \varepsilon$ , la linéarité de  $E(m)$  est vérifiée.

### 3.4.2.4 Identification dans le cas saturé en utilisant un essai de traction

Dans cette partie, l'identification est menée sur un cas saturé en considérant un essai de traction (similaire à celui fait dans [4]). Rappelons que  $\nu$  est supposé constant et  $E$  est supposé varier linéairement par rapport à  $m_\infty$

$$\nu = -\frac{d - \beta m_\infty}{c - \beta m_\infty}$$

$$E(m_\infty) = \alpha m_\infty + \eta = \frac{\sigma_{xx}^T}{c - \beta m_\infty} \quad (3.72)$$

Afin de garantir cela, un paramètre  $P$  déduit du rapport  $\frac{A_c}{B_c}$  est introduit. Pour approximer le terme  $\frac{A_c}{B_c}$  par  $\beta m_\infty$  dans les déformations résiduelles,  $P$  est écrit comme

$$P(t, \alpha) = \frac{\frac{1}{L_z} \int_{-\frac{L_z}{2}}^{\frac{L_z}{2}} E(m) m dz}{B_c \overline{m}} \quad (3.73)$$

tel que

$$\frac{A_c}{B_c} = \beta P \bar{m}$$

$P$  ne dépend pas du paramètre  $\eta$  car  $\eta$  est identifié sur un échantillon sec. De plus,  $P$  tend vers 1 si  $t$  tend vers  $+\infty$  (temps où la saturation est atteinte). Les relations (3.50) et (3.72) coïncident à l'état stationnaire. L'identification de  $\alpha$  pour ces deux cas peut s'écrire

$$\begin{cases} \alpha = \frac{\sigma_{xx}^T}{(c - \beta P \bar{m}) \bar{m}} - \frac{\eta}{\bar{m}} & \text{échantillon à gradients d'humidité} \\ \alpha = \frac{\sigma_{xx}^T}{(c - \beta m_\infty) m_\infty} - \frac{\eta}{m_\infty} & \text{échantillon saturé} \end{cases} \quad (3.74)$$

Le paramètre  $P$  décrit en quelque sorte la distance entre le cas transitoire et le cas saturé, où  $P$  proche de 1 signifie proche de la saturation et  $P \ll 1$  signifie loin de la saturation. Une étude menée sur le paramètre  $P$  permet de déterminer les intervalles de  $\alpha$  et de temps pour lesquels l'identification est faisable proche de la saturation pour tous les cas, par exemple lorsque  $P$  est égal à 0,8 ou 0,9.

### 3.5 Résultats numériques

Toutes les simulations sont menées avec les paramètres suivants :  $D_{zz} = 0,016 \text{mm}^2 \cdot \text{h}^{-1}$ ,  $m_\infty = 3,1\%$  et  $\beta = 0,22$ . Ces paramètres ont été mesurés expérimentalement dans [4] pour une résine RTM6. Expérimentalement, il est montré que  $\beta$  ne dépend pas de  $m$  dans l'intervalle de variation considéré.

#### 3.5.1 $\nu$ et $E$ fonctions linéaires de $m$

Le module d'Young dépend linéairement de  $m$  ([4]) et est donné par la relation

$$E(m) = \alpha m + \eta = -20,46m + 3,14. \quad (3.75)$$

De plus, il est supposé que le coefficient de Poisson dépend linéairement de  $m$  avec une relation de la forme

$$\nu(m) = \xi m + \mu = 4,84m + 0,20$$

Les simulations concernent une plaque d'épaisseur  $L_z$  égale à 4mm.

L'équation de diffusion (3.1) a été résolue avec la méthode PGD (Proper Generalized Decomposition) qui consiste à chercher la solution sous la forme d'une représentation séparée

$$C(t, z) = \sum_{i=1}^M T_i(t) Z_i(z)$$

La teneur en eau moyenne,  $\bar{m}$ , est illustrée dans la Fig. 3.7 comme une fonction du temps. Les Figs. 3.8, 3.9 illustrent les champs  $m$ ,  $E(m)$  et  $\nu(m)$  selon l'épaisseur (direction  $z$  de la plaque) pour différents temps jusqu'à saturation. Notons que ces différents champs ont des évolutions symétriques par rapport à  $z = 0$ .

Pour un chargement de traction  $\sigma_{xx}^T = 0,045 \text{ GPa}$ , les évolutions temporelles des déformations résiduelles longitudinales et transversales,  $c - \frac{A_c^H}{Q_c}$  et  $d - \frac{A_c^H}{Q_c}$ , et les courbures longitudinales et transversales,  $a$  et  $b$ , sont illustrées en Fig.3.10 et Fig.3.11 respectivement. Même si une solution analytique  $\nu(m)$  ne peut pas être déterminée à cause de la non linéarité de l'Eq.(3.39), l'intervalle du coefficient de Poisson est entre 0 et 0,5 et a les mêmes évolutions que les rapports  $-\frac{d - \frac{A_c^H}{Q_c}}{d - \frac{A_c^H}{Q_c}}$  et

$-\frac{b}{a}$ . Cela explique le fait que les déformations résiduelles (et les courbures) ont un signe opposé. Les systèmes Eq. (3.39) et Eq. (3.46) étant non linéaires, leurs solutions peuvent dépendre de la solution initiale. Néanmoins, avec le solveur non linéaire de Matlab, lsqnonlin, la solution du système est stable par rapport à la condition initiale.

Pour mener l'identification, il est supposé dans ce qui suit que les paramètres identifiés sur l'échantillon sec sont  $\mu = 0,20$  et  $\eta = 3,14 \text{ GPa}$ .

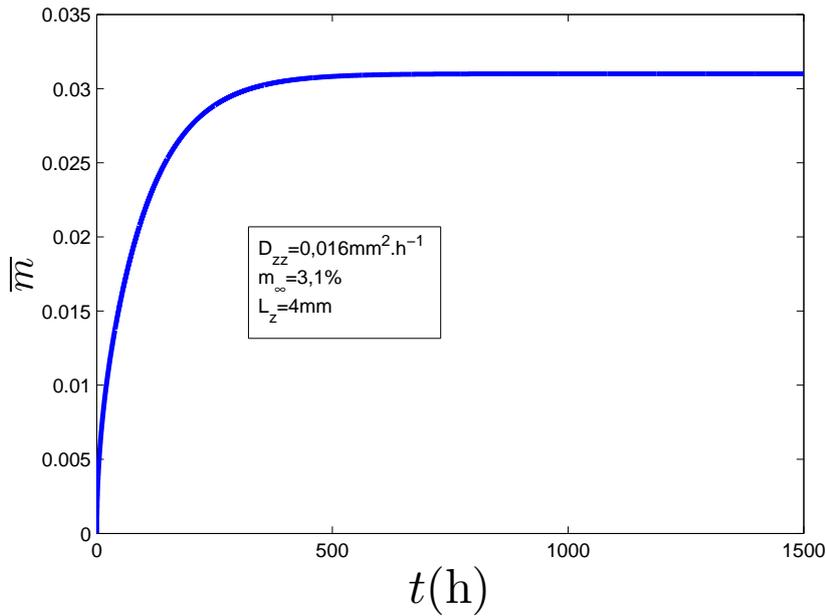


FIGURE 3.7 – Evolution de la moyenne  $m$ ,  $\bar{m}$ , en fonction de  $t$

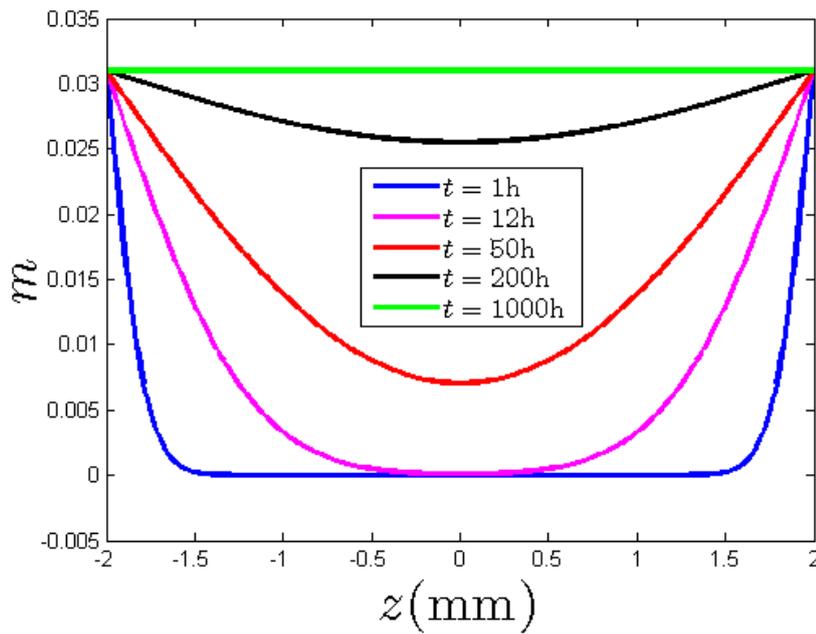


FIGURE 3.8 – Evolution de  $m$  selon l'épaisseur  $z$  pour différents temps

### 3.5.1.1 Essai de traction uniaxiale

La Fig.3.12 illustre les évolutions des paramètres identifiés,  $\xi$  et  $\alpha$ , en fonction du temps. Une croissance linéaire de  $\xi$  et une décroissance de  $\alpha$  sont obtenues avec de fortes pentes pour les temps courts. Après cela, un plateau est atteint à environ 70h. En effet, après 70h, ces paramètres convergent vers  $\xi = 4,82$  et  $\alpha = -20,44$  GPa avec une erreur relative de  $10^{-2}$  (les valeurs cibles étant  $\xi = 4,84$  et  $\alpha = -20,46$  GPa). Le temps minimum pour l'identification est d'environ 3h, ce qui correspond au temps où un fort gradient d'humidité proche des surfaces de la plaque apparaît.

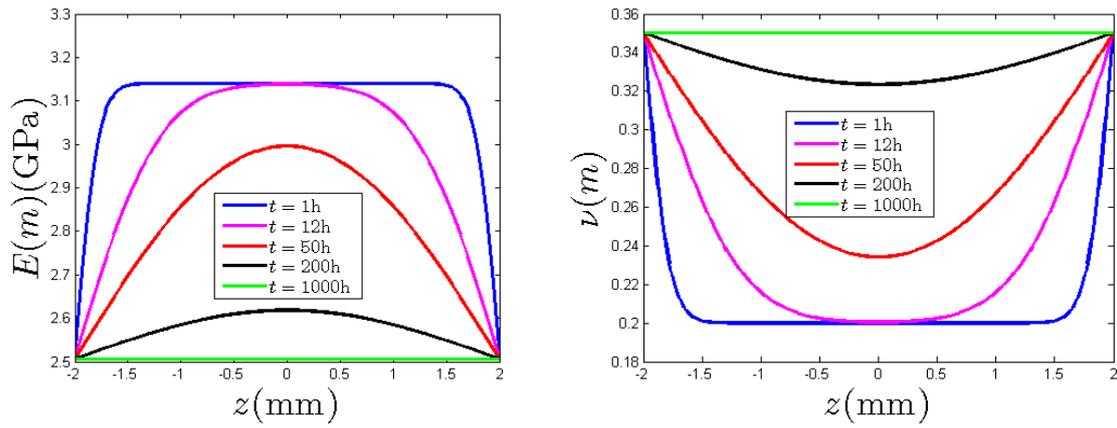


FIGURE 3.9 – Evolution de  $E(m)$  et  $\nu(m)$  selon l'épaisseur  $z$  pour différents temps

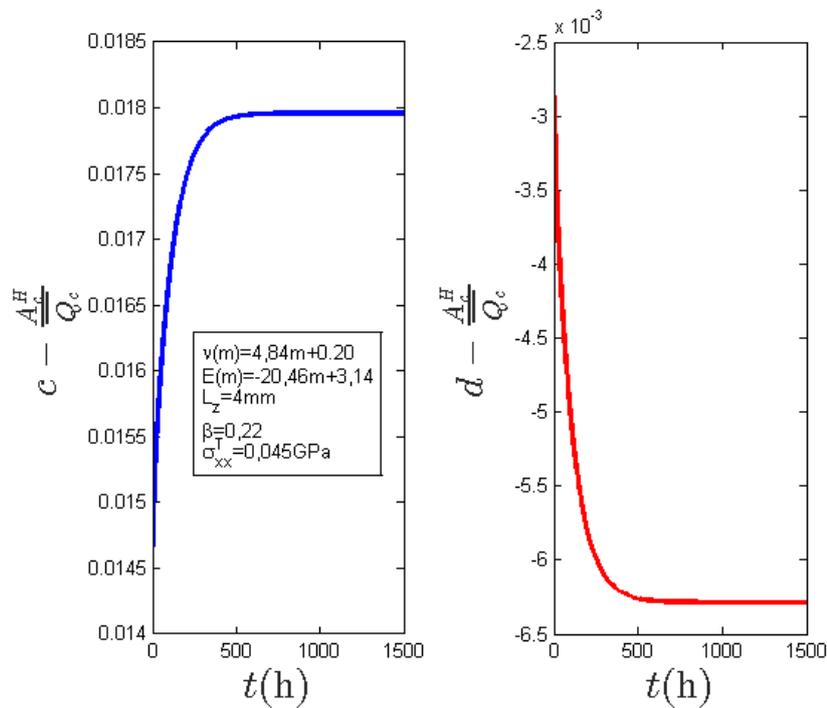


FIGURE 3.10 – Evolution des déformations résiduelles,  $c - \frac{A_c^H}{Q_c}$  et  $d - \frac{A_c^H}{Q_c}$  en fonction du temps

### 3.5.1.2 Essai de flexion uniaxiale

La Fig.3.13 illustre l'évolution temporelle des paramètres  $\xi$  et  $\alpha$ . On peut remarquer que la convergence est atteinte pour les valeurs cibles exactes ( $\xi = 4,84$  et  $\alpha = -20,46$  GPa) à environ 30h. L'identification faite avec les essais de flexion est plus précise et nécessite un temps de conditionnement moins important que celle avec les essais de traction. Les différences entre les deux essais peuvent être liées soit au fait que le paramètre  $\beta$  doit être connu pour l'identification avec l'essai de traction soit au fait que l'essai de flexion est plus sensible à la présence de forts gradients d'humidité selon l'épaisseur de la plaque.

### 3.5.1.3 Influence de $\sigma_{xx}^T$ sur les paramètres identifiés

Les forces de traction et les moments de flexion peuvent influencer l'identification des propriétés matériau. Etudions leurs effets. Les Figs.3.14 et 3.15 montrent les évolutions de  $\xi$  et  $\alpha$  en fonction de

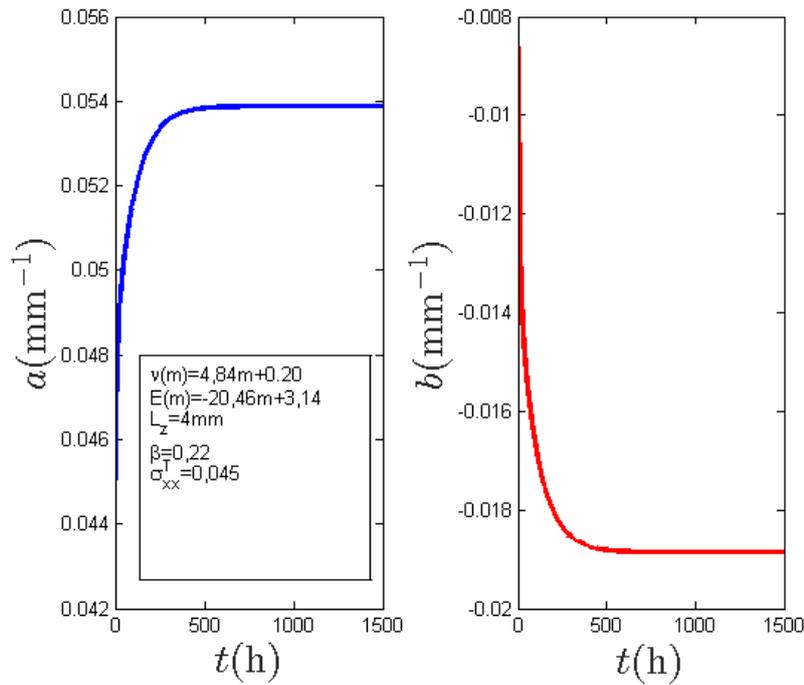


FIGURE 3.11 – Evolution des courbures,  $a$  et  $b$ , en fonction du temps

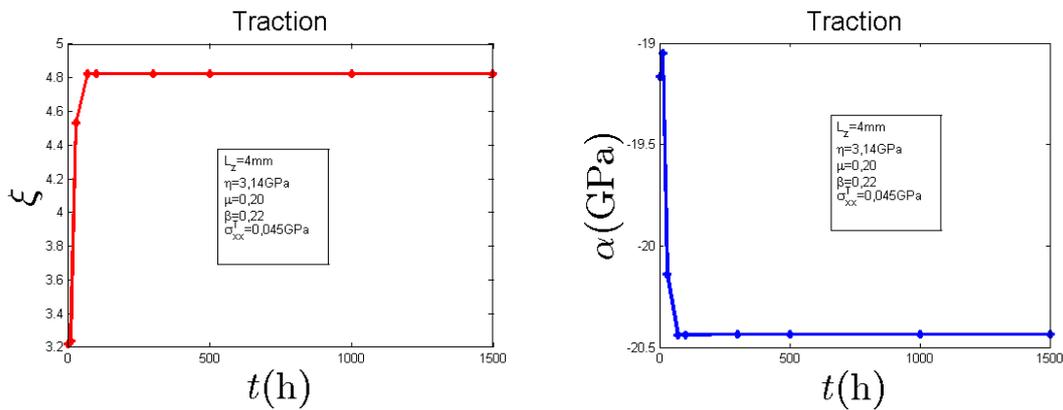


FIGURE 3.12 – Evolution des paramètres identifiés  $\xi$  et  $\alpha$  en fonction du temps pour un essai de traction

$\sigma_{xx}^T$  pour des essais de traction et de flexion respectivement. On peut voir que pour un essai de traction  $\xi$  et  $\alpha$  sont constants après 0,06GPa et convergent vers 4,82 et  $-20,44$ GPa, respectivement, à partir de 50h. Pour l'essai de flexion, les paramètres varient vraiment lentement en fonction de  $\sigma_{xx}^T$  en comparaison de l'essai de traction. De plus, les paramètres ne sont pas sensibles à la variation de  $\sigma_{xx}^T$  à partir de 0,03GPa, pour tous les temps.

### 3.5.1.4 Influence de $\beta$ sur les paramètres identifiés

L'influence de  $\beta$  sur les paramètres identifiés est étudié ici pour l'essai de traction. La Fig.3.16 présente les évolutions de  $\xi$  et  $\alpha$  en fonction de  $\beta$  à différents temps. Remarquons que  $\beta$  a une influence uniquement sur les temps courts : après 50h,  $\xi$  et  $\alpha$  ont une évolution constante.

Les 4 paramètres  $\mu$ ,  $\eta$ ,  $\xi$  et  $\alpha$  peuvent être identifiés avec la procédure suivante :

- $\mu$  et  $\eta$  avec un échantillon sec (à  $t = 0$ ),
- $\xi$  et  $\alpha$  après prise en eau, soit au temps  $t_1^T$  pour la traction ou au temps  $t_1^f$  pour la flexion.

Les temps  $t_1^T$  et  $t_1^f$  ne sont pas connus a priori. Calculons les intervalles de variation de  $\xi$  et  $\alpha$  pour

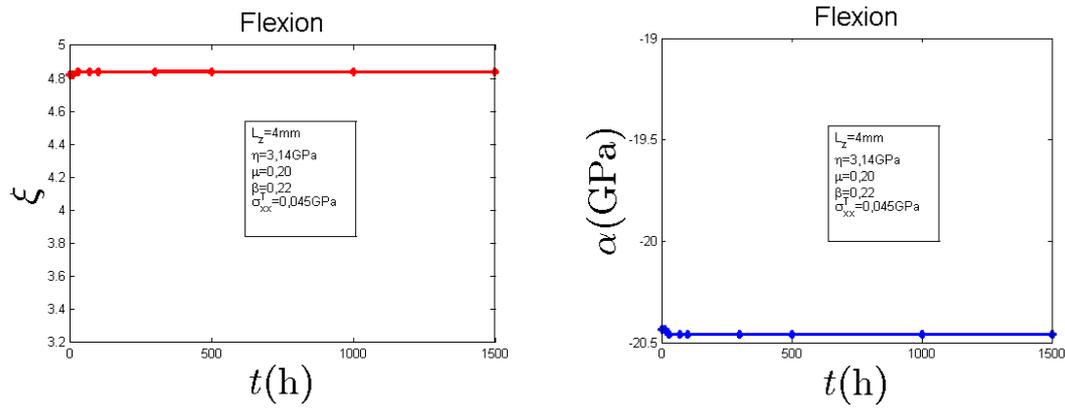


FIGURE 3.13 – Evolution des paramètres identifiés  $\xi$  et  $\alpha$  en fonction du temps pour un essai de flexion

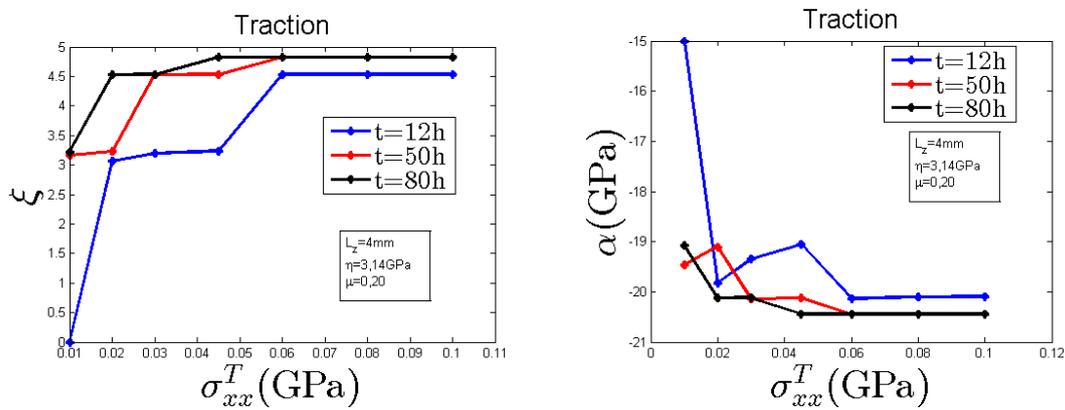


FIGURE 3.14 – Evolution des paramètres identifiés  $\xi$  et  $\alpha$  en fonction de  $\sigma_{xx}^T$  pour un essai de traction

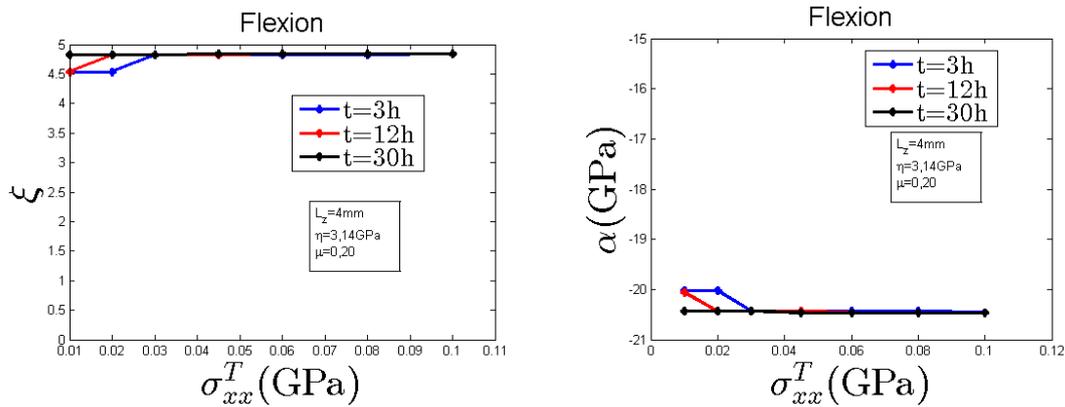


FIGURE 3.15 – Evolution des paramètres identifiés  $\xi$  et  $\alpha$  en fonction de  $\sigma_{xx}^T$  pour un essai de flexion

déduire ceux de  $t_1^T$  et  $t_1^f$ .

### 3.5.1.5 Intervalles de variation de $\xi$ et $\alpha$ - Evaluation de $t_1^T$ et $t_1^f$

Comme le module d'Young est positif, en prenant en compte la définition de la teneur en eau à saturation, on a

$$E(m_\infty) = \alpha m_\infty + \eta > 0 \implies \alpha > -\frac{\eta}{m_\infty}$$

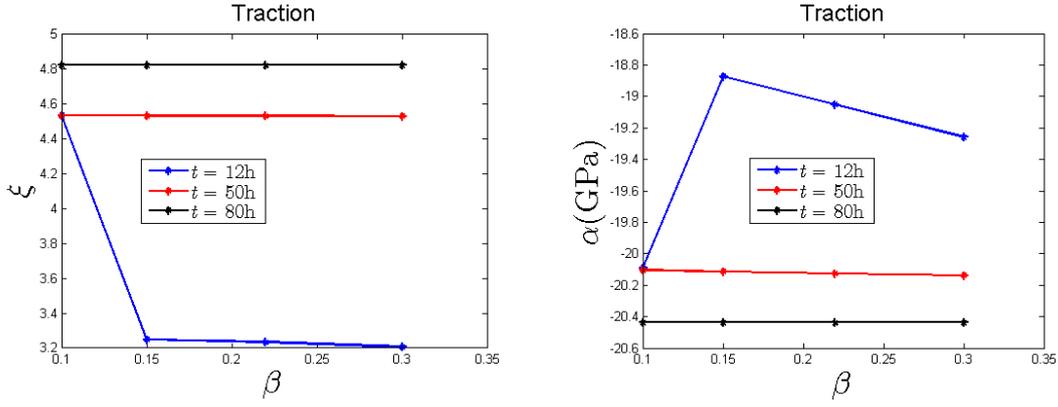


FIGURE 3.16 – Influence de  $\beta$  sur  $\xi$  et sur  $\alpha$

Sous vieillissement humide, le module d'Young décroît avec la teneur en eau  $m$ ,  $\alpha$  est supposé négatif

$$-\frac{\eta}{m_\infty} < \alpha < 0 \quad (3.76)$$

Le coefficient de Poisson est entre 0 et  $\frac{1}{2}$ .

A saturation, on a

$$0 < \xi m_\infty + \mu < \frac{1}{2}$$

d'où

$$-\frac{\mu}{m_\infty} < \xi < \frac{1 - 2\mu}{2m_\infty} \quad (3.77)$$

$\mu$ ,  $\eta$  et  $m_\infty$  permettent de calculer l'intervalle de variation de  $\xi$  (Eq (3.77)) et de  $\alpha$  (Eq (3.76)). Une fois ces intervalles connus, les temps d'identification  $t_1^T$  et  $t_1^f$  peuvent être évalués.

En considérant une différence d'au moins  $\tau$  entre les valeurs des quantités  $\overline{Q}_c$  à  $t = 0$  et à  $t = t_1^T$ , il vient

$$\left| \frac{\overline{Q}_c(0) - \overline{Q}_c(t_1^T)}{\overline{Q}_c(0)} \right| = \tau \implies \overline{Q}_c(t_1^T) = (1 - \tau)\overline{Q}_c(0)$$

Comme  $\overline{Q}_c$  est une fonction décroissante du temps pour tout  $\alpha$  négatif comme illustré Fig. 3.17 avec  $\overline{Q}_c(0) = \frac{\eta}{1 - \mu^2}$ . Pour une teneur en eau à saturation de  $m_\infty = 3,1\%$ ,  $-101,29 < \alpha < 0$  GPa et  $-6,45 < \xi < 9,68$ . Les évolutions de  $t_1^T$  et  $t_1^f$  pour un échantillon donné d'épaisseur  $L_z = 4\text{mm}$  sont montrées en Fig. 3.18 pour  $\xi$  et  $\alpha$  dans leurs intervalles de variation respectifs.

Notons que le temps d'identification maximal est d'environ 240h pour la traction et d'environ 185h pour la flexion. Pour la résine RTM6,  $\alpha = -20,46$  GPa ;  $\xi = 4,84$  et les temps d'identification sont respectivement  $t_1^T = 28,30$ h et  $t_1^f = 5,40$ h. Le temps d'identification pour un essai de flexion est plus de 5 fois plus petit que celui pour un essai de traction.

### 3.5.2 $\nu$ constant et $E$ fonction linéaire de $m$

La Fig. 3.19 montre les évolutions de  $t_1^T$  et  $t_1^f$  selon l'épaisseur de l'échantillon,  $L_z$ , pour différentes valeurs de  $\alpha_1$ . L'intervalle de variation de  $\alpha_1$  est calculé en utilisant l'Eq.(3.59) avec  $m_\infty = 3,1\%$ ,  $\beta = 0,22$  et  $\tau = 5\%$ . Notons que  $t_1^T$  et  $t_1^f$  augmentent quand  $\alpha_1$  et  $L_z$  augmentent. De plus,

$$t_1^f(\alpha_1, L_z) < t_1^T(\alpha_1, L_z) \forall \alpha_1; \forall L_z$$

ce qui signifie que la flexion permet d'identifier les paramètres avec un temps réduit comparé à la traction. Par exemple, si l'on considère la résine RTM6 avec  $\alpha_1 = -20,46$  GPa,  $t_1^T = 12,10$ h et  $t_1^f = 1,90$ h ( $t_1^f \simeq \frac{t_1^T}{6}$ ), c'est-à-dire le gain en temps est d'environ 6.

Comme mentionné précédemment dans la Section 3.4.2.3, pour valider la dépendance linéaire de  $E(m)$ ,  $\alpha$  doit être évalué en un autre temps  $t_2$  et la valeur associée est notée  $\alpha_2$  et est telle que

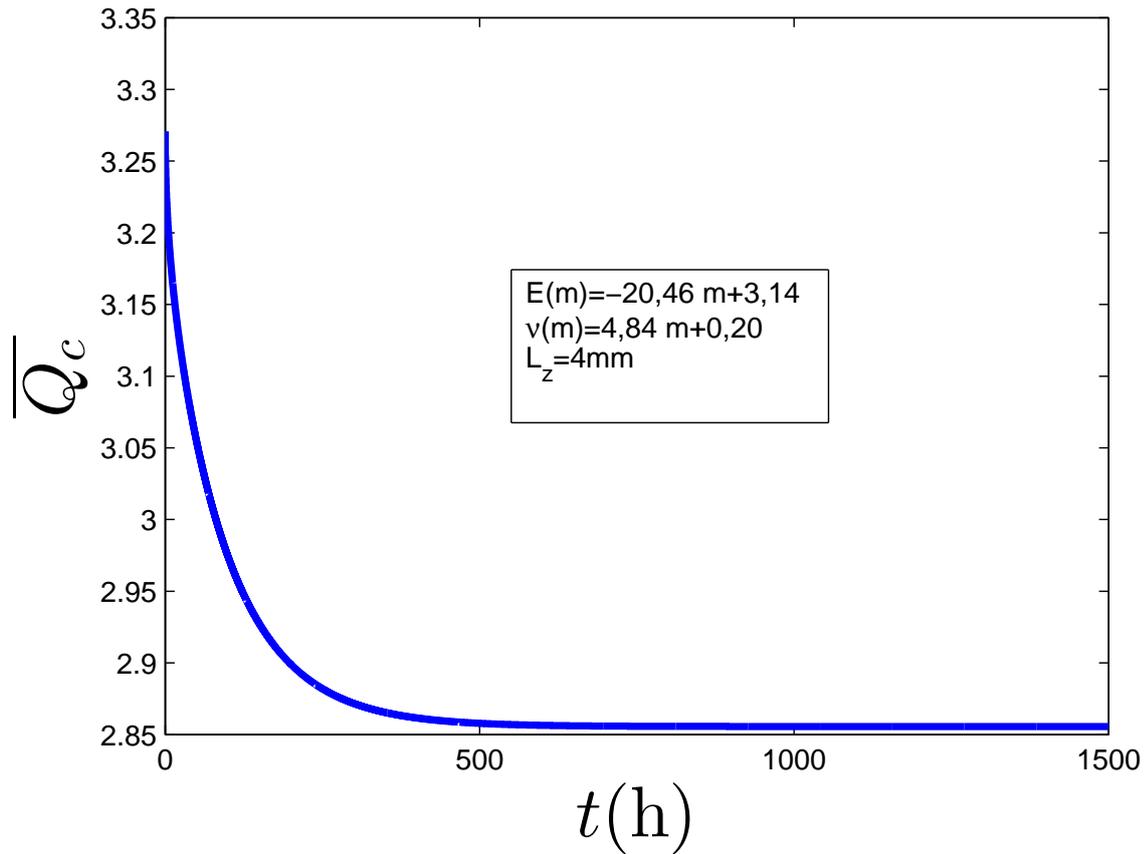


FIGURE 3.17 – Evolution de  $\overline{Q}_c$  en fonction du temps

$$\left| \frac{B_c(t_1^T) - B_c(t_2^T)}{B_c(t_1^T)} \right| = 5\%$$

$$\left| \frac{B_c(t_1^f) - B_c(t_2^f)}{B_c(t_1^f)} \right| = 5\%$$

et

$$\alpha_2^T = \frac{B_c(t_1^T) - B_c(t_2^T)}{\overline{m}(t_1^T) - \overline{m}(t_2^T)} = \frac{(B_c^f(t_1^f) - B_c^f(t_2^f))L_z^2}{mz^2(t_1^f) - mz^2(t_2^f)} = \alpha_2^f = \alpha_2 \quad (3.78)$$

En considérant l'exemple précédent de la résine RTM6, le temps total d'identification (en prenant en compte la validation de la forme de  $E(m)$ ) est 46,10h pour la traction et 10,80h pour la flexion. Dans ce cas, le temps d'identification pour un essai de flexion est 4 fois plus petit que celui pour un essai de traction. Si l'on compare maintenant au cas saturé où le temps d'identification pour déterminer une dépendance linéaire de  $E(m_\infty)$  par rapport à  $m_\infty$  est d'environ 4500h, le gain en temps est de 100 pour les essais de traction et de 400 pour les essais de flexion lorsque des échantillons à gradient d'humidité sont utilisés.

Enfin, il est intéressant d'étudier l'intervalle de variation de  $\alpha$  pour lequel l'identification dans le cas quasi-saturé est valable. La Fig.3.20 illustre l'évolution du paramètre  $P$ , défini dans la section 3.4.2.4 comme un indicateur de la distance entre le cas transitoire et le cas saturé, en fonction de  $\alpha$  à différents temps. La ligne horizontale rouge en Fig.3.20 indique la valeur de  $P = 0.8$ , considérée comme la valeur à partir de laquelle le système est dans un état saturé (avec une erreur qui est proportionnelle à la distance entre  $P = 0.8$  et  $P = 1$ ). Tous les points au-dessus de cette ligne

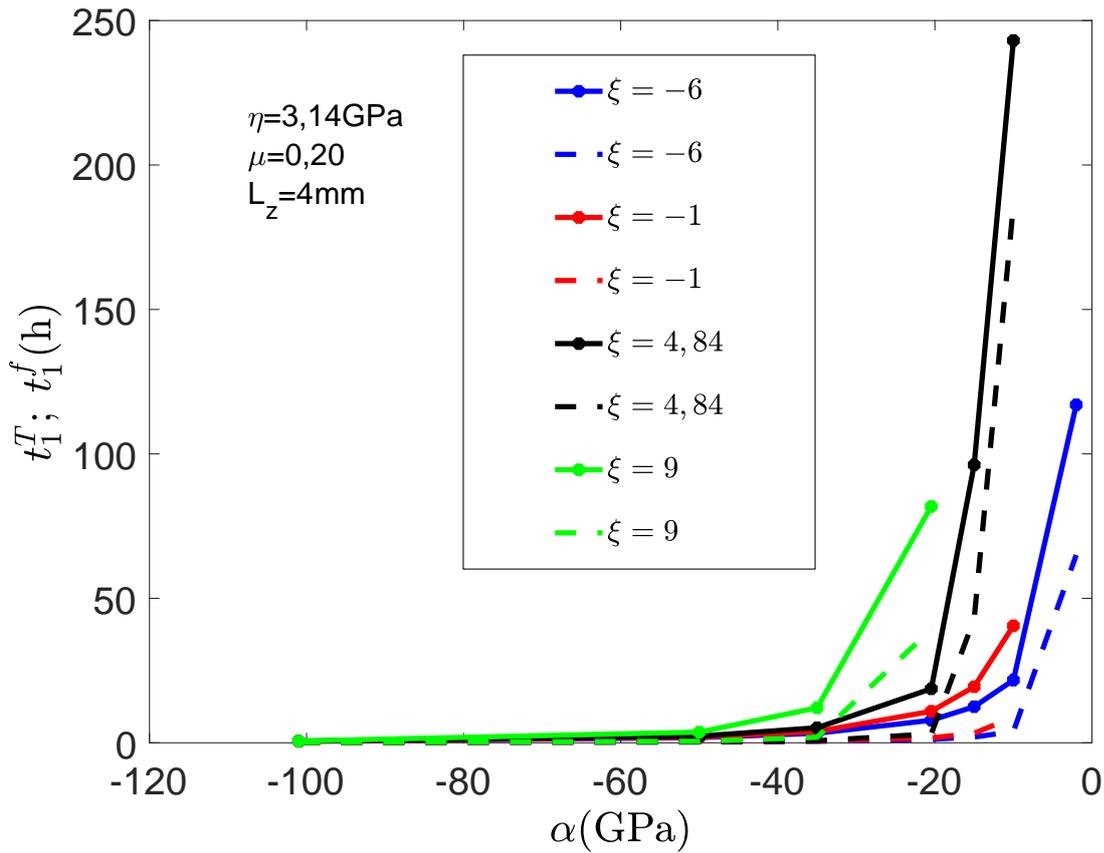


FIGURE 3.18 – Evolution de  $t_1^T$  (trait plein pour la traction) et  $t_1^f$  (tirets pour la flexion) pour une valeur de  $\tau = 5\%$

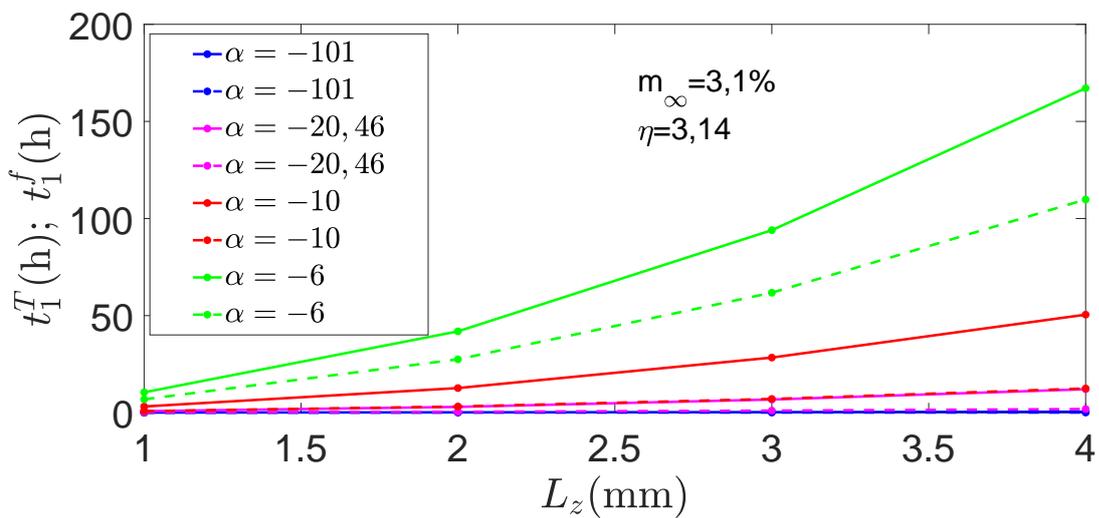


FIGURE 3.19 – Evolution de  $t_1^T$  (trait plein pour la traction) et  $t_1^f$  (tirets pour la flexion) selon  $L_z$  pour différentes valeurs de  $\alpha_1$

$P = 0.8$  représentent toutes les valeurs de  $\alpha$  pour lesquelles l'identification peut être menée hors de l'état saturé. Pour des temps relativement longs ( $t = 55h$ , courbe rose), un large intervalle de valeurs de  $\alpha$  peut être identifié dans un régime quasi-saturé. Pour des temps courts ( $t = 3h$ , courbe

bleue) l'intervalle est plus petit. La taille de l'intervalle de  $\alpha$  dépend clairement des valeurs de  $P$ , pour un niveau de précision acceptable par rapport au cas réellement saturé ( $P = 1$ ). Dans l'état transitoire, pour des échantillons à gradients d'humidité, pour lesquels  $P \ll 1$ , une mesure directe de la déformation hygroscopique  $\beta P \bar{m}$  n'est pas faisable, car dans ce cas le champ de déformation est non uniforme dans la direction de l'épaisseur.

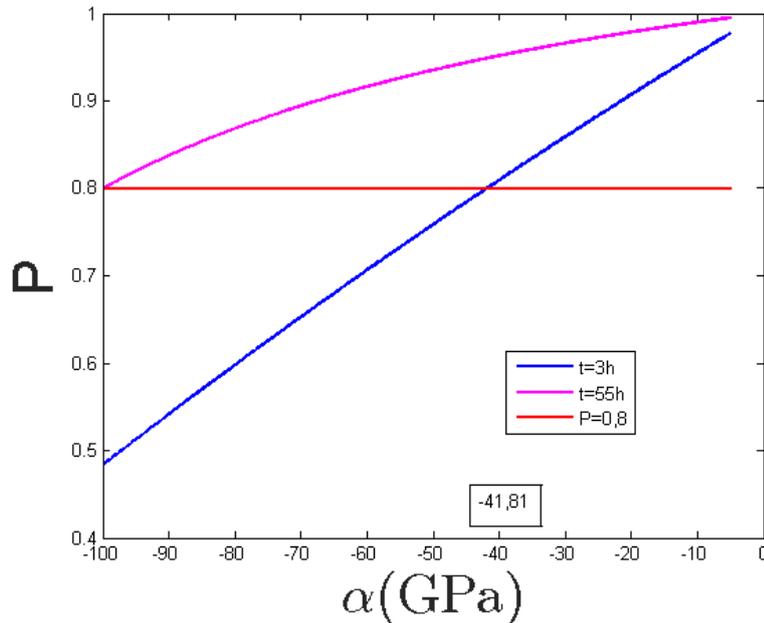


FIGURE 3.20 – Evolution du paramètre  $P$  en fonction de  $\alpha$

### 3.6 Bilan des essais

Même si l'hypothèse de la forme polynomiale de  $\nu(m)$  et  $E(m)$  mène à des essais de traction et de flexion découplés, le problème inverse à résoudre pour l'identification, pour chaque essai, reste non linéaire. Dans cette étude, l'identification est menée pour des dépendances particulières des paramètres,  $\nu$  et  $E$ , en fonction de la teneur en eau,  $m$  : les résultats sont discutés en terme de précision des paramètres identifiés et de temps d'essais nécessaires à une identification précise. Les essais sont menés sur des échantillons à gradients d'humidité (et non pas sur des échantillons saturés comme usuellement).

- Pour une dépendance linéaire de  $\nu(m)$  et  $E(m)$  à la teneur en eau,  $m$ , l'utilisation de l'essai de flexion réduit largement le temps de calcul comparé à un essai de traction (facteur d'environ 5). Cela peut s'expliquer par le fait que la flexion est particulièrement sensible aux gradients d'humidité. Pour le cas étudié, pour une identification plus précise avec l'essai de traction, la contrainte de traction doit être supérieure à 60MPa avec un temps de conditionnement d'environ 50h. Pour un essai de flexion, si  $\sigma_{xx}^T$  est supérieure à 30MPa, l'identification est réalisable pour tous les temps de conditionnement.
- Pour une dépendance linéaire de  $E(m)$  à  $m$  et une valeur constante de  $\nu$ , les paramètres identifiés sont déterminés analytiquement (Eq.(3.50) pour les essais de traction et Eq.(3.62) pour les essais de flexion). L'utilisation des essais de flexion permet de réduire le temps d'identification par rapport aux essais de traction (facteur d'environ 6). Les résultats des essais de traction sont validés par comparaison à un cas saturé ([4]). Le temps de conditionnement pour l'identification avec des essais à gradients d'humidité est significativement plus court que pour des essais sur échantillons saturés; d'environ 100 fois pour les essais de traction et 400 pour les essais de flexion. La Fig. 3.21 présente l'évolution du module d'Young en fonction

de la concentration moyenne en eau pour des échantillons avec gradients d'humidité (étude présentée dans ce chapitre) et des échantillons saturés ([4]).

- Le coefficient de dilatation hygroscopique n'affecte pas les essais de flexion. Il apparaît uniquement dans les équations relatives aux essais de traction mais il a un effet uniquement sur les paramètres identifiés aux temps de conditionnement courts.

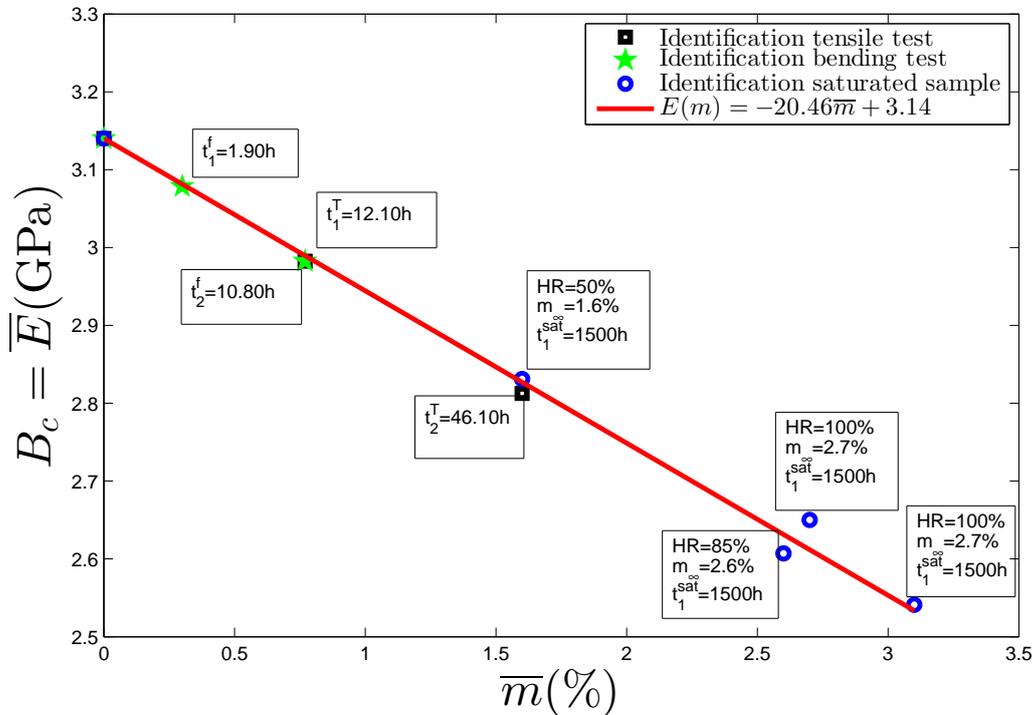


FIGURE 3.21 – Comparaison des temps de conditionnement pour des échantillons à gradients d'humidité et des échantillons saturés

Remarque. Dans l'annexe B, l'identification dans le cas où  $\nu$  est constant et  $E(m)$  est une fonction quadratique est étudiée dans un cas particulier où le minimum de  $E$  est atteint en  $m_\infty$ . Les temps d'identification sont plus importants que ceux obtenus dans le cas  $E(m)$  linéaire. De plus, il est encore trouvé que l'essai de flexion permet d'identifier plus rapidement les paramètres par rapport à l'essai de traction.

### 3.7 Conclusions

Ce chapitre a étudié à travers des analyses numériques la possibilité d'identifier les propriétés mécaniques affectées par l'humidité de matériaux à matrice polymère en utilisant des échantillons à gradients d'humidité. L'identification a été menée en utilisant un modèle diffuso-mécanique faiblement couplé - un modèle de diffusion de Fick 1D et un modèle plaque mince 2D contrainte plane hygroélastique; pour lesquels la solution numérique a été calculée avec la PGD et avec la méthode de Rayleigh-Ritz respectivement. Une configuration d'essais couplés traction-flexion a été étudiée. Il a été montré que les essais de traction et flexion peuvent être découplés lorsque les propriétés élastiques de la matrice sont des fonctions polynomiales de la teneur en eau. L'identification a été menée pour des dépendances particulières des paramètres,  $\nu$  et  $E$ , à la teneur en eau,  $m$ : les résultats obtenus sont discutés en terme de précision des paramètres identifiés et de temps d'essais requis pour une identification précise. Pour une dépendance linéaire de  $\nu(m)$  et  $E(m)$  sur la teneur en eau,  $m$ , l'utilisation des essais de flexion permet de réduire considérablement le temps d'identification comparé à celui des essais de traction (facteur d'environ 5). Pour une dépendance linéaire de  $E(m)$  sur  $m$  et une

valeur constante de  $\nu$ , l'utilisation des essais de flexion permet de réduire le temps d'identification comparé à l'utilisation des essais de traction (facteur d'environ 6). Si l'on compare maintenant à des échantillons saturés, le facteur de réduction est de d'environ 1000 fois pour la traction et 4000 fois pour la flexion.

Rappelons que le coefficient de dilatation hygroscopique n'affecte pas l'essai de flexion. Il apparaît uniquement dans les équations de l'essai de traction et influence uniquement les paramètres identifiés à des temps de conditionnement courts. Dans les équations régissant l'essai de traction, les paramètres à identifier, le coefficient de dilatation à hygroscopique notamment, se retrouvent également dans les quantités mesurées.

Dans le chapitre suivant, un autre type d'essai sera considéré. Cet essai est généré en imposant des champs de concentration en eau asymétriques sans chargement mécanique. Ce type d'essai permettra entre autre l'identification du coefficient de dilatation hygroscopique.



# Identification des propriétés mécaniques affectées par l'humidité à l'aide de plaques assujetties à des champs de concentration asymétriques

---

## Résumé

Ce chapitre présente la possibilité d'identifier les propriétés diffuso-mécaniques de matériaux polymères avec gradients d'humidité en utilisant des plaques assujetties à des champs de concentration asymétriques. L'utilisation de ces champs de concentration permet de générer sans chargement mécanique des déformations et des courbures qui peuvent être utilisées pour l'identification. L'identification est effectuée dans le cadre d'un modèle de plaque linéaire géométrique. Compte tenu de l'amplitude des déflexions, l'utilisation d'un modèle prenant en compte les non linéarités géométriques est discutée. Cette étude pourra permettre, entre autre, l'identification du coefficient de dilatation hygroscopique.



# Table des matières

—

4.1	Introduction . . . . .	84
4.2	Modèle diffusio-mécanique sur plaque mince . . . . .	84
4.2.1	Équation de diffusion $1D$ . . . . .	84
4.2.2	Théorie géométriquement non linéaire des plaques . . . . .	85
4.2.3	Problème de minimisation de l'énergie . . . . .	85
4.3	Cas linéaire géométrique . . . . .	88
4.3.1	Problème inverse et identification . . . . .	91
4.3.1.1	Identification avec $\nu$ et $E$ indépendant de $m$ . . . . .	91
4.3.1.2	Identification avec $\nu$ constant et $E(m)$ fonction linéaire de $m$ . . . . .	92
4.4	Cas non linéaire géométrique . . . . .	93
4.4.1	Évolutions des déformations et courbures . . . . .	93
4.4.2	Présentation du problème inverse . . . . .	95
4.5	Conclusion . . . . .	97

## 4.1 Introduction

Le chapitre précédent a présenté la possibilité d'identifier les propriétés diffuso-mécaniques pour des temps courts à l'aide d'essais de traction ou de flexion sur échantillons de polymères avec gradients d'humidité. L'utilisation de ces types d'essai ne permet pas d'identifier le coefficient de dilatation hygroscopique. Dans ce chapitre, la possibilité d'identifier les propriétés diffuso-mécaniques de matériaux polymères avec gradients d'humidité en utilisant des plaques assujetties à des champs de concentration asymétriques est discutée. Cela permet notamment d'identifier, entre autre, le coefficient de dilatation hygroscopique. L'identification est effectuée dans le cadre d'un modèle de plaque linéaire géométrique. Compte tenu de l'amplitude des déflexions, l'utilisation d'un modèle prenant en compte les non linéarités géométriques est discutée.

Dans la section 4.2, un modèle diffuso-mécanique  $2D$  en contraintes planes géométriquement non-linéaire est développé. Dans la section 4.3, le modèle est restreint au cas linéaire géométrique et l'identification des paramètres  $E$ ,  $\nu$  et  $\beta$  est présentée dans ce cas particulier. Ensuite, dans la section 4.4, le modèle non linéaire géométrique est traité. Les solutions des problèmes directs sont explicitées, mettant en exergue dans le cas non linéaire géométrique un phénomène de bifurcation (de type "fourche") pour certaines valeurs du rapport d'aspect (longueur-épaisseur) de la plaque. La possibilité d'identifier dans ce contexte est discutée et mène à différentes perspectives. Enfin, les conclusions de cette étude sont présentées dans la section 4.5.

## 4.2 Modèle diffuso-mécanique sur plaque mince

Dans cette section nous allons traiter dans un premier temps le problème de diffusion  $1D$  avec des conditions aux limites non uniformes. Ensuite, le modèle diffuso-mécanique  $2D$  en contraintes planes sera présenté.

### 4.2.1 Équation de diffusion $1D$

Le matériau étant de configuration plaque mince homogène et isotrope, l'eau diffuse uniquement suivant la direction de l'épaisseur,  $z$ . Le problème de diffusion de Fick s'écrit alors sous la forme suivante :

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{\partial C}{\partial t}(t, z) = D_{zz} \frac{\partial^2 C}{\partial z^2}(t, z) \\ C(0, z) = C_i; \forall z \in Z = [-\frac{L_z}{2}; \frac{L_z}{2}] \\ C(t, -\frac{L_z}{2}) = C_\infty^1; \forall t > 0 \\ C(t, \frac{L_z}{2}) = C_\infty^2; \forall t > 0 \end{array} \right. \quad (4.1)$$

avec

- $C_\infty^1$  un champ de concentration en eau constant imposé sur le bord inférieur ( $z = -\frac{L_z}{2}$ )
- $C_\infty^2$  un champ de concentration en eau imposé sur le bord supérieur ( $z = \frac{L_z}{2}$ )

où  $L_z$  est l'épaisseur de la plaque.

Nous supposons ici que  $C_\infty^1$  est différent de  $C_\infty^2$  afin d'avoir un champ de concentration asymétrique selon l'épaisseur.

$C_i$  désigne la concentration en eau au sein du matériau avant conditionnement (condition initiale) et  $t$  désigne le temps.

Ce modèle permet de déterminer la concentration en eau  $C(z, t)$  et la teneur en eau,  $m = \frac{C}{\rho}$  (définie dans le chapitre précédent) où  $\rho$  est la densité du matériau. Il est intéressant de noter que la possibilité d'effectuer des essais de sorption avec des concentrations différentes sur les deux surfaces opposées, générant des conditions aux limites asymétriques et une distribution asymétrique de concentration en eau sur l'épaisseur de la plaque a été récemment explorée expérimentalement par Ounaies et al. ([44])

## 4.2.2 Théorie géométriquement non linéaire des plaques

Dans la théorie non-linéaire géométrique des plaques, appelée aussi modèle de Von Kármán pour les plaques ([19], [47]), les déformations dans le plan  $(x, y)$  sont données par

$$\mathbf{E} = \mathbf{E}^0 - z\mathbf{K} \quad (4.2)$$

avec  $\mathbf{E}^0$  le tenseur de déformation de membrane et  $\mathbf{K}$  le tenseur des courbures.

$\mathbf{E}^0$  le tenseur de déformation de membrane est défini par

$$\mathbf{E}^0 = \begin{cases} \varepsilon_{xx}^0 = \frac{\partial u}{\partial x} + \frac{1}{2}\left(\frac{\partial w}{\partial x}\right)^2 \\ \varepsilon_{yy}^0 = \frac{\partial v}{\partial y} + \frac{1}{2}\left(\frac{\partial w}{\partial y}\right)^2 \\ 2\varepsilon_{xy}^0 = \frac{\partial u}{\partial y} + \frac{\partial v}{\partial x} + \left(\frac{\partial w}{\partial x}\right)\left(\frac{\partial w}{\partial y}\right) \end{cases} \quad (4.3)$$

où on note la présence de termes non-linéaires  $\left(\frac{\partial w}{\partial x}\right)^2$ ,  $\left(\frac{\partial w}{\partial y}\right)^2$  et  $\left(\frac{\partial w}{\partial x}\right)\left(\frac{\partial w}{\partial y}\right)$ .

Rappelons que  $u$  et  $v$  sont les champs de déplacement du plan moyen de la plaque et  $w$  le déplacement selon  $z$  du plan moyen.

$\mathbf{K}$  le tenseur des courbures est défini par

$$\mathbf{K} = \begin{cases} k_{xx} = \frac{\frac{\partial^2 w}{\partial x^2}}{\left[1 + \left(\frac{\partial w}{\partial x}\right)^2\right]^{\frac{3}{2}}} \simeq \frac{\partial^2 w}{\partial x^2} \\ k_{yy} = \frac{\frac{\partial^2 w}{\partial y^2}}{\left[1 + \left(\frac{\partial w}{\partial y}\right)^2\right]^{\frac{3}{2}}} \simeq \frac{\partial^2 w}{\partial y^2} \\ 2k_{xy} = \frac{\frac{\partial^2 w}{\partial x \partial y}}{\left[1 + \left(\frac{\partial w}{\partial x}\right)\left(\frac{\partial w}{\partial y}\right)\right]^{\frac{3}{2}}} \simeq \frac{\partial^2 w}{\partial x \partial y} \end{cases} \quad (4.4)$$

où les termes d'ordre 2,  $\left(\frac{\partial w}{\partial x}\right)^2$  et  $\left(\frac{\partial w}{\partial y}\right)^2$  et  $\left(\frac{\partial w}{\partial x}\right)\left(\frac{\partial w}{\partial y}\right)$  sont très petits devant l'unité en raison de l'hypothèse des rotations modérées.

Le plan moyen étant positionné en  $z = 0$ ,  $u$  et  $v$  ne dépendent que de  $(x, y)$ . De plus, selon l'hypothèse de Kirchhoff-Love,  $w$  ne dépend aussi que de  $(x, y)$  [19] car les déplacements verticaux sont les mêmes pour tous les points positionnés en  $(x, y)$ .

## 4.2.3 Problème de minimisation de l'énergie

L'énergie potentielle totale de la plaque,  $E^{tot}$ , est définie comme la somme de l'énergie de déformation,  $E^d$ , et du travail des forces extérieures,  $E^{ext}$ . Le travail des forces extérieures est défini à partir des moments de flexion, des moments de torsion et des efforts normaux. En l'absence de chargement, ce qui est le cas dans ce problème, le travail des forces extérieures est nul.

L'énergie de déformation est définie par

$$E^d = \int_V e^d dV \quad (4.5)$$

où  $e^d$  est la densité de l'énergie de déformation qui s'exprime sous la forme

$$e^d = \frac{1}{2}\mathbf{E} \cdot \mathbf{Q}(m)\mathbf{E} - \Delta m \mathbf{b} \cdot \mathbf{Q}(m)\mathbf{E} \quad (4.6)$$

et  $V$  est le volume de la plaque,  $V = L_x \times L_y \times L_z$ .

$\mathbf{Q}(m)$  est le tenseur des constantes élastiques qui intervient dans la loi constitutive  $\sigma = \mathbf{Q}(\mathbf{E} - \mathbf{E}^0)$ .

Il est défini dans un état plan  $(x, y)$  et s'exprime par

$$\mathbf{Q}(m) = \begin{bmatrix} Q(m) & \nu(m)Q(m) & 0 \\ \nu(m)Q(m) & Q(m) & 0 \\ 0 & 0 & \frac{1}{2}(1 - \nu(m))Q(m) \end{bmatrix} \quad (4.7)$$

où  $Q(m) = \frac{E(m)}{1-\nu(m)^2}$  avec  $E$  et  $\nu$  le module d'Young et le coefficient de Poisson.

$\mathbf{b}$  est le vecteur des coefficients de dilatation hygroscopique à trois composantes. Dans notre cas, chaque composante est identique et est notée  $\beta$

$$\mathbf{b} = \begin{pmatrix} \beta \\ \beta \\ \beta \end{pmatrix} \quad (4.8)$$

$\Delta m$  est la variation de la teneur en eau entre l'instant  $t > 0$  et l'état initial.

Le problème de minimisation décrivant les positions d'équilibre de la plaque est donné par l'Eq.(4.9).1. L'équation (4.9).2 traduit la stabilité de l'équilibre :

$$\begin{cases} \delta E^{tot} = 0 \\ \delta^2 E^{tot} > 0 \end{cases} \quad (4.9)$$

Les relations Eq.(4.2)-Eq.(4.5) permettent d'écrire l'énergie de déformation sous la forme

$$\begin{aligned} E^{tot} = E^d &= \frac{1}{2} \int_V Q(m) [(\varepsilon_{xx}^0 - zk_{xx})^2 + (\varepsilon_{yy}^0 - zk_{yy})^2 + 2(1 - \nu(m))(\varepsilon_{xy}^0 - zk_{xy})^2] dV \\ &+ 2 \int_V \nu(m) Q(m) (\varepsilon_{xx}^0 - zk_{xx})(\varepsilon_{yy}^0 - zk_{yy}) dV \\ &- \beta \int_V \Delta m Q(m) (1 - \nu(m)) [(\varepsilon_{xx}^0 - zk_{xx}) + (\varepsilon_{yy}^0 - zk_{yy}) + (\varepsilon_{xy}^0 - zk_{xy})] dV \end{aligned} \quad (4.10)$$

Avec les expressions du tenseur de déformation de membrane et du tenseur des courbures (Eq.(4.3) et Eq.(4.4)), Eq.(4.9).1 devient une équation aux dérivées partielles non-linéaire en  $u$ ,  $v$  et  $w$ . Pour déterminer la solution, la méthode de Rayleigh-Ritz est utilisée. Elle consiste à chercher des solutions en  $u$ ,  $v$  et  $w$  sous formes polynomiales. Dans [47], Hyer suppose que le champ de déplacement hors-plan,  $w$ , est une fonction quadratique de  $x$  et  $y$  (Eq.(4.11).3) à partir de laquelle il déduit les champs de déplacement plans,  $u$  et  $v$  cinématiquement admissibles et vérifiant la condition de compatibilité définie par l'Eq.(4.12)

$$\begin{cases} u(x, y) = cx - \frac{a^2}{6}x^3 - \frac{ab}{4}xy^2 \\ v(x, y) = dy - \frac{b^2}{6}y^3 - \frac{ab}{4}x^2y \\ w(x, y) = \frac{1}{2}(ax^2 + by^2) \end{cases} \quad (4.11)$$

$$\frac{\partial^2 \varepsilon_{xx}^0}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 \varepsilon_{yy}^0}{\partial x^2} - 2 \frac{\partial^2 \varepsilon_{xy}^0}{\partial x \partial y} = 0 \quad (4.12)$$

avec  $a$ ,  $b$ ,  $c$  et  $d$  des constantes.

En substituant l'Eq.(4.11) dans les Eqs.(4.3) et (4.4), il vient

$$\begin{cases} \varepsilon_{xx}^0 = c - \frac{ab}{4}y^2 \\ \varepsilon_{yy}^0 = d - \frac{ab}{4}x^2 \\ \varepsilon_{xy}^0 = 0 \end{cases} \quad (4.13)$$

et

$$\begin{cases} k_{xx} = a \\ k_{yy} = b \\ k_{xy} = 0 \end{cases} \quad (4.14)$$

d'ou l'équation (4.10) devient

$$\begin{aligned}
E^{tot} &= \frac{1}{2} \int_V Q(m) \left[ \left( c - \frac{ab}{4} y^2 - az \right)^2 + \left( d - \frac{ab}{4} x^2 - bz \right)^2 \right. \\
&\quad \left. + 2\nu(m) \left( c - \frac{ab}{4} y^2 - az \right) \left( d - \frac{ab}{4} x^2 - bz \right) \right] dV \\
&\quad - \beta \int_V \Delta m Q(m) (1 + \nu(m)) \left[ \left( c - \frac{ab}{4} y^2 - az \right) + \left( d - \frac{ab}{4} x^2 - bz \right) \right] dV
\end{aligned} \tag{4.15}$$

En introduisant des formes particulières pour les champs de déplacement (paramétrisées par  $a, b, c$  et  $d$ ), l'énergie potentielle totale de la plaque devient une fonction des paramètres  $a, b, c$  et  $d$ . Le problème de minimisation, Eq.(4.9).1, s'écrit donc comme

$$\delta E^{tot} = \frac{\partial E^{tot}}{\partial a} \delta a + \frac{\partial E^{tot}}{\partial b} \delta b + \frac{\partial E^{tot}}{\partial c} \delta c + \frac{\partial E^{tot}}{\partial d} \delta d = 0 \tag{4.16}$$

L'intégration sur le volume des termes  $\frac{\partial E^{tot}}{\partial a_i}$  pour  $i = 1, \dots, 4$  avec  $dV = dx dy dz$  et  $x \in [-\frac{L_x}{2}, \frac{L_x}{2}]$ ,  $y \in [-\frac{L_y}{2}, \frac{L_y}{2}]$  et  $z \in [-\frac{L_z}{2}, \frac{L_z}{2}]$  conduit à une équation de la forme

$$\begin{aligned}
\delta E^{tot} &= f_1^{nl}(a, b, c, d) \delta a + f_2^{nl}(a, b, c, d) \delta b \\
&\quad + f_3^{nl}(a, b, c, d) \delta c + f_4^{nl}(a, b, c, d) \delta d = 0
\end{aligned} \tag{4.17}$$

Les fonctions  $f_i^{nl}$  sont des relations algébriques, non linéaires en  $a, b, c$  et  $d$ .

Afin de satisfaire l'équilibre,  $\delta E^{tot} = 0$ , ce qui signifie que les quatre fonctions  $f_i^{nl}$  doivent être nulles. Les valeurs de  $a, b, c$  et  $d$  qui annulent  $f_i^{nl}$  décrivent donc un état d'équilibre de la plaque.

Afin de déterminer cet état d'équilibre, un système non-linéaire de quatre équations à quatre inconnues doit être résolu. Il s'écrit sous la forme

$$\left\{ \begin{aligned}
f_1^{nl}(a, b, c, d) &= a \overline{Q_{cz^2}} + b \left[ \overline{Q_{cz^2}^\nu} + \frac{A_c^\nu (L_x^2 + L_y^2)}{48} \right] - c \overline{Q_{cz}} - d \overline{Q_{cz}^\nu} \\
&\quad + \frac{b^2}{48} (\overline{Q_{cz} L_x^2} + \overline{Q_{cz}^\nu L_y^2}) + \frac{ab}{24} (\overline{Q_{cz} L_y^2} + \overline{Q_{cz}^\nu L_x^2}) \\
&\quad - \frac{bc}{48} (\overline{Q_c L_y^2} + \overline{Q_c^\nu L_x^2}) - \frac{bd}{48} (\overline{Q_c L_x^2} + \overline{Q_c^\nu L_y^2}) \\
&\quad + ab^2 \left[ \frac{\overline{Q_c (L_x^4 + L_y^4)}}{1280} + \frac{\overline{Q_c^\nu L_x^2 L_y^2}}{1152} \right] + A_{cz}^\nu = 0 \\
f_2^{nl}(a, b, c, d) &= a \left[ \overline{Q_{cz^2}^\nu} + \frac{A_c^\nu (L_x^2 + L_y^2)}{48} \right] + b \overline{Q_{cz^2}} - c \overline{Q_{cz}^\nu} - d \overline{Q_{cz}} \\
&\quad + \frac{a^2}{48} (\overline{Q_{cz} L_y^2} + \overline{Q_{cz}^\nu L_x^2}) + \frac{ab}{24} (\overline{Q_{cz} L_x^2} + \overline{Q_{cz}^\nu L_y^2}) \\
&\quad - \frac{ac}{48} (\overline{Q_c L_y^2} + \overline{Q_c^\nu L_x^2}) - \frac{ad}{48} (\overline{Q_c L_x^2} + \overline{Q_c^\nu L_y^2}) \\
&\quad + a^2 b \left[ \frac{\overline{Q_c (L_x^4 + L_y^4)}}{1280} + \frac{\overline{Q_c^\nu L_x^2 L_y^2}}{1152} \right] + A_{cz}^\nu = 0 \\
f_3^{nl}(a, b, c, d) &= -a \overline{Q_{cz}} - b \overline{Q_{cz}^\nu} + c \overline{Q_c} + d \overline{Q_c^\nu} - \frac{ab}{48} (\overline{Q_c L_y^2} + \overline{Q_c^\nu L_x^2}) - A_c^\nu = 0 \\
f_4^{nl}(a, b, c, d) &= -a \overline{Q_{cz}^\nu} - b \overline{Q_{cz}} + c \overline{Q_c^\nu} + d \overline{Q_c} - \frac{ab}{24} (\overline{Q_c L_x^2} + \overline{Q_c^\nu L_y^2}) - A_c^\nu = 0
\end{aligned} \right. \tag{4.18}$$

avec

$$\begin{aligned}
\overline{Q_c} &= \frac{1}{L_z} \int_Z Q(m) dz; & \overline{Q_c^\nu} &= \frac{1}{L_z} \int_Z \nu(m) Q(m) dz \\
\overline{Q_{cz}} &= \frac{1}{L_z} \int_Z Q(m) z dz; & \overline{Q_{cz}^\nu} &= \frac{1}{L_z} \int_Z \nu(m) Q(m) z dz \\
\overline{Q_{cz^2}} &= \frac{1}{L_z} \int_Z Q(m) z^2 dz; & \overline{Q_{cz^2}^\nu} &= \frac{1}{L_z} \int_Z \nu(m) Q(m) z^2 dz \\
A_c^\nu &= \frac{1}{L_z} \int_Z (1 + \nu(m)) Q(m) \varepsilon_{xx}^H dz; & A_{cz}^\nu &= \frac{1}{L_z} \int_Z (1 + \nu(m)) Q(m) \varepsilon_{xx}^H z dz
\end{aligned} \tag{4.19}$$

Les quantités données dans l'Eq.(4.19) sont des moyennes sur l'épaisseur de la plaque de quantités décrivant les propriétés du matériau (déformation hygroscopique, module d'Young, coefficient de Poisson).

Notons que la détermination de  $a$ ,  $b$ ,  $c$  et  $d$  à travers le problème non-linéaire, Eq.(4.18), peut conduire à plusieurs solutions comme nous l'illustrerons section 4.4. La stabilité des solutions doit ensuite être discutée afin d'éliminer les solutions non physiques soit les solutions instables.

L'équation  $\delta E^{tot} = 0$  entraîne des états d'équilibre de la plaque qui soit minimisent soit maximisent l'énergie potentielle totale de la plaque. A un état d'équilibre stable, l'énergie potentielle totale doit être minimale. La matrice définie par l'Eq.(4.20) doit ainsi être définie positive, pour que la condition (4.9).2 soit satisfaite [47]

$$\begin{bmatrix} \frac{\partial f_1^{nl}}{\partial a} & \frac{\partial f_1^{nl}}{\partial b} & \frac{\partial f_1^{nl}}{\partial c} & \frac{\partial f_1^{nl}}{\partial d} \\ \frac{\partial f_2^{nl}}{\partial a} & \frac{\partial f_2^{nl}}{\partial b} & \frac{\partial f_2^{nl}}{\partial c} & \frac{\partial f_2^{nl}}{\partial d} \\ \frac{\partial f_3^{nl}}{\partial a} & \frac{\partial f_3^{nl}}{\partial b} & \frac{\partial f_3^{nl}}{\partial c} & \frac{\partial f_3^{nl}}{\partial d} \\ \frac{\partial f_4^{nl}}{\partial a} & \frac{\partial f_4^{nl}}{\partial b} & \frac{\partial f_4^{nl}}{\partial c} & \frac{\partial f_4^{nl}}{\partial d} \end{bmatrix} \quad (4.20)$$

avec

$$\begin{aligned} \frac{\partial f_1^{nl}}{\partial a} &= \overline{Q_{cz^2}} + \frac{b}{24}(\overline{Q_{cz}L_y^2} + \overline{Q_{cz}^{\nu}L_x^2}) + b^2\left[\frac{\overline{Q_c}(L_x^4 + L_y^4)}{1280} + \frac{\overline{Q_c^{\nu}L_x^2L_y^2}}{1152}\right] \\ \frac{\partial f_1^{nl}}{\partial b} &= \frac{\partial f_2^{nl}}{\partial a} = \overline{Q_{cz^{\nu}}} + \frac{(L_x^2 + L_y^2)A_c^{\nu}}{48} + \frac{b}{24}(\overline{Q_{cz}L_x^2} + \overline{Q_{cz}^{\nu}L_y^2}) + \frac{a}{24}(\overline{Q_{cz}L_y^2} + \overline{Q_{cz}^{\nu}L_x^2}) \\ &\quad - \frac{c}{48}(\overline{Q_cL_y^2} + \overline{Q_c^{\nu}L_x^2}) - \frac{d}{48}(\overline{Q_cL_x^2} + \overline{Q_c^{\nu}L_y^2}) + ab\left[\frac{\overline{Q_c}(L_x^4 + L_y^4)}{640} + \frac{\overline{Q_c^{\nu}L_x^2L_y^2}}{576}\right] \\ \frac{\partial f_1^{nl}}{\partial c} &= \frac{\partial f_3^{nl}}{\partial a} = -\overline{Q_{cz}} - \frac{b}{48}(\overline{Q_cL_y^2} + \overline{Q_c^{\nu}L_x^2}) \\ \frac{\partial f_1^{nl}}{\partial d} &= \frac{\partial f_4^{nl}}{\partial a} = -\overline{Q_{cz}^{\nu}} - \frac{b}{48}(\overline{Q_cL_x^2} + \overline{Q_c^{\nu}L_y^2}) \\ \frac{\partial f_2^{nl}}{\partial b} &= \overline{Q_{cz^2}} + \frac{a}{24}(\overline{Q_{cz}L_x^2} + \overline{Q_{cz}^{\nu}L_y^2}) + a^2\left[\frac{\overline{Q_c}(L_x^4 + L_y^4)}{1280} + \frac{\overline{Q_c^{\nu}L_x^2L_y^2}}{1152}\right] \\ \frac{\partial f_2^{nl}}{\partial c} &= \frac{\partial f_3^{nl}}{\partial b} = -\overline{Q_{cz}^{\nu}} - \frac{a}{48}(\overline{Q_cL_y^2} + \overline{Q_c^{\nu}L_x^2}) \\ \frac{\partial f_2^{nl}}{\partial d} &= \frac{\partial f_4^{nl}}{\partial b} = -\overline{Q_{cz}} - \frac{a}{48}(\overline{Q_cL_x^2} + \overline{Q_c^{\nu}L_y^2}) \\ \frac{\partial f_3^{nl}}{\partial c} &= \overline{Q_c}; \quad \frac{\partial f_3^{nl}}{\partial d} = \frac{\partial f_4^{nl}}{\partial c} = \overline{Q_c^{\nu}}; \quad \frac{\partial f_4^{nl}}{\partial d} = \overline{Q_c} \end{aligned} \quad (4.21)$$

Cette étude n'a pas pour objectif de déterminer les déformations et les courbures mais d'identifier les propriétés diffuso-mécaniques du matériau générées par des champs de concentration asymétriques. Cependant, avant d'identifier nous étudierons les différentes réponses de la plaque (évolutions des courbures ( $a$  et  $b$ ) et des déformations de membrane ( $c$  et  $d$ )) dans un cas linéaire géométrique puis dans un cas non linéaire géométrique.

### 4.3 Cas linéaire géométrique

Le problème linéaire s'obtient en négligeant les termes non-linéaires  $(\frac{\partial w}{\partial x})^2$ ,  $(\frac{\partial w}{\partial y})^2$  et  $(\frac{\partial w}{\partial x})(\frac{\partial w}{\partial y})$  dans le tenseur de déformation défini par l'Eq.(4.3). Le tenseur de déformation se réduit à

$$\mathbf{E}^0 = \begin{cases} \varepsilon_{xx}^0 = \frac{\partial u}{\partial x} \\ \varepsilon_{yy}^0 = \frac{\partial v}{\partial y} \\ 2\varepsilon_{xy}^0 = \frac{\partial u}{\partial y} + \frac{\partial v}{\partial x} \end{cases} \quad (4.22)$$

et les champs de déplacement plans  $u$  et  $v$  deviennent des fonctions linéaires des directions  $x$  et  $y$  respectivement, tandis que le déplacement hors plan reste le même

$$\begin{cases} u(x, y) = cx \\ v(x, y) = dy \\ w(x, y) = \frac{1}{2}(ax^2 + by^2) \end{cases} \quad (4.23)$$

En reportant l'Eq.(4.23) dans l'Eq.(4.22), les composantes du tenseur des d'eformations de membrane deviennent des constantes par rapport à  $x$  et  $y$

$$\begin{cases} \varepsilon_{xx}^0 = c \\ \varepsilon_{yy}^0 = d \\ \varepsilon_{xy}^0 = 0 \end{cases} \quad (4.24)$$

Le tenseur des courbures (Eq.(4.14)) reste le même.

Ainsi, la variation de l'énergie totale de la plaque, Eq.(4.17), s'écrit comme suit

$$\begin{aligned} \delta E^{tot} &= f_1^l(a, b, c, d)\delta a + f_2^l(a, b, c, d)\delta b \\ &+ f_3^l(a, b, c, d)\delta c + f_4^l(a, b, c, d)\delta d = 0 \end{aligned} \quad (4.25)$$

avec

$$\begin{cases} f_1^l(a, b, c, d) = -a\overline{Q_{cz}} - b\overline{Q_{cz}^\nu} + c\overline{Q_c} + d\overline{Q_c^\nu} - A_c^\nu = 0 \\ f_2^l(a, b, c, d) = -a\overline{Q_{cz}^\nu} - b\overline{Q_{cz}} + c\overline{Q_c^\nu} + d\overline{Q_c} - A_c^\nu = 0 \\ f_3^l(a, b, c, d) = -a\overline{Q_{cz^2}} - b\overline{Q_{cz^2}^\nu} + c\overline{Q_{cz}} + d\overline{Q_{cz}^\nu} - A_{cz}^\nu = 0 \\ f_4^l(a, b, c, d) = -a\overline{Q_{cz^2}^\nu} - b\overline{Q_{cz^2}} + c\overline{Q_{cz}^\nu} + d\overline{Q_{cz}} - A_{cz}^\nu = 0 \end{cases} \quad (4.26)$$

Chaque équation  $f_i^l$  est dans ce cas linéaire en  $a, b, c$  et  $d$ .

Etudions tout d'abord le problème direct. Il consiste à déterminer les courbures ( $a$  et  $b$ ) et les déformations de membranes ( $c$  et  $d$ ) pour des valeurs données des paramètres matériau.

L'Eq.(4.26) peut se mettre sous la forme matricielle suivante :

$$\begin{bmatrix} -\overline{Q_{cz}} & -\overline{Q_{cz}^\nu} & \overline{Q_c} & \overline{Q_c^\nu} \\ -\overline{Q_{cz}^\nu} & -\overline{Q_{cz}} & \overline{Q_c^\nu} & \overline{Q_c} \\ -\overline{Q_{cz^2}} & -\overline{Q_{cz^2}^\nu} & \overline{Q_{cz}} & \overline{Q_{cz}^\nu} \\ -\overline{Q_{cz^2}^\nu} & -\overline{Q_{cz^2}} & \overline{Q_{cz}^\nu} & \overline{Q_{cz}} \end{bmatrix} \begin{pmatrix} a \\ b \\ c \\ d \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} A_c^\nu \\ A_c^\nu \\ A_{cz}^\nu \\ A_{cz}^\nu \end{pmatrix} \quad (4.27)$$

dont la solution s'écrit :

$$\begin{cases} a = b = \frac{(\overline{Q_c} + \overline{Q_c^\nu})A_{cz}^\nu - (\overline{Q_{cz}} + \overline{Q_{cz}^\nu})A_c^\nu}{(\overline{Q_{cz}} + \overline{Q_{cz}^\nu})^2 - (\overline{Q_c} + \overline{Q_c^\nu})(\overline{Q_{cz^2}} + \overline{Q_{cz^2}^\nu})} \\ c = d = \frac{(\overline{Q_{cz^2}} + \overline{Q_{cz^2}^\nu})A_c^\nu - (\overline{Q_{cz}} + \overline{Q_{cz}^\nu})A_{cz}^\nu}{(\overline{Q_{cz^2}} + \overline{Q_{cz^2}^\nu})(\overline{Q_c} + \overline{Q_c^\nu}) - (\overline{Q_{cz}} + \overline{Q_{cz}^\nu})^2} \end{cases} \quad (4.28)$$

La solution du problème direct mène à :

- des courbures longitudinale et transversale égales,
- des déformations de membrane longitudinale et transversale égales.

Les simulations sont effectuées avec les propriétés matériau diffuso-mécaniques suivantes (les mêmes que celles du chapitre précédent pour la résine RTM6) :

- $E(m) = -20,46m + 3,14\text{GPa}$  (dépendance du module d'Young en fonction de la teneur en eau)
- $\nu = 0,35$  (coefficient de Poisson)
- $d_{zz} = 0,016\text{mm}^2.\text{h}^{-1}$  (coefficient de diffusivité selon l'épaisseur)

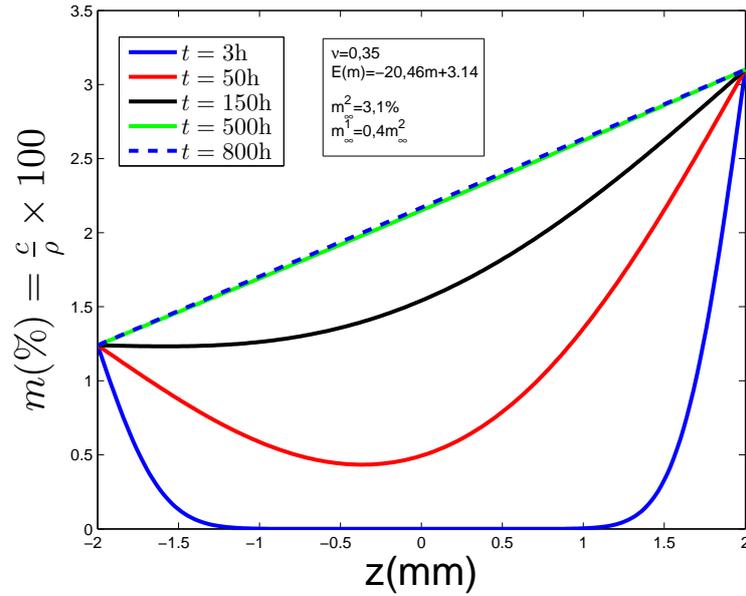


FIGURE 4.1 – Evolution de  $m$  selon l'épaisseur  $z$  pour différents temps

- $\beta = 0,22$  (coefficient de dilatation hygroscopique)

avec les conditions aux limites suivantes :

- $c_{\infty}^2 = 24,9 \cdot 10^{-3} \text{ g.mm}^{-3}$
- $c_{\infty}^1 = 0,4c_{\infty}^2 \text{ g.mm}^{-3}$

La figure Fig.4.1 présente l'évolution de la teneur en eau  $m$  selon l'épaisseur  $z$  de la plaque pour différents temps. On notera que les conditions aux limites imposées génèrent un champ de concentration asymétrique par rapport au plan moyen de la plaque.

La figure Fig.4.2 montre les évolutions des déformations de membrane,  $c$  et  $d$ , et des courbures,  $a$  et  $b$ , en fonction de la moyenne de  $m$  suivant l'épaisseur qui est notée  $\bar{m}$

$$\bar{m} = \frac{1}{L_z} \int_Z m dz \quad (4.29)$$

Pour ces valeurs des paramètres, les déformations de membrane sont égales ( $c = d$ ) et présentent des évolutions linéaires en fonction de  $\bar{m}$ . Les courbures sont elles aussi égales ( $a = b$ ) et présentent une évolution linéaire en fonction de  $\bar{m}$  uniquement pour les temps courts. Cette solution correspond à une déflexion de type "calotte sphérique" (concave) à double courbure dans laquelle les deux courbures sont les mêmes dans les deux directions  $x$  et  $y$ .

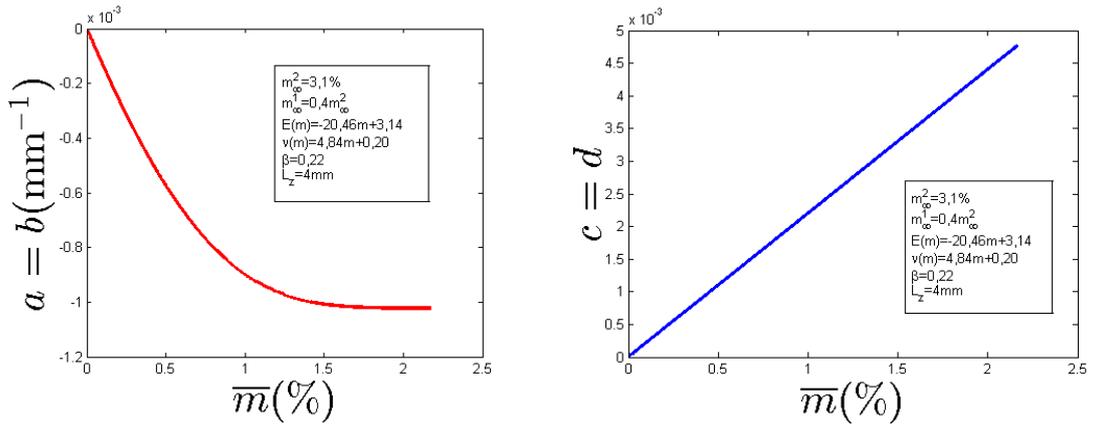


FIGURE 4.2 – Évolution des courbures,  $a$  et  $b$ , et des déformations de membrane,  $c$  et  $d$ , dans le cas linéaire géométrique pour  $E(m)$  et  $\nu(m)$  linéaires

Dans le cas linéaire géométrique, la solution du problème, (4.9).1, conduit à des positions d'équilibre stable. En effet, la dérivée seconde de l'énergie  $\delta^2 E^{tot}$ , représentée par la matrice suivante, est définie positive (l'Eq.(4.9).2 est vérifiée)

$$\begin{bmatrix} \frac{\partial f_1^l}{\partial a} & \frac{\partial f_1^l}{\partial b} & \frac{\partial f_1^l}{\partial c} & \frac{\partial f_1^l}{\partial d} \\ \frac{\partial f_2^l}{\partial a} & \frac{\partial f_2^l}{\partial b} & \frac{\partial f_2^l}{\partial c} & \frac{\partial f_2^l}{\partial d} \\ \frac{\partial f_3^l}{\partial a} & \frac{\partial f_3^l}{\partial b} & \frac{\partial f_3^l}{\partial c} & \frac{\partial f_3^l}{\partial d} \\ \frac{\partial f_4^l}{\partial a} & \frac{\partial f_4^l}{\partial b} & \frac{\partial f_4^l}{\partial c} & \frac{\partial f_4^l}{\partial d} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} -\overline{Q_{cz}} & -\overline{Q_{cz}^\nu} & \overline{Q_c} & \overline{Q_c^\nu} \\ -\overline{Q_{cz}^\nu} & -\overline{Q_{cz}^{\nu^2}} & \overline{Q_c^\nu} & \overline{Q_c^{\nu^2}} \\ -\overline{Q_{cz}^2} & -\overline{Q_{cz^2}^\nu} & \overline{Q_{cz}} & \overline{Q_{cz}^\nu} \\ -\overline{Q_{cz}^{\nu^2}} & -\overline{Q_{cz^2}^{\nu^2}} & \overline{Q_{cz}^\nu} & \overline{Q_{cz}^{\nu^2}} \end{bmatrix} \quad (4.30)$$

Notons que les composantes de cette matrice sont indépendantes de  $a$ ,  $b$ ,  $c$  et  $d$ .

Les propriétés du matériau  $\nu(m)$  et  $E(m)$  dont dépendent les composantes de la matrice (Eq.(4.30)) sont des fonctions arbitraires de  $m$ . Si l'on suppose que ces fonctions sont constantes,  $a$ ,  $b$ ,  $c$  et  $d$  s'expriment par

$$\begin{cases} c = d = \beta \overline{m} \\ a = b = -\frac{12\beta \overline{m} \overline{z}}{L_z^2} \end{cases} \quad (4.31)$$

avec

$$\overline{mz} = \frac{1}{L_z} \int_Z m z dz \quad (4.32)$$

L'Eq.(4.31) permet d'expliquer la forme des évolutions des déformations et des courbures  $a$ ,  $b$ ,  $c$  et  $d$  en fonction de  $\overline{m}$  montrées en Fig.(4.2).

Nous allons maintenant postuler des dépendances particulières de  $\nu(m)$  et  $E(m)$  afin de les identifier, ce qui constitue l'étude du problème inverse.

### 4.3.1 Problème inverse et identification

Le problème (4.26) est maintenant considéré comme un problème inverse. Cela signifie que l'on suppose connues les déformations et les courbures et que l'on cherche à déterminer  $E(m)$  et  $\nu(m)$  pour des formes particulières de ces dépendances. Les composantes de la matrice, Eq.(4.30), et les éléments de l'Eq.(4.27) sont maintenant inconnus.

#### 4.3.1.1 Identification avec $\nu$ et $E$ indépendant de $m$

Lorsque  $\nu$  et  $E$  sont indépendants de  $m$ , les solutions de Eq.(4.26) sont données par la relation (4.31). Dans cette relation, on peut noter que  $\nu$  et  $E$  n'apparaissent pas et ne pourront donc pas être identifiés par cet essai. Avec cet essai, seul  $\beta$  peut être déterminé

$$\beta = \frac{c}{\overline{m}} = -\frac{a L_z^2}{12 \overline{m} \overline{z}} \quad (4.33)$$

Rappelons que  $\beta$  ne pouvait pas être identifié par les essais de traction et de flexion étudiés dans le chapitre précédent.

#### 4.3.1.2 Identification avec $\nu$ constant et $E(m)$ fonction linéaire de $m$

Lorsque le module d'Young est de la forme  $E(m) = \alpha m + \eta$ , la relation (4.28) devient

$$\begin{cases} (\overline{\alpha m} + \eta)c - \overline{\alpha m z}a = \beta(\overline{\alpha m^2} + \eta\overline{m}) \\ \overline{\alpha m z}c - (\overline{\alpha m z^2} + \frac{\eta L_z^2}{12})a = \beta(\overline{\alpha m^2 z} + \eta\overline{m z}) \end{cases} \quad (4.34)$$

avec

$$\overline{m^2} = \frac{1}{L_z} \int_Z m^2 dz$$

$$\overline{m z^2} = \frac{1}{L_z} \int_Z m z^2 dz$$

$$\overline{m^2 z} = \frac{1}{L_z} \int_Z m^2 z dz$$

$\overline{m}$  et  $\overline{m z}$  étant définis par les Eqs.(4.29) et (4.32).

On note cette fois uniquement l'absence de  $\nu$  dans les équations, il ne pourra donc pas être déterminé.  $\eta$  qui est la valeur de  $E$  à  $t = 0$  peut être déterminé sur un échantillon sec.

Le système Eq.(4.34) est finalement un système de deux équations à deux inconnues  $\alpha$  et  $\beta$ . Il peut s'écrire de la façon suivante, en tirant  $\alpha$  de la première équation et en introduisant son expression dans la deuxième équation

$$\begin{cases} h_1 \beta^2 + h_2 \beta + h_3 = 0 \\ \alpha = \frac{(\beta \overline{m} - c)\eta}{\overline{m}c - \overline{m z}a - \beta \overline{m^2}} \end{cases} \quad (4.35)$$

avec

$$h_1 = \overline{m^2 m z} - \overline{m^2 z} \overline{m}$$

$$h_2 = \overline{m^2 z}c + \frac{\overline{m^2} L_z^2}{12} a + (\overline{m z}c - \overline{m z^2}a)\overline{m} - (\overline{m}c - \overline{m z}a)\overline{m z}$$

$$h_3 = -(\overline{m z}c - \overline{m z^2}a)c - (\overline{m}c - \overline{m z}a)\frac{L_z^2}{12} a$$

$\beta$  peut donc être déterminé par la première équation du système (4.35) si  $h_2^2 - 4h_1 h_3 \geq 0$ . La figure 4.3 présente les solutions de l'Eq.(4.35) en fonction du temps. La courbe rouge sur la figure de gauche de Fig.4.3 traduit une évolution constante de  $\beta$ , ce qui correspond bien à l'hypothèse faite. L'identification de  $\alpha$  est illustrée sur la Fig.4.3 à droite.

Ces résultats montrent que, dans ce cas particulier de dépendance  $E(m)$  linéaire et  $\nu$  constant, cet essai permet d'identifier :

- le module d'Young et
- le coefficient de dilatation hygroscopique.

L'identification de  $E$  n'est possible que s'il dépend de  $m$ .

D'autre part, si  $\nu(m)$  et  $E(m)$  sont tous les deux des fonctions linéaires de  $m$  ( $E(m) = \alpha m + \eta$  et  $\nu(m) = \xi m + \mu$ ), les inconnues à identifier seront au nombre de trois à savoir  $\alpha$ ,  $\beta$  et  $\xi$  au lieu de deux alors que le nombre d'équations est toujours égal à deux. Deux paramètres devront donc être exprimés en fonction du troisième.

Même si cet essai, dans les conditions où il y a une dépendance linéaire de  $E$  en fonction de  $m$  et  $\nu$  constant, permet d'identifier le coefficient de dilatation hygroscopique et le module d'Young, l'identification du coefficient de Poisson reste impossible.

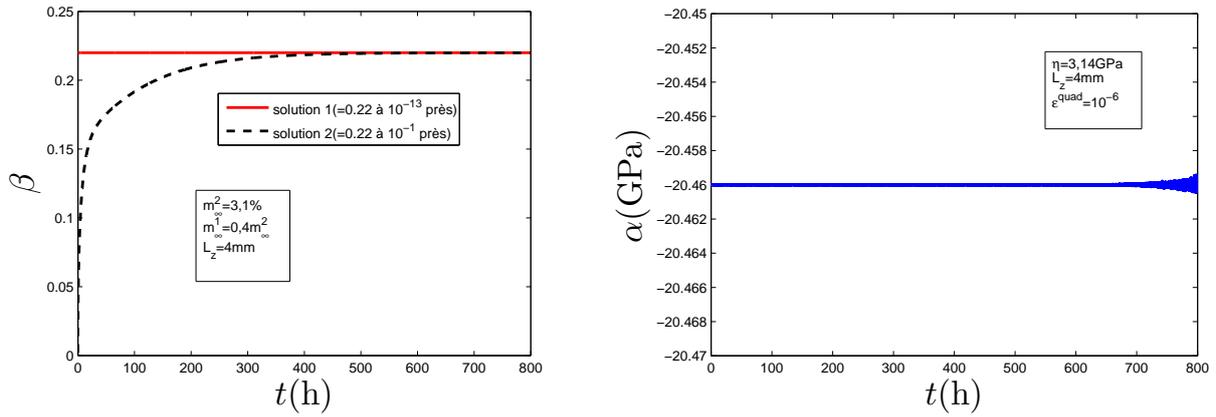


FIGURE 4.3 – Solution en  $\beta$  et en  $\alpha$  pour le cas linéaire géométrique

## 4.4 Cas non linéaire géométrique

Regardons maintenant le problème direct dans le cas non linéaire géométrique. Dans ce cas, Eq.(4.18) est un système d'équations non linéaires en  $a$ ,  $b$ ,  $c$  et  $d$ . Le plus haut degré des quatre équations polynomiales est de 3, Eq.(4.18) a donc soit une solution réelle soit trois solutions réelles en  $a$ ,  $b$ ,  $c$  et  $d$ . Les solutions obtenues pour différents rapports d'aspect ( $AR_{xz} = \frac{L_x}{L_z}$  et  $AR_{yz} = \frac{L_y}{L_z}$ ) sont étudiées dans les paragraphes suivants avec les propriétés diffuso-mécaniques définies précédemment.

### 4.4.1 Évolutions des déformations et courbures

Pour une plaque carrée d'épaisseur fixée, l'influence du rapport d'aspect  $AR_{xz}$  ( $AR_{xz} = AR_{yz}$ ) sur les solutions du problème est étudiée. Pour cela, le côté de la plaque et l'épaisseur sont considérés comme variables.

La figure Fig.4.4 illustre les solutions  $a$ ,  $b$ ,  $c$  et  $d$  en fonction de la moyenne de la teneur en eau  $\bar{m}$  pour un rapport d'aspect ( $AR_{xz} = AR_{yz}$ ) de 10. Dans ce cas, pour la plage de valeurs de  $\bar{m}$  explorée, les solutions dans le cas linéaire géométrique et non-linéaire géométrique coïncident. L'impact des non linéarités géométriques est dans ce cas négligeable.

La figure Fig. 4.5 illustre les solutions  $a$ ,  $b$ ,  $c$  et  $d$  en fonction de la moyenne de la teneur en eau

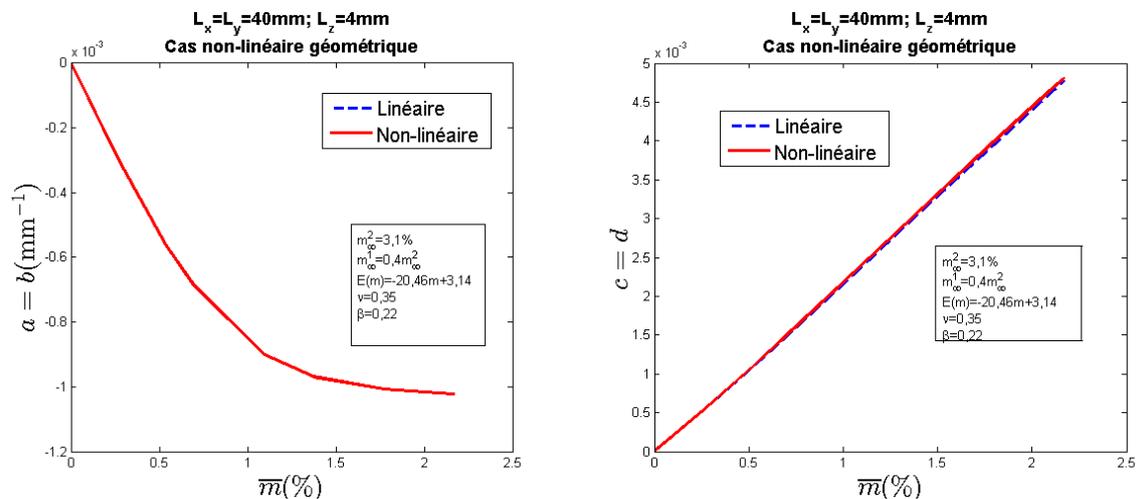


FIGURE 4.4 – Évolution des courbures ( $a$  et  $b$ ) et des déformations de membrane ( $c$  et  $d$ ) en linéaire et non linéaire géométrique pour  $AR_{xz} = AR_{yz} = 10$

$\bar{m}$  pour un rapport d'aspect ( $AR_{xz} = AR_{yz}$ ) de 100. Dans ce cas, on remarque que le problème n'admet qu'une solution réelle en  $a$ ,  $b$ ,  $c$  et  $d$  et que  $a = b$  et  $c = d$  jusqu'à un  $\bar{m}$  critique noté  $\bar{m}(t_b)$  correspondant au temps  $t = t_b$ . Au delà de ce point, on observe trois solutions réelles, chacune représentée par une branche sur la figure 4.5. La solution linéaire géométrique (courbe bleu en trait continu) est proche de celle non linéaire géométrique jusqu'à  $\bar{m}$  critique. Après le point critique, la différence entre les deux solutions est très marquée.

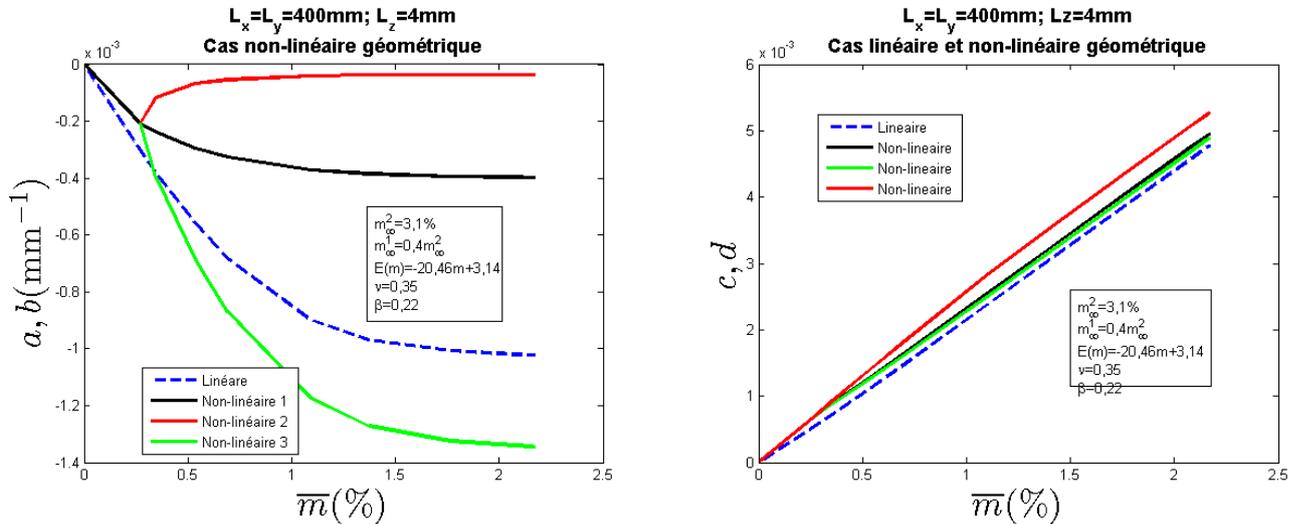


FIGURE 4.5 – Évolution des courbures ( $a$  et  $b$ ) et des déformations de membrane ( $c$  et  $d$ ) en linéaire et non linéaire géométrique pour  $AR_{xz} = AR_{yz} = 100$

Étudions plus précisément les solutions obtenues dans le cas où le rapport d'aspect est 100. Pour les courbures, la branche en noir est la continuation de la solution réelle obtenue avant le point critique encore appelé point de bifurcation. Sur cette branche (instable)  $a$  reste égale à  $b$  et la déflexion de la plaque est de type "calotte sphérique". Après le point de bifurcation, la branche en vert traduit une courbure importante dans la direction  $x$  tandis que celle en rouge représente une courbure dans la direction  $y$  qui tend asymptotiquement vers zéro. Cela correspond à une déformation de type "cylindre" (concave) d'axe  $y$  (stable). Dans la direction  $y$ , la branche verte correspond à celle en rouge et vice-versa.

Plusieurs branches (3) sont aussi obtenues pour les déformations de membranes ( $c$  et  $d$ ) mais elles restent néanmoins très proches.

Les simulations effectuées pour des plaques carrées montre que la transition d'un comportement présentant une solution unique (Fig.4.4) à un comportement présentant une multiplicité de solutions (Fig.4.5) a lieu à partir d'une valeur de rapport d'aspect d'environ 60.

Notons que ces mêmes types de solutions en terme de courbures sont également observées pour une plaque rectangulaire ( $AR_{xz} > AR_{yz}$ ) (Fig.4.6). Cependant, les solutions en  $c$  et  $d$  avant le point critique peuvent être différentes. De plus, les trois différentes branches des déformations de membrane  $c$  et  $d$  ne sont pas les mêmes mais restent dans le même ordre de grandeur (Fig.4.7).

Ce type de solutions indique que dans l'intervalle de  $\bar{m}$  explorée, le chargement hygroscopique peut induire un changement de forme de la plaque (de "calotte sphérique" à "cylindre") en fonction de ses imperfections géométriques. Cela mène à un verrou pour l'identification après le point de bifurcation lié à la multiplicité des solutions.

Remarque : Dans la littérature, ce type de solutions a déjà été étudié [47] pour des plaques composites. Il a été montré que la branche noire après le point critique est instable et que les deux branches rouges et vertes sont stables.

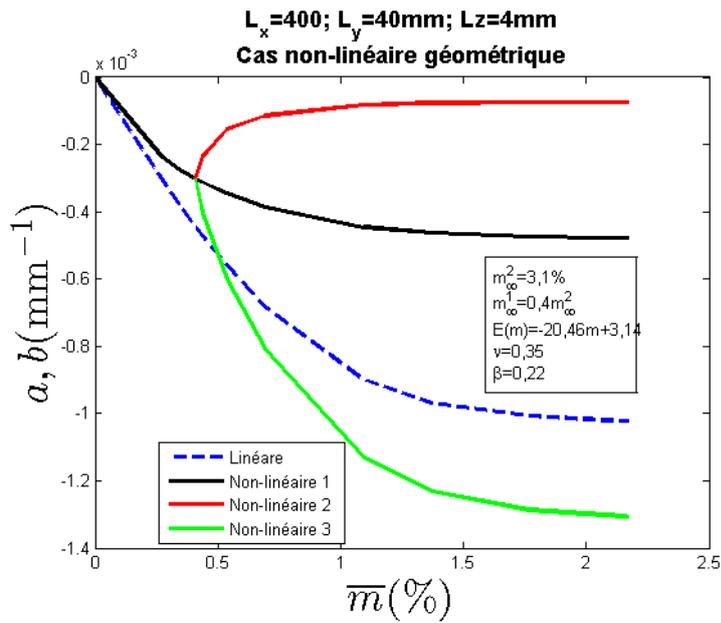


FIGURE 4.6 – Évolution des courbures ( $a$  et  $b$ ) en linéaire et non linéaire géométrique pour  $AR_{xz} = 100$  et  $AR_{yz} = 10$

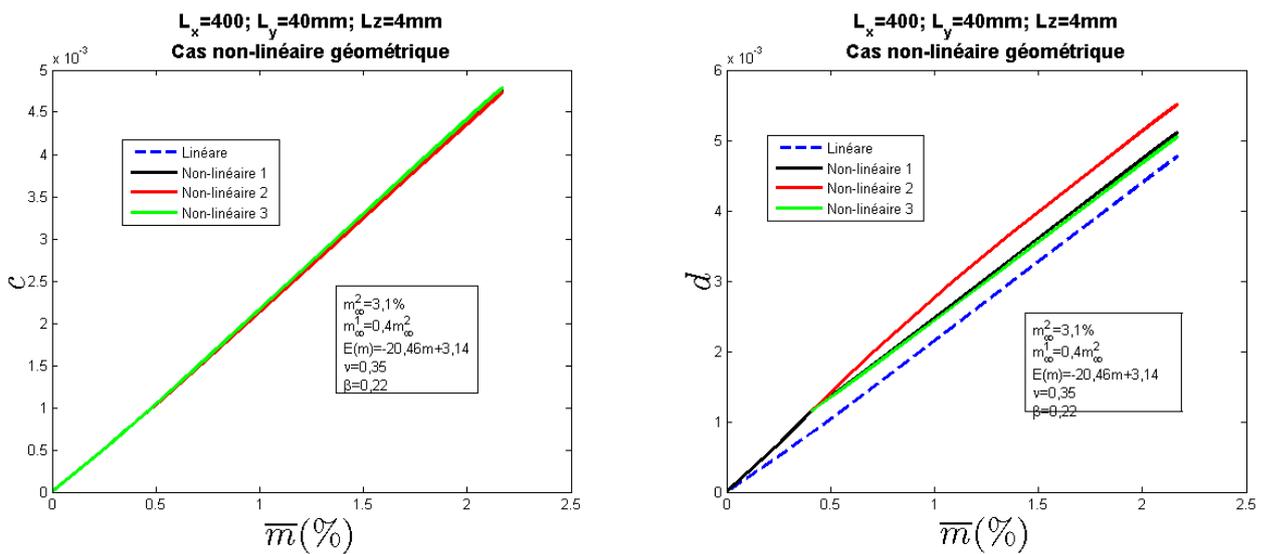


FIGURE 4.7 – Évolution des déformations de membrane ( $c$  et  $d$ ) en linéaire et non linéaire géométrique pour  $AR_{xz} = 100$  et  $AR_{yz} = 10$

Remarque. Des simulations complémentaires dans le cas linéaire géométrique et non linéaire géométrique sont reportées dans l'annexe C.

#### 4.4.2 Présentation du problème inverse

Le problème inverse consiste à identifier  $\nu(m)$ ,  $E(m)$  et  $\beta$  en supposant  $a$ ,  $b$ ,  $c$  et  $d$  connus (déduits de mesures expérimentales). Considérons pour simplifier une plaque carrée pour laquelle  $a = b$  et  $c = d$ . Cette condition est respectée soit dans le cas de plaques ayant un certain rapport d'aspect ou avant le point de bifurcation. L'Eq.(4.18) se réduit à un système de deux équations car dans ce cas les deux premières équations sont identiques ainsi que les deux dernières. Sous ces conditions, on a :

- soit une seule branche de solution ( $AR_{xz} = AR_{yz} = 10$ ) pour  $a$  et pour  $c$  sur tout le domaine

de  $\bar{m}$  (domaine temporel)

– soit trois branches ( $AR_{xz} = AR_{yz} = 100$ ) selon la position par rapport au point de bifurcation. Considérons des valeurs de  $a, b, c, d$  avant le point critique et supposons que le coefficient de Poisson est indépendant de  $m$ , le problème (4.18) s'écrit

$$\begin{cases} a(B_{cz^2} + \frac{A_c L_x^2}{24}) - cB_{cz} + \frac{3a^2 L_x^2 B_{cz}}{48} - \frac{ac L_x^2 B_c}{24} + \frac{(1152 + 640\nu)a^3 L_x^4 B_c}{640 \times 1152(1 + \nu)} + A_{cz} = 0 \\ aB_{cz} - cB_c + \frac{a^2 L_x^2 B_c}{48} + A_c = 0 \end{cases} \quad (4.36)$$

avec

$$\begin{aligned} B_c &= \frac{1}{L_z} \int_Z E(m) dz \\ B_{cz} &= \frac{1}{L_z} \int_Z E(m) z dz \\ B_{cz^2} &= \frac{1}{L_z} \int_Z E(m) z^2 dz \\ A_c &= \frac{\beta}{L_z} \int_Z E(m) m dz \\ A_{cz} &= \frac{\beta}{L_z} \int_Z E(m) m z dz \end{aligned} \quad (4.37)$$

Les paramètres à identifier étant au nombre de trois ( $\nu, E(m), \beta$ ), deux de ces paramètres seront déterminés en fonction du troisième (système sous-déterminé).

En supposant que  $E$  est une fonction linéaire de  $m$  donnée sous la forme  $E(m) = \alpha m + \eta$ , on a

$$\begin{aligned} B_c &= \alpha \bar{m} + \eta \\ B_{cz} &= \alpha \bar{m} \bar{z} \\ B_{cz^2} &= \alpha \bar{m} \bar{z}^2 + \frac{\eta L_z^2}{12} \\ A_c &= \beta(\alpha \bar{m}^2 + \eta \bar{m}) \\ A_{cz} &= \beta(\alpha \bar{m}^2 \bar{z} + \eta \bar{m} \bar{z}) \end{aligned} \quad (4.38)$$

Ainsi, la deuxième équation de Eq.(4.36) permet de caractériser  $\alpha$  en fonction de  $\beta$

$$\alpha(\beta) = \frac{\eta(c - \frac{a^2 L_x^2}{48} - \beta \bar{m})}{a \bar{m} \bar{z} - c \bar{m} + \frac{a^2 L_x^2 \bar{m}}{48} + \beta \bar{m}^2} \quad (4.39)$$

$\alpha$  est ensuite reportée dans la première pour obtenir  $\nu$  en fonction de  $\beta$

$$\nu(\beta) = -\frac{A_\alpha(\beta) + 1152(a^3 L_x^4 B_c + 640 A_{cz})}{A_\alpha(\beta) + 640(a^3 L_x^4 B_c + 1152 A_{cz})} \quad (4.40)$$

avec

$$A_\alpha(\beta) = 737280 \left[ a \left( B_{cz^2} + \frac{A_c L_x^2}{24} \right) - c B_{cz} + \frac{3a^2 L_x^2 B_{cz}}{48} - \frac{ac L_x^2 B_c}{24} \right] \quad (4.41)$$

Sous les hypothèses,  $\nu$  et  $E$  indépendants de  $m$ ,  $E$  se simplifie au niveau des deux équations de Eq.(4.36) et ne peut donc pas être identifié.  $\beta$  et  $\nu$  sont alors donnés par

$$\begin{aligned} \beta &= \frac{48c - a^2 L_x^2}{48 \bar{m}} \\ \nu &= -\frac{A(\beta) + 1152(640 \beta \bar{m} \bar{z} + a^3 L_x^4)}{A(\beta) + 640(a^3 L_x^4 + 1152 \beta \bar{m} \bar{z})} \end{aligned} \quad (4.42)$$

avec

$$A(\beta) = 737280 \left[ a \left( \frac{L_z^2 \bar{m}}{12} + \frac{\beta \bar{m}}{24} \right) - \frac{ac L_x^2}{24} \right] \quad (4.43)$$

La solution de ces problèmes inverses est complexe et n'a pas été explorée. Avant le point de bifurcation, l'identification devrait donner des résultats similaires ou proches du cas linéaire

géométrique.

Après le point de bifurcation où il existe une multiplicité de solutions, des méthodes plus robustes (par exemple des méthodes combinées à des méthodes de continuation type MAN ([15], [57])) pourraient être utilisées pour l'identification.

## 4.5 Conclusion

Ce chapitre est consacré à l'identification des propriétés diffuso-mécaniques à partir des champs de concentration asymétriques dans les composites à matrice polymère. Ces champs génèrent sur le matériau de configuration plaque des courbures et des déformations de membrane. La mesure de ces dernières ne contient pas les paramètres à identifier comme c'était le cas avec l'essai de traction et de flexion dans le chapitre précédent. Au vu des profils polynomiaux du module d'Young et du coefficient de Poisson par rapport à la teneur en eau, l'identification de certains paramètres peut être effectuée sous certaines conditions.

Ainsi, il a été montré dans le cas linéaire géométrique que pour un coefficient de Poisson et un module d'Young constants, seul le coefficient de dilatation hygroscopique peut être identifié pour une plaque carrée. D'autre part, le module d'Young ne peut être identifié que lorsqu'il dépend linéairement de la teneur en eau. Le coefficient de Poisson ne peut pas être identifié et cela est valable quelque soit son profil (sa dépendance par rapport à la teneur en eau).

Dans le cas non-linéaire géométrique, pour des valeurs de déformation de membrane et de courbures avant le point critique (ou point de bifurcation) pour une plaque carrée, le coefficient de dilatation hygroscopique, le coefficient de Poisson et le module d'Young peuvent être identifiés uniquement si le module d'Young et le coefficient de Poisson sont constants. L'identification après le point critique sur une plaque carrée et l'identification sur une plaque rectangulaire avant ou après le point critique doivent être étudiées plus en détails. Une méthode de continuation pour détecter la bifurcation pourrait être nécessaire afin de déterminer avec précision le point de bifurcation soient les valeurs pour lesquelles l'identification est réalisable.



# Conclusions et perspectives

\*\*\*

## Conclusions

L'étude présentée dans cette thèse porte sur la mise en place d'un protocole d'identification des propriétés diffuso-mécaniques sur les matériaux composites à matrice polymère. L'objectif est d'effectuer ces identifications pour des temps courts et sur un nombre optimisé d'échantillons.

La première partie du mémoire, consacrée à l'étude bibliographique, a permis de passer en revue les outils de modélisation des phénomènes diffusifs et mécaniques en précisant les différents couplages. La Thermodynamique des Processus Irréversibles (TIP) basée sur la définition d'un potentiel de dissipation sur lequel repose la détermination des lois de comportement et d'évolution est présentée. Elle permet d'introduire quelques coefficients phénoménologiques de type Onsager pouvant caractériser le couplage entre différentes variables du système. L'approche TIP présentée traite uniquement des potentiels de dissipation quadratiques mais elle n'est pas restreinte à ce type de formes de potentiels de dissipation. La cinétique de diffusion est décrite en utilisant la loi de Fick. Cette loi définit le flux de diffusion comme proportionnel au gradient de concentration d'espèces et suppose une diffusion libre des particules au sein du matériau. Cependant, la loi de Fick peut ne pas décrire fidèlement la diffusion de particules dans le solide comme par exemple dans le cas de réactions chimiques entre les particules au sein du matériau. Mais, dans le cas de diffusion d'eau, la loi de Fick décrit parfaitement le phénomène. L'avantage de cette loi pour des temps courts est qu'elle est caractérisée par une prise de masse linéaire en fonction de la racine du temps, suivie d'un palier de saturation correspondant à l'équilibre du matériau avec l'environnement.

Le chapitre 2 est dédié à une proposition de protocole pour l'identification rapide des propriétés de diffusion anisotrope de matériaux composites à texture complexe. Pour cela, la première étape consiste à effectuer des tests gravimétriques de courtes durées sur des échantillons composites et à mesurer la pente initiale (aux temps courts) de leur courbe de prise de masse par rapport à  $\sqrt{t}$ . L'identification est effectuée en utilisant l'expression analytique de la pente dans le cas anisotrope obtenue en étendant la méthode de la pente de Shen et Springer valable pour la diffusion isotrope et orthotrope. Il a été montré que l'expression de la pente dans le cas anisotrope ne dépend pas des termes extra-diagonaux de la matrice de diffusion anisotrope. Les dimensions de l'échantillon, les 3 valeurs des coefficients principaux de diffusion et les 3 angles de rotation entre l'échantillon et le repère orthotrope ont un impact notable sur la pente. Pour un problème  $3D$ , le problème de l'identification consiste à identifier 6 quantités inconnues : les 3 valeurs des coefficients principaux de diffusion et les 3 angles de rotation entre le repère de l'échantillon et le repère principal. Ces inconnues se réduisent à 3 dans le cas de l'anisotropie plane. C'est pour ce cas plus simple que l'analyse et la discussion de la méthode ont été réalisées. Elles se sont basées sur des données expérimentales issues de la littérature.

Une comparaison de la diffusion  $3D$  et la diffusion  $1D$  est ensuite menée en comparant les solutions massiques et les solutions en concentration de l'équation de Fick orthotrope. Les conditions d'équivalence d'une diffusion  $3D$  à une diffusion  $1D$  ont été discutées en fonction de l'épaisseur de l'échantillon et pour une précision donnée.

La troisième partie a étudié la faisabilité d'identifier les propriétés diffuso-mécaniques des matériaux composites à matrice polymère sur des échantillons avec gradients d'humidité au lieu d'échantillons à saturation. L'identification a été effectuée en utilisant un modèle de diffusion de Fick  $1D$  couplé avec un modèle mécanique  $2D$  en contraintes planes hygroélastique. La solution du modèle est obtenue par la méthode numérique PGD. Des essais couplés de traction et de flexion ont été étudiés. Les essais sont découplés lorsque les propriétés mécaniques élastiques de la matrice sont des fonctions polynomiales de la teneur en eau. L'identification a été effectuée pour des dépendances linéaires des paramètres  $\nu(m)$  et  $E(m)$  en fonction de la teneur en eau,  $m$ . Au vu des résultats numériques, l'utilisation de l'essai de flexion réduit largement le temps d'identification par rapport à l'essai de traction d'une part et par rapport à l'identification dans le cas saturé. Le coefficient de dilatation hygroscopique apparaît uniquement dans les équations en traction : il a un effet sur les paramètres identifiés aux temps courts mais n'a pu être identifié.

La dernière partie est consacrée à l'identification des propriétés diffuso-mécaniques à partir des champs de concentration asymétriques dans les composites à matrice polymère. L'asymétrie de ces champs de concentration due à l'imposition de différentes conditions aux bords permet de générer

des courbures et des déformations de membrane sans appliquer un chargement (type traction et/ou flexion). La mesure de ces dernières a permis d'effectuer l'identification à travers un modèle couplé de diffusion de  $1D$  et un modèle mécanique  $2D$  en contraintes planes hygroélastique dans le cas linéaire géométrique. Pour des profils linéaires des propriétés mécaniques élastiques,  $\nu(m)$  et  $E(m)$ , en fonction de la teneur en eau,  $m$ , l'identification est effectuée. Seul le coefficient de dilatation hygroscopique,  $\beta$ , a pu être identifié pour des valeurs constantes de  $\nu$  et  $E$ . Le module d'Young,  $E(m)$  a été déterminé avec  $\beta$  uniquement lorsqu'il dépend linéairement de  $m$  pour une valeur  $\nu$ . Dans tous les cas de figure,  $\nu$  n'a pas pu être identifié. L'étude des courbures et des déformations de membrane a été ensuite abordée dans le cas non linéaire géométrique où une ou trois solutions réelles apparaissent selon les valeurs des rapports d'aspect,  $AR_{xz}$  et  $AR_{yz}$ . Les solutions réelles stables apparaissent soit avant le point critique soit après le point critique. Pour des valeurs de courbures et de déformations de membrane avant le point critique, l'identification de  $\beta$  et de  $\nu$  peut être faite lorsque  $E$  et  $\nu$  sont indépendants de  $m$ .

## Perspectives

Les perspectives de cette thèse sont nombreuses.

- Tout d'abord, concernant l'identification de la diffusion anisotrope, il s'agit de définir un algorithme plus robuste pour étendre le protocole proposé dans cette thèse pour l'identification rapide des propriétés de diffusion anisotrope de matériaux composites à texture complexe à des plages plus larges de coefficients orthotropes. Pour cela une des pistes d'algorithme serait l'utilisation d'un algorithme type génétique.

Le système pourrait être écrit dans le cas  $3D$  à l'aide des quaternions à la place des angles d'Euler.

- Dans le cas de l'identification de propriétés diffuso-mécaniques sur des matériaux à gradients d'humidité, une étude devrait être menée pour évaluer plus précisément la sensibilité de la pente au nombre de points de prise de masse. Ensuite il serait intéressant d'évaluer le protocole mis en place pour des matériaux présentant une anisotropie de diffusion et donc pour cela il faudrait tout d'abord considérer l'effet de la triaxialité sur la réponse en diffusion d'une part puis ensuite sous chargement (traction et ou flexion).

L'extension au comportement mécanique orthotrope et anisotrope pourrait être envisagée en utilisant d'autre type d'essais (essai de torsion par exemple).

- La proposition de l'identification des propriétés diffuso-mécaniques basée sur l'emploi des champs de concentrations asymétriques en non-linéaire géométrique doit être complétée. Tout d'abord une méthode de continuation peut être utilisée afin de déterminer de manière précise le point de bifurcation afin de connaître l'intervalle de  $a$ ,  $b$ ,  $c$ ,  $d$  pour lequel l'identification est possible (une seule solution stable).

La possibilité d'identifier après le point critique doit être étudiée avec les branches stables.

Cette thèse a donné lieu aux articles sur revue suivants :

- Beringhier M., Djato A., Maida D., Gigliotti M. : A novel protocol for rapid identification of anisotropic diffusion properties of polymer matrix composite materials with complex texture, *Composites Structures*, 201 :1088-1096, 2018.
- Djato A., Beringhier M., Gigliotti M. : Identification of moisture affected mechanical properties of polymer matrix materials by the employment of samples with moisture gradients, *Mechanics of Advanced Materials and Structures*, accepted in press.



# Bibliographie

\*\*\*

- [1] Ammar A., Mokdad B., Chinesta F., and Keunings R. A new family of solvers for some classes of multidimensional partial differential equations encountered in kinetic theory modeling of complex fluids. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mech*, 139 :153–176, 2006.
- [2] Fick A. On liquid diffusion / uber diffusion. *Poggendorff's Annalen der Physik und Chemie*, 94 :58–86, 1855.
- [3] Simar A. *Impact du vieillissement humide sur le comportement d'un composite à matrice organique tissé fabriqué par injection RTM : mise en évidence d'un couplage entre absorption d'eau et thermo-oxydation de la matrice*. PhD thesis, Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aéronautique (ENSMA), 2014.
- [4] Simar A., Gigliotti M., Grandidier J. C., and Ammar-Khodja I. Evidence of thermo-oxidation phenomena occurring during hygrothermal aging of thermosetting resins for rtm composite applications. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 66 :175–182, 2014.
- [5] Loos A. C. and Springer G. S. Moisture absorption of graphite-epoxy composites immersed in liquids and in humid air. *Journal of Composite Materials*, 13 :131–147, 1979.
- [6] Sar B.E., Freour S., Davies P., and Jacquemin F. Coupling moisture diffusion and internal mechanical states in polymers – a thermodynamical approach. *European Journal of Mechanics - A/Solids*, 36 :38–43, 2012.
- [7] Eckart C. The thermodynamics of irreversible processes, ii. fluid mixtures. *Physical Review*, 58 :269–275, 1940.
- [8] Humeau C., P. Davies, and Jacquemin F. An experimental study of water diffusion in carbon/epoxy composites under static tensile stress. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 107 :94–104, 2018.
- [9] Shen C. and Springer G. S. Moisture absorption and desorption of composite materials. *Journal of Composite Materials*, 10 :2–20, 1976.
- [10] Truesdell C. *Rational Thermodynamics*. Springer-Verlag, 1984.
- [11] Shen C. H. and Springer G. S. Moisture absorption and desorption of composite materials. *Journal of Composite Materials*, 10 :2–20, 1976.
- [12] Shen C. H. and Springer G. S. Environmental effects on the elastic moduli of composite materials. *Journal of Composite Materials*, 11 :250–264, 1977.
- [13] Gueribiz D., Jacquemin F., and Fréour S. A moisture diffusion coupled model for composite materials. *European Journal of Mechanics - A/Solids*, 42 :81–89, 2013.
- [14] DeGroot D.R. and Mazur P. *Thermodynamics of Irreversible Processes*. North-Holland, 1962.
- [15] Boutyour E.H., Zahrouni H., Potier-Ferry M., and Boudi M. Asymptotic-numerical method for buckling analysis of shell structures with large rotations. *Journal of Computational and Applied Mathematics*, 168 :77–85, 2004.
- [16] Mansfield E.H. *The Bending & Stretching of Plates*. Cambridge University Press, 1989.
- [17] Chinesta F., Keunings R., and Leygue A. The proper generalized decomposition for advanced numerical simulation. 2014.

- [18] Pierron F., Poirette Y., and Vautrin A. 3d moisture diffusion parameters on thick composites : theory, validation and experimental results. *Journal of Composite Materials*, 36 :2219–2243, 2002.
- [19] Zara F. *Modèle mécanique d'une plaque mince*. PhD thesis, Université de Lyon - HDR, 2017.
- [20] Maugin G. *The Thermodynamics of Nonlinear Irreversible Behaviors : An Introduction*. World Scientific, 1999.
- [21] Rambert G. *Modélisation des couplages thermo-diffuso-mécaniques dans les matériaux polymères. Application numérique à la décompression explosive*. PhD thesis, Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique (ENSMA) et Faculté des Sciences Fondamentales et Appliquées, 2002.
- [22] Youssef G., Fréour S., and Jacquemin F. Stress-dependent moisture diffusion in composite materials. *Journal of Composite Materials*, 43 :1621–1637, 2009.
- [23] M. Gigliotti and Jacquemin F. On cyclical hygrothermal fields in laminated plates. *Journal of composite materials*, 47 :231–242, 2012.
- [24] Ramezani Dana H., Perronnet A., Fréour S., Casari P., and Jacquemin F. Identification of moisture diffusion parameters in organic matrix composites. *Journal of Composite Materials*, 47 :1081–1092, 2013.
- [25] Carslaw H. S. and Jaeger J. *Conduction of Heat in Solids*. Oxford University Press, 1959.
- [26] Muller I. *Thermodynamik*. Bertelsmann, 1973.
- [27] Crank J. *The Mathematics of Diffusion*. Oxford University Press, 1975.
- [28] Jedidi J. *Contribution à la caractérisation en cyclage hygrothermique d'un matériau composite - Application à l'avion supersonique*. PhD thesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 2005.
- [29] Powers J.M. On the necessity of positive semi-definite conductivity and onsager reciprocity in modeling heat conduction in anisotropic media. *Journal of Heat Transfer*, 126 :670–675, 2004.
- [30] Gibbs J.W. *On the Equilibrium of Heterogeneous Substances*. The Collected Works of J. Willard Gibbs, 1928.
- [31] Rajagopal K.R. and Tao L. *Mechanics of Mixtures*. World Scientific, 1995.
- [32] Aktas L., Hamidi Y. K., and Altan M. C. Combined edge and anisotropy effects on fickian mass diffusion in polymer composites. *Journal of Engineering Materials and Technology*, 126 :427 – 435, 2004.
- [33] Belec L. and Joliff Y. Numerical study on the evaluation of thermal and mechanical stresses during the welding of coated pipelines. *Progress in Organic Coatings*, 111 :336–342, 2017.
- [34] Onsager L. Reciprocal relations in irreversible processes. *Physical Review*, 37 :405–426, 1931.
- [35] Grace L. R. and Altan M. C. Characterization of anisotropic moisture absorption in polymeric composites using hindered diffusion model. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 8 :1187–1196, 2012.
- [36] P Ladevèze. Sur une famille d'algorithmes en mécanique de structure. *Comptes-rendus de l'Académie des Sciences*, (2) :41–44, 1985.
- [37] Beringhier M., Djato A., Maida D., and Gigliotti M. A novel protocol for rapid identification of anisotropic diffusion properties of polymer matrix composite materials with complex texture. *Composite Structures*, 201 :1088 – 1096, 2018.
- [38] Beringhier M., Simar A., Gigliotti M., Ammar-Khodja I., and Grandidier J. C. Identification of the orthotropic diffusion properties of rtm textile composites for aircraft applications. *Composite Structures*, 137 :33–43, 2016.
- [39] Beringhier M. and Gigliotti M. A novel methodology for the rapid identification of the water diffusion coefficients of composite materials. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 68 :212 – 218, 2015.

- [40] Beringhier M. and Gigliotti M. A novel methodology for the rapid identification of the water diffusion coefficients of composite materials. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 68 :212–218, 2015.
- [41] Gigliotti M. and Vautrin A. Internal stresses in composite laminates due to cyclical hygrothermal loading. *AIAA Journal*, 42 :2600–2605, 2004.
- [42] Gigliotti M. and Minervino M. The deformed shape of isotropic and orthotropic plates subjected to bending moments distributed along the edges. 49 :1367–1384, 2014.
- [43] Kern M. Problèmes inverses : aspects numériques. Lecture, 2002.
- [44] Ounaies M., Harchay M., Dammak F., and Ben Daly H. Prediction of hygrothermal behavior of polyester/glass fiber composite in dissymmetric absorption. *Journal of Composite Materials*, In Press, 2018.
- [45] Gurtin M. E. and Yatomi C. On a model for two phase diffusion in composite materials. *Journal of Composite materials*, 13 :126–130, 1979.
- [46] Gurtin M. E., Fried E., and Anand L. *The Mechanics and Thermodynamics of Continua*. Cambridge University Press, 2010.
- [47] Hyer M. W. Calculation of the room-temperature shape of unsymmetric laminates. *Journal of Composite Materials*, 15 :296–310, 1981.
- [48] H. Obeid, Clement A., Freour S., Jacquemin F., and Casari P. On the identification of the coefficient of moisture expansion of polyamide-6 : Accounting differential swelling strains and plasticization. *Mechanics of Materials*, 118 :1–10, 2018.
- [49] Duhem P. *Traité d'Énergetique et de Thermodynamique Générale*. Gauthier-Villars, 1911.
- [50] Glansdorff P. and Prigogine I. *Structure, Stability and Fluctuations*. Wiley, 1971.
- [51] Vannucci P. The polar analysis of a third order piezoelectricity-like plane tensor. *International journal of solid and structures*, 44 :7803–7815, 2007.
- [52] Vannucci P. *Anisotropic Elasticity*. Springer, 2018.
- [53] Vannucci P. and Vincenti A. The design of laminates with given thermal/hygral expansion coefficients : A general approach based upon the polar-genetic method. *Composite Structures*, 79 :454–466, 2007.
- [54] Vannucci P. and Verchery G. Stiffness design of laminates using the polar method. *International Journal of Solids and Structures*, 38 :9281–9294, 2001.
- [55] Leger R., Roy A., and J.C.Grandidier. Non-classical water diffusion in an industrial adhesive. *International Journal of Adhesion & Adhesives*, 30 :744–753, 2010.
- [56] Mauri R. *Non-Equilibrium Thermodynamics in Multiphase Flows (Soft and Biological Matter)*. Springer-Verlag, 2012.
- [57] Abdelkhalek S., Zahrouni H., Legrand N., and Potier-Ferry M. Post-buckling modeling for strips under tension and residual stresses using asymptotic numerical method. *International Journal of Mechanical Sciences*, 104 :126–137, 2015.
- [58] Alston S., Korkees F., and Arnold J. An assessment of methods to determine the directional moisture diffusion coefficients of composite materials. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 55 :120–128, 2013.
- [59] Neuman S., Marom G., and Arhonime M. T. The anisotropic diffusion of water in kevlar-epoxy composites. *Journal of Materials Science*, 22 :2435–2446, 1987.
- [60] Popineau S., Rondeau-Mouro C., Sulpice-Gaillet C., and Shanahan M. E. R. Free/bound water absorption in an epoxy adhesive. *Polymer*, 46 :10733–10740, 2005.
- [61] Roy S., Szekeres A., Wang Y., and Nair A. On solvent diffusion in a solid with large dilatation. *Composites Science and Technology*, 68 :2697–2704, 2008.
- [62] C. H. Shen and G. S. Springer. Effects of moisture and temperature on the tensile strength of composite materials. *Journal of Composite Materials*, 11 :2–16, 1977.

- [63] Peret T., Clement A., Freour S., and Jacquemin F. Numerical transient hygro-elastic analyses of reinforced fickian and non-fickian polymers. *Composite Structures*, 116 :395–403, 2014.
- [64] Peret T., Clement A., Freour S., and Jacquemin F. Effect of mechanical states on water diffusion based on the free volume theory : Numerical study of polymers and laminates used in marine application. *Composites Part B : Engineering*, 118 :54–66, 2017.
- [65] Joliff Y., Belec L., and Chailan J. F. Modified water diffusion kinetics in an unidirectional glass/-fibre composite due to the interphase area : Experimental, analytical and numerical approach. *Composite Structures*, 97 :296–303, 2013.
- [66] Joliff Y., Belec L., Heman M. B., and Chailan J. F. Experimental, analytical and numerical study of water diffusion in unidirectional composite materials – interphase impact. *Computational Materials Science*, 64 :141–145, 2012.
- [67] Joliff Y., Rekik W., Belec L., and Chailan J. F. Study of the moisture/stress effects on glass fibre/epoxy composite and the impact of the interphase area. *Composite Structures*, 108 :876–885, 2014.
- [68] Weitsman Y. J. *Fluids Effects in Polymers and Polymeric Composites*. Springer, 2012.
- [69] Weitsman Y.J. Coupled damage and moisture transport in fiber-reinforced polymeric composites. *International Journal of Solids and Structures*, 23 :1003–1025, 1987.
- [70] Weitsman Y.J. Stress assisted diffusion in elastic and viscoelastic materials. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 35 :73–94, 1987.

# Annexe du chapitre 2

\*\*\*

## A.1 La méthode PGD pour la résolution d'EDP

La méthode PGD (Proper Generalized Decomposition) encore appelée décomposition propre généralisée est une méthode de résolution des EDP qui consiste à rechercher la solution sous la forme d'une somme de produits de fonctions à variables séparées. Cette méthode a été introduite dans les années 90 dans le cadre de la méthode LATIN (LArge Time INcrement) pour résoudre les problèmes de mécanique non-linéaire [36]. Pour ces problèmes, la solution était recherchée avec uniquement une décomposition espace-temps :

$$u(\underline{X}, t) = \sum_{i=1}^n F_i(\underline{X})T_i(t).$$

Cette décomposition a ensuite été étendue au cas multidimensionnel en 2006 par Ammar et Chinesta [1] :

$$u(x_1, \dots, x_D) = \sum_{i=1}^n F_i^1(x_1) \dots F_i^N(x_D).$$

Son avantage par rapport aux méthodes classiques de résolution type éléments finis ou différences finies est qu'elle permet de réduire fortement le nombre d'inconnus et le temps de calcul.

Par exemple pour un problème de dimension  $D$  avec  $M$  points de discrétisation pour chaque dimension, nous avons  $n \times M \times D$  inconnues pour la méthode PGD et  $M^D$  inconnues pour la méthode des éléments finis où  $n$  est le nombre de fonctions nécessaires pour représenter la solution. La méthode PGD est donc d'autant plus efficace que le nombre de dimensions est grand.

## A.2 La méthode PGD pour le calcul d'une solution paramétrique vs identification

Chinesta et al. ont ensuite proposé de considérer les paramètres matériau comme des extra-coordonnées ce qui permet d'avoir une solution paramétrique pouvant être vue comme des abaques numériques permettant à l'ingénieur une identification rapide des coefficients matériau. D'autres types d'extra-coordonnées ont aussi été considérés par ces mêmes auteurs comme les conditions initiales, le chargement, la géométrie. Pour plus de détails sur ce sujet, le lecteur pourra se référer à [17].

Dans le cas d'un problème de diffusion, les paramètres diffusifs peuvent être considérés comme des extra-coordonnées en vue de l'identification rapide des coefficients. Dans cette approche, la solution paramétrique (dépendant des variables d'espace, du temps et des paramètres diffusifs) est connue pour certaines domaines de variations des paramètres. La procédure d'identification se résume ainsi à l'évaluation de la solution pour des valeurs particulières des paramètres au lieu d'un calcul éléments finis 3D à chaque itération de l'algorithme d'optimisation. Cette stratégie a notamment été utilisée par Beringhier et al. dans le cas de la diffusion 3D isotrope et 3D orthotrope ([39], [38]). Dans le cas isotrope, cette stratégie permet de réduire d'un facteur 8 le temps de calcul pour l'identification en comparaison avec un calcul utilisant la méthode des éléments finis.

### A.3 Algorithme de la méthode PGD

Afin de présenter la méthode PGD, nous avons choisi de se restreindre au cas monodimensionnel de la diffusion isotrope et nous ferons quelques remarques concernant l'extension au cas tridimensionnel et anisotrope.

Dans ce cas, l'équation de diffusion s'écrit :

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} \quad (\text{A.1})$$

où  $(x, t) \in \Omega_x \times \Omega_t$ .  $\Omega_x$  est l'espace physique sur lequel notre problème est défini et  $\Omega_t$  l'intervalle de temps avec une condition initiale nulle et une condition aux bords égale à  $C_\infty$ . Le bord sera noté dans la suite  $\partial\Omega$ .

L'idée principale de la méthode PGD est d'exprimer la solution comme somme de produit de fonctions à variables séparées :

$$C(x, t) \approx \sum_{i=1}^N X_i(x)T_i(t) \quad (\text{A.2})$$

Chaque terme  $X_i(x)T_i(t)$  de la somme est appelé mode.  $X_i$  et  $T_i$  sont des fonctions dépendant respectivement de  $x$  et  $t$ .

La PGD étant généralement écrite pour des conditions initiales et aux bords nulles, le changement de variable suivant est considéré :

$$C = C^0 + C^D \quad (\text{A.3})$$

avec  $C^D$ , une fonction connue qui doit être écrite sous la forme d'une représentation séparée

$$C^D = \sum_{i=1}^{N_D} X_i^D(x)T_i^D(t) \quad (\text{A.4})$$

et qui vérifie les relations suivantes :

$$C = 0 \quad \text{à} \quad t = 0 \quad \forall \Omega, \quad (\text{A.5})$$

$$C = C_\infty \neq 0 \quad \text{sur} \quad \partial\Omega.$$

La résolution de (A.1) se ramène donc à la résolution du problème suivant :

$$\begin{cases} \frac{\partial C^0}{\partial t} - D \frac{\partial^2 C^0}{\partial x^2} &= \frac{\partial C^D}{\partial t} - D \frac{\partial^2 C^D}{\partial x^2} \\ C^0 &= 0 \quad \text{à} \quad t = 0 \quad \forall \Omega \\ C^0 &= C_\infty \quad \text{sur} \quad \partial\Omega \end{cases} \quad (\text{A.6})$$

$C^D$  étant connu (eq. (A.4)), nous pouvons poser :

$$f(x, t) = \frac{\partial C^D}{\partial t} - D \frac{\partial^2 C^D}{\partial x^2} = \sum_{i=1}^{N_D} f_x^i(x)f_t^i(t) \quad (\text{A.7})$$

Une fois le changement de variable effectuée, la formulation de Galerkin liée à l'équation (A.6) s'écrit :

$$\int_{\Omega_x \times \Omega_t} C^* \left( \frac{\partial C^0}{\partial t} - D \frac{\partial^2 C^0}{\partial x^2} \right) dx dt = \int_{\Omega_x \times \Omega_t} C^* \left( \frac{\partial C^D}{\partial t} - D \frac{\partial^2 C^D}{\partial x^2} \right) dx dt \quad (\text{A.8})$$

où  $C^0$  est un champ réel et  $C^*$  un champ virtuel.

A l'itération  $n + 1$ ,  $C^0$  est recherchée sous la forme :

$$C^0(x, t) = \sum_{i=1}^n X_i^0(x)T_i^0(t) + A(x)B(t) = C^0{}^n + AB \quad (\text{A.9})$$

En considérant le champ virtuel

$$C^{0*}(x, t) = A^*(x)B(t) + A(x)B^*(t) \quad (\text{A.10})$$

la résolution de (A.8) mène à la résolution d'un système non linéaire en  $A(x)$  et  $B(t)$ .

Comme proposé par Ammar et al. [1], ce système est résolu par une méthode de point fixe à directions alternées. L'algorithme de point fixe est une procédure itérative où la solution d'une fonction est recherchée en imposant une valeur aux autres. Dans notre exemple, comme nous avons uniquement deux variables, nous avons donc deux étapes dans l'algorithme du point fixe.

Les deux étapes dans l'algorithme du point fixe s'écrivent comme suit :

- Étape 1 : Calcul de  $A(x)$   
Supposons que  $B(t)$  est connu, le champ virtuel se réduit alors à :

$$C^{0*}(x, t) = A^*(x)B(t).$$

L'équation A.8 devient alors :

$$\int_{\Omega_x \times \Omega_t} \left( \left( B \frac{dB}{dt} \right) A^* A + D \left( B^2 \right) \frac{dA^*}{dx} \frac{dA}{dx} \right) dxdt = r(A^* B, C^{0n}) \quad (\text{A.11})$$

où  $r(.,.)$  s'écrit

$$r(C^{0*}, C^{0n}) = \int_{\Omega_x \times \Omega_t} \left( \frac{\partial C^{0n}}{\partial t} C^{0*} + \frac{\partial C^{0*}}{\partial x} D \frac{\partial C^{0n}}{\partial x} \right) dxdt + \int_{\Omega_x \times \Omega_t} (f(x, t) C^{0*}) dxdt \quad (\text{A.12})$$

qui se ramène à un système linéaire en  $A$  à l'aide d'une technique de discrétisation adaptée.

Remarque. Les fonctions à variables séparées sont définies sous forme discrète sur un maillage spécifique en  $x$  et  $t$ . Les fonctions de forme sont ici choisies linéaires pour l'espace et le temps.

- Étape 2 : Calcul de  $B(t)$   
Supposons que  $A(x)$  est connu, le champ virtuel se réduit alors à :

$$C^{0*}(x, t) = A(x)B^*(t).$$

L'équation A.8 devient alors :

$$\int_{\Omega_x \times \Omega_t} \left( \left( B^* \frac{dB}{dt} \right) A^2 + D \left( B^* B \right) \frac{dA}{dx} \frac{dA}{dx} \right) dxdt = r(AB^*, C^{0n}) \quad (\text{A.13})$$

qui se ramène à un système linéaire en  $B$  à l'aide d'une technique de discrétisation adaptée.

La procédure itérative de l'algorithme du point fixe est stoppée lorsque le résidu est suffisamment petit par rapport à un paramètre  $\epsilon$  ou lorsque le nombre maximal d'itérations est atteint. Le résidu est défini par :

$$E_{PF}(k+1) = \left\| A^{k+1} B^{k+1} - A^k B^k \right\|_2 \quad (\text{A.14})$$

où  $k$  et  $k+1$  sont les itérations de point fixe.

La procédure itérative d'enrichissement (nombre de modes) est stoppée lorsque le taux de réduction du résidu est suffisamment petit :

$$\mathcal{E}(n+1) = \frac{\|C^{0n+1} - c^{0n}\|_2}{\|c^{0n}\|_2} \quad (\text{A.15})$$

**Remarque.** Dans les applications considérées, la géométrie est un parallélépipède, le domaine spatial noté  $\Omega$  est décomposé en  $\Omega = \Omega_x \times \Omega_y \times \Omega_z$ . Dans le cas de la diffusion 3D, la représentation séparée suivante est postulée

$$C(x, y, z, t) \approx \sum_{i=1}^N X_i(x)Y_i(y)Z_i(z)T_i(t) \quad (\text{A.16})$$

et ensuite la masse en fonction du temps est calculée

$$\widetilde{M}^{PGD}(t) = \int_{\Omega_x} \int_{\Omega_y} \int_{\Omega_z} C(x, y, z, t) dx dy dz \quad (\text{A.17})$$

L'algorithme de résolution est le même que précédemment excepté que le mode spatial  $A(x)$  est remplacé par  $A_x(x)A_y(y)A_z(z)$ . L'algorithme de point fixe nécessite donc la résolution de 5 étapes au lieu de 2, chacune des fonctions à une variable  $A_x(x), A_y(y), A_z(z), B(t)$  est calculée alternativement à partir des 4 autres.

# Annexe du chapitre 3

\*\*\*

## B.1 Choix des expressions des déformations résiduelles

Dans le problème (3.26), les déformations de membrane,  $c$  et  $d$  sont difficiles à mesurer expérimentalement, les déformations résiduelles sont plus accessibles à la mesure expérimentale. Elles peuvent néanmoins s'écrire de différentes manières. Afin de trouver les expressions les plus adaptées, on pose pour des dépendances polynomiales de  $\nu(m)$  et  $E(m)$

$$A_c^\nu = A_c^H + A_c^{\nu H}$$

$$A_{cz}^\nu = A_{cz}^H + A_{cz}^{\nu H}$$

avec  $A_c^H$ ,  $A_c^{\nu H}$ ,  $A_{cz}^H$  et  $A_{cz}^{\nu H}$  définis dans Eq. (3.27).4 et Eq. (3.27).5.

Nous allons discuter les 4 choix potentiels pour les expressions des déformations résiduelles.

### B.1.1 Premier choix - déformations résiduelles sous la forme $c - \frac{A_c^\nu}{Q_c}$ et $d - \frac{A_c^\nu}{Q_c}$

Si l'on suppose que les déformations résiduelles sont sous la forme  $c - \frac{A_c^\nu}{Q_c}$  et  $d - \frac{A_c^\nu}{Q_c}$ , alors les équations en flexion reste les mêmes que celles de Eq.(3.32), tandis que la traction conduit à résoudre le système (B.1) dont les solutions (en  $c - \frac{A_c^\nu}{Q_c}$  et  $d - \frac{A_c^\nu}{Q_c}$ ) en fonction du temps sont représentées sur Fig.B.1

$$\begin{bmatrix} \overline{Q_c} & \overline{Q_c^\nu} \\ \overline{Q_c^\nu} & \overline{Q_c} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} c - \frac{A_c^\nu}{Q_c} \\ d - \frac{A_c^\nu}{Q_c} \end{bmatrix} + \frac{\overline{Q_c}}{\overline{Q_c^\nu}} \begin{bmatrix} A_c^\nu \\ A_c^\nu \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \sigma_{xx}^T \\ \sigma_{yy}^T \end{bmatrix} \quad (\text{B.1})$$

Le quotient  $-\frac{d - \frac{A_c^\nu}{Q_c}}{c - \frac{A_c^\nu}{Q_c}}$  devrait avoir les mêmes propriétés que le coefficient de Poisson et doit être ainsi compris entre 0 et 0,5. Cependant, Fig.B.2 montre l'évolution de ce quotient en fonction du temps et indique des valeurs au delà de 0,5. On peut en déduire que les expressions  $c - \frac{A_c^\nu}{Q_c}$  et  $d - \frac{A_c^\nu}{Q_c}$  ne sont donc pas adaptées aux déformations résiduelles.

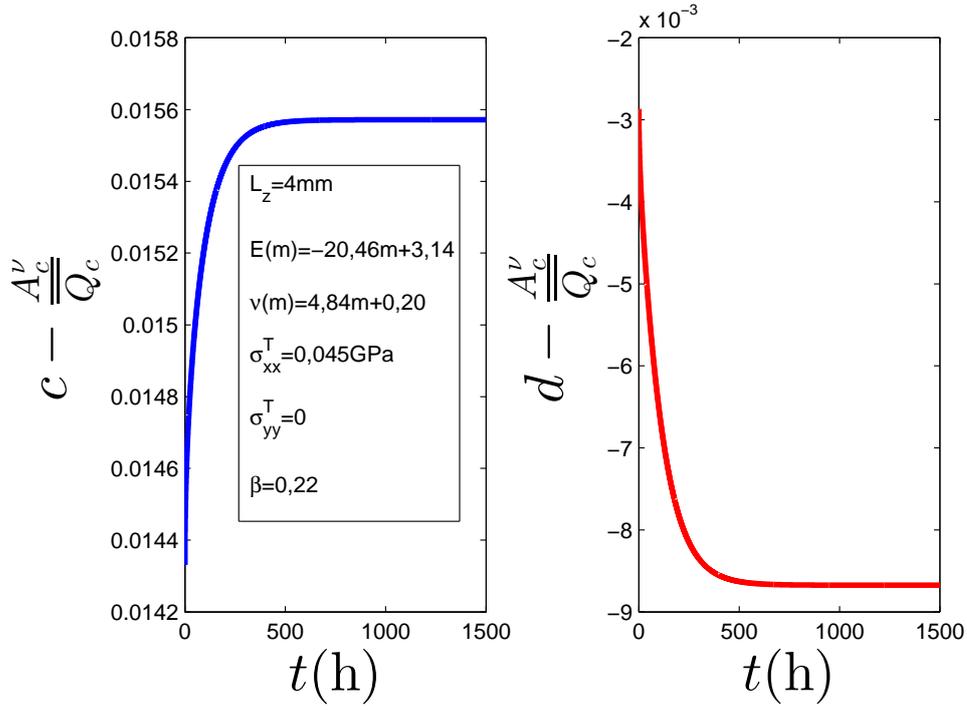


FIGURE B.1 – Premier choix des déformations résiduelles

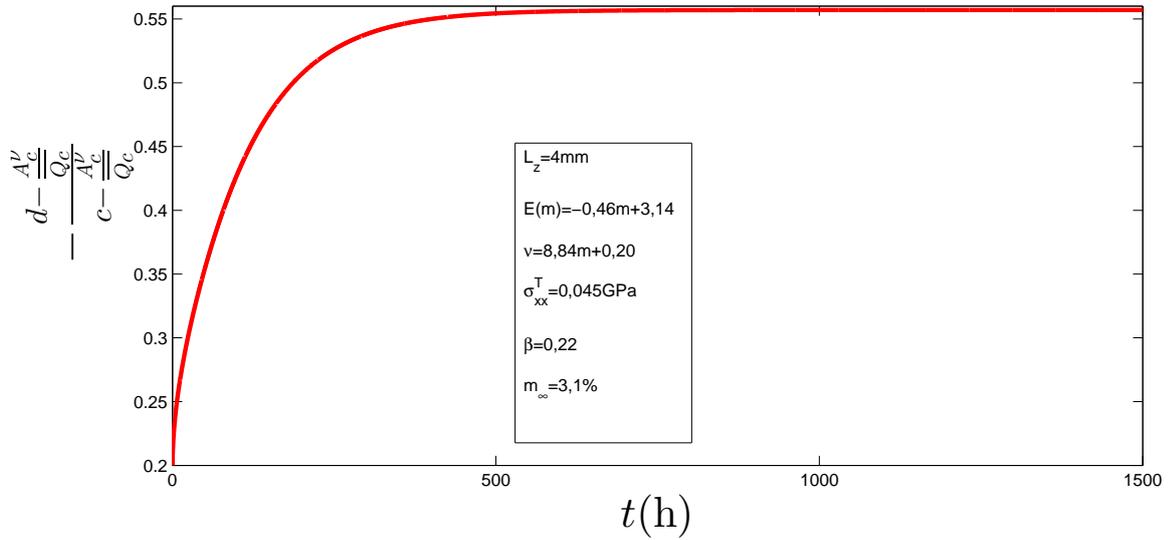


FIGURE B.2 – Évolution du quotient  $\frac{d - \frac{A_c^\nu}{Q_c}}{c - \frac{A_c^\nu}{Q_c}}$

### B.1.2 Deuxième choix - déformations résiduelles sous la forme de $c - \frac{A_c^\nu}{Q_c}$ et $d - \frac{A_c^\nu}{Q_c}$

Considérons maintenant que les déformations résiduelles s'expriment sous la forme de  $c - \frac{A_c^\nu}{Q_c}$  et  $d - \frac{A_c^\nu}{Q_c}$ , alors le problème en traction est sous la forme suivante :

$$\begin{bmatrix} \overline{Q_c} & \overline{Q_c^\nu} \\ \overline{Q_c^\nu} & \overline{Q_c} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} c - \frac{A_c^\nu}{Q_c} \\ d - \frac{A_c^\nu}{Q_c} \end{bmatrix} + \frac{\overline{Q_c^\nu}}{\overline{Q_c}} \begin{bmatrix} A_c^\nu \\ A_c^\nu \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \sigma_{xx}^T \\ \sigma_{yy}^T \end{bmatrix} \quad (\text{B.2})$$

La figure B.3 représente les évolutions temporelles de ces déformations. On y constate une évolution inhabituelle de la déformation résiduelle longitudinale,  $c - \frac{A_c^\nu}{Q_c^\nu}$ . En effet, on remarque qu'elle prend des valeurs positives ensuite négatives, tandis que la déformation résiduelle transversale est positive en tout temps. Ce qui signifie que le quotient  $-\frac{d - \frac{A_c^\nu}{Q_c^\nu}}{c - \frac{A_c^\nu}{Q_c^\nu}}$  qui devrait être compris entre 0 et 0,5 donc positif, prend à partir d'un certain temps des valeurs négatives, ce qui ne correspond pas à un coefficient de Poisson.

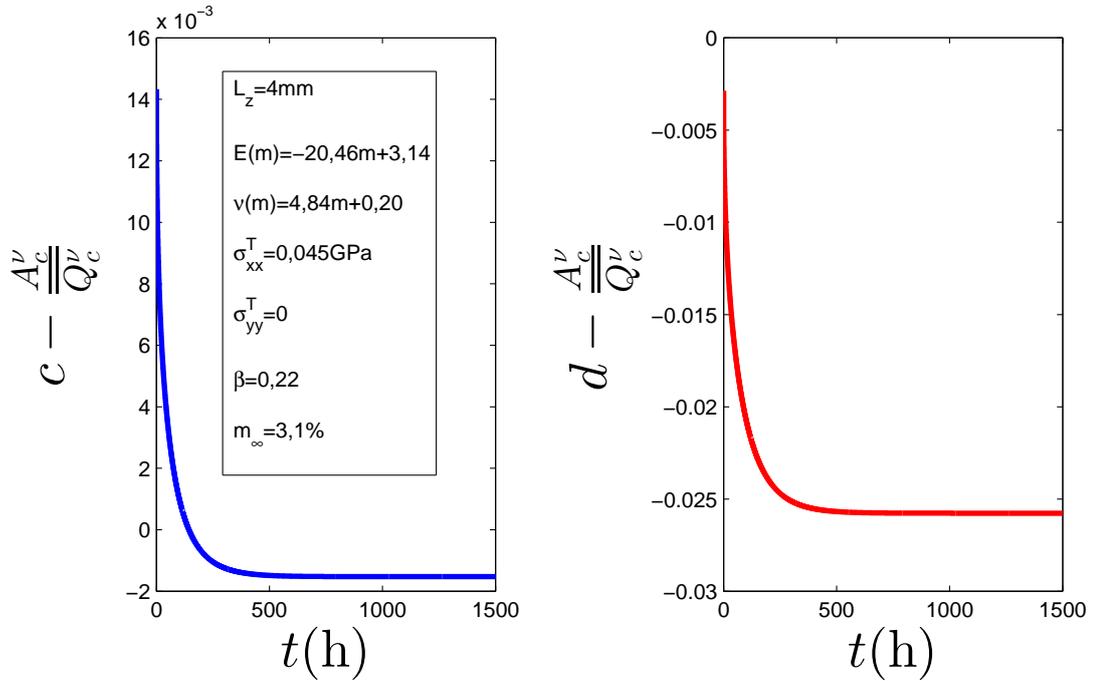


FIGURE B.3 – Deuxième choix des déformations résiduelles

### B.1.3 Troisième choix - déformations résiduelles sous la forme $c - \frac{A_c^H}{Q_c}$ et $d - \frac{A_c^H}{Q_c}$

Considérons maintenant les déformations résiduelles sous la forme  $c - \frac{A_c^H}{Q_c}$  et  $d - \frac{A_c^H}{Q_c}$ . Dans ce cas, le problème pour l'essai de traction devient

$$\begin{bmatrix} \overline{Q_c} & \overline{Q_c^\nu} \\ \overline{Q_c^\nu} & \overline{Q_c} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} c - \frac{A_c^H}{Q_c} \\ d - \frac{A_c^H}{Q_c} \end{bmatrix} + \left( \frac{\overline{Q_c^\nu}}{Q_c} A_c^H - A_c^{\nu H} \right) \begin{bmatrix} 1 \\ 1 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \sigma_{xx}^T \\ \sigma_{yy}^T \end{bmatrix} \quad (\text{B.3})$$

Les allures des déformations résiduelles sont normales et le quotient  $-\frac{d - \frac{A_c^H}{Q_c}}{c - \frac{A_c^H}{Q_c}}$  est égal à 0,35 à la saturation comme illustrée sur Fig.B.4 et Fig.B.5, ce qui correspond bien à l'expression  $\nu(m) = 4,84m + 0,20$  utilisée pour la simulation.

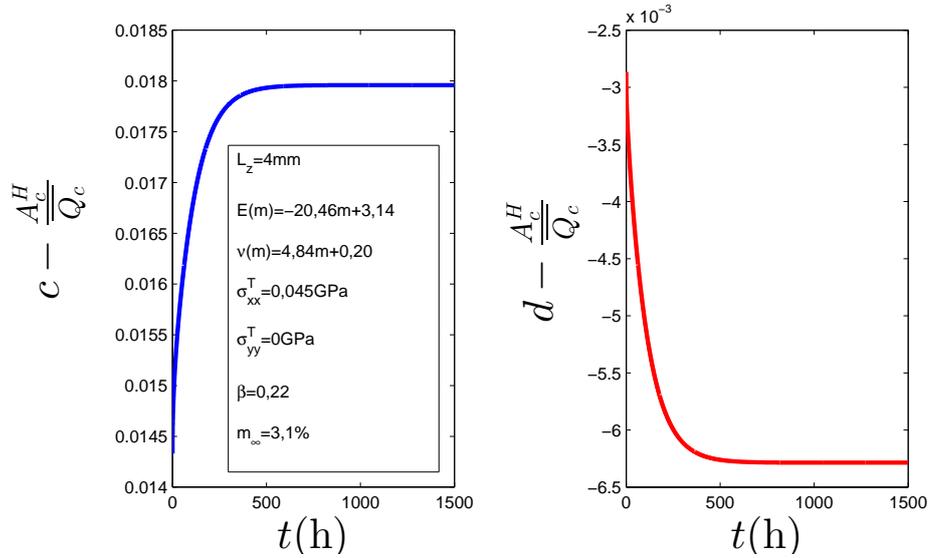


FIGURE B.4 – Troisième choix des déformations résiduelles

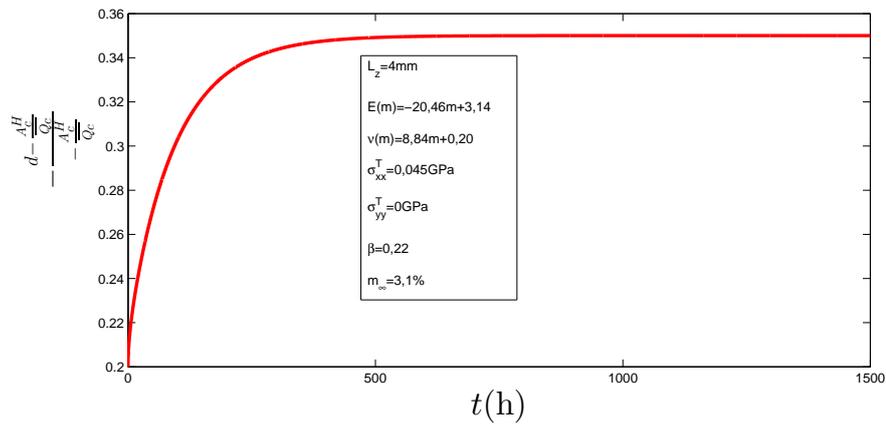


FIGURE B.5 – Évolution du quotient  $\frac{d - \frac{A_c^H}{Q_c}}{c - \frac{A_c^H}{Q_c}}$

#### B.1.4 Quatrième choix - déformations résiduelles sous la forme $c - \frac{A_c^{\nu H}}{Q_c^{\nu}}$ et $d - \frac{A_c^{\nu H}}{Q_c^{\nu}}$

Si les déformations résiduelles sont sous la forme  $c - \frac{A_c^{\nu H}}{Q_c^{\nu}}$  et  $d - \frac{A_c^{\nu H}}{Q_c^{\nu}}$ , on obtient pour l'essai de traction, le système suivant :

$$\begin{bmatrix} \overline{Q_c} & \overline{Q_c^{\nu}} \\ \overline{Q_c^{\nu}} & \overline{Q_c} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} c - \frac{A_c^{\nu H}}{Q_c^{\nu}} \\ d - \frac{A_c^{\nu H}}{Q_c^{\nu}} \end{bmatrix} + [(\overline{Q_c} + \overline{Q_c^{\nu}}) \frac{A_c^{\nu H}}{Q_c^{\nu}} - A_c^H] \begin{bmatrix} 1 \\ 1 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \sigma_{xx}^T \\ \sigma_{yy}^T \end{bmatrix} \quad (\text{B.4})$$

Les déformations ont des évolutions temporelles normales comme illustré sur Fig.B.6. Il est constaté, Fig.B.7, que le quotient  $\frac{d - \frac{A_c^{\nu H}}{Q_c^{\nu}}}{c - \frac{A_c^{\nu H}}{Q_c^{\nu}}}$  converge vers 0,5, ce qui ne correspond pas à la valeur à la saturation dans le  $\nu(m) = 4,84m + 0,20$ .

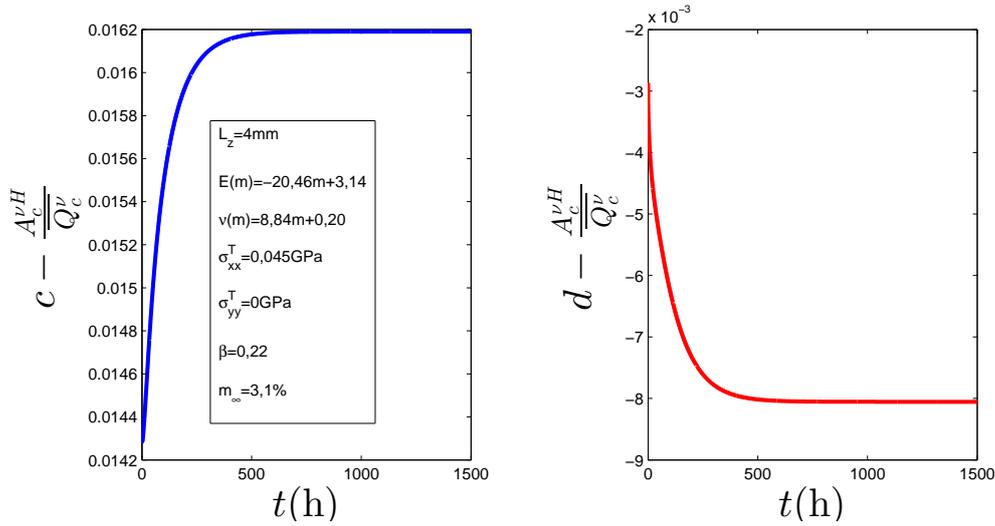


FIGURE B.6 – Quatrième choix des déformations résiduelles

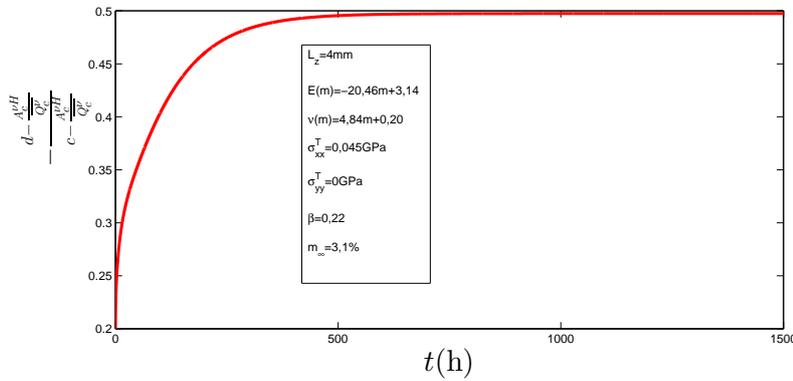


FIGURE B.7 – Évolution du quotient  $\frac{d - \frac{A_c^H}{Q_c^H}}{c - \frac{A_c^H}{Q_c^H}}$

### B.1.5 Conclusion de cette étude

Cette étude a montré que les expressions les adaptées pour les déformations résiduelles longitudinale et transversale sont  $c - \frac{A_c^H}{Q_c}$  et  $d - \frac{A_c^H}{Q_c}$  respectivement. Ceux sont donc ces expressions qui ont été utilisées dans la thèse.

## B.2 Comparaison des déformations avec et sans dépendance de $\nu$ et $E$ en fonction de $m$

Lorsque  $\nu$  et  $E$  sont indépendants de  $m$ , Eq.(3.31) et Eq.(3.32) se réduisent aux problèmes suivants :

$$\frac{E}{1 - \nu^2} \begin{bmatrix} 1 & \nu \\ \nu & 1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} c - \beta \bar{m} \\ d - \beta \bar{m} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \sigma_{xx}^T \\ \sigma_{yy}^T \end{bmatrix} \quad (\text{B.5})$$

et

$$\frac{EL_z^2}{12(1 - \nu^2)} \begin{bmatrix} 1 & \nu \\ \nu & 1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} a \\ b \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{M_{xx}}{L_z} \\ \frac{M_{yy}}{L_z} \end{bmatrix} \quad (\text{B.6})$$

Le terme  $\frac{A_c^H}{Q_c}$  avec  $\nu$  et  $E$  indépendants de  $m$  se réduit à  $\beta\bar{m}$  comme on peut le voir dans Eq.(B.5). Avec un essai de traction uniaxiale suivant  $x$  d'une part et un essai de flexion uniaxiale suivant  $x$  d'autre part, les déformations résiduelles et les courbures sont données en résolvant Eq.(B.5) et Eq.(B.6)

$$\begin{cases} c - \beta\bar{m} = \frac{\sigma_{xx}^T}{E} \\ d - \beta\bar{m} = -\nu(c - \beta\bar{m}) \end{cases} \quad (\text{B.7})$$

et

$$\begin{cases} a = \frac{12\sigma_{xx}^T}{EL_z} \\ b = -\nu a \end{cases} \quad (\text{B.8})$$

Les seconds membres de Eq.(B.7).1 et de Eq.(B.8).1 montrent que les déformations résiduelles et les courbures sont constantes par rapport au temps comme illustré sur les figures Fig.B.8 et Fig.B.9. De plus, les déformations résiduelles longitudinales et les courbures longitudinales pour  $\nu$  et  $E$  indépendants et dépendants de  $m$  sont les mêmes au début (à  $t = 0$ ).

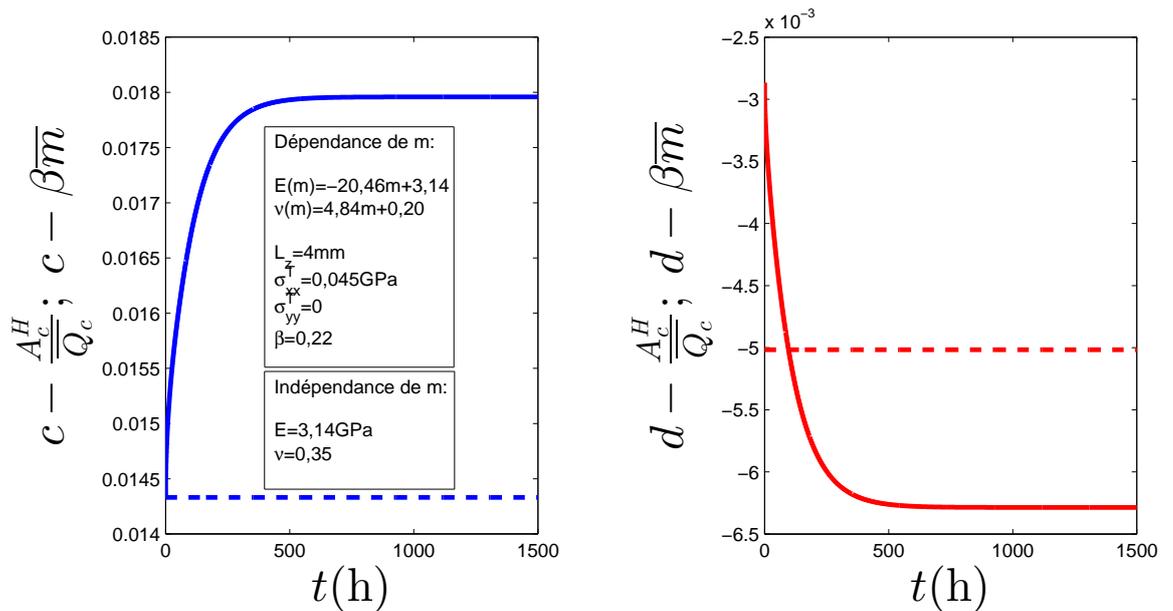


FIGURE B.8 – Comparaison des déformations résiduelles pour  $\nu$  et  $E$  dépendants (ligne continue) et indépendants de  $m$  (tiret)

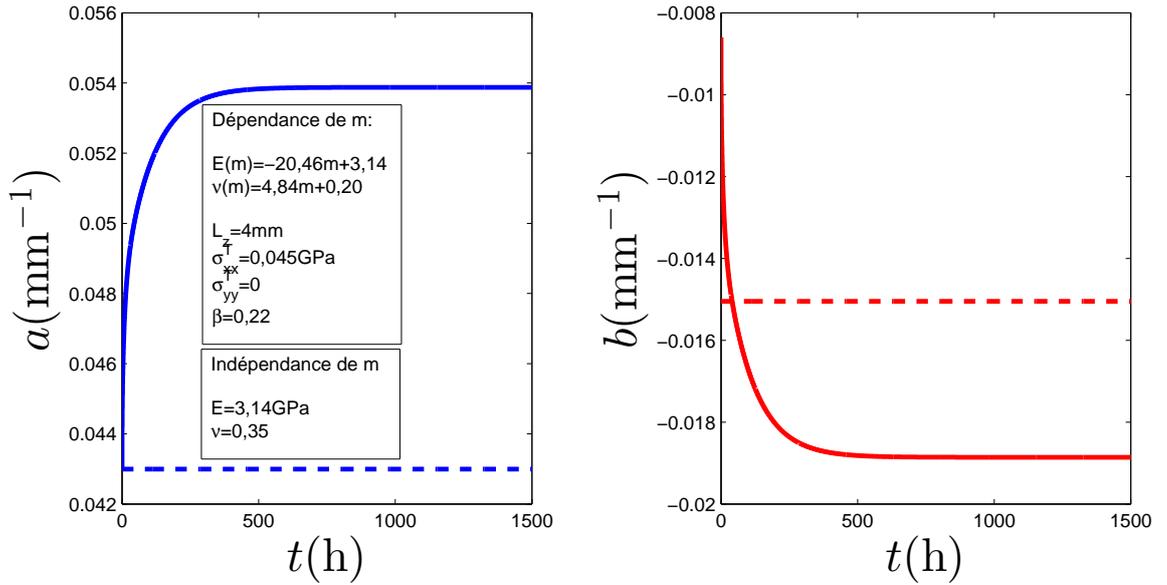


FIGURE B.9 – Comparaison des courbures pour  $\nu$  et  $E$  dépendants (ligne continue) et indépendants de  $m$  (tiret)

### B.3 Identification pour $\nu$ constant et $E(m)$ fonction quadratique :

$$E(m) = \lambda m^2 + \zeta m + \eta$$

Les équations sont les mêmes que Eq (3.49) et Eq (3.60) avec

$$\nu = -\frac{d - \frac{A_c}{B_c}}{c - \frac{A_c}{B_c}} = -\frac{b}{a}$$

$$B_c = \frac{\sigma_{xx}^T}{c - \frac{A_c}{B_c}} \quad (\text{B.9})$$

$$B_c^f = \frac{\sigma_{xx}^T}{aL_z} = \frac{1}{L_z^2} B_{cz^2}$$

$B_c$  et  $B_c^f$  étant les pentes des courbes de traction et de flexion. Le module d'Young ayant tendance à diminuer lorsque le temps ou le taux d'humidité augmente, il faut que  $E$  soit une fonction décroissante sur son domaine d'évolution, ce qui mène à poser

$$\begin{cases} \lambda > 0 \\ \frac{dE}{dm} = 2\lambda m + \zeta \leq 0 \end{cases} \quad (\text{B.10})$$

Le paramètre  $\eta$  est déterminé sur un échantillon sec et est indépendant de l'essai choisi. L'identification de  $\lambda$  et  $\zeta$  s'effectuera en deux temps  $t_1$  et  $t_2$  pour les deux différents types d'essai tels que

$$\begin{cases} \left| \frac{B_c(0) - B_c(t_1^T)}{B_c(0)} \right| = \tau \\ \left| \frac{B_c(t_1^T) - B_c(t_2^T)}{B_c(t_1^T)} \right| = \tau \end{cases} \quad (\text{B.11})$$

et

$$\begin{cases} \left| \frac{B_c^f(0) - B_c^f(t_1^f)}{B_c^f(0)} \right| = \tau \\ \left| \frac{B_c^f(t_1^f) - B_c^f(t_2^f)}{B_c^f(t_1^f)} \right| = \tau \end{cases} \quad (\text{B.12})$$

$\lambda$  et  $\zeta$  sont aussi indépendants de l'essai choisi. Nous choisissons de noter différemment ces paramètres en fonction des essais en mettant en exposant  $T$  ( $T$  en majuscule pour éviter toute ambiguïté avec le temps) pour désigner la traction et  $f$  pour la flexion. Les pentes mesurées à l'aide de Eq (B.9) permettent d'identifier  $\lambda$  et  $\zeta$  avec le système suivant :

$$\begin{cases} B_c = \lambda^T \overline{m^2} + \zeta^T \overline{m} + \eta \\ L_z^2 B_c^f = \lambda^f \overline{m^2 z^2} + \zeta^f \overline{m z^2} + \frac{\eta L_z^2}{12} \end{cases} \quad (\text{B.13})$$

Par suite, on résout les systèmes en traction et en flexion suivants en  $t_1$  et  $t_2$  :

$$\begin{cases} \lambda^T \overline{m^2}(t_1^T) + \zeta^T \overline{m}(t_1^T) = \eta - B_c(t_1^T) \\ \lambda^T \overline{m^2}(t_2^T) + \zeta^T \overline{m}(t_2^T) = \eta - B_c(t_2^T) \end{cases} \quad (\text{B.14})$$

et

$$\begin{cases} \lambda^f \overline{m^2 z^2}(t_1^f) + \zeta^f \overline{m z^2}(t_1^f) = \frac{\eta L_z^2}{12} - L_z^2 B_c^f(t_1^f) \\ \lambda^f \overline{m^2 z^2}(t_2^f) + \zeta^f \overline{m z^2}(t_2^f) = \frac{\eta L_z^2}{12} - L_z^2 B_c^f(t_2^f) \end{cases} \quad (\text{B.15})$$

dont les solutions sont données par

$$\begin{cases} \lambda^T = \frac{(\overline{m}(t_1^T) - \overline{m}(t_2^T))\eta + B_c(t_1^T)\overline{m}(t_2^T) - B_c(t_2^T)\overline{m}(t_1^T)}{\overline{m}(t_1^T)\overline{m^2}(t_2^T) - \overline{m}(t_2^T)\overline{m^2}(t_1^T)} \\ \zeta^T = \frac{(\overline{m^2}(t_1^T) - \overline{m^2}(t_2^T))\eta + B_c(t_1^T)\overline{m^2}(t_2^T) - B_c(t_2^T)\overline{m^2}(t_1^T)}{\overline{m^2}(t_1^T)\overline{m}(t_2^T) - \overline{m^2}(t_2^T)\overline{m}(t_1^T)} \end{cases} \quad (\text{B.16})$$

et

$$\begin{cases} \lambda^f = \frac{(\overline{m z^2}(t_1^f) - \overline{m z^2}(t_2^f))\left(\frac{\eta L_z^2}{12}\right) + L_z^2(B_c^f(t_1^f)\overline{m z^2}(t_2^f) - B_c^f(t_2^f)\overline{m z^2}(t_1^f))}{\overline{m z^2}(t_1^f)\overline{m^2 z^2}(t_2^f) - \overline{m z^2}(t_2^f)\overline{m^2 z^2}(t_1^f)} \\ \zeta^f = \frac{(\overline{m^2 z^2}(t_1^f) - \overline{m^2 z^2}(t_2^f))\left(\frac{\eta L_z^2}{12}\right) + L_z^2(B_c^f(t_1^f)\overline{m^2 z^2}(t_2^f) - B_c^f(t_2^f)\overline{m^2 z^2}(t_1^f))}{\overline{m^2 z^2}(t_1^f)\overline{m z^2}(t_2^f) - \overline{m^2 z^2}(t_2^f)\overline{m z^2}(t_1^f)} \end{cases} \quad (\text{B.17})$$

Il a fallu pour identifier  $\lambda$  et  $\zeta$  deux temps après la prise d'humidité de l'échantillon entre lesquels un écart de  $\tau$  est imposé entre les mesures, car il y a un paramètre de plus à identifier par rapport au cas  $E(m)$  linéaire. Cela ne nécessite pas forcément un temps d'identification plus long.

Afin de valider le profil quadratique de  $E(m)$ , nous allons déterminer  $\lambda_2$  et  $\zeta_2$  entre  $t_2$  et  $t_3$  en notant ceux calculés entre  $t_1$  et  $t_2$  par

$$\begin{aligned} \lambda_1^T &= \lambda^T; & \lambda_1^f &= \lambda^f \\ \zeta_1^f &= \zeta^f; & \zeta_1^T &= \zeta^T \end{aligned}$$

Si les conditions

$$\begin{aligned} \Delta_\lambda &= \left| \frac{\lambda_1 - \lambda_2}{\lambda_1} \right| \leq \varepsilon \\ \Delta_\zeta &= \left| \frac{\zeta_1 - \zeta_2}{\zeta_1} \right| \leq \varepsilon \end{aligned} \quad (\text{B.18})$$

sont vérifiées, alors le profil quadratique de  $E(m)$  est confirmé. On peut se demander lequel des deux profils (linéaire et quadratique) de  $E(m)$  est le plus adapté, c'est-à-dire lequel permet d'identifier

en un temps plus court. Si, pour tout temps, l'écart entre les deux types de profils (linéaire et quadratique) n'est pas plus grand que  $\tau$  ( en général  $\tau \geq 0,05$ ), on considère qu'il n'y a pas de différence entre les deux profils. Le profil le plus adapté sera celui qui permet d'identifier en un temps plus court. Considérons des formes particulières pour  $E(m)$  afin de discuter les temps d'identification entre les deux types de profils.

### B.3.1 $E$ atteint son minimum en $m = m_\infty$

Si nous supposons que  $E(m)$  atteint son minimum en  $m = m_\infty$ , alors Eq.(B.10) devient

$$\begin{cases} \lambda > 0 \\ \frac{dE}{dm}(m_\infty) = 2\lambda m_\infty + \zeta = 0 \end{cases} \quad (\text{B.19})$$

Par suite,

$$\zeta = -2m_\infty\lambda$$

Le nombre de paramètres à identifier est réduit et  $E$  s'écrit sous la forme suivante

$$E(m) = \lambda(m^2 - 2m_\infty m) + \eta$$

A  $t = t_1^T$  ou  $t = t_1^f$  vérifiant Eq (B.11).1 et Eq (B.12).1,  $\lambda$  est calculé par

$$\begin{aligned} \lambda^T &= \frac{B_c(t_1^T) - \eta}{m^2 - 2m_\infty m} \\ \lambda^f &= \frac{L_z^2(B_c^f(t_1^f) - \frac{\eta}{12})}{(m^2 - 2m_\infty m)z^2} \end{aligned} \quad (\text{B.20})$$

avec

$$\overline{m^2 - 2m_\infty m} = \frac{1}{L_z} \int_Z (m^2 - 2m_\infty m) dz$$

et

$$\overline{(m^2 - 2m_\infty m)z^2} = \frac{1}{L_z} \int_Z (m^2 - 2m_\infty m)z^2 dz$$

De plus, Eq (B.11).1 et Eq (B.12).1 permettent d'encadrer  $\lambda^T$  et  $\lambda^f$

$$\begin{aligned} \lambda^T &\geq \frac{\tau\eta}{m_\infty^2} \\ \lambda^f &\geq \frac{12\tau\eta}{m_\infty^2 L_z^2} \end{aligned} \quad (\text{B.21})$$

$E(m)$  étant positif pour tout temps donc pour  $t$  tendant vers l'infini,  $E(m_\infty) > 0$ , cela implique que

$$\begin{aligned} \lambda^T &\leq \frac{\eta}{m_\infty^2} \\ \lambda^f &\leq \frac{12\eta}{m_\infty^2 L_z^2} \end{aligned} \quad (\text{B.22})$$

De Eq.(B.21) et Eq.(B.22), on déduit les encadrements de  $\lambda^T$  et  $\lambda^f$  suivants :

$$\begin{aligned} \frac{\tau\eta}{m_\infty^2} &\leq \lambda^T \leq \frac{\eta}{m_\infty^2} \\ \frac{12\tau\eta}{m_\infty^2 L_z^2} &\leq \lambda^f \leq \frac{12\eta}{m_\infty^2 L_z^2} \end{aligned} \quad (\text{B.23})$$

Pour  $\tau = 5\%$ ,  $\lambda$  est compris entre 163,37 et 3267,43. Le temps d'identification en traction,  $t_1^T$ , varie entre 17h et 270h environ, alors que le temps d'identification en flexion,  $t_1^f$ , est compris entre 14h

et 224h environ comme on illustré sur Fig.B.10. Sur tout le domaine d'évolution de  $t_1^T$ , la relation suivante est vérifiée

$$t_1^T < t_1^f; \forall L_z$$

ce qui permet de conclure, pour ce cas particulier, que la flexion permet d'identifier en un temps plus court (même conclusion que dans le cas d'une dépendance linéaire). Aucun lien n'est établi entre les paramètres  $\lambda$ ,  $\zeta$  et  $\alpha$  permettant d'évaluer et comparer les temps d'identification entre le profil linéaire et quadratique de  $E(m)$ .

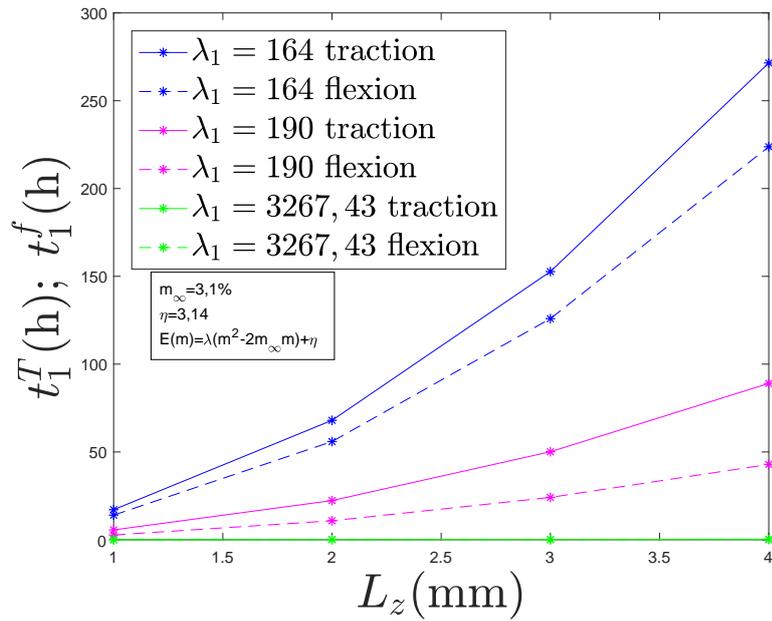


FIGURE B.10 – Évolutions de  $\xi$  et  $\alpha$  en fonction du temps en traction

### B.3.2 $E$ atteint son minimum en $m = m_\infty$ et $E(m_\infty) = \alpha m_\infty + \eta$

Lorsqu'en plus de l'hypothèse selon laquelle  $E(m)$  atteint son minimum en  $m_\infty$ , on suppose que  $E(m_\infty) = \alpha m_\infty + \eta$ , on a

$$\begin{cases} \zeta = 2\alpha \\ \lambda = -\frac{\alpha}{m_\infty} \end{cases} \quad (\text{B.24})$$

L'identification dans ce cas est basée sur celle de  $E(m)$  linéaire. Les temps d'identification pour les deux de profils sont les mêmes. La figure B.11 présente les profils linéaire et quadratique de  $E(m)$  selon l'épaisseur,  $z$ , pour différents temps. On constate que le profil quadratique est en dessous du profil linéaire pour tout temps et que les deux tendent vers les mêmes valeurs lorsqu'on s'approche de la saturation. On peut voir sur Fig.B.11 que déjà à  $t = 500h$ , les deux profils sont presque confondus et linéaires en  $z$ .

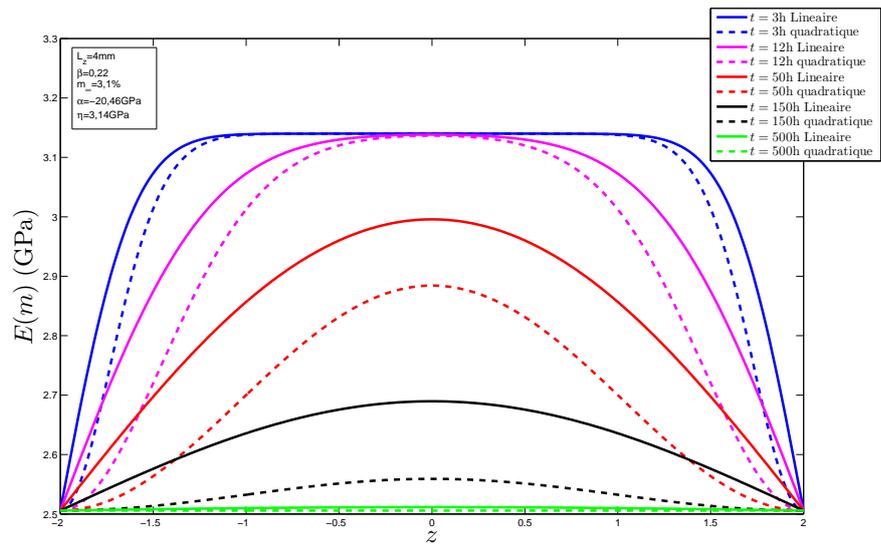


FIGURE B.11 – Évolution des profils de  $E(m)$  en fonction de  $z$  pour différents temps pour une dépendance linéaire et quadratique



# Annexe du chapitre 4

\*\*\*

## C.1 Comparaison des déformations de membrane et des courbures pour $E$ constant et $E(m)$ variable

### C.1.1 Cas linéaire géométrique

Les courbures et les déformations de membranes sont représentées figures Fig.C.1 et Fig.C.2 en fonction de  $\bar{m}$  pour  $E$  linéaire et  $E$  constant et pour deux rapports d'aspect  $AR_{xz} = AR_{yz} = 10$  et  $AR_{xz} = AR_{yz} = 100$ . Notons que des plaques rectangulaires sont considérées ici. Les courbures obtenues avec  $E(m)$  linéaire sont plus grandes que celles pour  $E$  indépendant de  $m$  pour tout rapport d'aspect. Les déformations de membrane sont presque confondues quelquesoit le profil de  $E(m)$  et quelquesoit le rapport d'aspect.

Rappelons que les rapports d'aspects longueur-épaisseur  $AR_{xz}$  et largeur-épaisseur  $AR_{yz}$  sont définis par

$$\begin{aligned} AR_{xz} &= \frac{L_x}{L_z} \\ AR_{yz} &= \frac{L_y}{L_z} \end{aligned} \quad (C.1)$$

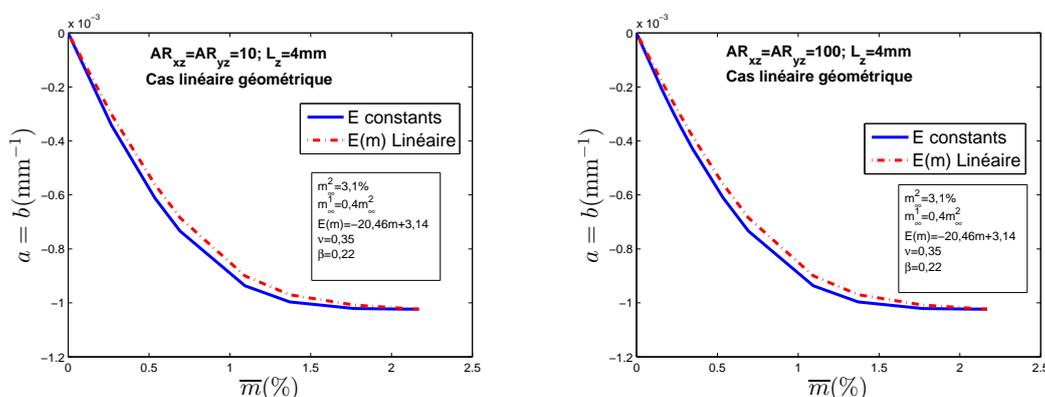


FIGURE C.1 – Évolution des courbures ( $a$  et  $b$ ) dans le cas linéaire géométrique pour différents rapports d'aspect

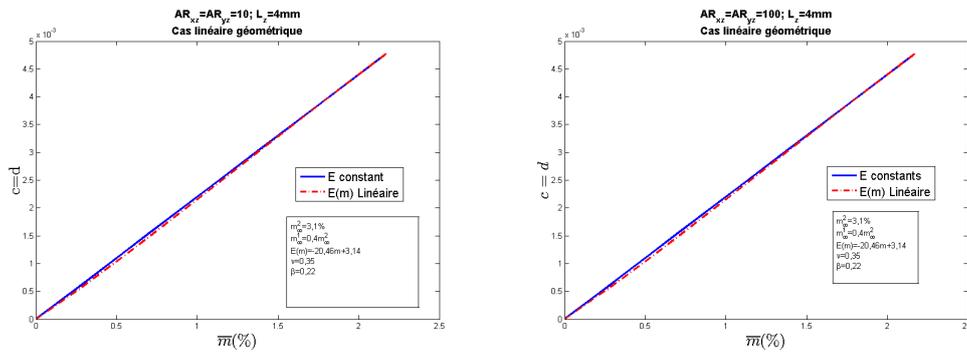


FIGURE C.2 – Évolution des déformations de membrane ( $c$  et  $d$ ) dans le cas linéaire géométrique pour différents rapports d'aspect

### C.1.2 Cas non-linéaire géométrique

Les courbures et les déformations de membranes sont représentées Fig.C.3 et Fig.C.2 en fonction de  $\bar{m}$  pour  $E$  linéaire et  $E$  constant et pour un rapport d'aspect  $AR_{xz} = AR_{yz} = 10$ . Les courbures,  $a$  et  $b$ , pour une dépendance linéaire de  $E(m)$  sont légèrement supérieures à celles obtenues avec un module d'Young constant. Une bifurcation est observée au niveau des déformations de membranes. Toutefois, les deux branches sont très proches l'une de l'autre. La bifurcation est à deux branches avec un profil constant de  $E$  comme illustré Fig.C.4 pour un rapport d'aspect de 100. Pour un rapport d'aspect de 100, on peut observer des bifurcations à trois branches de  $a$  et  $b$  pour les profils linéaire et constant de  $E(m)$ . L'apparition de la bifurcation se fait pour un  $\bar{m}$  plus petit pour  $E$  constant c'est-à-dire un temps plus court.

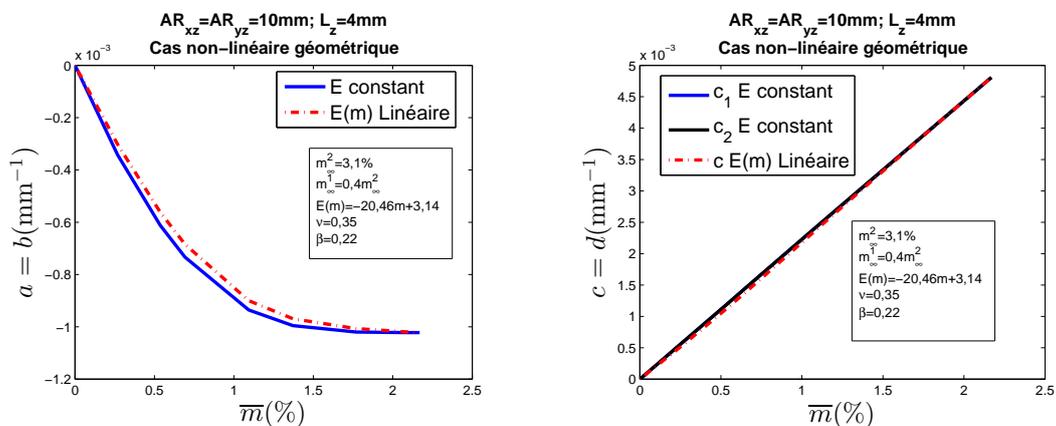


FIGURE C.3 – Comparaison des profils des courbures ( $a$  et  $b$ ) et des déformations de membrane ( $c$  et  $d$ ) dans le cas non linéaire géométrique avec  $AR_{xz} = AR_{yz} = 10$  pour une dépendance linéaire et constante de  $E$  en fonction de  $m$

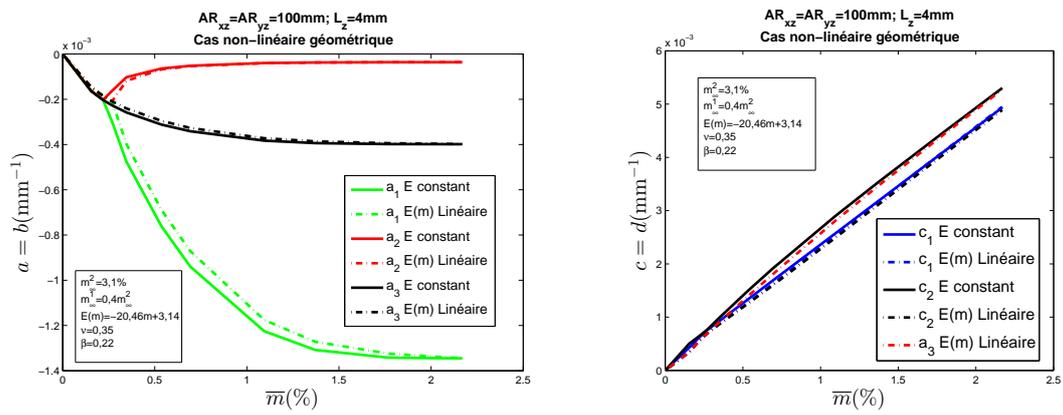


FIGURE C.4 – Comparaison des profils des courbures ( $a$  et  $b$ ) et des déformations de membrane ( $c$  et  $d$ ) dans le cas non linéaire géométrique avec  $AR_{xz} = AR_{yz} = 100$  pour une dépendance linéaire et constante de  $E$  en fonction de  $m$





## Résumé :

L'emploi de matériaux composites à matrice organique (CMO) pour la réalisation de structures aéronautiques « tièdes », peut exposer ces matériaux à l'action d'environnements agressifs, qui peuvent entraîner des phénomènes de vieillissement et de dégradation sévères associés à la diffusion d'espèces au sein du réseau macromoléculaire des matrices polymères. La complexité de la microstructure des CMO utilisés pour ces applications peut complexifier la compréhension de phénomènes de dégradation. Le vieillissement humide des CMO préoccupe particulièrement les industriels du secteur aéronautique; la diffusion de l'eau dans la matrice polymère du composite peut entraîner des phénomènes de gonflement hygroscopique, des modifications des propriétés mécaniques. Des méthodes expérimentales existent pour la caractérisation de ces phénomènes et pour l'identification des paramètres associés : ces méthodes préconisent souvent l'emploi d'éprouvettes saturées en humidité, ce qui nécessite de longs temps de conditionnement et un nombre élevé d'échantillons. Cette thèse a pour but d'établir des protocoles d'identification rapide des propriétés diffusio-mécaniques de matériaux polymères et CMO pour applications aéronautiques. La démarche mise en place dans cette thèse s'organise autour de quatre chapitres. Le premier chapitre présente une étude bibliographique sur les outils de modélisation des couplages diffusio-mécaniques et sur les méthodes de caractérisation des propriétés diffusio-mécaniques. L'étude bibliographique permet de préciser le cadre de travail, qui prévoit l'emploi d'un modèle diffusio-mécanique faiblement couplé où la diffusion d'eau suit la loi de Fick et le comportement mécanique est hygroélastique linéaire, dépendant de la concentration en eau. Le second chapitre présente la mise en place et le développement d'une méthode d'identification rapide des propriétés de diffusion anisotrope, adaptée à des CMO à architecture complexe. La méthode s'appuie sur des mesures de prise de masse d'échantillons de CMO, l'anisotropie de diffusion de ces matériaux est obtenue par rotation des axes principaux d'orthotropie. La méthode proposée représente une extension de la « méthode de la pente » introduite par Shen et Springer pour l'identification des propriétés de diffusion de matériaux orthotropes, et basée sur l'exploitation des courbes gravimétriques aux temps courts. A travers cette méthode, les coefficients principaux et les axes principaux d'orthotropie peuvent être identifiés. Une discussion sur les conditions d'équivalence de la diffusion 3D à la diffusion 1D en fonction de l'épaisseur de l'échantillon est également présentée à la fin de ce chapitre. Le troisième chapitre explore à travers une étude numérique la possibilité d'identifier rapidement les propriétés mécaniques affectées par la concentration en eau de matériaux polymères à travers des essais mécaniques sur plaques minces avec des gradients de concentration en eau. Des essais de traction et de flexion sont considérés. Pour des matériaux isotropes, dans un cadre hygroélastique, il est montré que cette méthode permet l'identification du module d'Young et du coefficient de Poisson dépendant de la concentration en eau avec un gain remarquable de temps d'essai par rapport à des essais sur des échantillons saturés en humidité. Enfin, le dernier chapitre propose à travers une étude numérique une méthode d'identification rapide des propriétés diffusio-mécaniques de matériaux isotropes basée sur l'emploi de plaques sollicitées par un champ asymétrique de concentration en eau. L'identification est ainsi effectuée à partir du suivi des déflexions engendrées par les champs de concentration. Le coefficient de dilatation hygroscopique et le module d'Young dépendant de la concentration en eau peuvent être identifiés durant l'essai, à l'état transitoire du conditionnement, avec un gain remarquable du temps d'essai par rapport à des essais sur échantillons saturés en humidité.

**Mots clés :** Théorie du transport, Anisotropie, Humidité, Gravimétrie, Couplage diffusio-mécanique, Propriétés diffusio-mécaniques, Gradient de concentration en eau, Essai gravimétrique, Essai de traction, Essai de flexion, Loi de Fick, Méthode de Rayleigh-Ritz

**Title :** Rapid identification of the diffusio-mechanical properties for polymeric and composite materials for aeronautical applications

## Abstract :

The use of organic matrix composite materials (OMC) for the realization of "warm" aeronautical structures ( $50^{\circ}\text{C} < T < 300^{\circ}\text{C}$ , turboengine structures, nacelles, ...), may expose these materials to aggressive environments : wet or gaseous environments, high temperatures, which may promote

severe aging and degradation phenomena related to species diffusion (H<sub>2</sub>O, O<sub>2</sub>, ...) within the macromolecular network of the polymer matrices. The complexity of the OMC microstructure used for these applications (fibrous reinforcements are often woven with complex architectures in order to face complex, multiaxial solicitations) can complicate the understanding of degradation phenomena : for example, species diffusion can be isotropic, orthotropic or anisotropic, depending on the texture of the fibrous reinforcement. Humid aging of OMC ( $50^{\circ}C < T < 100^{\circ}C$ ) is of particular concern for the aeronautical industry ; the diffusion of water in the polymer matrix of the composite may promote hygroscopic swelling, changes in mechanical properties (stiffness, strength). Experimental methods exist for the characterization of these phenomena and for the identification of the associated parameters : these methods often recommend the use of moisture saturated specimens, which require long conditioning times, sometimes often a relevant number of samples (1 sample for each saturated state), high costs. The aim of this work is to establish protocols for fast identification of the diffuso-mechanical properties of polymers and polymer based OMC materials for aeronautical applications. The approach implemented in this thesis is organized in four chapters. The first chapter presents a bibliographic study on coupled diffuso-mechanics modeling tools and on methods of characterization/identification of diffusomechanical properties, more particularly for OMC for aeronautical applications. The bibliographic study allows specifying the framework of the present research, which foresees the employment of a weakly coupled diffuso-mechanical model, where water diffusion follows the Fick's law and the mechanical behavior is linear hygroelastic, depending on water content. The second chapter presents the setting up and the development of a method for fast identification of anisotropic diffusion properties, suitable for OMC with complex architecture, such as for instance, 2D or 3D woven OMC. The method relies on mass-gain measures of OMC samples, the diffusion anisotropy of these materials is obtained by rotating the axes of orthotropy. The proposed method represents an extension of the "slope method" introduced by Shen and Springer in the 1970s for the identification of the diffusion properties of orthotropic materials (such as laminated composites), and is based on the exploitation of gravimetric curves at short times. Through this method, the principal coefficients and the principal axes of orthotropy can be identified. A discussion about the transition from 3D to 1D diffusion as a function of the sample geometry is also presented at the end of this chapter. The third chapter explores through a numerical study the possibility of identifying in a fast way the mechanical properties affected by moisture of polymeric materials by the use of mechanical tests on thin plates with water concentration gradients. Traction and bending tests are taken into account. For isotropic materials, in a hygroelastic setting, it is showed that this method allows identifying the water concentration dependent Young's modulus and the Poisson's ratio with a remarkable time gain compared to tests on moisture saturated samples. Finally, the last chapter proposes through a numerical study a method for fast identification of the diffuso-mechanical properties of isotropic materials based on the use of plates loaded by an asymmetric water concentration field. The identification is thus carried out from the monitoring deflections generated by the concentration fields. The moisture dependent hygroscopic expansion coefficient and Young's modulus can be identified during the test, by exploiting the transient state of conditioning, with a remarkable time gain compared with moisture saturated samples, favourably exploiting the presence of water concentration gradients.

**Keywords** : Transport theory, Anisotropy, Humidity, Gravimetric, Diffuso-mechanical coupling, Diffuso-mechanical properties, Humidity gradients, Gravimetric tests, Tensile test, Bending test, Fick's law, Rayleigh-Ritz method

