



AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>



Institut National Polytechnique de Lorraine

École Doctorale E.M.M.A.

THÈSE

présentée par

Norbert RENAULT

(Ingénieur E.N.S.E.M.)

pour l'obtention du grade de

Docteur de l'Institut National Polytechnique de Lorraine

Spécialité : Mécanique et Energétique

ÉTUDE DU COUPLAGE THERMOMÉCANIQUE

DU PEHD PAR ESSAIS MÉCANIQUES ET

INVERSION D'IMAGES INFRAROUGES

soutenue publiquement le 13 décembre 2007 devant le jury constitué de :

G. Vigier	Président	Professeur, INSA Lyon
C. Fond	Rapporteur	Professeur, Institut Charles Sadron
A. Neveu	Rapporteur	Professeur, Université d'Évry
S. André	Examineur	Maître de Conférences, E.N.S.E.M., I.N.P.L. (Directeur de thèse)
C. Cunat	Examineur	Professeur, E.N.S.E.M., I.N.P.L., (Codirecteur de thèse)
G. Hochstetter	Invité	Centre de recherche et développement d'ARKEMA
L. Cangémi	Invité	Institut Français du Pétrole

Laboratoire d'Energétique et de Mécanique Théorique et Appliquée - UMR CNRS 7563

Remerciements

Une thèse est un travail long et très exigeant. Il m'était impossible de ne pas rendre un hommage aux personnes m'ayant encadré, soutenu mais aussi aux personnes qui me manquent et que je n'ai pas vu autant qu'il aurait fallu.

Donc, je tiens en premier lieu à exprimer mes plus sincères remerciements à Mr Stéphane ANDRÉ pour son immense aide et sa patience, ses conseils toujours avisés, ses recadrages parfois nécessaires, toujours opportuns et au professeur Christian CUNAT pour ses réflexions, ses discussions toujours enrichissantes. Leurs grandes compétences, leur disponibilité et l'ensemble de leurs qualités humaines ont permis de rendre ces trois années de recherche plus agréable. Ces quelques lignes ne sont rien en comparaison du plaisir que j'ai eu à travailler à leurs cotés et à l'enrichissement personnel acquis durant cette thèse. Avant ce travail, la thermodynamique me semblait obscure. Dorénavant, je trouve ce domaine passionnant et je le considère comme une discipline de base, essentielle à la compréhension de tous phénomènes physiques. Ce changement, je le dois à ces deux personnes et à l'ensemble de l'équipe "Rhéologie du Solide" du LEMTA.

Je remercie Mr Christophe Fond, Professeur à l'Institut Charles Sadron (Strasbourg), et Mr Alain Neveu, Professeur à l'université d'Évry, d'avoir porté un regard critique à ce mémoire en tant que rapporteurs. Je tiens à saluer avec le plus grand respect Mr Gérard Vigier, Professeur à l'INSA Lyon, et le remercie d'avoir accepté de présider la soutenance de cette thèse.

De nombreuses personnes ont collaborés à ce travail. Que Jean-Marie Hiver trouve ma reconnaissance pour son aide à la compréhension du fonctionnement du système "Vidéotraction". J'y associe la société APOLLOR SA et surtout Jérôme Branciat et Eric Prévost. Parmi les personnes du LEMTA, je tiens à remercier grandement Mr Christophe Baravian pour son apport scientifique. Je voudrais aussi remercier Frank Demeurie, Michel Marchand et tous les membres de l'atelier pour leur rapidité d'exécution. Je remercie tous les membres du LEMTA, en particulier notre secrétaire Dalida Simonigh pour sa sympathie et sa disponibilité.

Je pense aussi à Vincent Magnenet qui par ses conseils et son amitié m'a permis de garder le cap. Je souhaite bonne route à Rida (*tu y es aussi, c'est fini*), Bader et Nadjim dans ce long et difficile voyage qu'est la thèse. Courage à vous tous.

Enfin, j'adresse une pensée toute particulière à ma famille et à Gabrielle, qui ont su m'apporter leur soutien et leur amour dans les moments difficiles. Je pense aux amis qui ont su me divertir afin de me changer les idées. Je n'oublie pas Mathieu, Myriam, Gildas, Nathalie et Ludivine. J'ai conscience que je ne vous ai pas vus autant que j'aurais voulu. Je pense à Marraine qui vient de nous quitter beaucoup trop tôt. Je pense surtout à Évan, mon neveu, qui grandit si vite et la petite Maëlys, ma nièce, qui vient d'arriver.

De manière générale, merci à tous ceux qui ont, directement ou indirectement, participé à l'élaboration de cette thèse, qui s'est déroulé dans un climat de sympathie et de convivialité.

AVANT-PROPOS

Avant que le lecteur n'aborde ce manuscrit, nous souhaitons préciser dans quel état d'esprit nous l'avons rédigé.

Ce compte-rendu de notre travail de thèse expose nos principaux résultats sur les aspects de caractérisation mécanique des matériaux, et en particulier ici d'un polymère semi-cristallin. Il y est plus précisément question de la prise en compte des phénomènes de couplages thermomécaniques et d'évolution de microstructure lorsqu'une déformation est imposée au matériau, avec comme ambition ultime, celle d'élaborer des lois toujours plus représentatives du comportement réel de la matière. Au final, en prenant un peu de hauteur par rapport au chemin parcouru, notre travail est ici rapporté avec un séquençage très académique : développement d'une expérimentation - mise au point d'une métrologie s'appuyant sur l'inversion de données expérimentales - confrontation de ces données observées à un modèle de connaissance - interprétation physique des résultats obtenus et avancées réalisées dans le domaine. La structure du document repose ainsi sur quatre parties indépendantes, que nous avons choisi de subdiviser en autant de chapitres que nécessaires (onze au total), selon les objectifs poursuivis, pour en rendre la lecture aussi aisée que possible. Pour alléger la structure, il n'y a pas pour chaque partie d'introduction ni de conclusion à proprement parler. Ce sont les premier et dernier chapitres de chaque partie qui rempliront cette fonction. La quatrième et dernière partie constitue une sorte de conclusion générale de la thèse sous forme de récapitulatif de l'ensemble des résultats obtenus en un seul chapitre. Ceci nous permettra de formuler nos propres analyses et de les mettre en perspective avec les travaux scientifiques se rapprochant de nos préoccupations. La nature de ce sujet de thèse, de par la multiplicité des objectifs envisagés et la diversité des approches mises en œuvre pour les atteindre, ne nous a pas permis d'envisager la rédaction d'un chapitre bibliographique générique, présentant un état de l'art sur la question finalement centrale qui nous a occupée : comment fabriquer de bonnes lois de comportement mécanique pour des matériaux multi-échelles ? C'est un livre que l'on pourrait dédier à ce sujet. Pour ne pas paraître trop superficiel, nous avons donc adopté un système, à notre sens plus efficace, dans lequel les références ou synthèses bibliographiques émaillent le texte en fonction de sa logique propre.

Table des Matières

Notations	xiii
Introduction-Contexte Scientifique	xv
1 Plateforme métrologique pour l'investigation expérimentale	1
I Vue générale du dispositif expérimental	3
I.1 Machine d'essai mécanique	4
I.1.1 Fonctionnalités	4
I.1.2 Améliorations apportées	6
I.2 Éprouvette de test	6
I.3 Choix du matériau	7
II Dispositif d'extensométrie optique	11
II.1 Mesure locale des déformations et des contraintes vraies	12
II.1.1 Intérêt de la mesure $\sigma - \varepsilon$	12
II.1.2 Techniques existantes	13
II.2 Vidéotraction : Fonctionnement et utilisation	14
II.2.1 Principes	14
II.2.2 Sources d'incertitudes	15
II.2.3 Logiciel de traitement d'images	16
II.3 Présentation d'un résultat type	16
III Dispositif de rétro-diffusion de lumière incohérente pour la caractérisation	

de l'endommagement	19
III.1 Principes de la technique ISLT	20
III.2 Modélisation du transport stationnaire incohérent	24
III.2.1 L'Equation de Transfert Radiatif	24
III.2.2 La grandeur mesurée	26
III.2.3 Caractérisation de l'anisotropie de la dispersion	29
III.3 Dispositif expérimental	29
III.3.1 Matériel	29
III.3.2 Traitement d'images	29
III.4 Identification des paramètres de microstructure	32
IV Dispositif d'imagerie thermographique pour la caractérisation thermo-	35
 mécanique	
IV.1 Mesure du champ de température	36
IV.1.1 Description du matériel	36
IV.1.2 Principe des techniques radiométriques	37
IV.2 Exploitation préliminaire du champ de température	39
2 Reconstruction des sources thermiques	43
V Position du problème et Stratégie	45
V.1 Position du problème	47
V.1.1 Écriture du bilan local sur un VER	47
V.1.2 Hypothèses supplémentaires	49
V.2 Aperçu bibliographique des méthodes	50
V.3 Cas tests étudiés pour les simulations d'inversions	55
VI Première méthode : Formulation adjointe	59
VI.1 Présentation de l'algorithme	60
VI.2 Identification sur données simulées	63
VI.2.1 Etape 1 : Estimation de la source moyenne	63

VI.2.2	Etape 2 : Régularisation à partir de la source moyenne	68
VII	Seconde méthode : Décomposition modale	75
VII.1	Modèle d'inversion	76
VII.1.1	Transformée de Laplace et décomposition sur base orthogonale . . .	76
VII.1.2	Définition des coefficients de Fourier	79
VII.1.3	Retour dans l'espace temporel	80
VII.1.4	Optimisation par minimisation	84
VII.2	Validation de l'algorithme	84
VII.2.1	Performances sur signaux non bruités	84
VII.2.2	Cas-test 1 : Performances sur signaux bruités	86
VII.2.3	Cas-test 1 : Procédure de régularisation	86
VII.2.4	Influence de la troncature sur les modes	88
VII.2.5	Cas-test 1 : Influence du choix de pas de temps futurs	89
VII.2.6	Cas-test 2 : Résultats	89
VII.3	Remarques de conclusion	91
VIII	Extension des algorithmes et Traitement pratique des images expérimentales	93
VIII.1	Procédure de traitement des images	94
VIII.2	Résultats d'identification	96
VIII.2.1	Identification de sources expérimentales	96
VIII.2.2	Biais de mesure	100
VIII.2.3	Conclusion de la partie 2 : Reconstruction de sources	102
3	Modélisation thermodynamique	107
IX	Formalisme DNLR et lois d'évolution des variables d'état	109
IX.1	Un retour sur la thermodynamique de Gibbs généralisée aux milieux hors équilibre : de Gibbs à De Donder et ... aux transferts, et ... à la structure DNLR des lois de comportement	110
IX.1.1	Quelques mots sur la thermodynamique de Gibbs	110

IX.1.2	Quelques mots sur la généralisation de De Donder et son extension aux lois d'état dissipatives	116
IX.1.3	Quelques mots sur une extension aux phénomènes de transports . . .	119
IX.1.4	Place des première et deuxième lois de la thermodynamique dans ce contexte axiomatique du traitement de l'irréversibilité	120
IX.1.5	Flux et production d'entropie	121
IX.1.6	Quelques mots sur le traitement DNLR des lois d'état avec dissipation intrinsèque	122
IX.1.7	Sur la forme des équations d'état modales en thermomécanique avec dissipation intrinsèque	132
IX.1.8	Bilan d'entropie et formulation des sources thermiques	134
IX.2	Mise en œuvre pratique pour le signal mécanique	136
X	Application du modèle thermomécanique de loi de comportement	141
X.1	Identifiabilité paramétrique et approche DNLR	143
X.1.1	Estimation des paramètres du modèle A	143
X.1.2	Estimation des paramètres du modèle C	146
X.1.3	Estimation des paramètres du modèle B	154
X.2	Modélisation thermomécanique - Rapprochement avec les mesures	156
X.3	Conclusions et Réflexions sur l'approche DNLR	160
4	Bilan des résultats	163
XI	Interprétation de ces résultats	165
XI.1	Investigation expérimentale de la microstructure des polymères : contexte .	166
XI.2	Quelques principes fondamentaux à propos des mécanismes d'endommagement dans les polymères semi-cristallins	168
XI.3	Résultats et discussion	172
XI.3.1	Réponse thermomécanique	172
XI.3.2	Réponse microstructurale par technique ISLT	175
XI.3.3	Identification des différentes phases de déformation	175
XI.3.4	Influence de la vitesse de déformation	177

XI.4 Conclusion	178
Conclusion et perspectives	179
Annexe A : Réduction de l'équation de la chaleur pour une géométrie 2D	181
Annexe B : Aspects mathématiques de l'algorithme du chapitre VI	185
Annexe C : Décomposition d'une fonction 2D	189
Annexe D : Notions utiles en estimation paramétrique	191

Notations

Notations associées à une grandeur x

x	Grandeur scalaire
$\boldsymbol{x}$	Grandeur tensorielle d'ordre supérieur ou égal à 1
X	Champ scalaire
$\boldsymbol{X}$	Champ tensoriel d'ordre supérieur ou égal à 1
x_i	Terme d'indice i d'une grandeur vectorielle $\boldsymbol{x}$

Grandeurs physiques et objets mathématiques

a	Diffusivité thermique
λ	Conductivité thermique
ρ	Masse volumique du PEHD
E	Module d'Young
α	Coefficient de dilatation
C	Capacité thermique
$\boldsymbol{a}^u$	Matrice de Tisza
$\boldsymbol{\sigma}$	Tenseur des contraintes
$\boldsymbol{\varepsilon}$	Tenseur des déformations
T	Température
s	Entropie
$\boldsymbol{A}$	Forces de non équilibre
z	Variables internes
V	Volume
U	Énergie interne
q	Source

Abréviations

PEHD	PolyÉthylène Haute Densité
------	----------------------------

DNLR	Distribution of Non Linear Relaxations
TPI	Thermodynamique des Processus Irréversibles
VER	Volume Élémentaire Représentatif
OEM	Onde Electro-Magnétique
PSC	Polymère Semi-Cristallin
EDP	Equation aux dérivées Partielles

Introduction-Contexte Scientifique

Les sciences de la mécanique et des polymères se retrouvent très liées au moment de l'élaboration du matériau (on est alors plutôt en phase fluide) et de l'analyse des propriétés rhéologiques ou mécaniques dites d'usage, conférées au matériau à l'état solide. Ce dernier point mobilise les mécaniciens préoccupés à la fois par l'aspect définition des lois de comportement à l'échelle d'un Volume Élémentaire Représentatif de matière (VER) et par l'aspect calcul de structure c'est-à-dire la prédiction, grâce à ces lois, du comportement d'un objet physique de grande dimension, dans une configuration de chargement mécanique correspondant à celle pour laquelle il a été conçu. Depuis leur apparition industrielle dans les années 50, les polymères ont peu à peu détrôné les matériaux métalliques dans des applications mécaniques, toujours plus techniques. D'énormes progrès ont été faits pour mettre au point des matériaux à propriétés mécaniques accrues, diversifiant encore leurs domaines d'application. Actuellement, ces matériaux connaissent un regain d'intérêt de la part des ingénieurs dans l'optique qui gouvernera désormais les siècles à venir : diminuer l'impact environnemental de l'accroissement de production d'objets manufacturés et ce à la fois dans un souci de réduction de la consommation d'énergie et de matières premières dans la phase de production et de recyclage des matériaux en fin de vie. Tout cela, en tentant de préserver tous les acquis en terme de performances mécaniques. L'enjeu est donc de taille.

Des communautés scientifiques importantes se sont constituées autour de cette thématique. De grands centres de recherche 'Polymères' se sont développés dans le monde entier et les activités développées autour de la connaissance, du contrôle et de la modification de leurs propriétés mécaniques sont nombreuses. Comme toute activité scientifique, l'intérêt d'un tel sujet réside forcément dans un mystère, que pour notre part, nous considérons comme double. Tout d'abord celui du comportement d'une matière dite amorphe, profondément désorganisée, c'est-à-dire dans laquelle nous ne pouvons reconnaître de structure géométrique organisée. Les polymères sont dits vitreux et ce rapprochement sémantique nous relie bien à un matériau qui a toujours excité la curiosité des scientifiques de part son état et la qualité de ses propriétés : le verre. Le second mystère vient du fait que les polymères peuvent également présenter une structure organisée, cristalline, au sein d'une matrice amorphe, ce qui cette fois génère un questionnement profond quant à la manière d'interagir de ces deux "phases", et ce à toutes les échelles de taille. C'est un questionnement nouveau, hérité des avancées scientifiques faites au cours du siècle précédent, lorsque la matière se pensait continue. Aujourd'hui, la prise en

compte d'une organisation multiple de la matière aux diverses échelles s'exprime et vient renouveler les sujets de recherche. Pour un mécanicien, elle se situe fondamentalement dans la compréhension des phénomènes dynamiques qui permettent le mouvement, l'évolution de structures aux petites échelles et in fine, déterminent leurs propriétés mécaniques, thermophysiques, diélectriques... ainsi que leur réaction à l'environnement extérieur (agressivité chimique, phénomènes de vieillissement...).

Au niveau international, l'information scientifique circule grâce à l'émergence de journaux spécialisés sur le matériau (Polymer, Macromolecules, Journal of Polymer Science...) en sus des journaux dédiés aux diverses disciplines scientifiques. On a même vu des journaux se créer, consacrés à la divulgation de résultats concernant des phénomènes particuliers comme la plasticité (Int. J. of Plasticity) qui intéresse bien sûr les mécaniciens préoccupés de rhéologie des polymères. Des congrès spécialisés existent sur la thématique et en France, c'est au sein des réseaux scientifiques Mécamat (Mécanique et Matériaux) et Depos (Déformation des Polymères Solides) que l'on peut voir se rassembler l'ensemble de la communauté intéressée par la mécanique des polymères. Parmi les gros laboratoires s'intéressant aux polymères, citons en France le laboratoire MATEIS (INSA de Lyon), l'Institut Charles Sadron à Strasbourg, le laboratoire Physico-Chimie des Polymères et des Milieux Dispersés (PPMD) de l'ESPCI, le centre des matériaux de l'Ecole des Mines de Paris et son 'jumeau', le CEMEF à Sophia-Antipolis. Il faut y ajouter les laboratoires de mécanique ayant développé une grosse activité autour des matériaux polymères tels que le Laboratoire de Mécanique et de Physique des Matériaux (LMPM) à Poitiers, laboratoire de mécanique de Lille, ainsi que de manière générale les laboratoires associés aux écoles des Mines, qui ironie de l'histoire, développent des activités importantes autour de l'ingénierie des polymères.

A Nancy, l'activité autour des polymères est structurée par le projet 'Polymères' de la Fédération Jacques Villiermaux [<http://www.polymeres-inpl-nancy.eu>]. Dans ce projet figurent les principaux laboratoires s'intéressant aux polymères : le Laboratoire de Chimie-Physique Macromoléculaire (LCPM), le laboratoire de Physique des Matériaux (LPM) qui va se fondre prochainement dans le centre des matériaux 'Institut Jean Lamour', le laboratoire des Sciences du Génie Chimique (LSGC) de l'ENSIC et le laboratoire d'Énergétique et de Mécanique Théorique et Appliquée (LEMTA) pour les aspects mécaniques. Dans le CPER 2008-2013, ces laboratoires se retrouvent autour d'un projet commun baptisé "polymères à fonctionnalités spécifiques".

Le LEMTA se concentre sur la caractérisation du comportement mécanique des polymères aussi bien sur le plan expérimental que sur le plan de la modélisation. Dans cette optique, différentes thèses effectuées au laboratoire participent à la compréhension des phénomènes physiques présents au sein des polymères lorsqu'ils sont soumis à déformation.

Nous ne citerons que les plus récentes et celles qui sont les plus proches de nos préoccupations.

- La thèse de Kais M'rabet (2004) a eu pour objectif de rendre compte des mécanismes couplés d'élasto-visco-plasticité et d'endommagement au sein d'un polymère semi-cristallin (PEHD). Des expériences jouant sur des trajets de chargement très compliqués (sauts de vitesse, séquences de relaxations interrompues, dip-test...) ont permis de montrer la complexité des effets mémoires présents au sein de tels matériaux. Les expériences ont pu être décrites avec une remarquable qualité grâce à la mise en œuvre d'une modélisation de l'état relaxé et la prise en compte d'une multiplicité de processus de réorganisations internes avec des cinétiques éventuellement non linéaires (variables avec la contrainte interne).

-
- La très récente thèse de Rida Arieby porte sur l'étude de la variation de volume du PEHD et sur les effets mécaniques engendrés par une anisotropie du matériau liée au processus d'extrusion. Les études expérimentales portent sur des essais de traction, traction-relaxation et de type charges-décharges cycliques jusqu'à des fortes déformations (environ $\epsilon = 1.5$).
 - La thèse de Yves Meshaka fut la première à s'intéresser aux phénomènes de couplages thermo-mécaniques mais dans le cadre du seul régime visco-élastique et pour des essais portant sur de l'acier. Les expériences avaient été menées par les services recherche du groupe Arcelor, faute de dispositif adapté dans l'équipe.

L'objectif est toujours le même : valider, concevoir et améliorer des lois robustes pour décrire le comportement mécanique de tout type de matériau avec une bonne prise en compte des couplages avec la microstructure. L'approche théorique doit permettre d'offrir un cadre adéquat pour rendre compte des couplages multi-échelles qui font jouer à la microstructure un rôle fondamental à l'échelle macroscopique. Le cadre de la modélisation des lois de comportement au LEMTA s'appuie sur la Thermodynamique des Processus Irréversibles (TPI) où l'irréversibilité est décrite selon l'approche initiale de De Donder. Christian Cunat a contribué à développer cette approche pour en faire une boîte à outils conceptuelle pour l'élaboration de lois rhéologiques de matériaux solides. Les processus de réorganisations internes de la matière sont décrits par des cinétiques de relaxation, non linéaires le plus souvent. Cette approche a été baptisée DNLRL pour Distributions of Non Linear Relaxations. Les travaux de thèse menés dans l'équipe ont tous dans leur grande majorité, la préoccupation commune d'asseoir la fiabilité et le pouvoir prédictif de cette approche en la mettant à l'épreuve en toute circonstance.

Ce travail n'échappe pas à cet objectif avec une volonté initiale de l'articuler autour :

- d'un travail expérimental fort destiné (i) à équiper le laboratoire d'une plateforme d'essais mécaniques nous permettant de réaliser nos propres essais expérimentaux et (ii) de développer les aspects de métrologie thermomécanique en développant un logiciel de reconstruction de sources de chaleur à partir d'une mesure imagerie IR des champs de température observés sur une éprouvette.
- d'un travail théorique de modélisation qui puisse rendre compte des phénomènes observés sur le plan des couplages thermomécaniques suivi d'une analyse, jamais faite jusqu'à présent, des problèmes d'estimation paramétrique propres à ce modèle. Toutes les lois de comportement en mécanique sont extrêmement prolixes en nombre de paramètres de par la complexité des phénomènes impliqués évidemment. Néanmoins, il est indispensable de définir quels seront les essais qui en permettront l'identification précise. Nous tracerons à ce sujet quelques pistes de réflexion basées sur des exemples.

Le manuscrit a été divisé en quatre parties distinctes :

- La Partie 1 présentera le dispositif expérimental c'est à dire la machine de traction et les équipements métrologiques qui nous permettront d'avoir accès aux grandeurs mécaniques, thermiques ainsi qu'à des grandeurs microstructurales. Ce dernier point constitue un des aspects importants de ce travail, puisque grâce à une collaboration interne au LEMTA avec l'équipe de Rhéo-opticiens sous la houlette de C. Baravian, nous avons pu enrichir notre dispositif expérimental d'un système de rétro-diffusion de lumière nous permettant la caractérisation in-situ et simultanée de l'endommagement par crazing subi par le matériau.
- La Partie 2 sera consacrée à la résolution du problème inverse consistant à reconstruire les sources thermiques à partir d'un champ de température mesuré. C'est un problème

difficile et mal posé. Deux méthodes sont mises en œuvre successivement afin de réaliser cet objectif. Nous présenterons les performances attendues des algorithmes mis au point en traitant des champs de température synthétiques (produits par simulation) et les résultats obtenus à partir de données réelles.

- La Partie 3 présentera l’approche DNLR et les derniers développements issus de notre travail pour intégrer les phénomènes de couplages thermomécaniques. Il en découlera une loi de comportement permettant de prévoir l’évolution de la contrainte et de la source thermique en fonction de la déformation pendant un essai mécanique. Une attention particulière sera portée au problème d’estimation des paramètres de ce modèle (sensibilités, corrélations...).
- La Partie 4 dressera le bilan des résultats obtenus sur l’étude des couplages thermomécaniques au cours de la déformation du PEHD. Nous montrerons comment les mesures simultanées d’origine mécanique, thermomécanique et microstructurale produites par notre dispositif expérimental permettent d’envisager de nouvelles avancées sur le plan de la caractérisation de ces matériaux.

Première partie

Plateforme métrologique pour l'investigation expérimentale

I

Vue générale du dispositif expérimental

Sommaire

I.1	Machine d'essai mécanique	4
I.1.1	Fonctionnalités	4
I.1.2	Améliorations apportées	6
I.2	Éprouvette de test	6
I.3	Choix du matériau	7

Le dispositif expérimental est constitué d'une machine de traction et de trois caméras fixant le centre de l'éprouvette de traction.

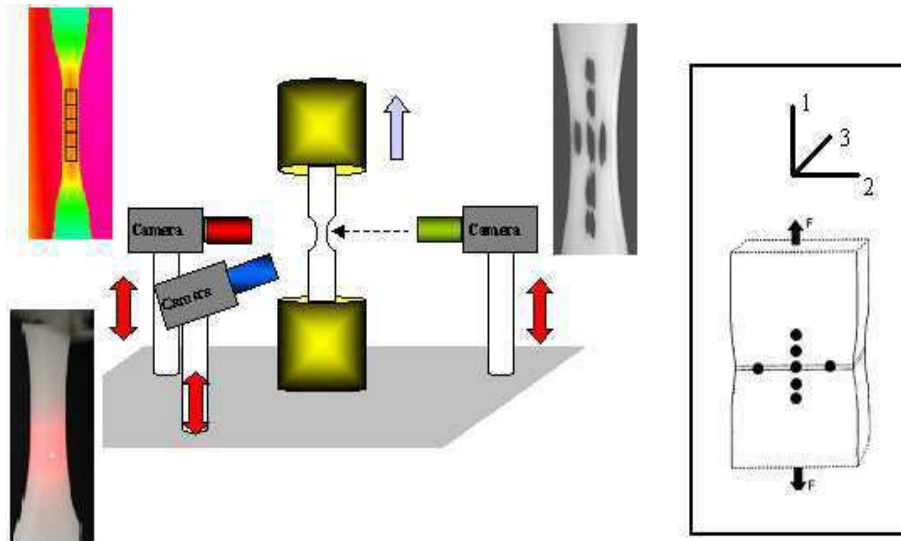


Fig. I.1: Schéma synoptique

Le schéma synoptique I.1 présente les visualisations issues de chacune des caméras :

- la première caméra permet de suivre l'évolution géométrique de taches inscrites préalablement sur l'éprouvette. Cette mesure permettra de déterminer les grandeurs mécaniques de déformation et de contrainte.
- la seconde caméra visualise le halo de lumière rétrodiffusée par un spot laser. Cette mesure permettra de déterminer des grandeurs microstructurales quantitatives (endommagement, anisotropie de l'endommagement).
- la troisième caméra est une caméra infrarouge. Cette mesure permettra d'avoir accès au champ de température.

L'éprouvette soumise à traction est donc scrutée par trois caméras (deux CCD, une infrarouge). Afin que les champs d'observation de chaque caméra soient toujours centrés sur le centre de l'éprouvette, les caméras sont placées sur des colonnes télescopiques permettant un déplacement vertical électrocommandé. En pratique, la caméra 'mécanique', la seule qui observe les taches, suit la tache centrale grâce à une régulation de son pied télescopique (marque Magnetic, type THGAO-BA22A-000). En face arrière, un pied télescopique identique porte les deux autres caméras et suit les déplacements du premier grâce à une régulation en position.

I.1 Machine d'essai mécanique

I.1.1 Fonctionnalités

La machine de traction est une machine MTS 810 servo-hydraulique qui permet d'effectuer des essais de traction, compression, sollicitations cycliques, voire des trajets de chargement plus complexes moyennant une programmation des séquences. Le déplacement de la traverse mobile peut notamment être asservi en position ou en vitesse.

Cette machine se compose :

- d'un vérin permettant le mouvement du mors inférieur. Sa course est de 200mm. Ce vérin est commandé par l'intermédiaire d'une servo-valve alimentée par un compresseur. La pression de commande dépend du matériau étudié (environ 20 bars pour les polymères et 200 bars pour les aciers). Un transducteur permet de contrôler le déplacement de ce vérin.
- de mors auto-serrant qui évitent le glissement de l'éprouvette. La pression de serrage dépend du matériau (Polymères : 2 Mpa, Aluminium : 10-12 Mpa, Acier : 15-20 Mpa)
- d'une cellule de force qui permet de mesurer la force axiale lors d'un essai de traction. La gamme de cette cellule de mesure est de 10000 N. Cette gamme n'est évidemment pas la plus adaptée à des mesures sur les polymères. Une cartouche de calibration permet de caler la gamme de force 0-2500 N sur la pleine échelle 0-10 Volts mais ne compense pas totalement le manque de sensibilité de ce capteur.

Cette machine hydraulique est commandée à travers une interface électronique (microconsole). Elle permet des déplacements manuels de traverse, les réglages d'offset, mais comporte aussi un module appelé microprofilier, qui permet de programmer un trajet de chargement défini par une suite de séquences élémentaires (rampe, cycles...) (cf. fig. I.2). On peut piloter et réguler en déplacement, en force, mais également sur un signal externe qui peut être une mesure de déformation fournie par un extensomètre, ce qui sera donc notre cas.



Fig. I.2: Face avant de la microconsole

I.1.2 Améliorations apportées

Au début de la thèse, la machine de traction n'avait pas été utilisée depuis longtemps. Il nous a fallu procéder à toutes les vérifications d'usage qui garantissent une bonne métrologie (compte tenu de l'instrumentation disponible). Nous avons notamment procédé à un recalibrage total des capteurs de force et déplacement. Étant donné que le constructeur assure ce type d'opérations de maintenance sur une génération de machines vétustes uniquement à des tarifs prohibitifs, les cartouches de calibrage en force et en déplacement (en rouge, cf. fig. I.2) ont été réglées par nos soins en s'assurant de mesures parallèles de bonne qualité. Un anneau dynamométrique ainsi qu'un capteur piézoélectrique ont ainsi été utilisés afin de comparer leurs mesures à celles issues de la cellule de force MTS. La figure I.3 montre le résultat de ce calibrage et permet d'observer que l'anneau dynamométrique, le capteur piézoélectrique et la cellule donnent la même réponse (droite de pente 1, coefficient de corrélation $r = 0.996$)

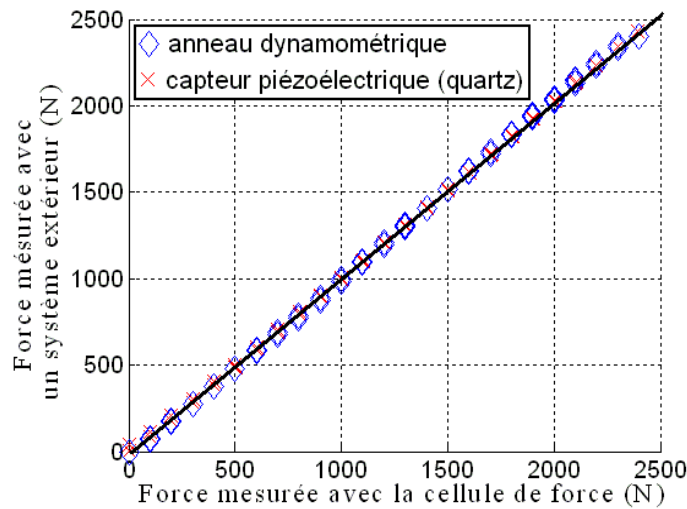


Fig. I.3: Calibration de cellule de force

Un système de blocage des mors en rotation a été conçu et monté sur la machine afin de préserver les trajets de déformation imposés de toute sollicitation parasite de type torsion.

Il a fallu également comprendre le fonctionnement complet de la microconsole. Une note technique a été rédigée afin de prénaliser cet acquis au sein du LEMTA.

I.2 Éprouvette de test

La géométrie d'éprouvette nous est imposée par le système d'extensométrie vidéo. Il est indispensable que la striction soit localisée sur la zone où sont inscrites les taches, de manière à y mesurer les déformations (réelles) maximales. C'est pourquoi on ne peut retenir la géométrie d'une éprouvette normalisée de traction (longueur utile de section identique trop étendue).

Pour maîtriser le déclenchement de la striction à l'endroit désiré, il nous faut trouver un compromis sur la longueur utile :

- trop longue et la striction peut se développer n'importe où sur cette longueur de façon aléatoire et donc pas forcément sur les taches.
- trop courte et la géométrie de la structure peut conduire à une triaxialité des contraintes. L'éprouvette n'est plus sollicitée en traction pure (σ_{11} seule composante non nulle du tenseur des contraintes).

Une longueur utile optimale a donc été définie et des congés de raccordement permettent de nous ramener sur une section plus forte afin de permettre le serrage des mors. Pour limiter au maximum toute triaxialité du champ de contraintes, un méplat de 6mm de long est réalisé dans la partie centrale de l'éprouvette. C'est à cet endroit qu'il faudra déposer les marqueurs.

L'épaisseur a été fixée à 4mm afin de réaliser un compromis entre les aspects mécaniques de résistance minimale (se traduisant notamment par une réduction de section lors de la striction qui soit admissible pour pouvoir faire fonctionner le système optique de rétrodiffusion), et les aspects thermiques. Nous souhaitons être au plus près des conditions de validité d'une hypothèse de transfert thermique 2D dans l'éprouvette, c'est-à-dire de l'hypothèse d'ailette, afin de simplifier le problème inverse de reconstruction des sources de chaleur. Le volume qui se déforme a ainsi une taille de 6mm×6mm×4mm. Cette géométrie est celle de "l'éprouvette 1" représentée sur la figure I.4 ci-dessous.

Par ailleurs, lors de la mise en place de l'éprouvette, l'expérimentateur doit veiller à ce que l'axe de l'éprouvette coïncide bien avec l'axe de traction ; Ceci permet d'éviter toute présence d'un cisaillement parasite risquant de biaiser le modèle qui sera évidemment bâti sur l'hypothèse d'un essai de traction simple avec pour seule contrainte non nulle, la contrainte principale suivant l'axe de traction et notée σ_{11} .

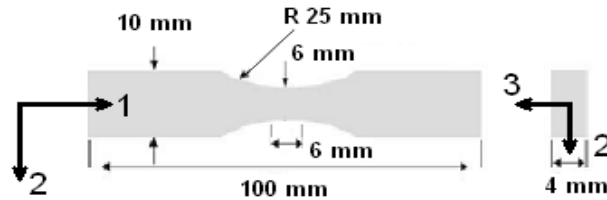


Fig. I.4: Cotation de l'éprouvette d'essai (Géométrie : Type 1)

Une deuxième géométrie a été définie afin de montrer l'absence d'effet de structure lors de la mesure de la déformation et de la contrainte (cf. fig. I.5).

I.3 Choix du matériau

Le matériau étudié est un polyéthylène haute densité (PEHD), c'est-à-dire composé de chaînes de poids moléculaire élevé (masse moléculaire moyenne de $5.10^6 g/mol$ dans notre cas). Le PEHD est considéré comme un matériau "école" de par la complexité de sa structure semi-cristalline, composée d'îlots cristallins dans une matrice amorphe. Déformer ce matériau permet d'activer de nombreux phénomènes micro-structuraux, très complexes, qui agissent à différentes échelles. C'est un matériau qui exhibe donc une grande variété de comportement lorsqu'il est soumis à des déformations : sa microstructure varie avec la déformation. À ce

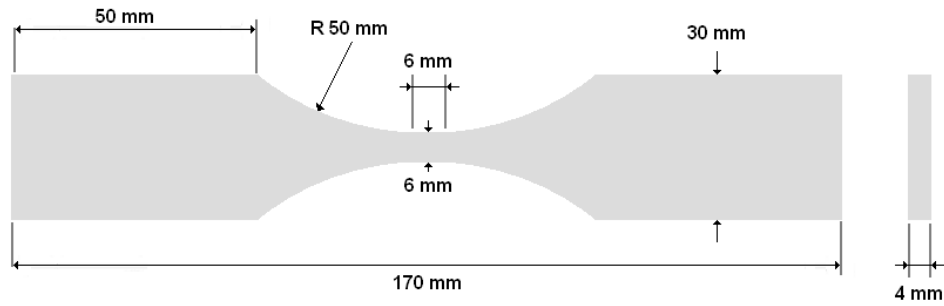


Fig. I.5: Cotation de l'éprouvette type 2 utilisée seulement sur la figure II.8

titre, c'est un matériau test pour que les mécaniciens préoccupés de lois de comportement mettent leurs modélisations à l'épreuve. C'est en tout cas un matériau sur lequel trois thèses au LEMTA se sont concentrées.

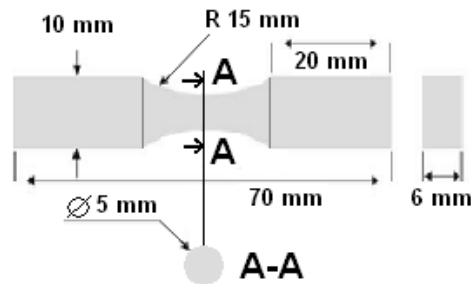


Fig. I.6: Cotation de l'éprouvette sablier

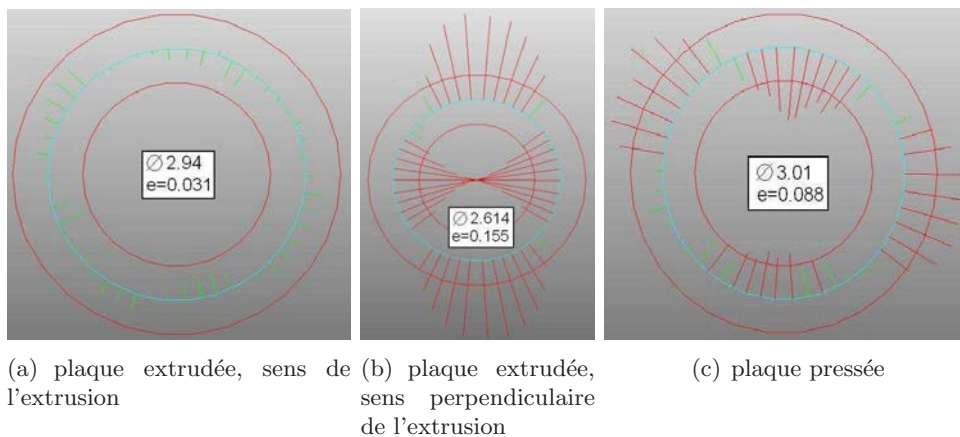


Fig. I.7: Mesure de la forme des sections sur les éprouvettes déformées (tolérance : $\pm 0.02\text{mm}$)

Comme pour la majorité des polymères et du fait de leur phase amorphe, ce matériau est dans un état biphasé (caoutchoutique et cristalline). Il peut conserver une certaine mémoire des processus mécaniques ou thermiques qui l'ont amené dans l'état courant, en particulier bien

sûr, de leur procédé de fabrication : extrusion ou formage à la presse. Il est donc impératif de caractériser l'état du polymère dans lequel sont prélevées les éprouvettes. En particulier, nous souhaitons partir d'échantillons pouvant être considérés comme isotrope dans la section de l'éprouvette. Nous avons donc comparé les deux PEHD 500 Naturel disponibles, dont les plaques différaient par leur procédé de fabrication. De légères tractions (étirements de l'ordre de 8mm) ont été conduites sur des éprouvettes 'sablier' (section de la partie utile égale à 5mm) dont la géométrie est reportée sur la figure I.6. Nous comparons la géométrie de la section déformée des éprouvettes dans 3 cas :

- éprouvette issue d'une plaque extrudée (épaisseur 6 mm), découpée dans le sens de l'extrusion (l'axe de l'éprouvette coïncide avec la direction de 'traction')
- éprouvette issue d'une plaque extrudée (épaisseur 6 mm), découpée dans le sens perpendiculaire au sens de l'extrusion
- éprouvette issue d'une plaque pressée (épaisseur 6 mm) : les résultats sont indépendants de l'orientation de l'éprouvette dans la plaque

Sur la figure I.7, les mesures de forme des sections des éprouvettes sont présentées. Elles ont été obtenue avec un détecteur de forme (muni d'une pointe de touche). Chaque figure est constituée de 3 disques : rayon moyen, tolérance maximum, tolérance minimum. Les segments radiaux symbolisent les mesures du rayon en fonction de l'angle : les mesures hors tolérance sont en rouge, les mesures respectant les tolérances sont en vert. La section qui présente le comportement le plus isotrope est issue de l'éprouvette prélevée dans le sens de l'extrusion (pour une plaque extrudée). Indiquons pour clore ce point que la quasi-totalité de nos éprouvettes a été soumise à un recuit à 120°C sous vide pendant 4 heures afin d'effacer toute contrainte résiduelle et permettre par un refroidissement lent ('trempe' à l'air ambiant) d'obtenir une structure sphérolitique isotrope.

Le matériau étudié est un PEDH 500 Naturel extrudé fabriqué par Röchling Engineering Plastics KG. Les propriétés physiques données par le fabricant sont recensées dans le tableau I.1.

Caractéristiques générales		
Masse volumique	$0.952\text{g}/\text{cm}^3$	ISO 1183
Masse moléculaire	$5.10^6\text{g}/\text{mol}$	
Taux de cristallinité	66%	
Caractéristiques mécaniques		
Résistance à la traction au seuil de fluage	$28\text{N}/\text{mm}^2$	ISO 527-1
Module d'élasticité à l'essai de traction	$1200\text{N}/\text{mm}^2$	ISO 527-1
Caractéristiques thermiques		
Domaine de fusion des cristallites	$130 - 135^{\circ}\text{C}$	
Conductivité thermique	$0.4\text{W}/\text{mK}$	DIN 52612
Coefficient d'allongement linéaire entre 20°C et 100°C	2.10^{-4}K^{-1}	DIN 53752
Température d'utilisation (permanent)	$-100 \dots 80^{\circ}\text{C}$	
Température de transition vitreuse	-125°C	

TAB. I.1: Données fabricant du PEHD 500 Naturel extrudé (Röchling)

II

Dispositif d'extensométrie optique

Sommaire

II.1	Mesure locale des déformations et des contraintes vraies . . .	12
II.1.1	Intérêt de la mesure $\sigma - \varepsilon$	12
II.1.2	Techniques existantes	13
II.2	Vidéotraction : Fonctionnement et utilisation	14
II.2.1	Principes	14
II.2.2	Sources d'incertitudes	15
II.2.3	Logiciel de traitement d'images	16
II.3	Présentation d'un résultat type	16

La caractérisation mécanique des matériaux est souvent obtenue expérimentalement par des essais de traction. En général, les machines imposent un déplacement de la traverse mobile c'est-à-dire d'une des extrémités de l'échantillon, l'autre extrémité restant maintenue dans un mors fixe par rapport au bâti machine. Notre machine de traction a été dotée d'un système optique de suivi de taches afin de mesurer des déformations locales de l'éprouvette (extensomètre vidéo) sur lesquelles on peut en retour piloter la machine. Ce système s'appelle Vidéotraction®. Cet outil est développé conjointement par la société Apollor Union et l'École des Mines de NANCY [57, 58].

II.1 Mesure locale des déformations et des contraintes vraies

II.1.1 Intérêt de la mesure $\sigma - \varepsilon$

Un essai de traction 'classique' consiste à piloter une machine de traction en vitesse de traverse (grandeur facilement accessible par un transducteur appliqué sur le positionnement du vérin et qui ne peut dépendre de la forme de l'éprouvette). On suit en cours d'essai la mesure de la force axiale F appliquée à une éprouvette et du déplacement de la traverse. La courbe de traction dite 'nominale' (ε_n, σ_n) est construite sur $\varepsilon_n = \Delta l/l_0$ et $\sigma_n = F/S_0$ où l_0 et S_0 sont les longueurs et sections utiles initiales, de début d'expérience. Ce type d'essai est très simple à effectuer car il ne nécessite que peu d'instrumentation sur la machine d'essai. Mais la courbe de traction ainsi obtenue n'est pas intrinsèque au matériau. Elle s'appuie sur des grandeurs globales (Force, déplacement) rapportées à des grandeurs relatives à la géométrie de la structure (longueur 'utile' de l'éprouvette, section initiale...). En effet, σ_n est la composante du tenseur de Piola-Kirchhoff qui doit être associée au gradient de déformation $F = \frac{dx}{dx_0}$ pour définir le comportement.

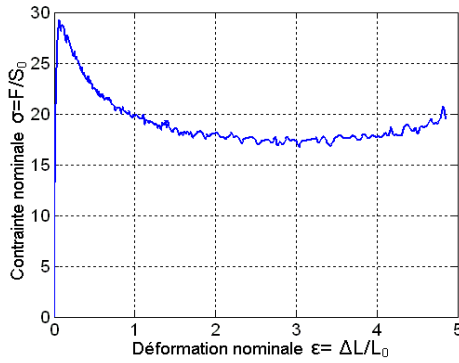


Fig. II.1: Courbe de traction 'nominale'

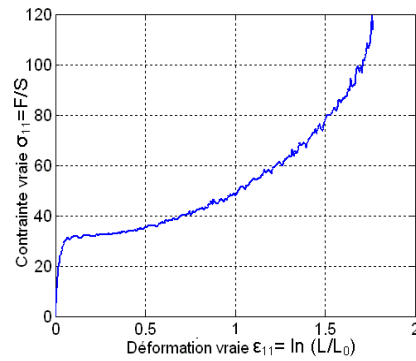


Fig. II.2: Courbe de traction 'vraie'

Pour caractériser un matériau, il est évidemment préférable de se baser sur des grandeurs 'locales' de déformation et de contraintes. On les qualifie généralement de grandeurs 'vraies' : déformations vraies et contraintes vraies. On se place dans la configuration eulérienne avec le tenseur de Cauchy et le tenseur de déformation de Hencky ($\varepsilon = \ln(l/l_0)$). Ces grandeurs doivent représenter le comportement intrinsèque du matériau, c'est-à-dire affranchi d'un artefact de mesure qui serait lié par exemple à la géométrie de l'éprouvette ou à un trajet de chargement complexe.

Les figures II.1 et II.2 illustrent la différence de réponses obtenues lors d'un essai de traction selon que l'on travaille avec les grandeurs nominales ou vraies. Le crochet (extremum) qui apparaît sur la courbe de traction 'nominale' n'est pas du registre de la physique des matériaux. Il est le résultat d'un effet de structure : la diminution de section durant l'essai n'est pas prise en compte dans le calcul de la contrainte appliquée à l'éprouvette à partir de la mesure de force et qui a donc tendance à être minimisée.

Nous voulons donc une méthode nous permettant avant tout de mesurer précisément les déformations locales au cours d'un essai de traction et ce, dans les trois directions de l'espace.

II.1.2 Techniques existantes

Plusieurs méthodes existent pour mesurer la déformation vraie d'un échantillon lors d'un essai de traction. Compte tenu de la définition de la géométrie d'éprouvette exposée dans la partie I.2, nous cherchons à mesurer par suivi de taches :

- La déformation vraie longitudinale $\varepsilon_{11}(x, y, t)$ ainsi que la déformation vraie transversale $\varepsilon_{22}(x, y, t)$. La déformation $\varepsilon_{33}(x, y, t)$ peut éventuellement être déduite d'une hypothèse d'isotropie du matériau permettant d'écrire $\varepsilon_{22} = \varepsilon_{33}$.
- La contrainte vraie $\sigma_{11}(x, y, t)$, obtenue en rapportant la force axiale appliquée à la section courante de l'éprouvette durant la déformation et déterminée par $S = S_0 \exp(\varepsilon_{22} + \varepsilon_{33})$

La solution la plus couramment utilisée jusqu'à récemment requiert de placer un extensomètre mécanique, 'accroché' physiquement à l'éprouvette. Ces appareils sont relativement précis. L'un des inconvénients est le caractère intrusif de la mesure induite par le frottement lié au contact mécanique entre les couteaux de l'extensomètre et l'éprouvette. Pour notre étude, l'inconvénient majeur est l'encombrement géométrique de ces capteurs comme on peut le voir sur cette photographie d'un extensomètre biaxial de chez Instron. Cela rend impossible toute mesure complémentaire sur le même volume élémentaire représentatif, y compris par techniques optiques.

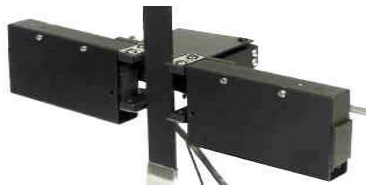


Fig. II.3: extensomètre biaxial Instron W-E402-X P

La tendance d'évolution générale des techniques de métrologie repose sur des dispositifs non intrusifs c'est-à-dire sans contact, donc optique. Deux grands types de méthodes se distinguent pour l'extensométrie :

- La technique de corrélation d'images : cette méthode consiste à suivre le déplacement d'une multitude de 'points' répartis aléatoirement sur la surface de l'objet qui se déforme. Ces 'points' peuvent être présents naturellement (défauts de rugosité de surface à faible échelle, champ de granularité de surface dû au façonnage de l'éprouvette par exemple) ou artificiellement (dépôt d'un mouchetis par spray). Une autre méthode consiste à éclairer

la surface avec un faisceau laser. La lumière réfléchie par la surface et forme une image (le 'Speckle'). Les 'points' à suivre peuvent aussi être les nœuds d'un réseau directement déposé sur l'échantillon. Une caméra CCD permet l'enregistrement d'une séquence d'images numérisées de l'objet pendant la déformation. Grâce à des algorithmes adaptés à chaque méthode, on est en mesure d'accéder au champ total de déformation ce qui constitue le point fort de ces méthodes. Par contre, elles nécessitent encore actuellement du fait de la puissance limitée de nos ordinateurs un traitement d'images 'lourd' qui proscrit toute régulation électronique de la machine d'essai à partir des mesures de déformation.

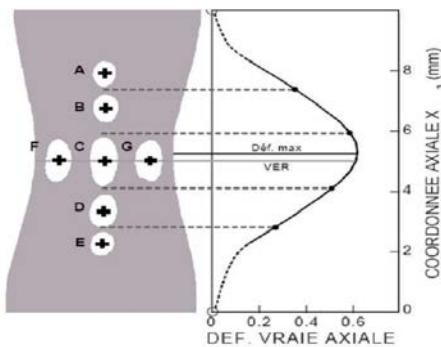
- Une autre méthode consiste à restreindre les mesures à un suivi de taches localisées au centre de l'éprouvette, (cf. fig. II.4) et limitées en nombre. La spécificité de cette technique est d'une part de nous permettre d'obtenir des informations sur la déformation au centre de l'éprouvette et d'autre part, grâce à un allègement du temps de traitement d'images (possible en temps réel), de nous permettre d'asservir les essais sur les valeurs vraies de contrainte ou de déformation.

Grâce à une coopération avec Apollor Union, nous possédons le dispositif breveté sous le nom Vidéotraction® afin d'obtenir des courbes de traction de type $(\varepsilon_{11}, \sigma_{11})$.

II.2 Vidéotraction : Fonctionnement et utilisation

II.2.1 Principes

L'image de l'éprouvette préalablement marquée en surface d'un certain nombre de taches : 2, 4, 5 ou 7 (cf. fig. II.4) est produite par une caméra CCD (Camera Land of Vision 1S 800). Le logiciel traite chaque tache comme une collection de pixels et après leur détection, en détermine les barycentres. Pendant l'essai en temps réel, le logiciel effectue le calcul d'un certain nombre de déformations : les déformations longitudinales (dites partielles quand plus de 2 taches ont été marquées selon l'axe de l'éprouvette) et les déformations dans le(s) sens transverse(s) (cf. tab. II.1).



2 déformations transverses	
$\varepsilon_{22}^{FC} = \ln(\frac{FC}{F_0C_0})$	$\varepsilon_{22}^{GC} = \ln(\frac{GC}{G_0C_0})$
4 déformations axiales partielles	
$\varepsilon_{11}^{AB} = \ln(\frac{AB}{A_0B_0})$	$\varepsilon_{11}^{BC} = \ln(\frac{BC}{B_0C_0})$
$\varepsilon_{11}^{CD} = \ln(\frac{CD}{C_0D_0})$	$\varepsilon_{11}^{DE} = \ln(\frac{DE}{D_0E_0})$

TAB. II.1: Calcul des déformations partielles

Fig. II.4: Schéma de disposition des taches et interpolation des mesures

Muni de ces déformations partielles, on peut remonter à la déformation axiale dans le VER par interpolation lagrangienne (cf. fig. II.4). Cette méthode nous permet d'atténuer l'effet d'une mauvaise disposition des taches sur l'éprouvette pendant leur inscription, opération qui s'avère assez délicate. La mesure de ε_{22} est obtenue en retenant la moyenne entre ε_{22}^{FC} et ε_{22}^{GC} . Par ailleurs, la proximité des deux valeurs numériques nous renseigne sur le bon position-

nement des taches par rapport aux axes géométriques de la machine (de son bâti) et donc sur la qualité de nos mesures. Si ε_{22}^{FC} et ε_{22}^{GC} donnent des mesures différentes, l'axe de l'éprouvette ne coïncide pas exactement avec l'axe de traction. Avec une mesure complémentaire de la force axiale, on calcule alors la contrainte axiale $\sigma_{11} = \frac{F}{S_0 \exp(2 \varepsilon_{22})}$ moyennant l'hypothèse d'isotropie transverse.

II.2.2 Sources d'incertitudes

Si cette méthode présente le grand avantage de pouvoir piloter l'essai de traction en contrôlant en temps réel le ε_{11} mesuré, une grande précaution d'emploi est cependant requise pour obtenir des résultats de qualité en termes de précision et reproductibilité.

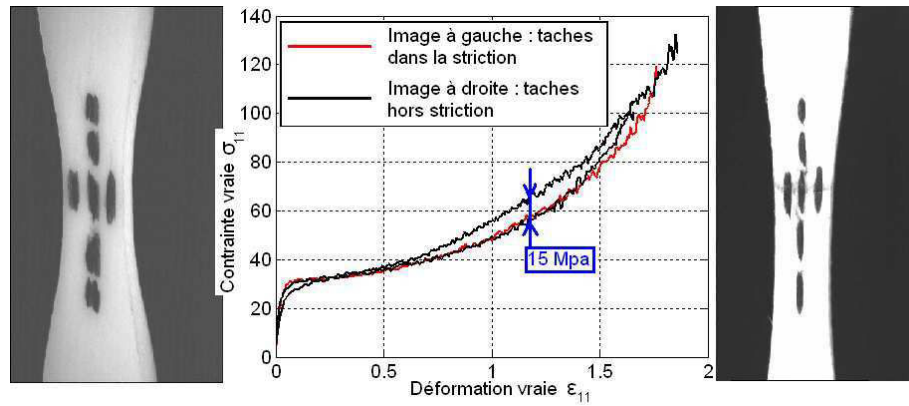


Fig. II.5: Biais de mesure dû au défaut de l'emplacement des taches

Le premier point concerne la localisation de la striction (phénomène d'instabilité) que l'on souhaite rendre prévisible afin de localiser les taches au bon endroit et de mesurer en toutes circonstances la déformation maximale subie par la matière. Ceci est possible en adoptant une forme d'éprouvette adaptée. La forme retenue dans le cadre de cette thèse, et exposée à la partie I.2 a été choisie pour que la striction se développe systématiquement au centre de l'éprouvette.

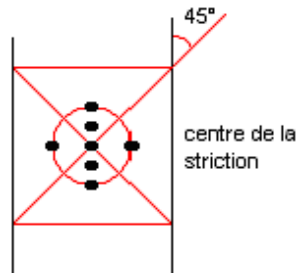


Fig. II.6: Protocole de mise en place de 7 taches

L'inscription des taches est par ailleurs une opération délicate. De cette étape dépend la fiabilité des résultats. En effet, des taches qui ne seraient pas bien disposées à l'endroit où se développera la striction engendrent un biais sur la mesure de la déformation comme cela

peut être vu sur la figure II.5. Le signal de commande de la machine est donc faussé et contrarie le trajet de chargement visé. Une mauvaise évaluation de l'évolution de la section de l'éprouvette et donc de la force en découlent également. La préparation de l'éprouvette est donc une étape sensible du dispositif métrologique et requiert beaucoup de soin de la part de l'expérimentateur. Il s'agit de réduire au maximum le nombre d'essais inexploitable. Pour cela, il faut tracer les taches selon la figure II.6 ; il est aussi nécessaire de les aligner le mieux possible. La validité de l'essai ne pourra en effet être avérée qu'à posteriori, après réalisation.

II.2.3 Logiciel de traitement d'images

Le système Vidéotraction est piloté par ordinateur grâce à un logiciel constructeur. Il permet de définir les paramètres de l'essai, le trajet de chargement pour la partie commande et la régulation. Il permet également de régler les paramètres de numérisation de l'image, de visualiser la déformation des taches et d'afficher les mesures faites pour la partie extensométrie. A noter que dans la nouvelle version du logiciel, ces deux fonctions ont été dissociées dans deux logiciels distincts qui s'exécutent en tâche de fond et s'échangent les informations en temps réel.

Dans la version logiciel utilisée au cours de cette thèse, nous pouvons faire des essais de traction à $\dot{\epsilon}_v$ constant, des essais de relaxation (éventuellement passer de l'un à l'autre manuellement pour réaliser des essais type 'dip-test') mais aussi des essais de fluage.

II.3 Présentation d'un résultat type

Grâce à ce dispositif, des essais de traction à vitesse de déformation imposée ont été menés sur un polyéthylène haute densité. Sur la courbe de traction ($\epsilon_{11}, \sigma_{11}$) obtenue, on reconnaît les 'trois régimes classiques' généralement retenus pour décrire la succession des comportements observés : élastique, visco-plastique, et durcissement qualifié d'hyperélastique.

Sur la figure II.7, on peut observer la dépendance du comportement mécanique à la vitesse de sollicitation. Plus la vitesse de déformation est grande, plus le 'plateau' viscoplastique (la valeur de contrainte seuil ou yield stress dans la littérature anglosaxonne) se déplace vers les fortes valeurs de contrainte. A titre d'exemple, on observe une variation de l'ordre de 18% dans l'échelle des contraintes pour un doublement de la vitesse imposée.

Sur la figure II.7, on peut juger du niveau de reproductibilité courant des expériences menées avec ce dispositif si les conditions optimales indiquées plus haut sont atteintes. Par ailleurs, il convient de rappeler que l'effet de structure reste négligeable. Sur la figure II.8, on compare deux courbes de traction sur deux éprouvettes de géométries différentes (précédemment présentées). Les deux courbes se superposent parfaitement dans une 'épaisseur' de l'ordre de ± 1 Mpa correspondant au bruit de mesure attendu : rapport signal sur bruit de l'ordre de 30 aux faibles déformations (il s'améliore évidemment ensuite).

Enfin, on évalue le bruit de mesure sur la contrainte. Pour cela, on effectue une expérience de fatigue en restant dans le domaine élastique. La contrainte est sinusoïdale et l'on peut alors caractériser le bruit de mesure, comme correspondant au résidu entre la mesure et une fonction d'ajustement sinusoïdale.

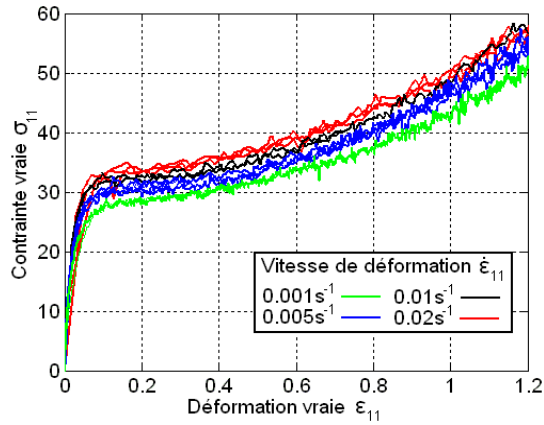


Fig. II.7: Effet de vitesse

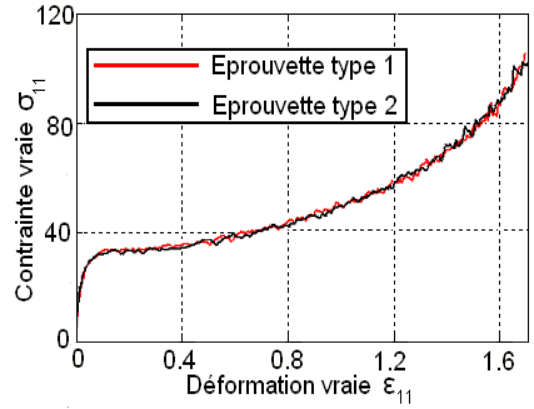


Fig. II.8: Effet de structure

La figure II.9 montre l'identification de la mesure à une sinusoïde et le résidu qui en résulte. Le bruit de mesure est un bruit gaussien centré (sa moyenne μ est de 0.9 MPa) d'écart-type σ_σ égal à 0.1 MPa (cf. fig. II.10).

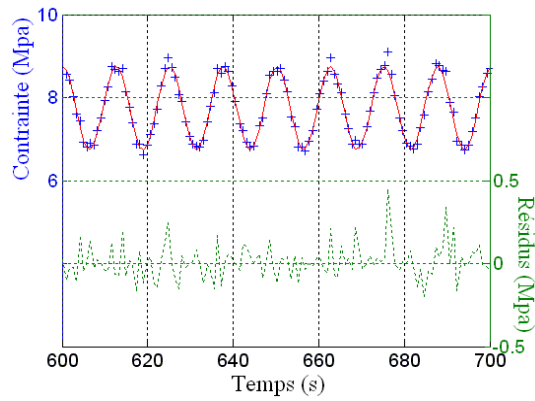


Fig. II.9: Identification du bruit d'expérience

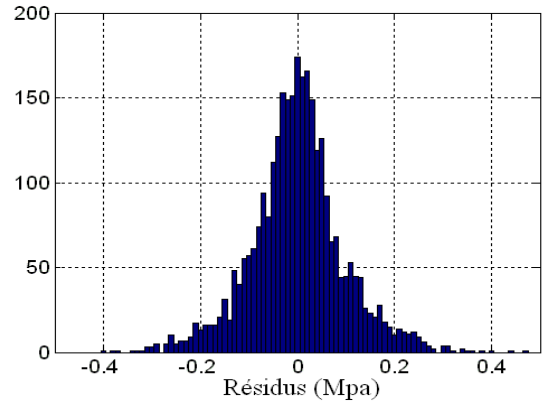


Fig. II.10: Histogramme du bruit de mesure sur la contrainte

III

Dispositif de rétro-diffusion de lumière incohérente pour la caractérisation de l'endommagement

Sommaire

III.1	Principes de la technique ISLT	20
III.2	Modélisation du transport stationnaire incohérent	24
III.2.1	L'Equation de Transfert Radiatif	24
III.2.2	La grandeur mesurée	26
III.2.3	Caractérisation de l'anisotropie de la dispersion	29
III.3	Dispositif expérimental	29
III.3.1	Matériel	29
III.3.2	Traitement d'images	29
III.4	Identification des paramètres de microstructure	32

Le dispositif métrologique présenté précédemment avait pour vocation de caractériser le comportement mécanique macroscopique de la matière. Durant notre thèse et en profitant d'une coopération avec l'équipe de Christophe Baravian au LEMTA qui s'intéresse aux techniques rhéo-optiques pour la caractérisation de milieux dispersés fluides, une seconde technique optique a été couplée à notre expérimentation. Il s'agit d'une technique basée sur la diffusion de la lumière. L'analyse de l'interaction de la lumière avec un milieu capable de disperser le rayonnement, comme le fait par exemple le brouillard avec la lumière visible, permet de remonter à la connaissance de la structure microscopique du milieu : la taille moyenne des gouttelettes d'eau suspendues et leur concentration dans l'air, pour reprendre notre exemple du brouillard. Ce principe a donc été appliqué à nos échantillons de polymère afin de caractériser in-situ le phénomène d'endommagement du matériau pendant la déformation. L'amplification de la déformation appliquée se traduit en effet par des décohésions de la matière, la création de cavités, de trous ou de vides qui sont autant de 'particules' permettant de disperser un rayonnement incident. Notre travail a permis de montrer la faisabilité de cette application aux polymères solides et d'obtenir des résultats inédits en matière de caractérisation in-situ et en temps réel de l'endommagement subi pendant une sollicitation mécanique. Ce genre d'analyse est actuellement l'apanage des techniques telles que la diffraction X aux petits angles (Small Angle X(rays) Scattering ou SAXS) ou la diffraction de neutrons (Small Angle Neutron Scattering). Ces techniques nécessitent des équipements très coûteux et leur mise en œuvre est difficilement envisageable pour une caractérisation in-situ. Les mesures permettent de caractériser la microstructure à des petites échelles de taille et sont quasiment toutes obtenues post-mortem, c'est-à-dire après avoir déformé un échantillon et l'avoir extrait de la machine d'essai mécanique. Nous verrons que la technique exposée ici change complètement les perspectives de recherche de par sa souplesse de mise en œuvre autorisant une caractérisation in-situ, son bas coût, et des mesures permettant de caractériser la microstructure sur une grande plage d'échelles partant du micro au mésoscopique.

Avant de présenter cette technique dans le détail, il nous faut rappeler avant tout que l'idée qui consiste à utiliser l'interaction lumière-milieu n'est pas nouvelle pour la caractérisation rhéologique des matériaux polymères solides. En France, les travaux de Robert Schirrer à l'ICS de Strasbourg ont ouvert la voie à ce type de métrologie [53, 105]. La différence essentielle de notre travail avec cette approche inaugurale réside dans le fait qu'il s'agit ici d'observer le phénomène de dispersion incohérente d'une source de lumière et non de la dispersion cohérente. Historiquement, l'usage consistait à penser que seuls les photons cohérents pouvaient, après interactions, produire une information pertinente sur le milieu. Or, dans la plupart des milieux diffusants, la composante incohérente de la lumière est incomparablement plus grande que la composante cohérente. Comme souvent en physique, en dépit du fait qu'il n'est pas possible de suivre l'historique des événements de dispersion (phénomènes d'interférence) qui concerne un photon particulier qui serait resté cohérent, un effet statistique de grand nombre sur des événements de dispersion (incohérence) donne tout de même accès à une information très riche sur le milieu.

III.1 Principes de la technique ISLT

Nous présentons les principes physiques sur lesquels reposent la technique dénommée ISLT, acronyme d'Incoherent Steady Light Transport. Nous nous contenterons d'aller droit à l'es-

sentiel en rappelant succinctement les étapes d'une démarche scientifique qui mériterait dans l'absolu une présentation beaucoup plus détaillée, mais déjà disponible grâce aux deux thèses de J. Mougel [86] et J.Dillet [43] soutenues au LEMTA dans l'équipe de rhéo-optique.

Mécanismes d'interaction OEM - Particules.

Afin d'expliquer l'origine de la grandeur macroscopique qui sera mesurée, il convient de revenir sur les mécanismes régissant l'interaction entre une onde électromagnétique (OEM) et un ensemble de particules. Pour cela et sans risque de compromettre l'essentiel de nos conclusions, nous nous plaçons dans le cas idéalisé d'une onde plane incidente sur un ensemble de particules, supposées sphériques et réparties aléatoirement dans l'espace. L'onde se caractérise par sa longueur d'onde λ . Nous utilisons une source de lumière monochromatique située dans le spectre visible à une longueur d'onde $\lambda = 635nm$ (diode laser de couleur rouge). Généralement on définit le nombre d'onde de l'OEM, soit $k = 2\pi N/\lambda$ où N représente l'indice optique de réfraction du milieu de propagation. Elle est caractérisée également par une grandeur scalaire représentant son intensité, un débit d'énergie, reliée à l'amplitude de l'onde. Elle se caractérise encore par une grandeur vectorielle, décrivant son état de polarisation, c'est-à-dire, le positionnement du vecteur champ électrique E (les valeurs de ses composantes) dans le plan de l'onde perpendiculaire à la direction de propagation. Nous ne nous intéresserons pas à cette grandeur dans notre travail et considérerons donc une OEM polarisée aléatoirement. L'interaction d'une OEM avec un ensemble de particules fait intervenir comme paramètres :

- Les propriétés de l'onde incidente (longueur d'onde et état de polarisation)
- La taille des objets (leur distribution de taille)
- La fraction volumique en objets
- Les propriétés optiques du milieu et des objets

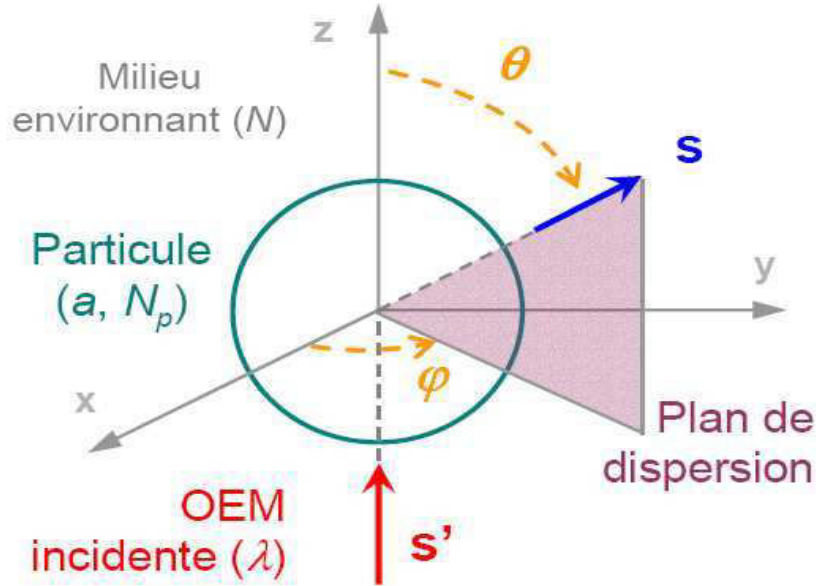


Fig. III.1: Vue schématique d'un événement de dispersion (rencontre entre une OEM plane et une particule). Nous observons l'angle de dispersion θ et le plan de dispersion. Le repère cartésien a son axe z colinéaire et de même direction que l'onde incidente.[86]

Avant de s'intéresser à la collection de particules, commençons classiquement par nous intéresser à l'interaction avec une particule seule. C'est la théorie de Gustav Mie (1908) qui en fournit les résultats essentiels. En nommant a le rayon de la particule et N_p son indice de réfraction, la dispersion de l'OEM se fait selon la vue schématique représentée sur la figure III.1. L'OEM est dispersée dans toutes les directions de l'espace, repérées par le vecteur unitaire s . La théorie de Mie permet de relier complètement les composantes parallèles ($//$) et perpendiculaires ($\perp$) du champ électrique dispersé E_d et incident E_i selon l'équation III.1.

$$\begin{pmatrix} E_{//d} \\ E_{\perp d} \end{pmatrix} = \frac{e^{ik(r-z)}}{-ikr} \begin{pmatrix} S_2(\theta) & 0 \\ 0 & S_1(\theta) \end{pmatrix} \begin{pmatrix} E_{//i} \\ E_{\perp i} \end{pmatrix} \quad (\text{III.1})$$

r désigne la distance d'observation selon la direction repérée par s . θ est l'angle entre la direction incidente s' et la direction dispersée s . Les fonctions complexes d'amplitude S_1 et S_2 sont complètement données par la théorie de Mie. Elles dépendent d'un paramètre adimensionnel de taille $x = k a = \frac{2\pi}{\lambda} N_p a$, et de l'indice de réfraction relatif $m = \frac{N_p}{N}$.

Envisageons la mesure d'intensité (débit d'énergie électromagnétique) qui serait réalisée par un détecteur placé derrière cette particule. Si le milieu suspendant la particule peut être considéré comme non absorbant, cette intensité serait plus faible que l'intensité incidente (indice i) compte tenu d'un phénomène d'absorption d'énergie par la matière constituant la particule elle-même (indice abs) et de dispersion de l'énergie dans toutes les directions de l'espace (indice sca pour scattering en anglais). Ces deux mécanismes considérés ensemble correspondent à ce que l'on nomme l'extinction du faisceau incident (indice ext). En faisant apparaître les intensités absorbées et dispersées rapportées à l'intensité incidente, on écrit alors :

$$\frac{I_{ext}}{I_i} = \frac{I_{abs}}{I_i} + \frac{I_{sca}}{I_i} \quad (\text{III.2})$$

soit

$$C_{ext} = C_{abs} + C_{sca} \quad (\text{III.3})$$

où C est une grandeur appelée section efficace (d'extinction, d'absorption et de dispersion).

Si l'on s'intéresse à la dispersion seule, la théorie de Mie permet de calculer la section efficace de dispersion. On a :

$$C_{sca} = \frac{\lambda^2}{4\pi N^2} \int_0^\pi (|S_1|^2 + |S_2|^2) \sin(\theta) d\theta \quad (\text{III.4})$$

On peut également calculer la fonction de phase ou diagramme de dispersion $p(\theta)$ qui permet de donner une image de la répartition spatiale (angulaire) de l'intensité dispersée. Cette fonction donne la probabilité qu'une onde incidente dans la direction s' soit dispersée dans la direction s (pas de dépendance selon l'angle azimuth compte tenu de l'absence de polarisation et de la symétrie sphérique de l'objet). Elle est définie par :

$$p(\theta) = \frac{\lambda^2}{4\pi N^2} \frac{|S_1|^2 + |S_2|^2}{C_{sca}} \quad (\text{III.5})$$

Enfin de la même manière, on peut aussi introduire le facteur d'anisotropie noté g , cosinus moyen de l'angle de diffusion défini par :

$$g = \langle \cos(\theta) \rangle = \int_0^\pi p(\theta) \cos(\theta) \sin(\theta) d\theta \quad (\text{III.6})$$

qui caractérise donc globalement la répartition de l'intensité diffusée. Il est nul pour les particules qui dispersent la lumière de manière isotrope ($x \ll 1$). Si le calcul de g donne $g > 0$, cela signifie que la dispersion se fait de manière privilégiée vers l'avant, c'est-à-dire dans la direction incidente.

On comprend ici que des techniques qui permettaient la mesure de C_{sca} ou de $p(\theta)$ nous autoriseraient alors à remonter à la connaissance de S_1 et S_2 et donc, aux paramètres recherchés.

Intéressons nous maintenant au problème d'interaction de l'OEM avec un ensemble de particules de rayon a distribuées aléatoirement [86]. Le rayon incident sur une particule provient du rayonnement de la source lumineuse (laser) ou de celui déjà dispersé par une autre particule. La distance interparticulaire d_p peut s'exprimer en fonction de la fraction volumique de particules ϕ . Ici nous nous placerons dans le cas où $d_p \gg \lambda$, ceci revient à dire que les événements de dispersion par une particule sont indépendants les uns des autres. La diffusion de la lumière dans un milieu aléatoire se caractérise alors par trois paramètres : x , m et ϕ .

On peut définir quatre longueurs caractéristiques de la diffusion de lumière dans le milieu :

- La longueur de dispersion l_s , distance moyenne entre deux événements de dispersion dans le milieu

$$l_s = \frac{1}{\rho C_{sca}} = \frac{4\pi a^3}{3\phi C_{sca}} \text{ avec } \rho = \frac{3\phi}{4\pi a^3} \quad (\text{III.7})$$

- La longueur d'absorption l_a , représentant la distance moyenne qu'un photon peut parcourir avant d'être d'absorbé
- La longueur de décorrélation l_{dec} , distance sur laquelle le photon 'perd la mémoire' de sa direction incidente initiale (cf. fig. III.2). En effet, $g > 0$ implique une dispersion privilégiée vers l'avant, ce qui corréle deux événements successifs de dispersion. Après un nombre suffisant d'événements de dispersion, le photon peut en moyenne être dispersé dans n'importe quelle direction de l'espace. Cette longueur correspond alors au pas d'une marche aléatoire et dépend de l_s et de g (cf. eq. III.8)
- La longueur de transport l_{tr} qui fait intervenir les longueurs d'absorption et de décorrélation :

$$\frac{1}{l_{tr}} = \frac{1}{l_a} + \frac{1}{l_{dec}} \text{ avec } l_{dec} = \frac{l_s}{1 - g} \quad (\text{III.8})$$

Le point principal à retenir est que l_{tr} dépend de quatre paramètres physiques : le paramètre de taille $x = 2\pi Na/\lambda$, le rapport des indices de réfraction $m = N_p/N$, la fraction volumique en particule ϕ et la longueur d'absorption l_a . Lorsque le milieu est non absorbant, la longueur de transport est confondue avec la longueur de décorrélation qui ne dépend que de trois paramètres adimensionnels : x , m et ϕ .

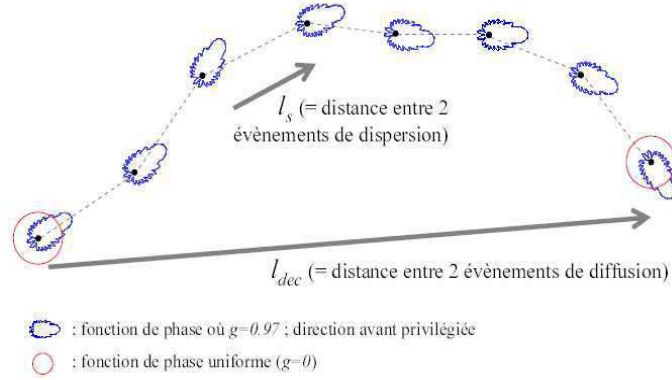


Fig. III.2: Longueur de dispersion l_s et de décorrélation l_{dec} . La fonction de phase bleue représente une direction avant privilégiée tandis que la rouge donne une probabilité de diffusion uniforme dans toutes les directions.[86]

Bien sûr, dans le cas qui nous intéresse, la dispersion est assurée par des objets homogènes sphériques dont la taille et la répartition dans le milieu homogène ne correspondent pas à la situation idéalisée ayant permis de conduire à la théorie de Mie. Celle-ci peut être étendue pour prendre en compte la polydispersité du milieu ou d'autres phénomènes mais bien sûr, au prix de difficultés mathématiques importantes et de nouvelles hypothèses. Ce que nous avons exposé ici représente néanmoins la base essentielle qui nous permettra déjà d'obtenir des résultats très intéressants.

L'objectif maintenant est de réussir à remonter à la connaissance des paramètres cités ci-dessus en mesurant la longueur de transport, grandeur macroscopique correspondant à un coefficient de diffusion du rayonnement. Ceci peut se faire moyennant une expérimentation produisant les conditions d'observation requises et une modélisation macroscopique du transport radiatif à l'échelle du milieu continu.

III.2 Modélisation du transport stationnaire incohérent

III.2.1 L'Equation de Transfert Radiatif

Le transfert radiatif a été étudié au départ par les astrophysiciens qui souhaitaient modéliser le transport d'énergie rayonnée à l'échelle des planètes et étoiles du système solaire afin de retirer des informations sur son histoire et sa dynamique. De grands noms de la science, comme ceux de Chandrasekhar, Eddington, Schuster ..., ont contribué à élaborer la théorie du transfert radiatif.

Il repose sur une équation de bilan, basée sur la grandeur scalaire Intensity (en anglais) ou luminance ou encore radiance (en français et selon les écoles de pensée) qui représente la puissance rayonnée par unité de surface et par unité d'angle solide de l'espace (unité : $W.m^{-2}.sr^{-1}$). On choisira de la noter L dans ce qui suit. C'est bien sûr une grandeur macroscopique qui 'comptabilise' en moyenne la densité surfacique de flux photonique dans un cône élémentaire. C'est une grandeur spectrale ou monochromatique (c'est-à-dire exprimée pour une longueur d'onde λ donnée).

L'équation de bilan traduit le fait que la variation de luminance selon une abscisse curviligne est due à un phénomène d'extinction ('disparition' d'énergie par absorption et diffusion dans la direction d'observation s) et de renforcement ('gain' d'énergie dû aux événements de dispersion redirigeant dans la direction d'observation un rayonnement incident sous une direction s'). Ce dernier terme fait intervenir naturellement la fonction de phase définie précédemment.

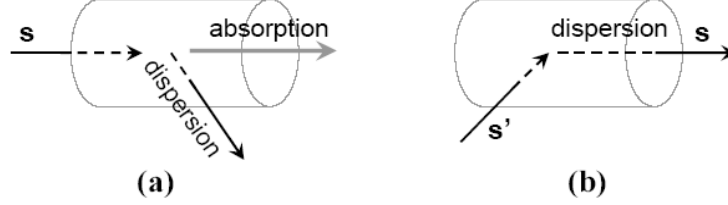


Fig. III.3: Cylindre contenant des particules. a : atténuation de la radiance dans la direction d'observation s par dispersion et absorption. b : augmentation de radiance par dispersion depuis la direction s' vers s . [86]

L'équation de transfert radiatif ou ETR s'écrit :

$$s \cdot \nabla L_\lambda(r, s) = - \left(\frac{1}{l_s} + \frac{1}{l_a} \right) L_\lambda(r, s) + \frac{1}{2\pi l_s} \int_{4\pi} p_\lambda(s, s') L_\lambda(r, s') d\Omega' + Q_\lambda(r, s) \quad (\text{III.9})$$

où $Q(r, s)$ représente un terme source. Typiquement si l'on s'intéresse au transport radiatif de chaleur, ce terme source correspond à un terme d'émission de rayonnement par la matière décrit par la loi de Planck. La résolution de cette équation est en principe complexe du fait du caractère tridimensionnel du phénomène de rayonnement. Néanmoins, moyennant quelques hypothèses correspondant aux cas de figure envisagés, elle peut être résolue analytiquement [63, 78]. L'approximation mise en œuvre dans le cadre de la thèse de J. Mougel [86] permet de réduire l'ETR à une équation de type diffusion en régime permanent (équation de Poisson avec terme source) [70]. Elle repose sur un développement de la luminance en fonction de ses premiers moments d'ordre 0 et 1 soit l'énergie incidente (appelée aussi fluence) G et le flux radiatif F . Le développement s'écrit :

$$L(r, s) \approx \frac{1}{4\pi} G(r) + \frac{3}{4\pi} F(r) \cdot s + \text{t.o.s} \quad (\text{III.10})$$

t.o.s signifie termes d'ordre supérieur. Ce développement correspond également à la méthode des harmoniques sphériques ou à l'approximation P_N limitée ici à P_1 [94]. L'ETR (cf. eq. III.9) intégrée sur les 4π stéradians de l'espace environnant, conduit à exprimer la divergence du flux radiatif comme :

$$\nabla \cdot F(r) = - \frac{1}{l_{abs}} G(r) + S(r) \quad (\text{III.11})$$

équation qui diffère du résultat classique par le fait que nous rajoutons un terme complémentaire $S(r)$ traduisant le fait que le bilan d'énergie rayonnée dans un volume élémentaire inclut une source émettant des photons diffusifs. Cette source ne correspond pas à $\int_{4\pi} Q(r, s) d\Omega$ qui

prendrait en compte tous les photons à l'entrée du milieu. Dit autrement, l'idée consiste ici à considérer que tous les points géométriques constituant le milieu continu sont considérés comme distants de l_{dec} , y compris ceux qui constituent la source diffuse de photons. Le phénomène de dispersion des photons dans le milieu est supposé prépondérant devant son absorption ($l_{dec} < l_{abs}$). On est donc bien dans une approximation où la dispersion de rayonnement est considérée comme pouvant être représentée par un phénomène diffusif de type marche aléatoire, isotrope dans toutes les directions de l'espace. Ce point délicat étant admis, la poursuite de la modélisation est aisée. En remplaçant L par son expression III.10 dans l'ETR III.9, on obtient :

$$s \cdot \nabla G + 3s \cdot \nabla [F \cdot s] + \frac{G}{l_a} + 3 \frac{F \cdot s}{l_a} + 3(1 - g) \frac{F \cdot s}{l_s} = 4\pi Q \quad (\text{III.12})$$

Notons l'apparition du facteur d'anisotropie dans cette dernière équation. Multipliée par s et intégrée sur tout l'angle solide 4π , on obtient l'expression suivante du flux radiatif :

$$F(r) = -\frac{l_{tr}}{3} \nabla G(r) \quad (\text{III.13})$$

Partant de cette équation pour exprimer la divergence du flux radiatif diffusif que l'on substitue alors dans l'équation III.11, on obtient une équation mathématique de type parabolique (ou de diffusion) pour l'énergie incidente G , identique à celle obtenue selon l'approximation de Eddington :

$$\nabla^2 G(r) - \frac{3}{l_a l_{tr}} G(r) = -\frac{3}{l_{tr}} S(r) \quad (\text{III.14})$$

Cette équation dépend des deux grandeurs que sont les longueurs d'absorption et de transport. Pour sa résolution, on considère un milieu plan semi-infini, illuminé à incidence normale par une source collimatée à la surface ($z = 0$) de l'éprouvette. Le milieu sondé correspond à $z > 0$. Le milieu extérieur, de l'air, correspond à $z \leq 0$.

La résolution de cette équation passe par la définition de conditions aux limites appropriées et du choix de la localisation de la source diffuse $S(r)$.

Ce point a été étudié en détail dans le cadre de la thèse de J. Mougél et ne sera pas exposé ici. Des simulations de Monte Carlo ont permis de modéliser le comportement de la luminance (ETR, cf. eq. III.9) dans le cas exact et de vérifier que l'approximation de la diffusion faite ici était très pertinente, avec un choix adapté de conditions aux limites et de modélisation de la source de photons diffuse $S(r)$ localisée en $z = l_{tr}$ (eq. III.14). Elle conduit à des résultats très précis qui s'obtiennent de surcroît par voie analytique (avantage intéressant pour le traitement des données expérimentales).

III.2.2 La grandeur mesurée

Quel est l'observable envisagé par cette technique de diffusion de lumière ? On pourrait imaginer évidemment une technique qui permettrait de calculer le champ d'énergie incidente G

en tout point du milieu. Une telle technique, si elle existait, serait certainement très complexe à mettre en œuvre. A l'image de ce qui se fait pour la caractérisation des Milieux Semi-Transparent en transfert radiatif de chaleur, on a plutôt tendance à mesurer une grandeur globale issue du milieu soumis à une excitation radiative telle que l'intensité transmise à travers la lame du milieu ou l'intensité rétrodiffusée c'est-à-dire, s'échappant du milieu par la face soumise à l'excitation (cf. fig. III.4).

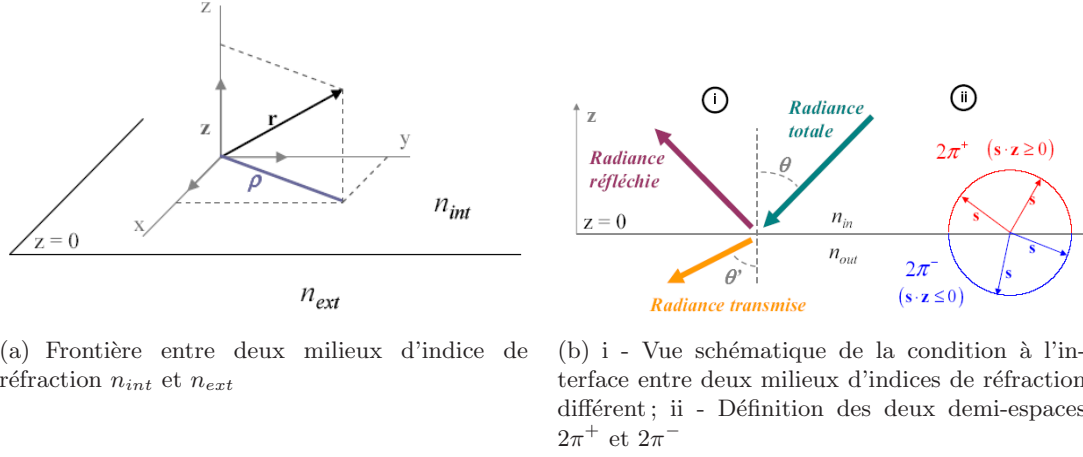


Fig. III.4: Interaction OEM-Particules à l'interface. [86]

C'est cette deuxième solution qui est envisagée ici. Elle présente notamment un avantage pratique d'importance par rapport à une mesure de transmittance : elle ne nécessite pas de modifier l'intensité de la source excitatrice pour des matériaux dont la longueur de transport peut varier pendant la mesure. C'est évidemment le cas en ce qui nous concerne puisque l'endommagement va varier avec la déformation. Il est donc préférable de travailler sur le comportement en réflectance qui, à intensité excitatrice identique, révèle les propriétés d'un milieu que l'on considère finalement comme semi-infini vis-à-vis du transport radiatif.

Un détecteur (caméra CCD dans le domaine visible) permet de capturer le champ de réflectance (intensité rétrodiffusée) sur la surface de l'échantillon soumis à une excitation laser collimatée (dirac spatial en $\rho = 0$ et $z = 0$). L'expression de la réflectance s'obtient à partir de l'énergie incidente par la relation :

$$I_R(\rho) = \int_{\Omega_D} \frac{1 - R_{Fresnel}}{4\pi} \left[G(\rho, z=0) + 3D \frac{\partial G(\rho, z)}{\partial z} \Big|_{z=0} \cos(\theta) \right] \cos(\theta) d\Omega \quad (\text{III.15})$$

Où $R_{Fresnel}$ est le coefficient de réflexion de Fresnel et où Ω_D représente l'angle solide de détection. Dans notre cas, $\Omega_D = 2\pi sr$, ce qui correspond à l'hémisphère extérieure à la face illuminée. Tous les photons sont donc collectés, quel que soit leur angle de sortie de l'échantillon.

Conformément à ce qui a été dit précédemment, pour permettre le calcul de $I_R(\rho)$, il convient de préciser :

1. quel type de condition à la limite $z = 0$ est utilisé pour G et éventuellement en $z = e$

si l'on choisit de considérer le milieu fini.

2. quelle source diffusive $S(r)$ est considérée. Plusieurs choix sont possibles :

Le modèle de Haskell consiste à considérer un dirac d'émission de photons diffusés, localisé en $\rho = 0$ et à la distance $z = z_0 = l_{tr}$ soit à la distance à laquelle un photon subit un premier événement de diffusion.

$$S_{Haskell}(\rho, z) = S_0^H \delta(\rho = 0) \rho(z = z_0) \quad (\text{III.16})$$

Le modèle exponentiel (par exemple [70]) consiste à poser

$$S_{Expo}(\rho, z) = S_0^E \delta(\rho = 0) \exp(-z/l_{tr}) \quad (\text{III.17})$$

conférant ainsi une certaine étendue spatiale à la source diffusive, et pour lequel S_0^E doit dépendre de l_{tr}

Le modèle double-source répondant lui aussi à la nécessité de rendre cette source "étalée" spatialement, du fait que certains photons (appelés photons courts ou "snake" photons) peuvent revenir dans la direction arrière avant d'avoir atteint la source diffusive en $z = l_{tr}$. Ceci conduit Caton [30] à proposer le modèle suivant :

$$S_{ds}(\rho, z) = S_0^{ds} [\alpha_{ds} \delta(z = 0) + (1 - \alpha_{ds})\delta(z = l_{tr})] S_0^E \delta(\rho = 0) \quad (\text{III.18})$$

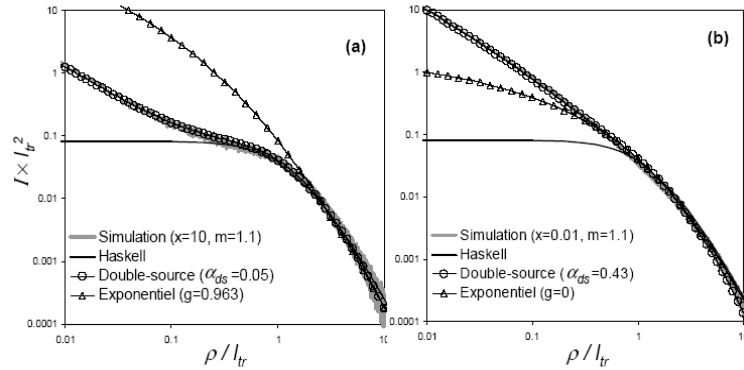


Fig. III.5: Intensité sans dimension en fonction de ρ/l_{tr} : Comparaison entre les différents modèles présentés. [86]

La figure III.5 confronte en représentation adimensionnée, l'évolution de la réflectance en fonction de ρ pour ces trois modèles de source diffusive et les compare avec le résultat exact obtenu par simulation de Monte Carlo. Les données de simulation sont pour la figure III.5(a), $x = 10$, $m = 1.1$, $e/l_{tr} = 10$ et pour la figure III.5(b) $x = 0.01$, $m = 1.1$ et $e/l_{tr} = 10$. Le milieu est considéré non absorbant ($l_{abs} \rightarrow \infty$). Les modèles de Haskell et exponentiels ne possèdent aucun paramètre ajustable. Le modèle à double source nécessite d'ajuster le paramètre α_{ds} mais comme on peut le voir, est indispensable pour simuler le comportement exact pour des $\rho < l_{tr}$. En modifiant les paramètres de structure du milieu diffusant (x, m) et son épaisseur de manière exhaustive, les simulations ont montré le potentiel d'ajustement de ce modèle sur toute la gamme de ρ . C'est donc le modèle le mieux adapté pour mesurer la grandeur que nous recherchons soit l_{tr} . Toutefois, il est extrêmement sensible à la nature microscopique

du milieu. Celle-ci étant à priori mal connue, il peut donner lieu à des interprétations ambiguës. Pour ces raisons, le modèle approché de Haskell peut s'avérer suffisant pour ajuster les données expérimentales de réflectance et la longueur de transport est alors le seul paramètre identifiable à partir d'une modélisation qui se résume à la forme analytique suivante :

$$I(\rho) = \frac{1}{l_{tr}^2} \left(\frac{\chi_1}{(1 + (\rho/l_{tr})^2)^{3/2}} - \frac{\chi_2}{(\chi_3 + (\rho/l_{tr})^2)^{3/2}} + \frac{\chi_4}{(1 + (\rho/l_{tr})^2)^{1/2}} - \frac{\chi_4}{(\chi_3 + (\rho/l_{tr})^2)^{1/2}} \right) \quad (\text{III.19})$$

avec $\chi_1 = 0.0398mm^2$, $\chi_2 = 0.0928mm^2$, $\chi_4 = 0.0597mm^2$ et $\chi_3 = 5.4444$.

III.2.3 Caractérisation de l'anisotropie de la dispersion

Il est également possible de caractériser une anisotropie des objets diffusants le rayonnement. Ceci peut être mis en évidence par modélisation. Dans le cadre de cette thèse, nous avons caractérisé une anisotropie d'image de manière grossière selon une procédure qui sera détaillée directement dans la section suivante, sur un exemple.

III.3 Dispositif expérimental

III.3.1 Matériel

Le dispositif expérimental permettant de produire l'observable recherché (la réflectance hémisphérique) est extrêmement simple. Il consiste en une diode laser de longueur d'onde $\lambda = 635nm$ et de puissance $\cong 0.5mW$. Le laser est focalisé sur l'éprouvette, plus exactement sur la face opposée à celle marquée par les taches de vidéoextensométrie (dite face arrière). Le diamètre du faisceau laser est d'environ $50\mu m$. La figure III.6 montre le halo de lumière rétrodiffusée par notre échantillon de PEHD, d'aspect blanchâtre dans le visible. Ce signal est détecté par une caméra CCD MX12P de marque ADIMEC (avec zoom) qui possède une résolution de 1024×1024 pixels et une dynamique de 12 bits correspondant à 4096 niveaux de gris. Le rapport signal sur bruit est supérieur à 60 dB. Le temps d'intégration de la caméra peut être contrôlé de 1ms à 1000ms pour optimiser la qualité du signal de mesure en fonction du pas d'acquisition souhaité pour l'essai (qui peut changer selon la vitesse de déformation choisie). Dans ces conditions, l'image mesurée représente un carré d'environ 2mm de côté (mesure assurée par un étalonnage préalable avec une mire). L'information contenue dans cette image est la répartition spatiale d'intensité lumineuse centrée sur l'impact du laser.

La planche d'images qui suit illustre la séquence d'images produites à différents niveaux de déformation du matériau dans un essai de traction à $\dot{\epsilon}_{11} = 0.005 s^{-1}$ (cf. fig. III.7).

III.3.2 Traitement d'images

A partir de cette séquence d'images et pour chacune d'entre elles (pour chaque valeur de déformation), nous allons pouvoir extraire deux informations intéressantes :

- la longueur de transport, longuement évoquée dans les sections précédentes pour montrer comment ce paramètre peut être obtenu et en quoi il livrera accès à un certain nombre d'informations d'ordre microstructural.

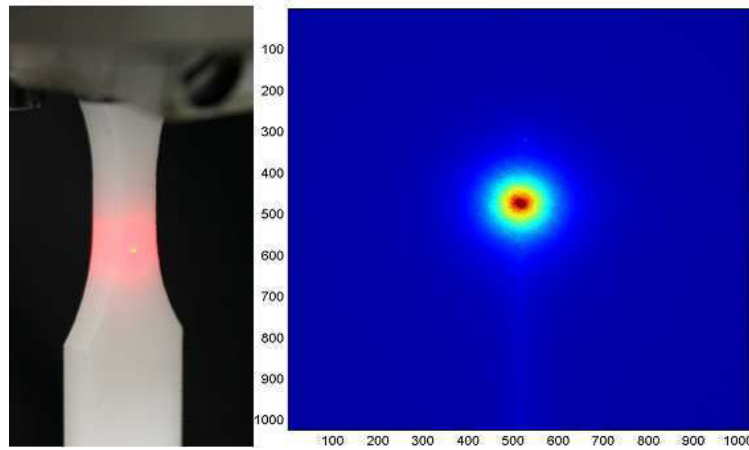


Fig. III.6: à gauche : Photographie de l'éprouvette et de l'image de rétrodiffusion créée ; à droite : Visualisation du halo de rétrodiffusion en fausse couleur

- l'anisotropie spatiale de l'intensité rétrodiffusée, traduisant une anisotropie et une orientation globale des objets diffusants.

Détermination de la longueur de transport

Pour déterminer la longueur de transport, nous avons vu qu'il fallait produire la courbe de décroissance de la réflectance en fonction de la distance au point d'impact. Une recherche de ce point d'impact est d'abord effectuée par calcul d'un barycentre d'image.

Ensuite, il faut procéder à une intégration angulaire comme indiqué par la figure III.8(a) pour produire le signal de réflectance recherché, c'est-à-dire la décroissance spatiale d'intensité (cf. fig. III.8(b)). Par ajustement de la courbe expérimentale avec un modèle de transport diffusif tels ceux présentés en section III.2.2, il est alors possible d'identifier le paramètre recherché. Dans la pratique, c'est souvent le modèle de Haskell qui est utilisé. Notons que le modèle n'est ajusté que sur les valeurs expérimentales obtenues pour $\rho > \rho_{min}$ repéré par la ligne verticale pointillée, afin de ne pas prendre en compte la perturbation lumineuse centrale liée au laser (le faisceau n'a pas un diamètre nul, hypothèse du modèle). Dans notre exemple (cf. fig. III.8(b)), la courbe expérimentale obtenue nous donne une longueur de transport de 0.18 mm pour une déformation de 1.03. Non déformé, l'échantillon présentait une longueur de transport d'environ 0.85 mm. On voit donc que l'état déformé a généré une diminution de la valeur de ce paramètre traduisant le fait que la dispersion de lumière par les objets créés au cours de la déformation est plus importante. Effectivement, tout expérimentateur ayant déjà travaillé sur ce polymère sait qu'il blanchit fortement avec la déformation. Notre paramètre mesuré caractérise quantitativement cette observation visuelle purement qualitative.

Détermination de l'anisotropie des objets

Un deuxième type d'analyse peut être fait sur les images rétrodiffusées. Il consiste à tracer les variations angulaires d'intensité à différentes positions radiales prises à distance de l'impact du laser. Notons que la présence de cette anisotropie s'appréhende déjà sur les images présentées sur la figure III.7, à partir de l'image correspondant à une déformation de $\varepsilon_{11} = 1.28$. La propagation incohérente de lumière en milieu turbide anisotrope a déjà été appliquée expérimentalement sur d'autres systèmes [8, 9, 10, 11, 12, 74] et étudiée théoriquement

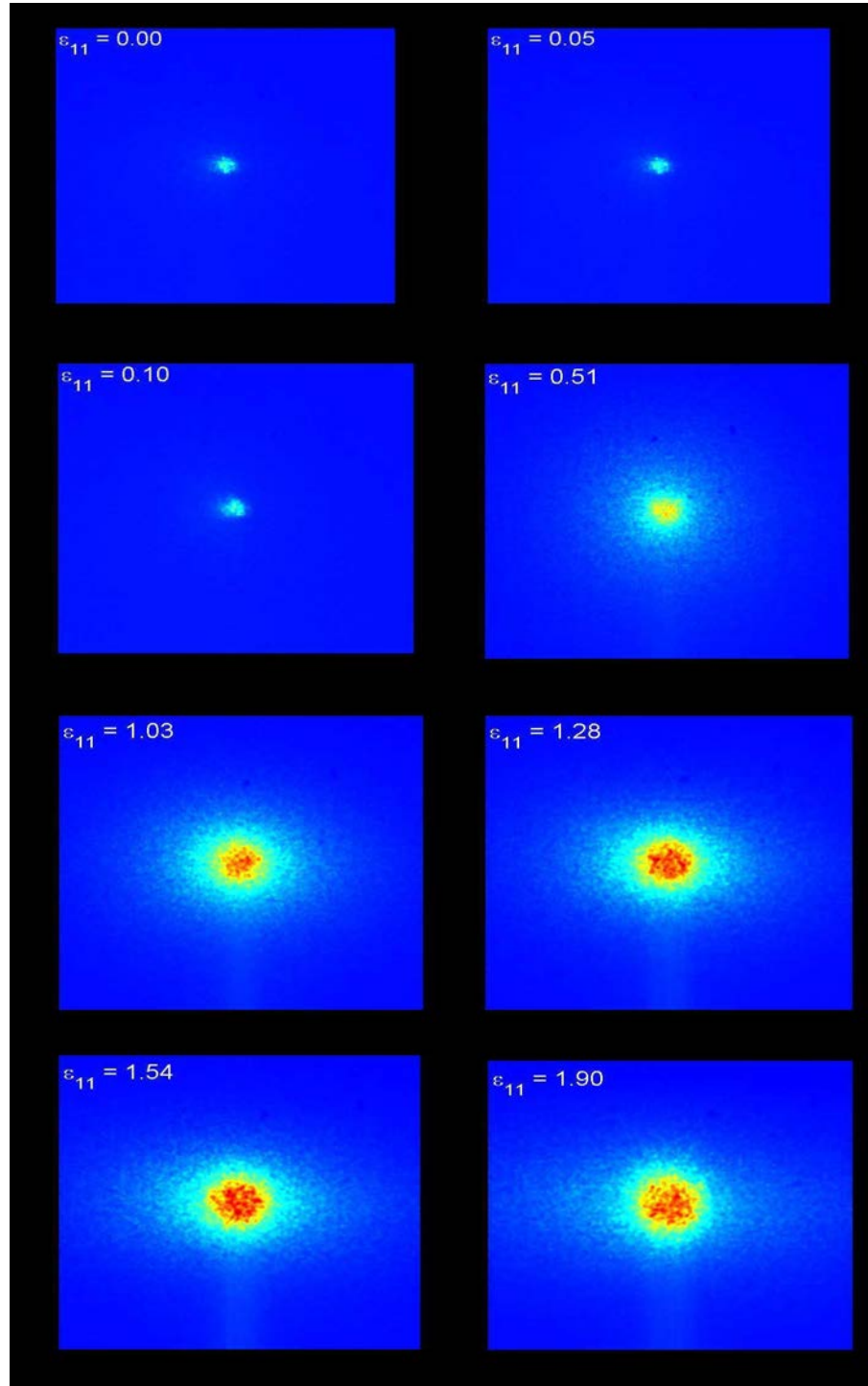


Fig. III.7: Séquence d'images acquises à différentes déformations ε_{11} . Vitesse de déformation de 0.005 s^{-1} . Représentation en fausse couleur de l'intensité (échelle logarithmique).

par Heino et al. [66]. Pour une valeur donnée de la distance radiale, on calcule les intensités verticales $I_v(r)$ et horizontales $I_h(r)$ telles que définies par la figure III.9. L'anisotropie est

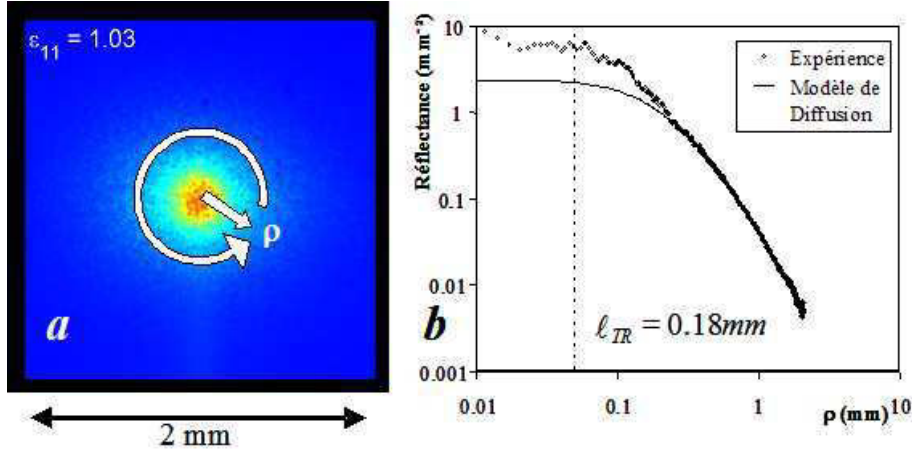


Fig. III.8: Principe de la mesure de la longueur de transport. a) Image et intégration angulaire. b) Décroissance d'intensité lumineuse en fonction du rayon et ajustement d'un modèle de diffusion (la ligne verticale pointillée indique le rayon externe du faisceau laser).

alors calculée par :

$$A(\rho) = \frac{I_v - I_h}{I_v + I_h} \quad (\text{III.20})$$

La figure III.9(b) donne les variations typiques d'anisotropie en fonction de la distance radiale. Les valeurs positives correspondent à une déformation de l'image dans la direction verticale, et les valeurs négatives à une déformation dans la direction horizontale qui correspond à l'axe longitudinal de traction. Les images présentent donc une double anisotropie visible sur la figure III.7 pour l'image associée à $\varepsilon_{11} = 1.9$. L'anisotropie au niveau du centre de l'image est perpendiculaire au 'grand axe' d'anisotropie de la particule et l'anisotropie lointaine lui est parallèle comme cela a déjà été observé par Kienle et al. [73]. Ce que nous qualifierons ou définirons comme l'indice d'anisotropie dans la thèse -afin de caractériser celle-ci par une valeur numérique indépendante de ρ - sera la valeur maximale d'anisotropie verticale. Le point A sur la figure III.9(b) matérialise ce maximum de la courbe d'anisotropie et l'on voit que pour une déformation $\varepsilon_{11} = 0.5$, aucune anisotropie n'est détectée.

D'autres choix de définition de A auraient pu être faits mais deux arguments peuvent être invoqués pour le cautionner : Premièrement, l'analyse de nos résultats en se basant sur d'autres choix ne change pas la tendance des résultats obtenus ; Deuxièmement, des simulations récentes de C. Baravian (non publiées) sur des milieux anisotropes modèles composés de cylindres montrent que ce point est bien indépendant du diamètre des cylindres et du rapport d'indices de réfraction et ne dépend que du taux moyen d'orientation des objets (donc de l'anisotropie globale due à l'ensemble des objets).

III.4 Identification des paramètres de microstructure

Nous avons vu en section I de manière assez rapide comment les paramètres de microstructure pourraient être déduits de grandeurs macroscopiques mettant en jeu l'intensité de lumière 'modifiée' par des événements de dispersion au sein d'un milieu peu absorbant. Il convient

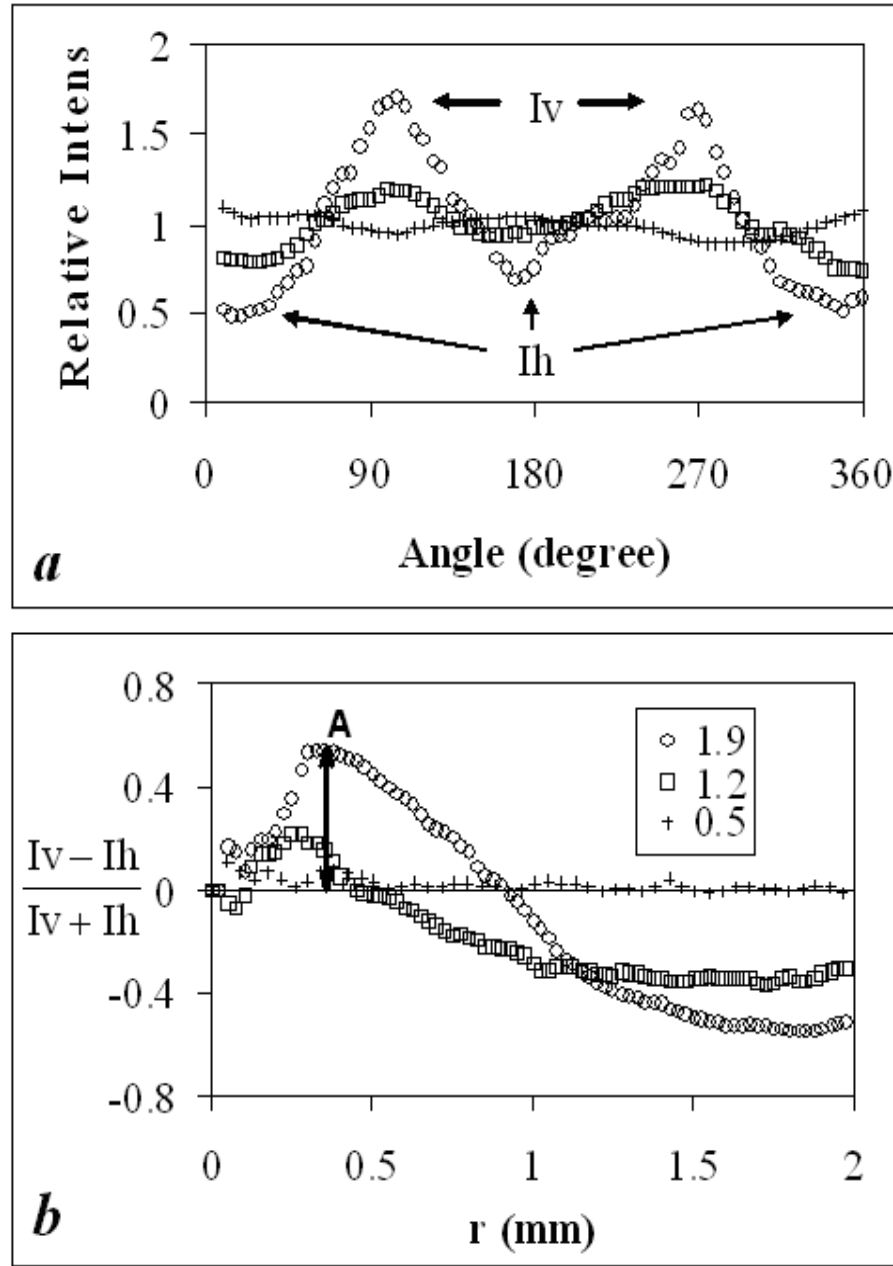


Fig. III.9: Transport incohérent de lumière en milieu anisotrope. Analyse d'image pour trois valeurs de déformations obtenues sous une vitesse de 0.02 s^{-1} a) Variation angulaire d'intensité relative à une position radiale de 0.3mm. b) Variation radiale de l'anisotropie A.

ici de préciser le lien formel qui peut être établi avec la grandeur observée en pratique : la réflectance ou intensité rétrodiffusée.

Ce lien peut être mis en évidence par de simples calculs d'interaction OEM-particules basée sur l'approche de Mie. Ce sont des simulations de nature statistique (Monte Carlo) qui sont mises en œuvre pour suivre le comportement ballistique d'un 'paquet' de photons. La théorie

de Mie est appliquée à un système polydisperse de particules sphériques (loi de distribution log-normale pour les tailles de particules). La figure III.10 ci-dessous illustre les résultats prédits par la théorie pour l'évolution de la longueur de transport en fonction du rapport entre le rayon moyen des particules a et leur fraction volumique ϕ au sein du milieu. Les simulations ont été faites pour un rapport d'indice $m = 0.66$ correspondant au ratio entre indice de réfraction du vide (les crazes) et du milieu ($n \cong 1.5$ pour PEHD).

La mesure in-situ de la longueur de transport de la lumière dans notre polymère étiré permet donc de caractériser l'endommagement par l'intermédiaire du groupement a/ϕ .

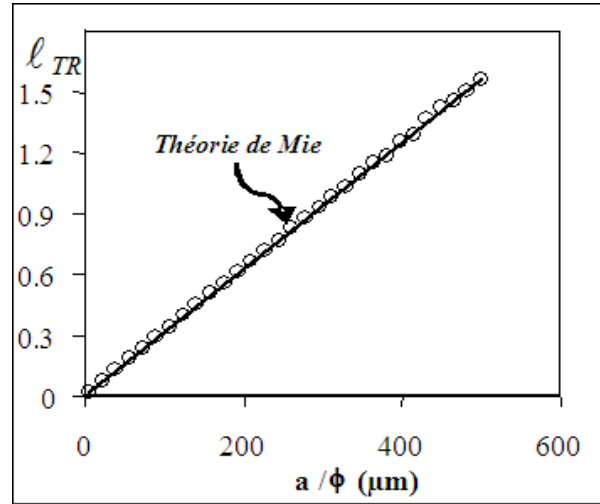


Fig. III.10: longueur de transport en fonction de a/ϕ

IV

Dispositif d'imagerie thermographique pour la caractérisation thermomécanique

Sommaire

IV.1	Mesure du champ de température	36
IV.1.1	Description du matériel	36
IV.1.2	Principe des techniques radiométriques	37
IV.2	Exploitation préliminaire du champ de température	39

Le troisième dispositif métrologique implanté sur la machine d'essai permet la mesure de la température de surface de l'éprouvette. Une caméra infrarouge est pour cela placée en face arrière de l'éprouvette. L'objectif pour l'étude du comportement thermomécanique du matériau en cours de déformation réside dans la reconstruction des sources thermiques (termes source de l'équation de la chaleur). Il s'agit d'utiliser le champ de température mesuré pour remonter à la connaissance des sources de chaleur d'origine mécanique qui sont à l'origine de l'existence d'un phénomène de transfert. Ce problème inverse et les techniques adoptées pour sa résolution feront l'objet de la partie 2 de la thèse. En effet, il faut bien avoir à l'esprit que ce champ de température mesuré ne caractérise pas le matériau seul, mais dépend également de la forme ou géométrie de l'éprouvette et de l'environnement extérieur. Ce champ de température dépend des phénomènes d'advection-diffusion au sein de la matière et d'échanges convectifs autour de l'éprouvette. Cela constitue un verrou essentiel à une caractérisation directe du matériau.

IV.1 Mesure du champ de température

IV.1.1 Description du matériel

La caméra utilisée est une caméra infrarouge Jade III MW de la marque CEDIP (cf. fig. IV.1). Elle est constituée d'une matrice de 240×320 détecteurs (semi-conducteur In-Sb) qui sont sensibles aux photons localisés pour l'essentiel dans la bande de longueurs d'onde $3 - 5\mu m$. Le flux photonique constitue le signal de puissance rayonnée. Le détecteur convertit cette information en signal analogique qui est ensuite codé sur 14 bits. L'information est exprimée en niveaux numériques : acronyme *DL* pour Digital Level). Si les caméras matricielles ont révolutionné l'imagerie infrarouge en augmentant notamment les fréquences d'acquisition, elles nécessitent néanmoins une opération de calibrage ayant vocation à uniformiser les niveaux produits par les détecteurs constituant la matrice. Cette procédure est automatisée au sein du logiciel constructeur (procédure de Non Uniformity Correction ou NUC). Cette opération doit être répétée à chaque utilisation de la caméra.



Fig. IV.1: caméra CEDIP Jade III MW

Les détecteurs sont refroidis à une température de 77K par un moteur Stirling pour fonctionner à l'optimum de détectivité (NETD). La distance focale de l'objectif peut être modifiée grâce à des bagues allonge. Nous disposons également d'un objectif dit macro (à grandissement de 1), permettant d'atteindre une résolution spatiale de l'ordre de $30\mu m$. Il faut alors placer la caméra à quelques millimètres de l'échantillon, ce qui pose un problème d'encombrement lors du fonctionnement simultané avec l'équipement de diffusion de lumière. Cela entraîne aussi un risque d'endommagement de l'objectif qui se retrouve proche des mors mo-

biles. Pour nos expériences, nous avons préféré perdre un peu en résolution spatiale pour l'imagerie infrarouge pour gagner sur le plan de l'originalité d'une conception autorisant de manière inédite, la mesure simultanée de plusieurs observables. La résolution spatiale est donc d'environ $150\mu m$ avec une distance échantillon-objectif d'environ $15cm$.

La mesure s'effectue à l'aide de deux logiciels adaptés :

- Cirrus permet de gérer l'interface de communication entre le dispositif informatique et la caméra
- Altair permet la visualisation des images vues par la caméra, leur enregistrement (formation des films thermiques) et éventuellement met à disposition quelques outils pour le post-traitement

IV.1.2 Principe des techniques radiométriques

A l'instar de la mesure des déformations et de la longueur de transport, on mesure la température par une technique non intrusive. L'information que reçoit la caméra est un flux de photons émis par l'éprouvette du fait de sa température de surface, mais aussi par l'environnement de la caméra (interne et externe). Sur la figure IV.2, on recense les diverses contributions du flux que reçoit l'éprouvette. La luminance reçue par la caméra est la somme, sur une plage étroite de longueurs d'ondes, des différentes contributions émissives dues :

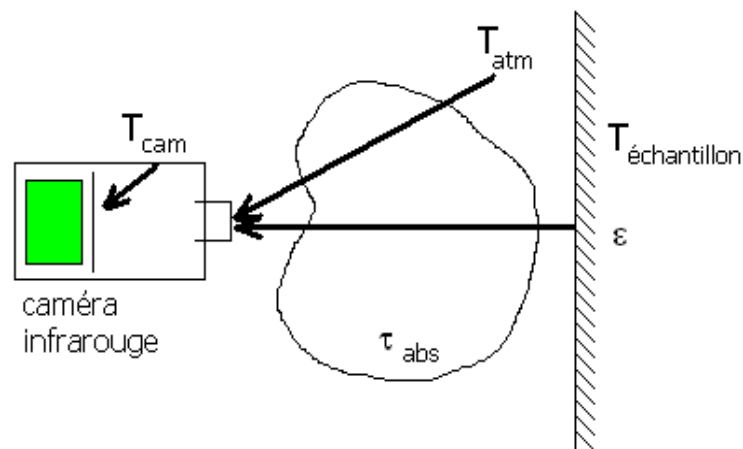


Fig. IV.2: Bilan radiatif

- à l'air ambiant en intégrant le phénomène d'atténuation par transmission
- au boîtier de la caméra, à ne pas négliger du fait des échauffements induits par le moteur Stirling
- à l'échantillon lui-même en intégrant les effets d'émissivité et là encore, le cas échéant, d'atténuation par transmission (pas nécessaire ici en raison des faibles distances optiques mises en jeu)

La réponse de la caméra est donc la résultante de toutes ces luminances et dépend de la température de l'éprouvette, de la température de boîtier et de la température ambiante. Le bilan radiométrique devient :

$$L_{\lambda=3-5\mu m} = L_{\lambda=3-5\mu m}^{\text{ambiante}} + L_{\lambda=3-5\mu m}^{\text{boîtier}} + L_{\lambda=3-5\mu m}^{\text{épreuve}} \quad (\text{IV.1})$$

Pour limiter l'effet de l'environnement, l'essai est effectué en espace climatisé. De plus, on installe un confinement spécial (rideau noir tout autour de l'installation afin d'isoler l'expérience des perturbations extérieures (passage de personnes...)).

La conversion des niveaux numériques en températures nécessite de passer par une courbe de calibration. L'opération de calibration se fait en plaçant la caméra devant un corps noir étalon (modèle SR80 4A, surface : 4" × 4" réglable de 5°C à 100°C) dont la température de surface est mesurée précisément. De manière discrète, on établit la correspondance entre la température de corps noir et le niveau numérique affiché par la caméra. Selon la loi de Planck, la luminance spectrale du corps noir est donnée par la relation :

$$L_{\lambda}^O = \frac{2}{\lambda^5} \frac{hc^2}{\exp(\frac{hc}{\lambda kT}) - 1} \quad (\text{IV.2})$$

Bien que l'éprouvette ne soit pas un corps noir, nous modélisons la réponse de la caméra notée V (en Digital Level ou DL) par une loi de type Planck pour la bande spectrale sensible :

$$L_{\lambda=[3-5\mu m]}^{\text{épreuve}} = \int_{3\mu m}^{5\mu m} L_{\lambda}^{\text{épreuve}} d\lambda \quad (\text{IV.3})$$

soit une modélisation de la courbe d'étalonnage du type :

$$V = \frac{A}{\exp(\frac{B}{T}) - 1} + C \quad (\text{IV.4})$$

A , B et C étant des paramètres à déterminer par identification sur les mesures destinées à l'étalonnage et reportées sur la figure IV.3. La présence du paramètre C est justifiée afin de corriger la mesure des effets de la température du boîtier. Ce paramètre pourrait être modélisé. Par optimisation, on trouve $A = 6.75 \times 10^8$, $B = 3.5 \times 10^3$ et $C = 3.35 \times 10^3$. Cette valeur du paramètre C est obtenue à une température de boîtier de 37.5°C qui sera la température du boîtier lors des mesures. Sur la figure IV.3 sont reportées les évolutions de la modélisation $V(T)$ pour différentes valeurs de températures de boîtier et d'environnement extérieur. Les différences entre les courbes obtenues ici situent le niveau d'exigence du chercheur sur la précision recherchée. Lorsque cela est possible dans la phase d'exploitation des données mesurées, on essaie de s'affranchir de la procédure d'étalonnage en travaillant directement en contraste relatif de DL. Dans la gamme de linéarité du détecteur, cela revient à travailler strictement en contraste relatif de températures. Sur la figure IV.4, on reporte l'évolution du signal mesuré devant un corps noir à 18°C, dès la mise sous tension de la caméra. Cela permet de donner le laps de temps de mise en régime opérationnel pour la mesure.

Après ce calibrage, il faut évaluer le bruit de mesure. Pour cela, on enregistre un film de 130 images (taille : 240×320 px²) d'une scène uniforme à la température de 24.5°C obtenue à l'aide du corps noir. La répartition des pixels de ce film selon leur mesure est présentée sur

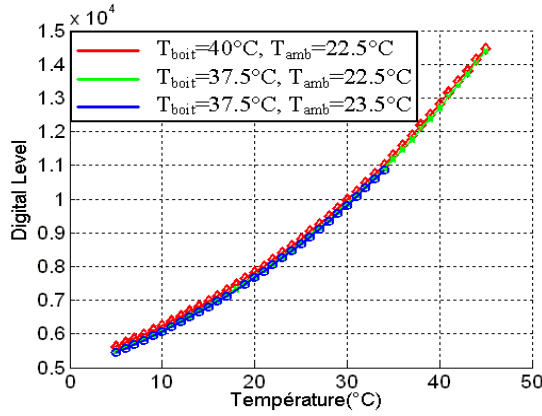


Fig. IV.3: Courbe de Calibrage

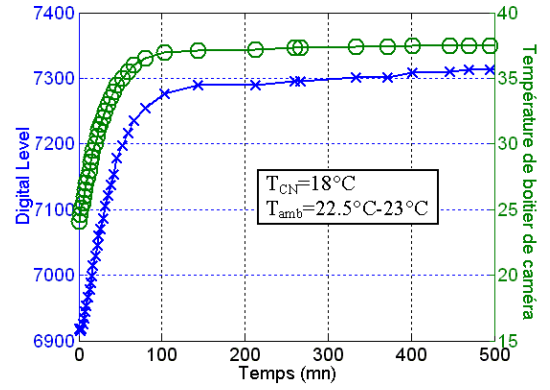


Fig. IV.4: Mise en 'chauffe' de la caméra

la figure IV.5. Cette distribution semble être gaussienne avec une moyenne de 24.5°C et un écart-type de 45mK .

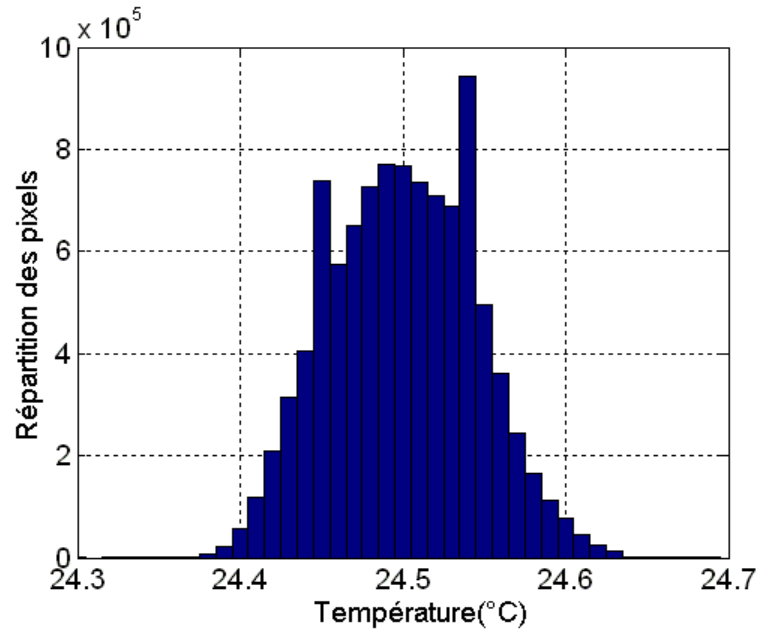


Fig. IV.5: Histogramme des températures

IV.2 Exploitation préliminaire du champ de température

La première information que l'on peut analyser à partir du champ de température est bien sûr l'évolution de celle-ci au centre de l'éprouvette. On peut aussi tracer les profils longitudinaux. Sur la figure IV.6, cette évolution est présentée en rouge. En pratique, il s'agit de la température moyenne sur une zone de 20×20 pixels. Sur la même figure, on a reporté l'évolution de la température moyenne sur des zones identiques, décalées sur l'axe longitudinal de l'éprouvette. Globalement, ces courbes exhibent le même comportement. Au début

de la déformation, on voit très bien l'effet thermoélastique manifesté par le refroidissement de l'éprouvette (image de la détente du gaz). Ensuite la température augmente d'environ 10°C dans le régime plastique, vraisemblablement caractérisé par des effets dissipatifs, et s'amplifie notablement en fin d'expérience. Pour un essai à vitesse de déformation rapide, les mécanismes d'auto-échauffement de la matière peuvent conduire à une élévation locale de température pouvant avoisiner les 20°C .

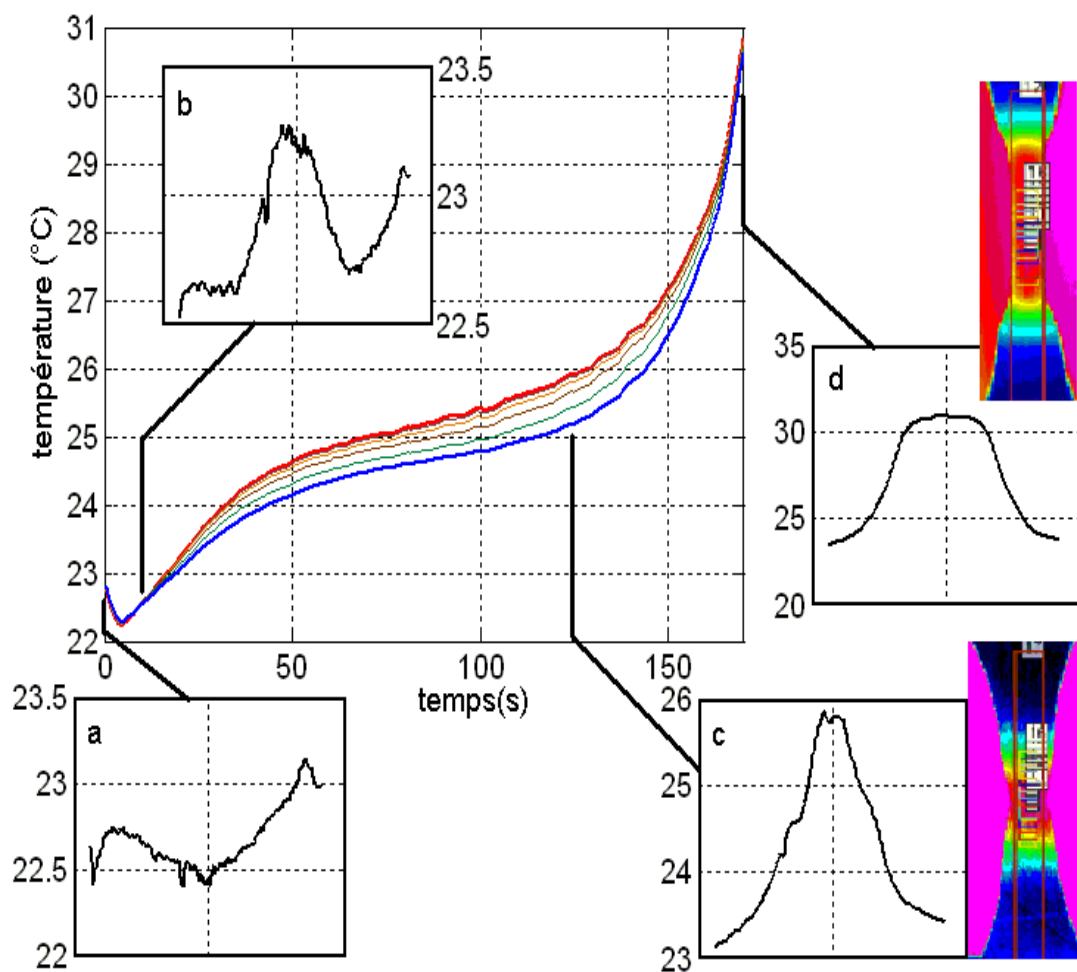


Fig. IV.6: Evolution de la température dans différentes zones proches de la striction lors d'un essai de traction à $\dot{\epsilon} = 0.01\text{s}^{-1}$ (en médaillon, les profils longitudinaux de température)

Les profils de température montrent la répartition des températures le long de l'axe de l'éprouvette à différentes déformations. Dans le régime élastique, la température est sensiblement uniforme. On observe pourtant de manière répétée un profil inversé de températures signalant l'effet symétrique des mors, préservant les extrémités de l'éprouvette d'un refroidissement occasionné par l'air environnant. Puis un point chaud se localise logiquement dans la zone de striction. Ensuite, le point chaud s'étend dans la zone strictionnée entre les deux lèvres de striction. Pour des essais à des vitesses plus grandes, on observe que le point chaud se scinde en deux pour suivre la propagation des lèvres de striction. Cela illustre le caractère

plutôt dissipatif de ce phénomène.

Nous avons voulu étudier ensuite le film thermique d'une façon un peu plus originale, en nous interrogeant sur les possibilités de livrer également une information sur la déformation de l'éprouvette. En nous intéressant aux bords de l'éprouvette, nous avons développé un algorithme de reconnaissance de forme afin de détecter les frontières de l'échantillon. La figure IV.7 illustre un résultat du logiciel. Les défauts d'identification résultent de l'égalité des mesures de luminance sur l'éprouvette et sur le fond de la scène. Ces artefacts sont détectés et aisément corrigés par lissage. On est alors en mesure d'évaluer les déformations transversales $\varepsilon_{22}(x, t)$ à partir du film infrarouge.

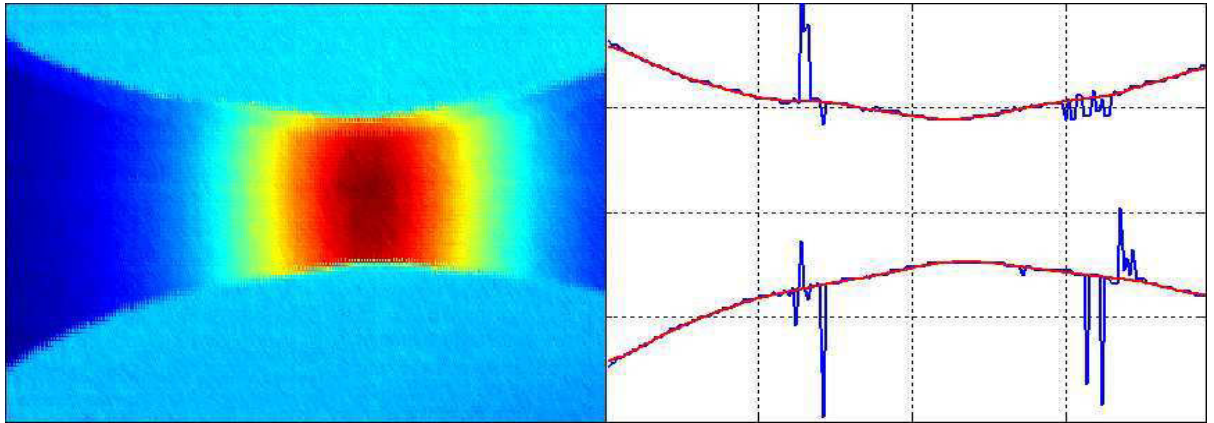


Fig. IV.7: A gauche : l'image thermique brute ; A droite : frontières détectées

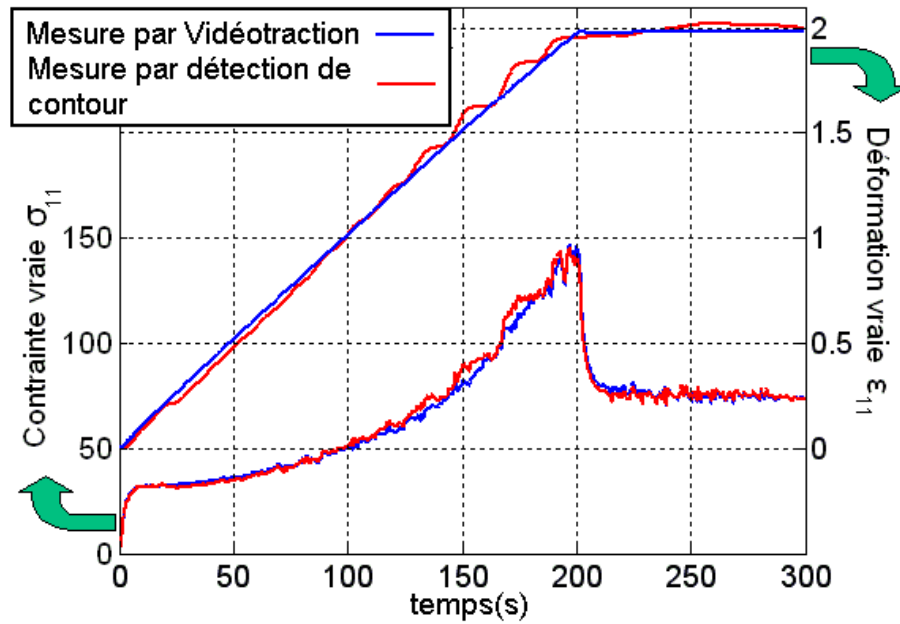


Fig. IV.8: Comparaison des mesures de contrainte et de déformation au centre de l'éprouvette avec la technique "Vidéotraction" et "Détection de contour"

En faisant l'hypothèse très approximative d'une déformation isovolume ($\nu = 0.5$), on déduit la déformation longitudinale $\varepsilon_{11}(x, t)$.

Nous nous intéressons aux déformations ainsi mesurées au centre de l'éprouvette. On est alors en mesure de comparer la courbe de traction déduite du film infrarouge utilisé comme extensomètre et de Vidéotraction ainsi que la courbe de commande. On peut observer sur la figure IV.8 que le résultat est loin d'être mauvais et mérite peut-être que l'on travaille encore à l'améliorer. En tout état de cause, il constitue à minima une confirmation des mesures issues de la technique Vidéotraction. Sur un plan plus fondamental, ce résultat questionne sur la sensibilité du dispositif Vidéotraction (tel qu'on l'utilise) pour la mesure de la variation de volume. En effet l'hypothèse de déformation isovolume ne semble pas mise en défaut au vu des résultats obtenus.

De plus, grâce aux évaluations des déformations transversales sur l'axe longitudinal de l'éprouvette, on pourrait avoir une indication sur les profils de composante longitudinale de déplacement et remonter à une estimation du profil des vitesses d'échantillon qui nous sera utile pour effectuer des modélisations réalistes du phénomène de transfert en présence d'advection.

Deuxième partie

Reconstruction des sources thermiques

V

Position du problème et Stratégie

Sommaire

V.1	Position du problème	47
V.1.1	Écriture du bilan local sur un VER	47
V.1.2	Hypothèses supplémentaires	49
V.2	Aperçu bibliographique des méthodes	50
V.3	Cas tests étudiés pour les simulations d'inversions	55

Comme nous l'avons précisé au début du chapitre IV, l'objectif visé en implantant une caméra infrarouge autour de notre machine d'essai en traction est la reconstruction des sources thermiques d'origines thermomécaniques à partir de la mesure des champs de température de surface d'éprouvettes planes. Cette étape est indispensable pour prétendre ensuite construire des lois de comportement consistantes sur le plan de la thermodynamique de l'état de la matière, pendant son excitation mécanique. C'est un sujet de recherche qui mobilise l'attention des mécaniciens depuis le début des années 90 suite aux travaux initiateurs de A. Chrysochoos au LMGC Montpellier, de H. Luong à l'école Polytechnique et de J-C Krapez à l'ONERA. Au LEMTA la thèse de Yves Meshaka soutenue en décembre 2002 avait marqué la première étape d'une thématique nouvelle vers laquelle se tournaient conjointement thermiciens et mécaniciens du solide : la caractérisation de lois de comportement intégrant les couplages thermomécaniques. Les investigations expérimentales avaient alors été limitées à l'analyse de mesures expérimentales menées chez ARCELOR sur des aciers et pour des sollicitations en fatigue. L'objectif majeur qui m'était assigné pour cette thèse consistait à développer les outils permettant de produire le signal sur lequel seront basées nos investigations théoriques pour l'analyse thermomécanique des matériaux. Ce sujet n'était pas résolu en 2003 lorsque j'ai débuté ma thèse et reste encore aujourd'hui une préoccupation dans la communauté des mécaniciens. J'en veux pour preuve l'attribution d'une ANR Projets Blancs QIRD-THS¹ sur ce sujet précisément en 2007 autour d'un groupe constitué d'A. Chrysochoos et de M. Bonnet, connu pour ses compétences sur les problèmes inverses. On note donc que depuis les années 90, ce sujet n'a pas reçu de réponse technique satisfaisante, signe si l'en est de la relative difficulté du problème. Pour préciser les choses et fixer les idées, nous considérons le problème visant à remonter à la connaissance du champ de source sur le domaine Ω^o à partir du champ de température mesuré sur le même domaine. Cette résolution doit être indépendante des sources extérieures (c'est-à-dire agissant dans le reste de la structure physique Ω^P) et de l'environnement de la structure (symbolisé par les conditions limites sur $\partial\Omega^P$).

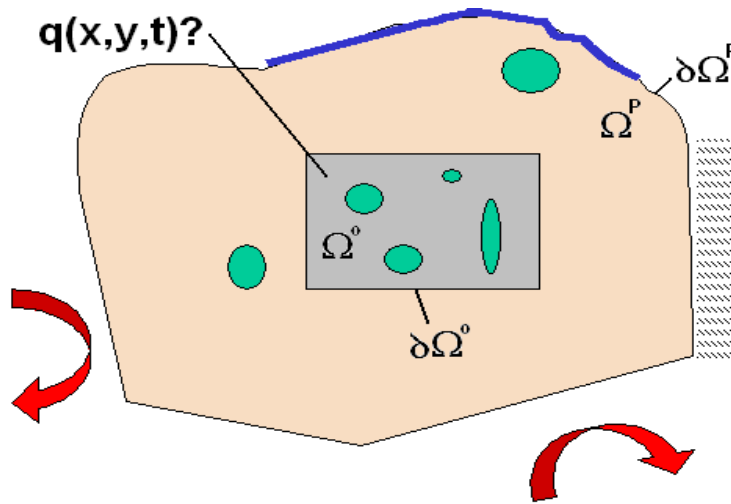


Fig. V.1: Situation générale

¹Quantitative Infrared Detection of Thermomechanical Heat Sources

Cette préoccupation fait partie du champ des problèmes inverses dont le caractère typique est qu'ils sont mal-posés. Le bruit présent sur le champ de température mesuré provoque une instabilité dans la résolution numérique inverse. Nous exposerons dans les chapitres VI et VII suivants les deux stratégies différentes qui ont été envisagées au cours de cette thèse pour parvenir à l'objectif fixé.

V.1 Position du problème

V.1.1 Écriture du bilan local sur un VER

L'équation locale de la chaleur décrit l'évolution de la température moyenne $T(x, y, t)$ sur un VER (volume élémentaire représentatif).

$$\rho C_p \left(\frac{\partial T}{\partial t} + \vec{V} \cdot \nabla T \right) = \lambda \Delta T - \frac{2h}{e} (T - T_{amb}) + q \quad (\text{V.1})$$

Dans nos expériences, l'épaisseur de l'éprouvette est faible et l'on peut supposer que T soit indépendante de z ou, ce qui revient au même, que la température de surface mesurée par la caméra correspond à la température moyennée selon l'épaisseur. L'équation V.1 fait apparaître un terme d'advection qui représente le transport de la chaleur dû au mouvement de matière provoqué par la déformation du matériau par étirement. L'annexe A décrit en détail comment on peut réduire le modèle 3D de transfert thermique en un modèle 2D dans le plan de l'éprouvette. L'équation V.1 s'écrit alors sous forme développée :

$$\rho \cdot C_p \cdot \left(\frac{\partial T}{\partial t} + V_x \cdot \frac{\partial T}{\partial x} + V_y \cdot \frac{\partial T}{\partial y} \right) = \lambda \left(\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} \right) - \frac{2h}{e} \cdot (T - T_{amb}) + q \quad (\text{V.2})$$

On adimensionnalise l'équation V.2 en conservant les mêmes notations pour la source thermique ainsi que pour les variables d'espace et temporelle. L'équation locale s'écrit alors :

$$\frac{\partial \theta}{\partial t} + Pe \left(V_x^* \cdot \frac{\partial \theta}{\partial x} + V_y^* \cdot \frac{\partial \theta}{\partial y} \right) = \left(\frac{\partial^2 \theta}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 \theta}{\partial y^2} \right) - 2 B^f \theta + q \quad (\text{V.3})$$

La longueur caractéristique de référence correspond à la taille réelle de la fenêtre d'observation dans le sens de l'axe x . On la note L_x .

1. x, y désignent les variables d'espace adimensionnées : $x \leftarrow x/L_x$ et $y \leftarrow y/L_x$. La référence à L_x est utilisée ici aussi bien pour x mais aussi y . Cela signifie que des images non carrées peuvent être analysées par l'algorithme.
2. t représente le temps adimensionnel : $t \leftarrow a t/L_x^2$, avec a la diffusivité du matériau.
3. $Pe \leftarrow \frac{V_0 L_x}{a}$ correspond au nombre de Péclet. Il représente l'influence de l'advection. V_0 est une vitesse de référence que l'on peut estimer par $\varepsilon_{11} L_x$
4. V^* représente la vitesse adimensionnelle $V^* \leftarrow V/V_0$
5. $B^f \leftarrow \frac{h^f L_x^2}{e\lambda}$ correspond au nombre de Biot associé aux échanges thermiques par convection sur les faces parallèles au plan (x, y) , avec un coefficient de convection h^f . λ est la conductivité du matériau et e l'épaisseur de l'échantillon qui peut dépendre du temps t et de x

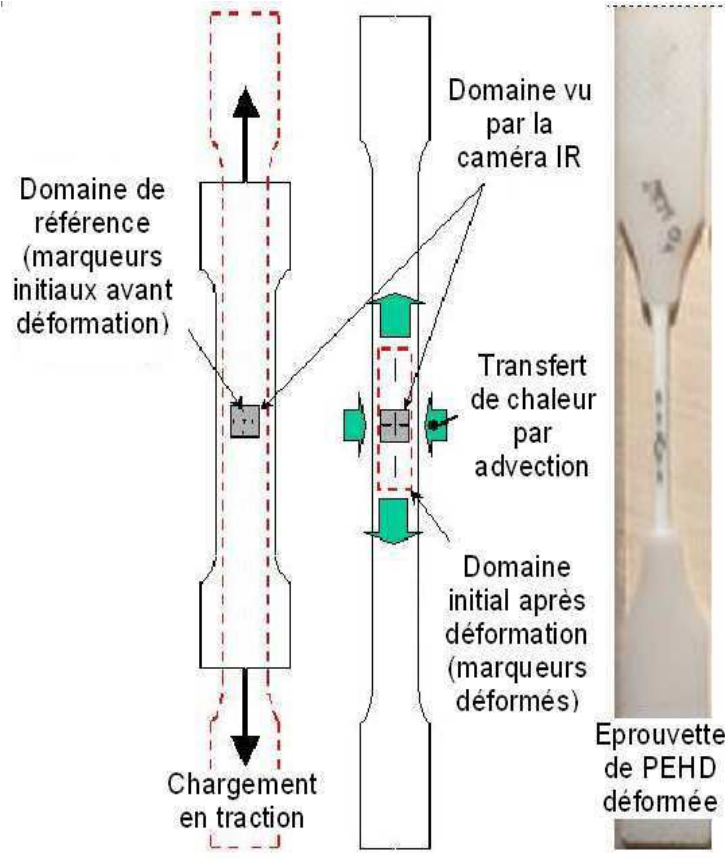


Fig. V.2: Description eulérienne de la déformation dans une configuration lagrangienne

6. θ représentera la température adimensionnelle issue du modèle, normalisée par rapport à une température de référence (un écart ici) notée ΔT_{ref} :

$$T(x, y, t) \leftarrow \frac{T(x, y, t) - \langle T(t = 0) \rangle}{\Delta T_{ref}} \quad (V.4)$$

ΔT_{ref} est choisi arbitrairement comme la différence entre les moyennes spatiales des températures de la première et de la dernière image $\Delta T_{ref} = \langle T(x, y, t = t_{final}) \rangle - \langle T(x, y, t = 0) \rangle$, avec $\langle T(t = 0) \rangle = T_{amb}$. On réservera par la suite le symbole T pour désigner les températures mesurées, donc issues de l'expérience.

7. q est la source thermique adimensionnée définie comme suit :

$$q(x, y, t) \leftarrow \frac{q(x, y, t) L_x^2}{\lambda \Delta T_{ref}} \quad (V.5)$$

A ce stade de la formulation du problème, il manque les conditions aux limites. Travaillant sur une fenêtre d'observation Ω^o restreinte par rapport au domaine physique Ω^P (l'éprouvette), les conditions aux limites seront les températures dites de bord, mesurées par la caméra le long du contour de Ω^o . Par contre, nous le verrons plus loin, les algorithmes de reconstruction seront testés sur des simulations de cas tests pour lesquels il aura bien fallu préciser des

conditions aux limites mais pour le domaine Ω^P complet cette fois-ci. Les conditions aux limites utilisées seront précisées lors de la définition des cas tests.

V.1.2 Hypothèses supplémentaires

Maintenant que le modèle qui lie la température mesurée et la source à déterminer est écrit, on peut énoncer quelques hypothèses qui visent à simplifier sa résolution :

- Une hypothèse déjà implicite dans l'écriture de l'équation de bilan précédente porte sur λ et C_p . On supposera que ces propriétés thermophysiques du matériau sont constantes et indépendantes de la déformation (donc du temps et de l'espace). Elles ont été déterminées expérimentalement sur les dispositifs développés au LEMTA au sein de l'équipe des thermiciens :
- La conductivité thermique λ est mesurée par une méthode type plan chaud avec un dispositif miniature optimisé pour les matériaux isolants
- La capacité calorifique spécifique C_p est évaluée avec un calorimètre différentiel équipé de fluxmètres permettant de contrôler précisément les flux de chaleur apportés à l'échantillon
- enfin, la diffusivité thermique a est obtenue par méthode flash

Grâce à ces trois mesures indépendantes, on peut vérifier la qualité des dispositifs métrologiques puisque pour ces échantillons de polymère homogène, ils nous redonnent bien la relation $a = \lambda/(\rho C_p)$. Ces grandeurs seront considérées comme 'connues' dans toute la suite de l'étude. Les valeurs obtenues sont les suivantes :

$\lambda = 0.473 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$	$\rho C_p = 1.724 \cdot 10^6 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$	$\rho = 0.95 \text{ g.cm}^{-3}$
--	--	---------------------------------

TAB. V.1: Mesures des propriétés thermophysiques du PEHD

- Le modèle 2D présenté ci-dessus (voir également l'annexe A) a été obtenu en faisant l'hypothèse d'ailette pour supprimer la condition à la limite dans la direction 3 (variable z). Cette hypothèse requiert des nombres de Biot faibles (< 0.1) ce que nous vérifions en considérant

un coefficient d'échange $h \simeq 10 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ en situation de convection naturelle et rayonnement basse température. Cette grandeur est certainement plus faible en raison du confinement de l'éprouvette entre des écrans par ailleurs réfléchissants (cf. section IV.1.2)

une épaisseur $e_0 = 4 \text{ mm}$ en début d'expérience (l'épaisseur diminue avec la déformation et se limite à 2 mm au plus)

On trouve $(h e_0)/(6 \lambda)$ égal à $1.4 \cdot 10^{-2}$. Des calculs ont été fait par résolution de l'équation A.11 avec une température d'ambiance maintenue par climatisation à $T_{amb} = 23^\circ\text{C}$ et des sources de chaleur conduisant aux mêmes ordres de grandeurs d'échauffement que dans nos expériences mécaniques. Ces calculs montrent que les températures de surface peuvent être confondues avec la température moyennée sur l'épaisseur sans que cette hypothèse n'induisse d'erreur supérieure à 0.5%.

Lorsque l'épaisseur diminue (au cours de l'essai de traction), ces erreurs diminuent aussi. L'hypothèse d'ailette est donc acceptable et la convection peut être modélisée simplement par un terme de puits de chaleur.

- En toute généralité, l'épaisseur de l'éprouvette varie au cours de l'essai de traction. Nous avons $e(t) = e_0 \exp(\varepsilon_{33})$. Cependant, nous venons de voir que le phénomène de convection

Température de surface $\tilde{T}$	Température moyenne sur l'épaisseur $\bar{T}$	Erreur relative
20°C	20.0417°C	0.2%
30°C	29.9027°C	-0.3%
40°C	39.7637°C	-0.5%

TAB. V.2: Erreur commise avec l'hypothèse $\tilde{T} = \bar{T}$

n'est pas très important dans le cas de nos essais et que son influence diminue lorsque l'épaisseur décroît. Dans l'équation V.3, l'épaisseur n'intervient que dans le terme convectif. Nous ferons l'hypothèse que le phénomène de convection est modélisé avec un nombre de Biot constant.

- Enfin, pour simplifier le problème, le terme d'advection est négligé. En effet, le nombre de Péclet Pe est de l'ordre de 0.025 pour une vitesse de déformation de $10^{-3}s^{-1}$. Nous verrons plus tard que cette hypothèse nous permet de réduire considérablement le temps de calcul de l'inversion.

V.2 Aperçu bibliographique des méthodes

La problématique de la reconstruction de sources par méthode inverse s'intéresse à la localisation spatiale, à la mesure de l'intensité et de sa variation temporelle, d'une source émettant de la matière ou de l'énergie. Ce sujet a été abondamment étudié dans le passé et dans de nombreuses disciplines scientifiques allant de la caractérisation d'émissions polluantes aux applications relevant de l'imagerie de l'activité du cerveau en passant par les systèmes de détection en acoustique sous-marine pour les ondes d'origine sismiques par exemple. Face à ces multiples terrains d'application se présente une première difficulté pour dresser le panorama des techniques de reconstruction possibles. Selon la structure des équations (aux dérivées partielles ou intégrales par exemple) sous-tendues par la physique impliquée dans ces différents domaines (propagation, convection-diffusion, diffusion, rayonnement...), il serait déjà possible de définir un premier mode de classement des méthodes mathématiques utilisées. Dans le cadre restreint du transfert de chaleur conductif, l'analyse bibliographique [1, 46, 59, 79, 108, 120] montre déjà que beaucoup d'approches différentes sont disponibles pour traiter le problème inverse de reconstruction de source de chaleur qui dépendent :

- des objectifs de reconstruction recherchés (dépendance temporelle, localisation spatiale, les deux)
- de la métrologie utilisée pour produire le(s) signal(aux) utilisés pour l'inversion (nature du processus physique de mesure et donc de 'création' du bruit, mesures de champ ou ponctuelles...)
- de la dimensionnalité du problème et de la géométrie de la source : point, ligne, sources 2D...
- de la technique mathématique utilisée pour résoudre le modèle direct en particulier autour de l'option classique résolution analytique versus numérique ou de toutes leurs combinaisons imaginables, sans oublier bien sûr les multiples approches numériques possibles.

Tout ceci peut conduire in fine à ce que pour deux problèmes donnés et apparemment, relativement voisins quant au thème et objectifs de l'inversion, des stratégies différentes soient adoptées. L'investissement important fait ensuite par un ou plusieurs chercheurs dans l'une des options possibles (en terme de développement mathématique, algorithmique, métrologique) génère ensuite des automatismes de résolution des problèmes qui ont parfois plus à voir avec une habitude locale, culturelle, historique qu'avec une véritable recherche (forcément plus longue) de ce que serait la stratégie optimale (si d'ailleurs elle existe?).

Nous proposons donc ici la classification que nous avons cru bon devoir faire à la lecture d'un certain nombre d'écrits scientifiques sur le sujet afin de donner au lecteur la perception qui est la nôtre du contexte scientifique propre à notre objectif. Précisons d'abord quel est-il. Nous avons pu voir au paragraphe précédent, qu'il s'agit de reconstruire une fonction source 2D, dépendant du temps, dans un problème de transfert conductif, c'est-à-dire contrôlé par une équation de diffusion, typiquement

$$u_{,t} - (\lambda(r, t)u_{,r})_{,r} = f(r, t) \quad (\text{V.6})$$

ou encore

$$u_{,t} + (v \cdot u_{,r}) - (\lambda(r, t)u_{,r})_{,r} = f(r, t) \quad (\text{V.7})$$

si l'on veut prendre en compte un terme d'advection de chaleur par mouvement de matière à la vitesse locale v . Ce qu'on appellera la source correspond au membre de droite des équations V.6 et V.7. Dans la littérature anglosaxonne, ce problème inverse est dénommé Inverse Heat Conduction Problem (IHCP) par les membres de la communauté des thermiciens et Side-ways Heat Equation par les mathématiciens. C'est un problème inverse non pas tant parce qu'il s'agit d'évaluer la grandeur f , inaccessible à l'expérience, par la mesure d'une grandeur directement accessible à l'expérience u , connaissant un modèle mathématique du problème direct (Eqs. V.6, V.7 avec leurs conditions limites), mais parce qu'il est mal posé : l'existence, l'unicité et/ou la continuité de la solution par rapport aux mesures ne sont pas toutes vérifiées. Du point de vue physique, cela signifie que compte tenu des incertitudes inhérentes à la mesure de u , un grand nombre de solutions f , parfois fort éloignées les unes des autres, peuvent prétendre satisfaire à l'objectif. Le caractère mal posé de ce problème de diffusion et les méthodes mathématiques pour le rendre bien posé ont été très étudiées par les mathématiciens-numériciens [20, 29, 104, 111]. Il est bien connu que c'est le caractère parabolique de l'équation de la chaleur qui en porte la responsabilité puisque par nature, il tend à diluer toute singularité survenue au temps t_0 empêchant, connaissant pourtant la situation à l'instant t , de "remonter" à sa détermination. L'une des méthodes pratiques ayant la faveur des expérimentateurs-métrologues consiste à régulariser le problème mal posé. Due initialement à Tikhonov [113], l'idée consiste à «redéfinir les notions d'inversion et de solution (quasi-solution, solution approchée,...) de façon que la solution 'régularisée' obtenue par 'inversion régularisée', dépende continuellement des données et soit proche de la solution exacte (supposant que celle-ci existe pour des données proches de valeurs effectivement obtenues par la mesure)» [20].

Les approches de type 'régularisation' offrent un cadre permettant d'incorporer, outre le modèle physique à inverser, des informations a priori ou des critères de choix. Le problème initial est donc transformé en un problème voisin dont la solution est unique et robuste dans le sens où de faibles erreurs sur les données ne vont pas retentir dramatiquement sur la solution approchée [72]. Différentes stratégies de résolution de ce problème inverse ont été mises en

œuvre et rapportées dans la littérature. Dans un problème de dimension finie, le problème inverse discret se met généralement sous la forme

$$\underline{A} \underline{x} = \underline{y} \quad (\text{V.8})$$

où $\underline{y}$ représente les données connues et bruitées, $\underline{x}$, les paramètres inconnus de la fonction recherchée et $\underline{A}$, l'opérateur qui sous-tend l'équation V.6. On peut distinguer différentes classes de méthodes de régularisation.

- Une première classe de méthodes est issue de l'observation suivante : le caractère mal-posé du problème V.6 de détermination du membre de droite de l'équation vient du fait que des données discrètes et bruitées sur u engendrent inévitablement de grandes erreurs dans le calcul des dérivées partielles (opérations numériques mal posées par nature). Le membre de droite ne peut donc être obtenu par une procédure aussi simpliste que l'évaluation du membre de gauche pour fournir la solution. Pourtant, la simplicité de principe de la méthode a encouragé des recherches dans cette voie. Cette **première classe** de méthodes est donc basée sur le calcul de dérivées sur des substituts filtrés des mesures. Il s'agit de rendre le signal utilisé aussi propre que possible, pour circonscrire l'ensemble des solutions possibles à " ε près" à un espace aussi réduit que possible, donc forcément proche de la solution cherchée. Les travaux de Murio dans le domaine du transfert de chaleur peuvent être cités ici et ont donné lieu à la technique dite de *mollification* [36, 120]. Un ouvrage est disponible sur le sujet [89]. Cette méthode conduit à des algorithmes simples mais les performances affichées, comme dans l'article de Coles et Murio [36] montrent par exemple que pour une erreur maximum sur les données de 0.5%, l'erreur relative sur la distribution estimée de la source est de l'ordre de 10%. Dans ces méthodes, la régularisation est assurée par simple filtrage ou lissage des données. La technique peut fonctionner lorsque la fonction recherchée ne présente pas de fortes discontinuités en raison du caractère de filtrage passe-bas opéré par la technique de mollification. Ceci peut évoluer dans le futur. De nouveaux outils de filtrage numérique sont en cours de développement suite à l'avènement des théories d'ondelettes (ou de multirésolution) en traitement de signal [115]. Néanmoins, comparé aux autres classes de méthodes, l'évidente simplicité de la technique est à nuancer en raison de l'absence d'une véritable prise en compte de la physique sous-jacente au problème. En ce qui concerne l'application de cette méthode de mollification aux problèmes de thermomécanique qui nous concernent, on peut citer les travaux de Chrysochoos et Louche [34]. Les performances sont relativement modestes comme on peut le voir dans les figures 9 ou 14, 15 et 16 de cet article. L'intensité de la source reconstruite à partir de données simulées et corrompues par du bruit, avoisine les 50% de l'intensité initiale.
- Une **seconde classe** de méthodes de régularisation consiste à travailler sur l'opérateur du modèle direct de manière à rendre le problème bien-posé quitte à le dénaturer un peu. Cette classe de méthodes peut s'abriter sous l'appellation "*régularisation par recherche de quasi-solutions*". L'opérateur continu peut être décomposé par analyse spectrale de manière à fournir une quasi-solution tronquée. Les démonstrations mathématiques à l'appui de cette méthode portent sur la notion d'inverse généralisée d'une matrice représentant l'opérateur linéaire. Un choix peut être fait d'une inverse généralisée qui constitue une régularisation du problème en fournissant une quasi-solution unique, reposant sur un critère de sélection. Typiquement, on réalise cela en améliorant le conditionnement de la matrice, après troncature sur les valeurs singulières d'une décomposition type Lanczos de

l'opérateur. En d'autres termes, la régularisation est obtenue par une sorte de *réduction* ou *sous-paramétrisation* du modèle direct rendu discrétisé. En se débarrassant intelligemment des plus petites valeurs singulières, on réduira leur effet d'amplification du bruit de mesure en ne tenant compte que des composantes des mesures portées par les composantes des vecteurs propres qui leur correspondent. Parmi ces méthodes, beaucoup de publications portent précisément sur la décomposition tronquée en valeurs singulières. Elles ne seront pas discutées en détail ici mais ont été abondamment utilisées dans la communauté des thermiciens [107]. Les méthodes basées sur les décompositions de Fourier de l'opérateur de diffusion (Transformées intégrales discrètes) sont bien connues et font parties des recettes classiques. La variable dépendante (température) est décomposée sur une base de fonctions sinus-cosinus, pour différentes fréquences spatiales, rangées par ordre croissant. En supprimant les termes de haute fréquence, on stabilise l'utilisation du modèle en approche inverse. Le problème de ces méthodes est bien sûr de définir le critère de choix sur la fréquence de coupure ('cut-off frequency'). D'autres décompositions plus élaborées voient le jour actuellement. Parmi celles-ci les méthodes basées sur la décomposition en ondelettes connaissent la faveur des mathématiciens travaillant sur l'opérateur de diffusion [31, 45]. Ces décompositions peuvent apporter des améliorations substantielles dans certains cas par rapport aux décompositions classiques de Fourier car elles permettent de localiser dans le temps la présence d'une fréquence particulière. Le support d'une ondelette donnée est en effet compact et d'étendue inversement proportionnelle à sa fréquence. Comme les transformées de Fourier, la décomposition en ondelettes peut se faire sur une base orthogonale et permet des transformées inverses rapides. Les applications que nous avons trouvées concernant l'utilisation d'ondelettes pour les problèmes inverses de transfert conductif concernent essentiellement le cas 1-D [28, 35]. Une autre décomposition performante sur une base de fonctions propres orthogonales peut être obtenue par une analyse modale, assez semblable à la décomposition de Fourier. Sa supériorité réside dans le dépassement d'une contrainte forte des TFD : la fonction doit satisfaire les mêmes conditions limites homogènes que celles définies par le problème aux valeurs propres. L'approche des modes de branche développée au LME d'Evry par A. Neveu et ses collaborateurs [47, 92, 93] considère des conditions limites généralisées de Steklov et offre la possibilité de prendre en compte n'importe quelle type de condition limite non linéaire. On obtient alors les modes de branches sur lesquels on peut pratiquer une décomposition de toute fonction avec toutes les propriétés mathématiques requises : orthogonalité, base complète, fonctions de carré intégrables... A la différence des ondelettes, du moins avant que tout chercheur de base qui les utilise ne se fasse une idée suffisamment claire et précise de leurs propriétés, les modes de branche préservent un contenu physique facilement identifiable pour l'utilisateur. Il peut par exemple analyser les constantes de temps associées à chaque mode pour faire une troncature optimale définissant alors le bon modèle réduit.

Nous avons imaginé mettre en œuvre cette méthode pendant la thèse, mais comme les deux autres techniques mises en œuvre ont semblé déjà apporter une première réponse satisfaisante à notre objectif, nous avons préféré passer à l'application concrète de nos algorithmes à des données d'expériences afin de pouvoir travailler sur le problème thermomécanique. Il est néanmoins dans nos intentions de programmer cette méthode dans un avenir proche et de juger de ses performances à l'aune des deux premières.

Concernant l'application à notre problème thermomécanique de cette seconde classe de méthodes, on peut citer le papier de Chrysochoos [32]. Une décomposition est proposée pour la température et la source sur les premiers éléments (basse fréquence) de la base de

Fourier. Cela permet alors d'introduire ces expressions formelles dans l'EDP pour obtenir un système d'équations couplant les harmoniques du terme source et de la température. Ce traitement est très limitant pour les applications envisagées comme le fait remarquer l'auteur. Il aurait été plus pertinent de considérer l'application de la transformée intégrale de Fourier de manière à obtenir une formulation linéaire du problème reliant température et source par l'intermédiaire d'une série finie de modes découplés. C'est l'approche que nous avons développé au chapitre VII.

- La **troisième et dernière classe** de méthodes se retrouve sous l'appellation "*régularisation par optimisation*" [112]. Dans cette approche, on cherche une 'solution' x qui minimise une fonction coût J_α de la forme

$$J_\alpha(x) = \|Ax - b\|_D^2 + \alpha \|x - \tilde{x}\|_X^2 \quad (\text{V.9})$$

où D est l'espace associée aux Données (mesures), X l'espace associé à l'ensemble des paramètres à identifier, et α est un paramètre de 'compromis' appelé paramètre de régularisation. Le choix $\alpha = 0$ revient simplement à résoudre V.8 au sens des moindres carrés. Le choix $\alpha = 1$ conduit à $x = \tilde{x}$. Seule l'information a priori est prise en compte. La fonctionnelle J_α ainsi construite a des vertus stabilisatrices dans la mesure où $\tilde{x}$ constitue une valeur de référence jugée vraisemblable et toujours issue de considérations physiques. Reste à trouver les valeurs acceptables de α c-à-d de régler le niveau de confiance que l'on souhaite associer à l'information $\tilde{x}$, le risque étant de biaiser la solution approchée. Des outils existent à ce sujet, qui fournissent des majorants et minorants de α et donc déterminent une plage de valeurs de α optimales.

Cette dernière classe de méthodes a été appliquée à notre problème par Wong et Kirby [119] et Rajic [99] mais pour $\alpha = 0$. Wong et Kirby ont proposé un schéma numérique pour résoudre le problème inverse basé sur une optimisation sous contrainte dans le cas d'un transfert de chaleur 1D avec un terme source dépendant uniquement du temps. Aucune régularisation n'est utilisée. Ils rendent compte des performances de leur algorithme à partir de données simulées. Pour un bruit aléatoire de 1% sur les données, ils obtiennent une erreur de 1% sur la source reconstruite pour diverses formes de dépendance temporelle. Selon Kaipio [72], les auteurs commettent cependant un 'crime inverse' en inversant leurs données simulées avec le même modèle direct, rendant leurs conclusions très optimistes par oubli des erreurs ou biais de modèles liés au mode de résolution du problème direct. Rajic [99] étend le principe de la résolution au cas 2D avec une source à dépendance spatiale et temporelle. La forme de la dépendance spatiale est spécifiée sous la forme d'une fonction polynomiale d'ordre 2 (5 paramètres). Aucune régularisation n'est appliquée à l'algorithme. Ses performances ne sont pas vraiment données dans l'article. L'auteur rapporte de bons résultats par comparaison avec une technique d'intégration de contour sur le flux qui n'est pas vraiment explicitée dans le papier. Le cas traité était considéré dans le régime permanent et par la force des choses, la fonction source est très 'molle'. Dans le chapitre VI, nous présentons la technique d'optimisation sous contrainte avec régularisation qui nous a permis d'obtenir une solution au problème. Ses performances ont été testées à partir de données simulées (par une autre structure de modèle direct) et comparées au chapitre VII avec une technique reposant sur la seconde classe de méthodes.

V.3 Cas tests étudiés pour les simulations d'inversions

Avant d'aborder la présentation des algorithmes de reconstruction de source mis au point, nous plaçons ici la présentation des cas tests qui seront utilisés pour tester leurs performances (précision, robustesse). En préalable à leur application sur des expériences réelles, nous avons voulu en effet tester les algorithmes sur des données dont nous maîtrisons à la fois la production et le contenu (nature du terme source à retrouver). La simulation numérique permet cela et nous avons utilisé un code élément finis (Flex PDE[®]) à cette fin. Le champ de source est donc choisi à travers un modèle mathématique. On simule le champ de température en résolvant le modèle direct. Ce champ est bruité artificiellement et sert d'entrée pour la reconstruction du champ de source. Finalement, nous comparons le résultat obtenu avec la donnée de départ. Le 'crime inverse' évoqué dans l'article de Kaipio et Sommersalo [72] consiste à utiliser la même structure de modèle, au sens par exemple de Walter et Pronzato [118], pour le modèle direct *et* pour le modèle inverse. Afin de s'en préserver, un code d'éléments finis est utilisé pour le modèle direct et, comme nous le verrons au chapitre VI suivant, un schéma aux différences finies a été appliqué sur l'équation de la chaleur pour générer l'algorithme d'inversion. Sur les données produites avec le code d'éléments finis, on superpose un bruit gaussien de moyenne nulle et de variance constante σ^2 afin de reproduire au mieux la situation du traitement d'un film thermographique issu d'une expérience. Pour ces différents tests, la robustesse de l'inversion vis à vis du bruit a notamment été étudiée en variant son amplitude (sa variance ou son écart-type).

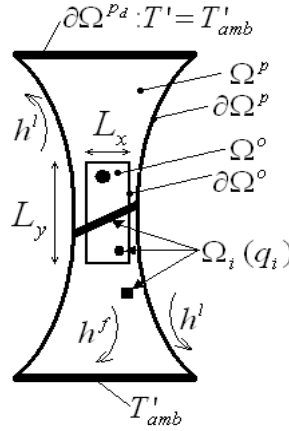


Fig. V.3: Schéma des différentes régions définies sur l'éprouvette

Le domaine considéré est noté $\Omega = [-L_x/2, L_x/2] \times [-L_y/2, L_y/2]$. Il est discrétisé en $M \times N = 21^2$ pixels. Pour la simulation d'inversion et en nous référant au schéma de la figure V.3, nous choisissons $\Omega^P = \Omega^o = \Omega$: le domaine observé correspond au domaine analysé. Les conditions aux limites sur $\partial\Omega$ sont vues comme des conditions de Dirichlet par l'algorithme quel que soit le choix de l'utilisateur lors de la fabrication du champ de température. Elles peuvent bien sûr être non uniformes autant en espace qu'en temps afin par exemple de prendre en compte l'éventuelle présence de sources à l'extérieur du domaine d'étude. En tout cas, l'idée est de s'affranchir de la connaissance des processus de transferts thermiques en dehors de la fenêtre d'observation.

Le cas d'une source uniforme spatialement et dépendant seulement du temps n'est pas considéré ici. Ce problème a été traité précédemment par Wong & Kirby [119] et ne pose pas de problème d'inversion. En particulier, il n'y pas besoin de régularisation pour obtenir la solution uniforme.

Deux cas-tests différents sont étudiés. Toutes les données de base sont reportées dans les tableaux V.3, V.4 et V.5.

Cas test 1		A 0.01 W/cm ³	c 0.75 mm	f 0.025 s ⁻¹	$Lx = Ly$ 3 mm
Cas test 2	q'_{Ω_1}	D 0.2 W/cm ³	x_{c_1} 12.5 mm	c_{x_1} 7.5 mm	t_1 20 s
		E 7.14e-4 W/(cm ³ s)	y_{c_1} 17.5 mm	c_{y_1} 12.5 mm	$Lx = Ly$ 50 mm
	q'_{Ω_2}	C 0.75 W/cm ³	$x_{c_2} = y_{c_2}$ 46.25 mm	$c_{x_2} = c_{y_2}$ 3.75 mm	t_2 124 s

TAB. V.3: Données utilisées dans les simulations pour les sources théoriques

Cas test 1	numéro de la face	'1'	'2'	'3'	'4'
	F	1e-4°C/s	5e-5°C/s	2e-4°C/s	7e-5°C/s
	G	2 mm ⁻¹	2.8 mm ⁻¹	2.4 mm ⁻¹	1.2 mm ⁻¹
Cas test 2	h^l	10 W/(m ² .K)			

TAB. V.4: Données utilisées dans les simulations pour les conditions aux limites

λ	a	h^f	T'_{amb}	e
0.473W/(m.K)	3.65e-6 m ² /s	8 W/(m ² K)	23°C	4 mm

TAB. V.5: Données utilisées dans les simulations lors de l'inversion

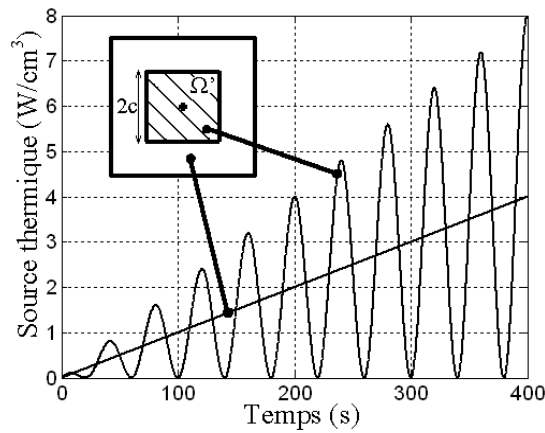


Fig. V.4: Présentation de la source pour le cas-test 1

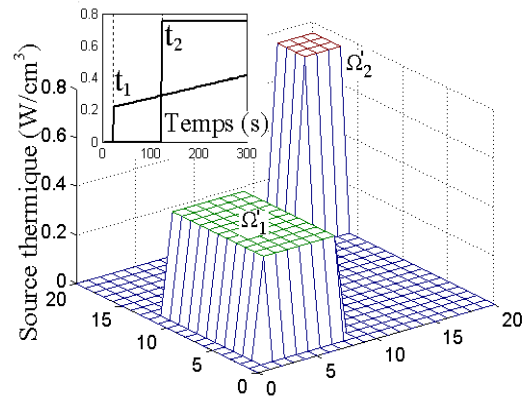


Fig. V.5: Présentation de la source pour le cas-test 2

Cas-test 1 La source est la superposition de deux composantes : l'une uniforme sur tout le domaine avec une croissance linéaire en temps (source de fond), l'autre, localisée sur une région carrée $\Omega' = [-c, c] \times [-c, c]$ au centre du domaine d'étude avec $c = L_x/2 = L_y/2$, et se comportant dans le temps comme la source de fond mais à laquelle une fluctuation sinusoïdale a été ajoutée (cf. fig. V.4). Cette 'forme' de source peut représenter par exemple un phénomène dissipatif sur l'ensemble du domaine accompagné d'un effet de localisation cyclique. La source du cas-test 1 est décrite mathématiquement par :

$$q'_1(x', y', t') = t'(A + \cos(2\pi f t')) \Pi_2(c, c, x', y') \quad t' < t'_{max} \quad (\text{V.10})$$

Les conditions limites imposées aux bords du domaine durant la simulation (notés T'_b) sont dépendantes du temps et de l'espace :

$$T'_b = T'_{amb} + F t' \cos(2G\pi s') \quad (\text{V.11})$$

où F et G sont des coefficients dont les valeurs diffèrent sur les 4 arêtes du contour $\partial\Omega'$ (cf. fig. V.4) et où s' représente soit x' ou y' .

Cas-test 2 La source est constituée uniquement de deux sources localisées aux évolutions temporelles distinctes (échelon et échelon+rampe) appliquées sur deux domaines distincts Ω'_1 et Ω'_2 et qui "s'allument" à deux instants différents t_1 et t_2 (cf. fig. V.5). Contrairement au cas-test 1, il n'y pas de source de fond appliquée sur le domaine entier. Autrement dit, hormis dans les domaines Ω'_1 et Ω'_2 , la source est nulle.

$$q'_2(x', y', t') = (D t' + E) \Pi_2(c_{x1}, c_{y1}, x' - x_{c1}, y' - y_{c1}) H(t' - t_1) + C \Pi_2(c_{x2}, c_{y2}, x' - x_{c2}, y' - y_{c2}) H(t' - t_2) \quad (\text{V.12})$$

où c_{x1} , c_{y1} , c_{x2} et c_{y2} sont les mesures des demi-cotés des domaines Ω'_1 et Ω'_2 . x_{c1} , y_{c1} , x_{c2} et y_{c2} sont les coordonnées de leurs centres.

Les conditions limites imposées sont les mêmes sur tout le pourtour du domaine et sont de type Fourier (mixte) :

$$\frac{\partial \theta}{\partial \vec{n}} = -B^l \theta \vec{n} \quad (\text{V.13})$$

Le cas-test 2 correspond au cas le plus difficile. Notre but est de tester l'algorithme dans les 'pires' situations. Les figures V.4 et V.5 montrent les deux champs de sources thermiques q'_1 et q'_2 qui seront utilisés pour nos vérifications.

Ces deux cas-tests n'ont aucune prétention à reproduire le cas de sources thermomécaniques réelles mais d'en intégrer les caractéristiques potentielles en terme de localisation spatiale et/ou d'évolution temporelle. Le cas 1 nous permet de tester l'aspect localisation d'une source unique (pour figurer par exemple la striction d'une éprouvette), variable cycliquement dans le temps (pour figurer une sollicitation de type périodique). Le cas-test 2 inclut deux sources localisées disjointes devenant actives à deux instants différents (afin de tester l'aptitude des algorithmes à les discriminer). Insistons encore sur le fait que ces cas-test impliquent des sources dont les dépendances spatiales et temporelles sont très brutales et donc très pénalisantes vis-à-vis du processus d'inversion.

VI

Première méthode : Formulation adjointe

Sommaire

VI.1	Présentation de l'algorithme	60
VI.2	Identification sur données simulées	63
VI.2.1	Etape 1 : Estimation de la source moyenne	63
VI.2.2	Etape 2 : Régularisation à partir de la source moyenne	68

La méthode présentée ici est basée sur une optimisation sous contrainte avec régularisation appartenant donc à la troisième classe des méthodes vues en V.2. L'objectif est de minimiser la distance quadratique entre champ de température mesuré et champ de température modélisé. La spécificité de cette approche réside dans une introduction du modèle direct au niveau du terme de contrainte associé à la fonction coût (formulation adjointe, [1]). Le modèle correspond à l'équation de la chaleur 2D avec source $q(x, y, t)$ (cf. eq. V.3). Les champs des variables continues température θ et source q sont discrétisés sur l'espace et le temps selon l'approche classique des différences finies. Ceci permet de se conformer à la structure de la donnée expérimentale T_{ij}^n , connue sur une matrice de détecteurs (pixels (i,j)) et aux différents temps d'acquisition t_n .

Cette formulation a été utilisée initialement par Wong & Kirby [119] pour traiter ce problème inverse. Elle a été généralisée aux problèmes 2D par Rajic [99]. Pour étendre son champ d'application, un procédé de régularisation est ici mis en place. La fonctionnelle $J_\alpha(\theta, \mu, q)$ à minimiser se décompose en trois termes :

$$\begin{aligned} J_\alpha(\theta, \mu, q, t) = & \int_{\Omega} (T(x, y, t) - \theta(x, y, t))^2 d\Omega \\ & + \int_{\Omega} \mu(x, y, t) F(\theta, q) d\Omega \\ & + \alpha \int_{\Omega} (q(x, y, t) - \tilde{q}(x, y, t))^2 d\Omega \quad (\text{VI.1}) \end{aligned}$$

où μ est le champ des multiplicateurs de Lagrange et où F est l'équation de la chaleur représentant le modèle direct :

$$F(\theta, q) = \frac{\partial \theta}{\partial t} - \left(\frac{\partial^2 \theta}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 \theta}{\partial y^2} \right) + 2B^f \theta - q \quad (\text{VI.2})$$

Le troisième terme de l'équation VI.1 a pour but d'opérer une régularisation c'est-à-dire de stabiliser la procédure de reconstruction inverse. Une information à priori $\tilde{q}(x, y, t)$ sur l'inconnue $q(x, y, t)$ est incluse dans la fonctionnelle. Dans le cas où $\tilde{q}(x, y, t) = 0$, l'algorithme emploie la version 'standard' de la régularisation de Tikhonov. Si elle est disponible, on peut utiliser une information plus précise sur le comportement de $q(x, y, t)$ (estimation bayésienne). α est le paramètre de régularisation et doit être déterminé avec beaucoup de précaution afin d'éviter un biais d'estimation. La stratégie pour déterminer α et $\tilde{q}(x, y, t)$ sera détaillée précisément dans la section VI.2.2.

VI.1 Présentation de l'algorithme

Les principes généraux de l'algorithme d'inversion sont présentés maintenant. Le critère des moindres carrés (premier terme de la fonctionnelle VI.1) est exprimé comme une somme sur

les points du maillage $(x_i, y_j, t^n) \in \Omega \times I$ par :

$$j(q) = \int_{\Omega^o} (T_{ij}^n - \theta(x, y, t^n; q))^2 \delta(x - x_i) \delta(y - y_j) dx dy \quad (\text{VI.3a})$$

$$= \sum_{i=2}^{N-1} \sum_{j=2}^{M-1} (T_{ij}^n - \theta(x_i, y_j, t^n; q))^2 \Delta x \Delta y \quad (\text{VI.3b})$$

Les indices i, j associés à la sommation désignent la position des nœuds dans le système de coordonnées rectangulaires. Pour les applications expérimentales, la discrétisation en espace et en temps correspond naturellement à la résolution de la caméra thermique et au pas de temps d'acquisition. Ainsi, nous avons :

$$\begin{cases} x_i = (i-1)\Delta x \\ y_j = (j-1)\Delta y \\ t^n = (n-1)\Delta t \end{cases} \quad \text{et} \quad \begin{cases} \Delta x = 1/(N-1) \\ \Delta y = L_y/(L_x(M-1)) \\ \Delta t = \lambda t_f/(\rho C L_x^2(P-1)) \end{cases}$$

Il faut noter que les pixels du pourtour de l'image $\partial\Omega^o$ (i prenant la valeur 1 ou N et j prenant la valeur 1 ou M) ne sont pas pris en compte lors de l'intégration qui est donc effectuée sur Ω^o et non sur $\Omega^o \cup \partial\Omega^o$. De la même manière, la première image ($n = 1$) n'est pas considérée dans la sommation. En effet, le respect des conditions initiales et aux limites donne une contribution nulle à la fonctionnelle de la part des pixels des bords du domaine.

Le modèle direct exprimé à travers l'équation VI.2 est discrétisé selon l'équation B.2 donnée dans l'annexe B. Généralement, c'est la discrétisation de la forme variationnelle de l'équation VI.2 qui est appliquée pour les problèmes adjoints. Ce n'est pas le cas ici. Nous pouvons maintenant écrire la fonction de Lagrange :

$$J_\alpha(\theta, \mu, q) = \langle (T - \theta), (T - \theta) \rangle_{\Omega^o} + \langle F^d(\theta, q), \mu \rangle_{\Omega^o} + \alpha \langle (q - \tilde{q}), (q - \tilde{q}) \rangle_{\Omega^o} \quad (\text{VI.4a})$$

$$= j(q) + \langle F^d(\theta, q), \mu \rangle_{\Omega} + \alpha N(q, \tilde{q}) \quad (\text{VI.4b})$$

où $N(q, \tilde{q})$ représente le terme de pénalisation prenant en compte l'information à priori $\tilde{q}$. L'équation VI.4a est discrétisée en accord avec l'équation B.1.

Le produit des pas de discrétisation $\Delta x \Delta y$ résultant du produit scalaire de l'équation B.1 a été ôté de la définition de J_α . Ceci n'a aucune incidence sur la minimisation.

F^d représente la forme discrétisée de l'équation VI.2 généralement présentée comme une équation d'état sous la forme :

$$\frac{d\theta}{dt} = \mathbf{A} \theta + \mathbf{B} U \quad (\text{VI.5a})$$

$$= \mathbf{A} \theta + \mathbf{B}_q q + \mathbf{B}_{T_b} T_b \quad (\text{VI.5b})$$

où

- θ est la variable du problème.
- A et B sont respectivement les matrices d'état et d'entrée (commande).
- U est le vecteur d'entrée contenant les sollicitations imposées au système : la source de chaleur q , mais aussi les conditions limites du problème T_b ($U = [q, T_b]^T$).

Nous considérons un schéma semi-implicite avec une discrétisation à double niveau qui mène à :

$$F \theta^n = G \theta^{n-1} + B \Delta t U^n \quad (\text{VI.6})$$

avec ($\nu = 1/2$ pour un schéma de Crank-Nicholson)

$$F = I - (1 - \nu) A \Delta t \quad \text{et} \quad G = I + (1 + \nu) A \Delta t \quad (\text{VI.7})$$

La fonction de Lagrange s'écrit finalement sous sa forme discrétisée comme :

$$\begin{aligned} J_\alpha(\theta^n, \mu^n, q^n, t^n) = & (T^n - \theta^n)^T (T^n - \theta^n) \\ & + \mu^{nT} [F \theta^n - G \theta^{n-1} - B \Delta t U^n] \\ & + \alpha (q^n - \tilde{q}^n)^T (q^n - \tilde{q}^n) \end{aligned} \quad (\text{VI.8})$$

La source q est la solution recherchée du problème d'optimisation mais est accompagnée des variables (θ, μ) . Cette solution générale (θ, μ, q) doit figurer un point stationnaire de J_α . Cela correspond au système :

$$\nabla_\theta^n J_\alpha(\theta, \mu, q) = -2(T^n - \theta^n) + F \mu^n = 0 \quad (\text{VI.9a})$$

$$\nabla_\mu^n J_\alpha(\theta, \mu, q) = F \theta^n - G \theta^{n-1} - B \Delta t U^n = 0 \quad (\text{VI.9b})$$

$$\nabla_q^n J_\alpha(\theta, \mu, q) = -\Delta t B_q \mu^n + 2\alpha(q^n - \tilde{q}^n) = 0 \quad (\text{VI.9c})$$

Nous pouvons voir que l'équation VI.9b redonne le problème direct $F(\theta, q)$. L'équation VI.9c souligne le fait que les multiplicateurs de Lagrange doivent être nuls ce qui amènera naturellement à des résidus nuls. En pratique, comme on le voit sur les équations VI.9a et VI.9b, le bruit sur T^n , sur T_b^n et le caractère mal conditionné de la matrice F produit des multiplicateurs de Lagrange non nuls. On note ici qu'il n'est pas nécessaire de résoudre ce problème adjoint avec un algorithme de minimisation (Levenberg-Marquardt, Simplex, Recuit Simulé...). En effet, ce problème peut s'écrire sous forme linéaire. La discrétisation conduit finalement (voir les détails en annexe B) au système d'équations suivant :

$$M_1 \theta^n + M_2 \mu^n + B q^n = -C^n - R T_b^n \quad (\text{VI.10a})$$

$$2\theta^n - M_1 \mu^n = 2T^n \quad (\text{VI.10b})$$

$$-B \mu^n + 2\alpha q^n = 2\alpha \tilde{q}^n \quad (\text{VI.10c})$$

qui peut s'écrire simplement :

$$M x^n = b^n \quad (\text{VI.11})$$

où $\mathbf{x}^n = (\boldsymbol{\theta}^n, \boldsymbol{\mu}^n, \mathbf{q}^n)^T$ correspond au vecteur des inconnues, $\mathbf{b}$, le vecteur du second membre, aux informations connues (états précédents, multiplicateurs précédents, mesures courantes au pas n et information à priori $\tilde{q}$), et $\mathbf{M}$ à une très grande matrice creuse avec une majorité de composantes nulles et aisément construite à partir des équations B.11, B.12, B.13 et B.14.

Pour fixer les choses, si une image de 20×20 pixels est considérée, la taille de la matrice $\mathbf{M}$ est 1200×1200 . Avec un PC ordinaire, le temps d'inversion de la matrice est de l'ordre de 30 s avec le logiciel Matlab. Cette inversion est à effectuer seulement une fois pour un problème linéaire. Un film thermographique de 180 images (20×20 pixels) est analysé en environ 10 mn afin de reconstruire les sources.

Cet algorithme va maintenant être appliqué sur des données simulées correspondant aux cas tests présentés en section V.3.

VI.2 Identification sur données simulées

Si l'algorithme est appliqué en l'absence de régularisation ($\alpha = 0$ dans l'équation VI.1) et sur un champ de température non bruité, la source reconstruite présente déjà un caractère relativement bruité : pour le cas-test 1, l'erreur relative sur la source reconstruite $\hat{q}$ définie par $(\hat{q} - q)/q$ est de l'ordre de 4%.

La localisation (discontinuité entre le domaine Ω et Ω') est parfaitement obtenue (erreur de 1 pixel due à la discrétisation). La figure VI.1(a) montre au premier plan la source identifiée et en arrière plan la source théorique introduite dans la simulation du champ de température.

Si le champ de température simulé est préalablement bruité ($\sigma = 0.03$ °C, cf. fig. VI.1(b)), il est clair que la reconstruction de source (au premier plan) ne redonne pas une bonne localisation du domaine Ω' . Le bruit sur la source reconstruite est du même ordre que la valeur nominale de source elle-même. Une régularisation s'avère donc nécessaire. Elle sera donc d'autant plus efficace que l'on disposera d'une information à priori pertinente que l'on peut ajouter au critère d'optimisation. Cela suppose donc une stratégie d'optimisation de la régularisation que nous avons basée sur deux étapes.

VI.2.1 Etape 1 : Estimation de la source moyenne

La première étape de la reconstruction s'effectuera sans régularisation. En effet, nous avons montré la présence d'un bruit important sur les sources reconstruites avec $J_{\alpha=0}$. Cependant la moyenne sur l'ensemble du domaine Ω de la source estimée $\langle \hat{q} \rangle = \tilde{q}$ correspond très bien à la moyenne de la source théorique $\langle q \rangle = \bar{q}$. Par conséquent, nous pouvons prendre cette information comme information à priori lors de la régularisation bayésienne.

Compte tenu des spécificités de notre caméra infrarouge (cf. chapitre IV), on considère trois niveaux de bruit : $\sigma = 0.03$ °C, 0.06 °C et 0.15 °C. Le niveau de bruit minimum envisagé ici correspond donc à l'écart-type constructeur du bruit sur la température mesurée face à une image 'uniforme' (obtenue face à un corps noir régulé en température).

Deux erreurs sont introduites par la procédure de reconstruction :

- L'erreur de reconstruction e_b caractérise la distance maximum entre les signaux théorique

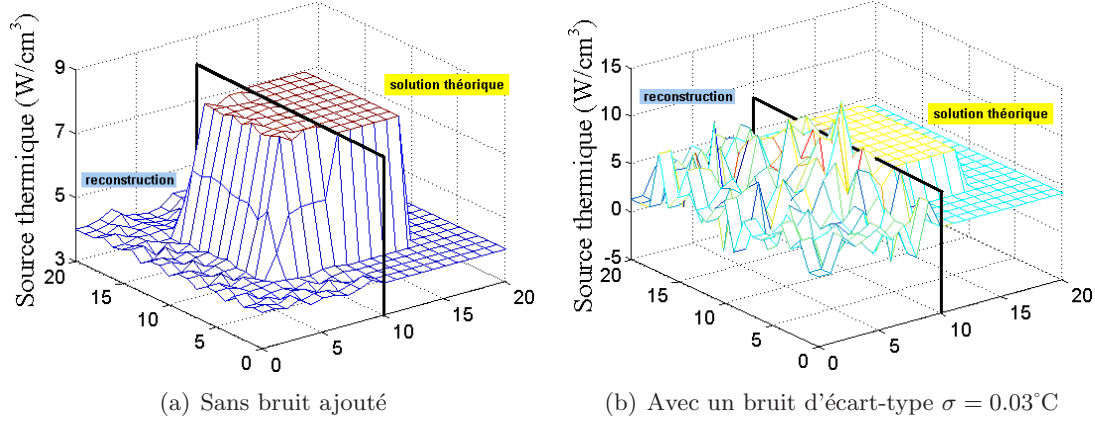


Fig. VI.1: Comparaison entre la source théorique et reconstruite (sans procédure de régularisation) à partir des champ de température simulé - Cas test 1,
 $t' = t'_{final} = 400s$

et reconstruit. Ce biais est obtenu lorsque le champ de température n'est pas bruité. Pour le cas-test 1, le biais n'est pas très important : $e_b = |\bar{\hat{q}} - \bar{q}|/At$ vaut environ 4%. Bien que les figures VI.2(a) et VI.2(b) soient obtenues avec les données bruitées, ce biais est visible en particulier sur les zooms. La moyenne de la source reconstruite oscille avec une amplitude légèrement plus faible que celle de la moyenne de source théorique. Cet effet d'écrasement est expliqué par l'erreur de discrétisation. La région localisée Ω' est identifiée avec un "rognage" d'un pixel sur chaque bord (une zone de 10×10 pixels est reconstruite en une zone de 8×8 pixels). Les pixels 'perdus' donnent des niveaux d'intensité de source intermédiaires entre la valeur de source de fond d'image et la valeur de source imposée localement. Par conséquent, faire la moyenne sur le domaine d'étude entier d'une source de chaleur reconstruite avec le bon niveau de source mais localisée sur des zones d'étendues plus faibles, conduit à minimiser l'influence des hétérogénéités.

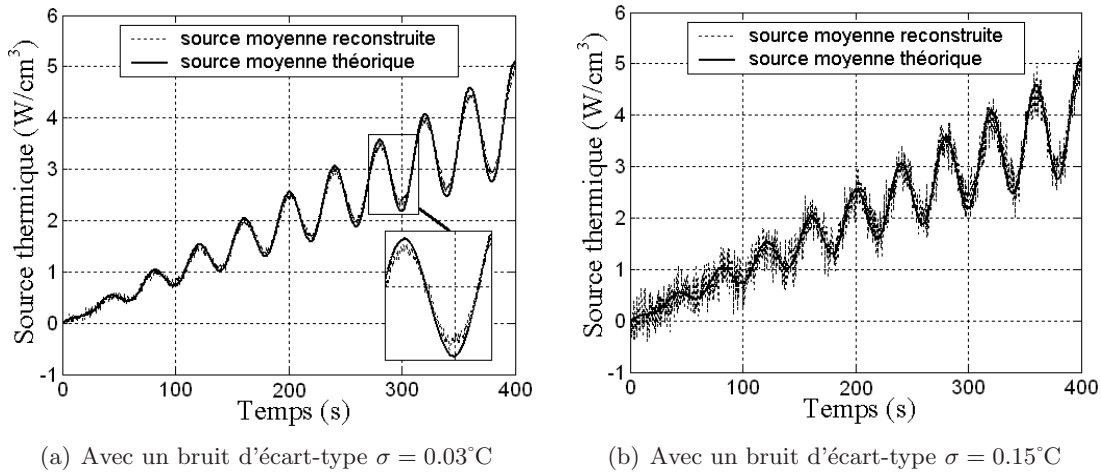


Fig. VI.2: Comparaison entre les sources moyennes identifiée et théorique (Cas test 1)

- Une autre nuisance sur le signal est l’amplification du bruit de la température due à l’inversion numérique (cf. eq. VI.11). Ce bruit d’inversion est quantifié pour les deux cas-tests et pour les différents niveaux de bruit σ_T à travers l’écart-type $\sigma_{\bar{q}}^{\sigma_T}$ des résidus de la source moyenne, *quand celle-ci est corrigé du biais e_b* . Pour le cas-test 1, cela donne $\sigma_{\bar{q}}^{0.03} = 0.047$, $\sigma_{\bar{q}}^{0.06} = 0.095$, pour le cas-test 2, nous obtenons $\sigma_{\bar{q}}^{0.3} = 0.009$, $\sigma_{\bar{q}}^{0.6} = 0.018$, et $\sigma_{\bar{q}}^{0.9} = 0.025$. La première remarque évidente est que le bruit d’inversion croît avec le bruit d’entrée de la température. La seconde remarque est la suivante : comme le niveau de bruit de la température est constant dans le temps, l’erreur relative sur la source identifiée $e_n = \sigma_{\bar{q}}^{\sigma_T} / \bar{q}$ dépend de sa valeur. Cette erreur diminue donc avec une augmentation de $\bar{q}$. Par exemple, sur la figure VI.2(a), pour le cas-test 1 et $\sigma_{\bar{q}}^{0.03} = 0.047$, l’erreur relative à $t' = 10s$ est de 50%, à $t' = 100s$, 5% et elle chute à moins de 1% quand la source atteinte environ $5 W/cm^3$ à $t' = 400s$. Le rapport signal sur bruit croît avec le temps. Sur une expérience, on remarque que le bruit sur le signal reconstruit peut fluctuer avec l’intensité de cette dissipation. En conclusion, les figures VI.2, VI.3 et VI.4 montrent toutes que quelle que soit la source (configuration de la localisation, dépendance en temps, niveau de bruit), l’évolution temporelle de la source moyenne sur le domaine entier est globalement bien identifiée avec la fonctionnelle $J_{\alpha=0}$ (i.e. sans régularisation). Cependant un biais d’estimation est naturellement présent, mais celui-ci n’empêche pas de considérer cette information.

En ce qui concerne le cas test 2, le biais sur la moyenne de la source estimée est clairement visible sur la figure VI.3, où aucun bruit n’a été ajouté au signal en température. Dans le cas d’un signal d’entrée bruité (cf. fig. VI.4), le biais introduit par la reconstruction sur la source moyenne est toujours observé mais est indépendant du niveau de bruit. La tendance globale de la source théorique est correcte (temps d’allumage des sources localisées et augmentation linéaire en temps) mais le signal bruité reconstruit apparaît bien au-dessous du vrai signal (cf. fig. VI.4). Dans ce cas, l’erreur relative du biais sur la valeur de la source moyenne soit $(\bar{q} - \hat{\bar{q}}) / \bar{q}$ est de l’ordre de 25%. Une étude fine de ce signal peut nous permet de comprendre l’origine de ce biais. Il est impossible de reconstruire parfaitement la localisation d’une source lorsqu’elle présente des discontinuités spatiales. Une erreur (au minimum) de 1 pixel est obtenue dans chaque direction et sur chaque source localisée. Dans le cas test 2, deux zones (sous-domaines Ω'_1 et Ω'_2) sont définies avec respectivement $7 \times 11 = 77$ et $4 \times 4 = 16$ pixels. Une bonne localisation est obtenue avec l’algorithme mais celui-ci diminue les zones de 1 pixels dans chaque direction tout en estimant parfaitement le niveau de ces sources. La moyenne spatiale est sous-estimée. Par exemple, à $t' = 300s$, la moyenne spatiale de la source théorique est de $(77 \times 0.4 + 16 \times 0.75) / 21^2 = 0.0971 W/cm^3$ avec les valeurs de C, D, E données dans le tableau V.3. Nous pouvons vérifier cela sur la figure VI.3. Nous pouvons également vérifier que les valeurs de 0.4 et $0.75 W/cm^3$ sont bien récupérées sur les zones localisées et que des valeurs intermédiaires 0.2 et $0.375 W/cm^3$ sont obtenues sur les pixels dit ‘perdus’ (i.e. les pixels appartenant au contour des zones Ω'_1 et Ω'_2). La moyenne spatiale calculée en tenant compte de la réduction de la taille de la zone estimée donne exactement 0.076 qui est la valeur qui peut être lue sur la figure VI.3. Ceci confirme que les 25% d’erreur résultent directement des erreurs de localisation des zones de source obtenues au pixel près.

Retenons donc à l’issue de ce paragraphe que sans régularisation du problème inverse, l’algorithme permet une bonne reconstruction de la source moyenne sur le domaine. Ce résultat est inhérent à l’utilisation du schéma de Crank-Nicholson réputé être un schéma numériquement conservatif. Comme il est appliqué à une équation exprimant l’équilibre de chaleur, la conservation en moyenne de la source thermique est assurée (une restriction est à noter avec le

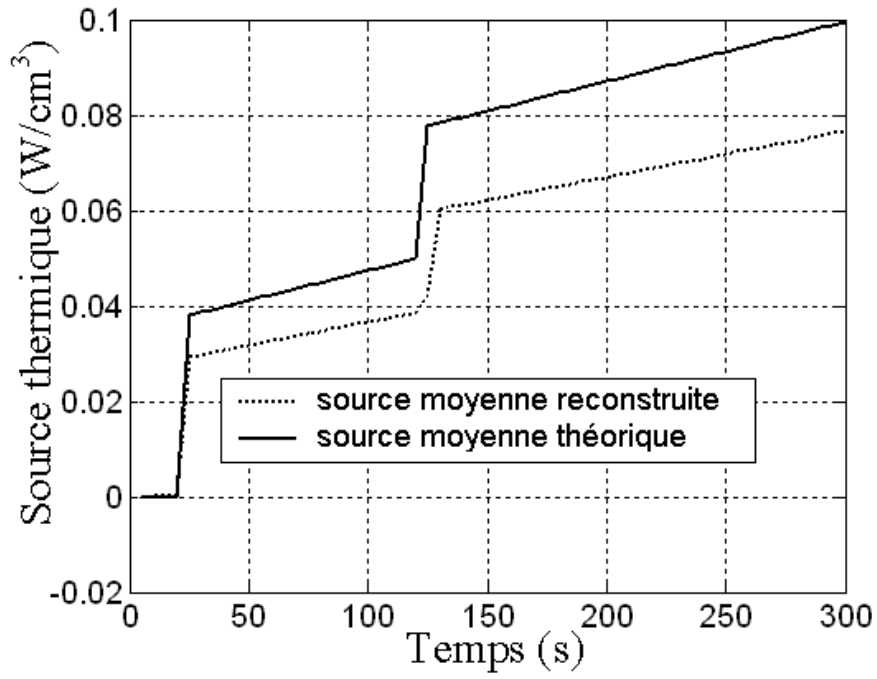


Fig. VI.3: Comparaison entre sources moyennes identifiée et théorique (Cas test 2, sans bruit additionnel)

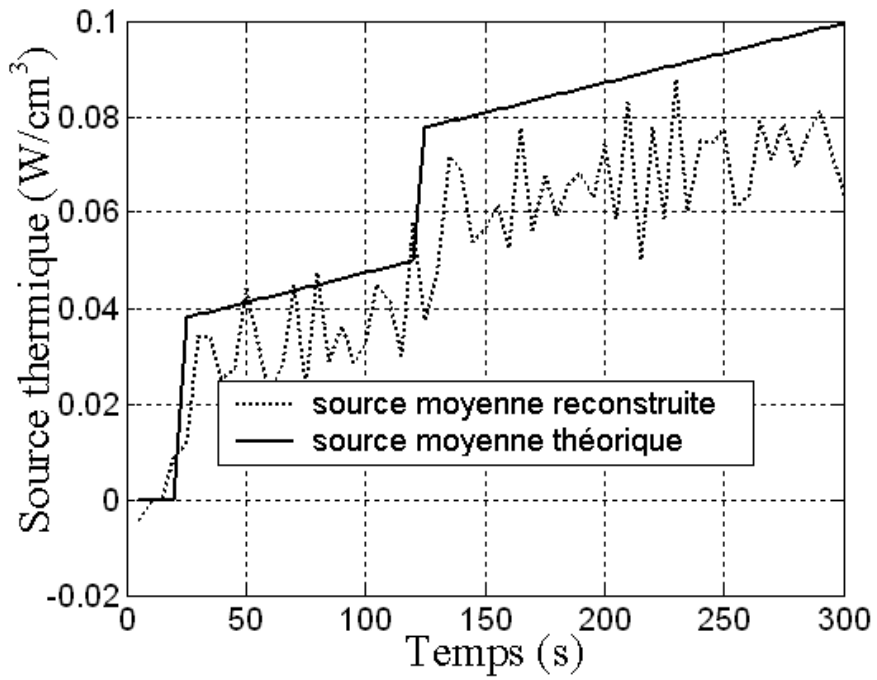


Fig. VI.4: Comparaison entre sources moyennes identifiée et théorique (Cas test 2, bruit d'écart-type $\sigma = 0.3^\circ\text{C}$)

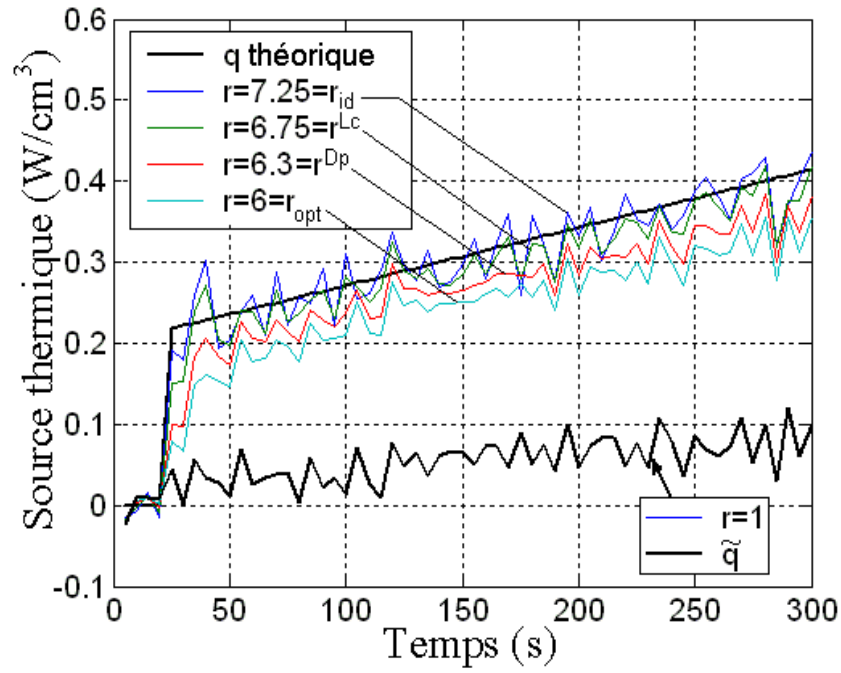


Fig. VI.5: Comparaison entre les reconstructions d'une source localisée en fonction du coefficient de régularisation (Cas test2, bruit d'écart-type $\sigma = 0.6^\circ\text{C}$ sur Ω_1)

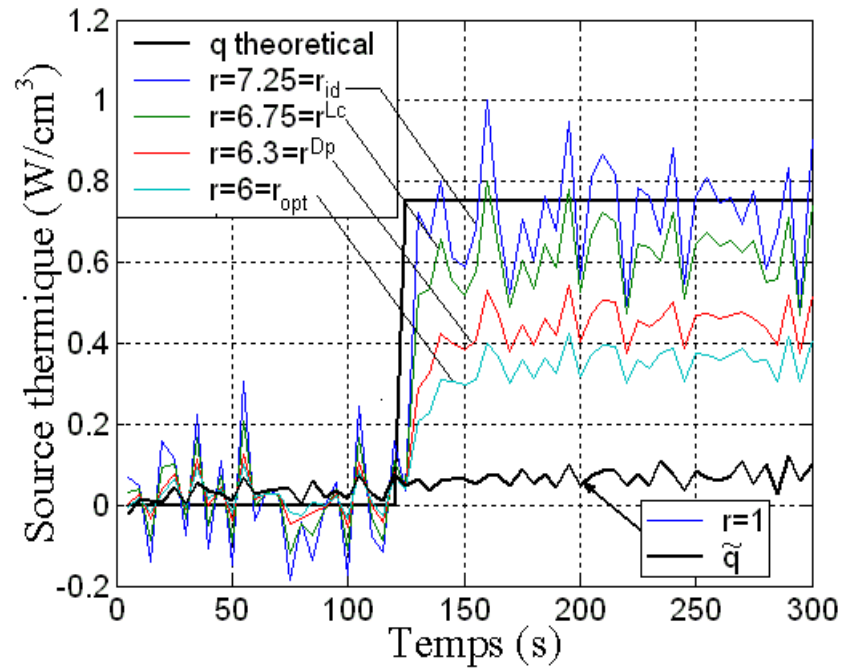


Fig. VI.6: Comparaison entre les reconstructions d'une source localisée en fonction du coefficient de régularisation (Cas test2, bruit d'écart-type $\sigma = 0.6^\circ\text{C}$ sur Ω_2)

biais dû à la discrétisation). Concernant le comportement temporel de la source identifiée, il est évident sur les figures VI.2, VI.3 et VI.4 que l'algorithme donne satisfaction en utilisant un schéma semi-implicite. En particulier, les temps t_1 et t_2 correspondant à l' 'allumage' des deux sources considérées dans le cas-test 2 sont parfaitement retrouvés. Il est intéressant de noter qu'avant l'instant t_1 la source moyenne est bien nulle, et ce malgré des conditions limites non homogènes.

VI.2.2 Etape 2 : Régularisation à partir de la source moyenne

Nous allons maintenant évaluer les performances de l'algorithme à l'aide de la fonctionnelle J_α définie dans l'équation VI.1 c'est-à-dire en adoptant une procédure de régularisation. Ceci implique donc (i) de choisir une valeur optimale du coefficient de régularisation α , mais aussi (ii) de définir l'information a priori $\tilde{q}(x, y, t)$, utilisée dans la suite.

En ce qui concerne le dernier point, la réponse donnée est issue des conclusions tirées de la section précédente.

Après avoir vérifié que $\bar{q}(t)$ est correctement identifié avec $J_{\alpha=0}$, une stratégie d'identification en deux étapes est considérée :

1. $\tilde{q}_{\alpha=0}(t)$ est d'abord identifié en utilisant $J_{\alpha=0}$ (l'indice $\alpha = 0$ rappelle que la source de chaleur $q(x, y, t)$ a été obtenue par minimisation de $J_{\alpha=0}$ suivi d'une moyenne effectuée sur le domaine tout entier Ω).
2. Nous choisissons ensuite $\tilde{q}(x, y, t) = \tilde{q}_{\alpha=0}(t)$ dans J_α afin de reconstruire $\hat{q}_\alpha(x, y, t, \tilde{q})$.

Dans le souci d'une meilleure compréhension de cette section, une analyse de la compétition qui existe entre les résidus et la pénalisation imposée à la norme de la solution, est mise en place sur la quantité suivante :

$$\begin{aligned} \mathcal{J}_\alpha(\theta, \mu, q) &= \int_I J_\alpha(\theta, \mu, q, t) dt \\ &= R_\alpha^2 + \int_\Omega \int_I \mu(x, y, t) F(\theta, q) d\Omega dt + \alpha \tilde{N}_\alpha^2 \end{aligned} \quad (\text{VI.12})$$

R_α est défini comme le résidu $\|T_\alpha(x, y, t, \tilde{q}) - \theta\|_2$ sur les températures et $\tilde{N}_\alpha = \|q(x, y, t) - \tilde{q}(t)\|_2$ mesure l'écart entre la source réelle (locale) et sa valeur moyenne .

Le choix du paramètre α dépend de celui effectué précédemment sur $\tilde{q}(x, y, t)$. Il permet la stabilisation du problème inverse, tout en sachant que la solution obtenue sera biaisée ou approximative. Pour comprendre comment choisir le paramètre de régularisation et vérifier sa pertinence, quatre paramètres de régularisation sont introduits.

- (i) Le coefficient α^{Lc} est défini dans le but d'optimiser la solution, tout en respectant à la fois le résidu sur l'observable R_α et sur l'inconnue $\tilde{N}_\alpha$. La courbe $\tilde{N}_\alpha$ en fonction de R_α correspond à la fameuse "courbe en L" (L-curve) dont le coin définit un compromis possible pour choisir le coefficient de régularisation [60]. L'exposant Lc fait référence à la méthode de la **L-curve**.
- (ii) Le coefficient α^{Dp} est fixé de manière à se préserver d'un résidu sur le champ de la température qui soit inférieur à la précision 'réalisable' (un écart-type du bruit d'entrée).

Ce procédé est connu en tant que principe de Morozov ou principe de discrimination ('Discrepancy principle') [85] qui peut s'énoncer simplement ainsi : il n'est pas acceptable de produire une estimation avec des résidus qui soient inférieurs au bruit de mesure. L'exposant Dp se rapporte à cette méthode.

- (iii) Le coefficient α_{opt} définit un coefficient de régularisation qualifié d'optimum dans le sens où il permet de minimiser la norme de la solution sur le domaine entier :

$$N_\alpha = \|\hat{q}_\alpha(x, y, t, \tilde{q}) - q(x, y, t)\|_2 \quad (\text{VI.13})$$

Cette norme est basée sur la différence entre la source identifiée $\hat{q}_\alpha(x, y, t, \tilde{q})$ (à partir de l'information à priori $\tilde{q}$ et la source réelle (imposée théoriquement) $q(x, y, t)$. La définition est donc la suivante :

$$\alpha_{opt} = \text{ArgMin}(N_\alpha)_\Omega \quad \alpha > 0 \quad (\text{VI.14})$$

Ce coefficient ne peut exister que parce que l'on pratique des identifications à partir de données simulées pour lesquelles "l'inconnue est connue!"

- (iv) Le coefficient α_{id} est défini comme le paramètre de régularisation 'idéal'. Il permet de minimiser l'erreur relative d'estimation de la source de chaleur sur un cas difficile de localisation spatiale. Il est différent de α_{opt} , qui correspond à un critère global de la source de chaleur dans la totalité du domaine. α_{id} sera défini plus précisément dans l'équation VI.15. Là encore, ce coefficient ne peut être défini que parce que l'on connaît précisément la source

Seuls les deux premiers paramètres de régularisation, α^{Lc} et α^{Dp} , peuvent donc être utilisés en pratique et déduits de l'expérience. α_{opt} et α_{id} ne peuvent être déterminés que dans le cas où la solution est connue c'est-à-dire lorsque nous pouvons comparer la source estimée à celle introduite dans les simulations utilisées pour l'inversion. Le calcul des coefficients α_{opt} et α_{id} nous permet donc de vérifier lequel des deux paramètres α^{Lc} ou α^{Dp} est le plus efficace.

Pour des commodités d'écriture, nous ne discuterons pas des valeurs numériques de α , généralement exprimées comme 10^{-r} . Nous travaillerons directement sur les valeurs de r correspondant à $-\log(\alpha)$. Par conséquent, plus le poids du terme bayésien de régularisation est important, plus la valeur de r sera faible. La figure VI.7 montre l'allure de la L-curve obtenue dans le cas test 1 pour différentes valeurs de l'écart-type sur le bruit. La même figure est obtenue pour le cas test 2 et n'est pas reproduite ici. L'abscisse correspond à la norme du résidu R_α . L'axe des Y correspond à la norme $\tilde{N}_\alpha = \|q_\alpha - \tilde{q}\|_2$. La valeur de α augmente dans la direction des abscisses croissantes. Trois courbes sont tracées pour chaque figure, chacune correspondant à trois niveaux de bruit imposés aux données. Chaque courbe a été construite à partir de valeurs discrètes du paramètre r (repérées par les points sur la figure). Le coin de la L-curve, compromis entre les deux normes résiduelles sur la température et la source, est défini comme le point de courbure maximale [60]. Un raffinement des valeurs discrètes de α a été fait au voisinage du coin pour augmenter la précision du calcul de courbure.

Il apparaît d'abord que pour des signaux bruités, la L-curve est décalée vers les plus grandes valeurs de r à mesure que le niveau de bruit d'entrée augmente. L'importance du bruit considéré est différente dans les deux cas d'essai car l'amplitude, la zone d'activité de la source de chaleur, les conditions aux limites sont différentes ; de ce fait, les valeurs absolues

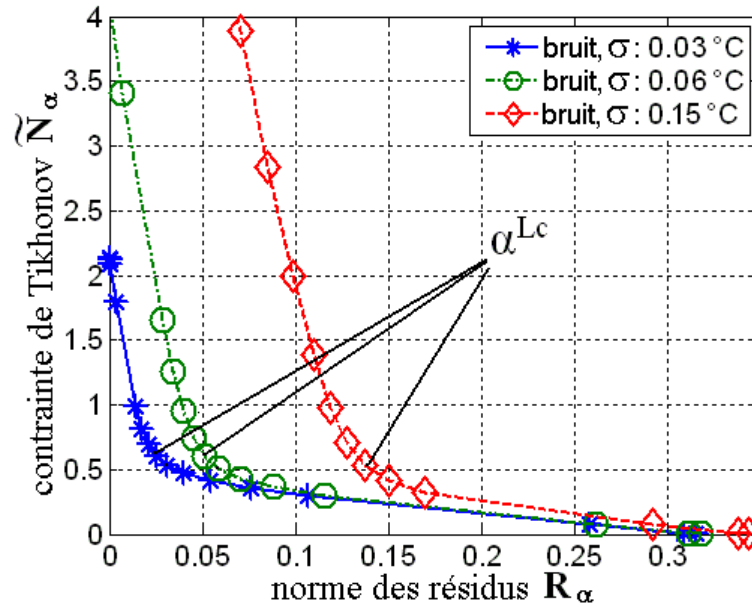
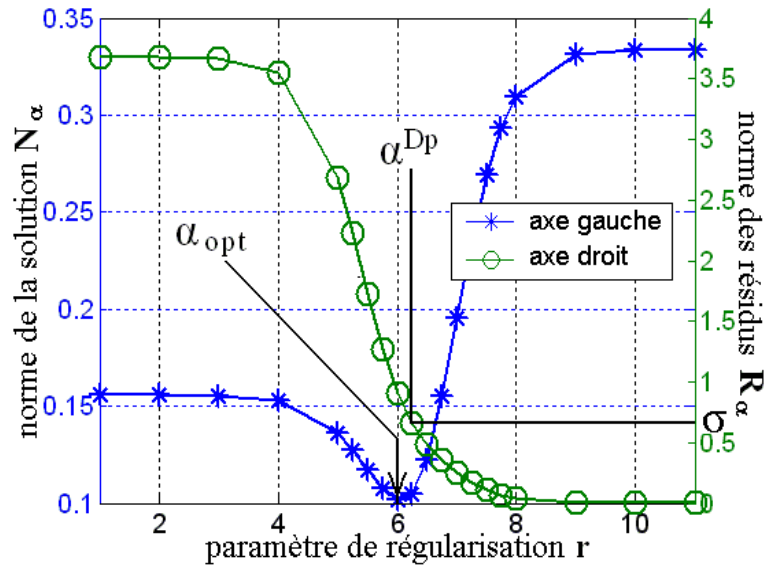


Fig. VI.7: Tracé de la L-curve pour différents niveaux de bruit (cas 1)

Fig. VI.8: Détermination de α_{opt} et α^{Dp} pour le cas 2, bruit d'écart-type $\sigma = 0.6^\circ\text{C}$

d'intensité des sources sont différentes dans les deux cas test. Les valeurs de bruit indiquées ici (écart-type d'une distribution gaussienne) correspondent aux mêmes rapports signal/bruit dans les deux cas test. Le paramètre r^{Lc} (courbure maximum de la L-curve) est calculé dans chaque cas, et les résultats sont récapitulés dans le tableau VI.1. Il est clair pour les deux cas test que la valeur de r^{Lc} diminue avec une augmentation de bruit.

L'ajout de bruit dans le terme de droite de l'équation VI.11 nécessite une pénalisation plus forte afin d'atténuer les contributions des erreurs de données sur la solution des moindres carrés. Ce résultat est évident. Il est observé pour n'importe quel type de méthode employée pour déterminer r . Naturellement les valeurs de r^{Lc} sont différentes dans les deux cas test et inférieures pour le cas 1 par rapport au cas 2.

	Case 1			Case 2		
	$\sigma = 0.03^\circ\text{C}$	$\sigma = 0.06^\circ\text{C}$	$\sigma = 0.15^\circ\text{C}$	$\sigma = 0.3^\circ\text{C}$	$\sigma = 0.6^\circ\text{C}$	$\sigma = 0.9^\circ\text{C}$
r_{Lc}	5.75	5.5	4.8	7.5	6.75	6.5
r_{Dp}	5	4.7	4.25	6.6	6.3	6.2
r_{opt}	5	4.75	4.25	6.3	6	5.75
r_{id}	6.75	6.5	6	7.75	7.5	7.25

TAB. VI.1: Valeurs optimales des différents coefficients de régularisation utilisés dans cette étude

Il est également facile de comprendre que r^{Lc} a une valeur supérieure dans le cas 2 (c.-à-d. α^{Lc} est inférieur) puisque dans ce cas, l'information à priori est plus fortement biaisée pour des raisons largement expliquées en section VI.2.1 (erreur de 1 pixel pour la localisation des zones d'activité). Par conséquent, moins de poids doit être assigné à la régularisation. Cette remarque peut d'ailleurs être étendue à toutes les méthodes de détermination de r .

La figure VI.8 nous donne les évolutions de la norme de la solution optimale N_α donnée par l'équation VI.13 (axe des ordonnées situé du côté gauche), et celle des résidus R_α (axe des ordonnées situé côté droit), en fonction du paramètre de régularisation r . La première courbe nous permet de déterminer le paramètre optimum α_{opt} défini précédemment. Nous avons également fait figurer le seuil d'identification possible conformément au principe de discrimination ('Discrepancy Principle'). Le trait horizontal placé à la valeur σ (cf. fig. VI.8) indique le niveau de bruit sur les températures. Il nous permet d'identifier sur la seconde courbe le coefficient de régularisation α^{Dp} . Un seul niveau de bruit est considéré ici. Le tableau VI.1 dresse la liste de toutes les valeurs obtenues pour différents niveaux de bruit. La dernière ligne correspond au paramètre de régularisation 'idéal', noté α_{id} (or r_{id}). Il peut être défini de la façon suivante :

$$\alpha_{id} = \{\alpha | e_{\hat{q}_i} = (\langle \hat{q}_\alpha \rangle_{\hat{\Omega}_i} - q_{\hat{\Omega}_i}) / q_{\hat{\Omega}_i} < 2\%\} \quad (\text{VI.15})$$

Ce critère permet d'obtenir le meilleur rendu des sources estimées sur leur zone d'activité identifiée $\hat{\Omega}_i$. Une fois que le champ de source $\hat{q}_\alpha(x, y, t, \tilde{q})$ est estimé sur le domaine entier $\Omega = \Omega^o$, une moyenne spatiale de $\hat{q}_\alpha$ est opérée sur chaque zone $\hat{\Omega}_i$ et comparée à la valeur théorique. La figure VI.9 montre pour le cas test 1, la source théorique q (trait continu) et les sources reconstruites pour quatre paramètres de régularisation. Les résultats du cas test 2 sont présentés dans les figures VI.5 et VI.6. Il est clair que le coefficient idéal r_{id} est obtenu pour la valeur 7.25 qui, comme cela est indiqué dans le tableau VI.1, est légèrement supérieur au coefficient optimum r_{opt} donné par le critère global N_α . Les conclusions que nous sommes amenés à déduire de l'analyse du tableau VI.1 sont similaires à celles discutées dans la littérature. Parmi les faits répertoriés, on peut citer :

- Chaque cas est particulier et quelques légères différences sont notées entre les valeurs de α

suivant le critère utilisé. Les deux dernières lignes du tableau VI.1 se rapportent à des critères purement théoriques. Il est nécessaire de se rappeler que dans ces deux cas, la solution connue sert à les définir. Ceci nous fournit seulement un moyen de vérifier la qualité des deux autres critères r^{Lc} et r^{Dp} , accessibles quant à eux expérimentalement.

- Nous observons ici que le 'Principe de discrimination' et la L-curve donnent des résultats proches du critère optimum. On observe la tendance suivante : $r^{Lc} > r^{Dp} > r_{opt}$. Le critère de la L-curve mène logiquement à un paramètre de régularisation α^{Lc} inférieur à α^{Dp} . Par définition, le 'Principe de discrimination' tend à favoriser une norme résiduelle basse et produit donc une valeur de r située à gauche du coin de la L-curve.
- Le critère de la L-curve mène également à une valeur plus élevée que r_{opt} . Hansen a observé cette propriété [61]. Il montre que la proximité des deux coefficients dépend du degré de régularité de la solution cherchée. Dans le cas de fonctions 'douces', la différence entre r^{Lc} et r_{opt} peut être de plusieurs ordres de grandeur. Dans les cas considérés ici, les sources théoriques présentent des discontinuités fortes dans l'espace et le temps. Il n'est donc pas étonnant que r^{Lc} soit proche de r_{opt} . Aucune différence ne peut être faite entre les deux cas bien que le cas 2 soit sensé représenter la fonction source la plus dure.
- Le critère de la L-curve est le plus approprié pour rendre compte des comportements essentiels de l'évolution de la solution en fonction du temps. Le tableau VI.1 prouve que dans toutes les situations, nous avons $r_{id} > r^{Lc}$ mais les valeurs sont proches. Le critère de la L-curve a tendance généralement à trop 'lisser' la solution. Ceci peut être vérifié en regardant les figures VI.9, VI.5 et VI.6. Cette observation est facilement compréhensible car le critère utilisé pour définir r_{opt} est global (une norme sur l'espace et le temps) : des effets de compensation peuvent se produire.

Dans tous les cas, on constate que le critère de la L-curve est très efficace. Il définit selon nous la stratégie optimale devant être employée dans la pratique pour choisir le paramètre de régularisation. Enfin la figure VI.10 montre les résultats obtenus en utilisant ce procédé régularisé d'inversion pour le cas test 1, sur des données bruitées de température, sachant que le paramètre de régularisation a été choisi selon le procédé décrit précédemment. On peut observer la forme lissée (en 'cloche') du champ de température et apprécier la reconstruction (premier plan) comparée à la source d'entrée (en second plan). Le lecteur peut également se reporter à la figure VI.1(a), obtenue au début sans régularisation mais en l'absence de bruit sur les données de température, afin d'apprécier le résultat de ce travail.

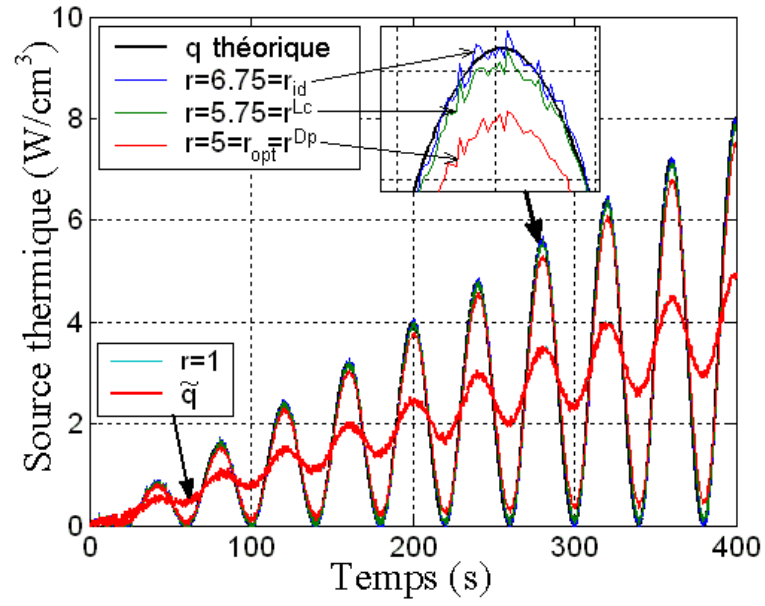


Fig. VI.9: Comparaison entre les reconstruction de la source localisée en fonction du paramètre de régularisation (Cas test 1, bruit d'écart-type $\sigma = 0.03^\circ\text{C}$)

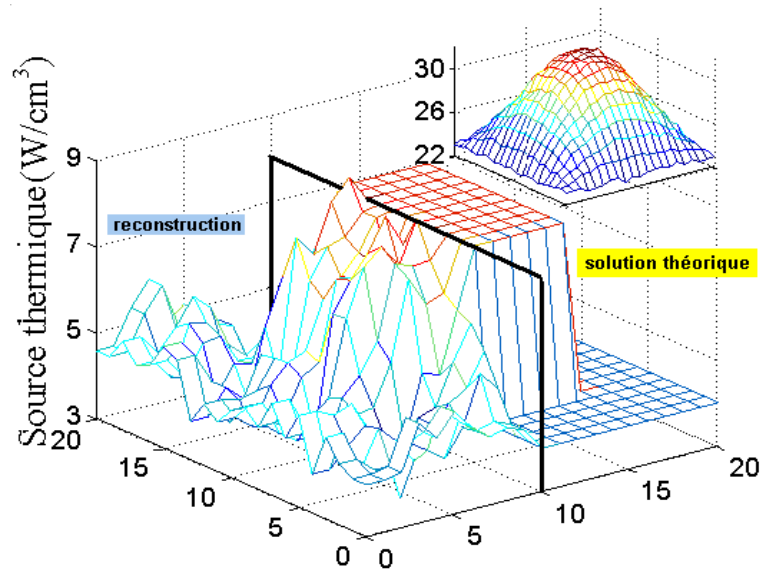


Fig. VI.10: Reconstruction de la source de chaleur à partir du champ de température bruité (en médaillon) - Cas test 1, $\sigma = 0.15^\circ\text{C}$, $t' = t'_{final} = 400\text{s}$, $r_{Lc} = 4.8$

VII

Seconde méthode : Décomposition modale

Sommaire

VII.1	Modèle d'inversion	76
VII.1.1	Transformée de Laplace et décomposition sur base orthogonale	76
VII.1.2	Définition des coefficients de Fourier	79
VII.1.3	Retour dans l'espace temporel	80
VII.1.4	Optimisation par minimisation	84
VII.2	Validation de l'algorithme	84
VII.2.1	Performances sur signaux non bruités	84
VII.2.2	Cas-test 1 : Performances sur signaux bruités	86
VII.2.3	Cas-test 1 : Procédure de régularisation	86
VII.2.4	Influence de la troncature sur les modes	88
VII.2.5	Cas-test 1 : Influence du choix de pas de temps futurs	89
VII.2.6	Cas-test 2 : Résultats	89
VII.3	Remarques de conclusion	91

Nous présentons maintenant la seconde approche développée au cours de cette thèse pour reconstruire les sources thermomécaniques. Elle appartient à la deuxième classe des méthodes vues en V.2. Dans ses grandes lignes, elle repose sur une écriture du modèle direct dans l'espace de Laplace-Fourier amenant à une solution reliant linéairement les composantes entre source et température dans l'espace transformé. Le retour dans l'espace temporel fait intervenir une intégrale de convolution sur le temps que nous traitons numériquement. L'optimisation porte sur le critère des moindres carrés et une régularisation est obtenue à la fois par troncature sur la solution et par la procédure des temps futurs de Beck [16]. Après avoir présenté le traitement mathématique du problème, nous procéderons à une analyse des résultats obtenus sur les cas tests prédéfinis en les comparant directement avec ceux issus de la précédente méthode.

VII.1 Modèle d'inversion

Rappelons l'équation aux dérivées partielles de départ :

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \Delta T - Bi \, T + q$$

avec pour condition initiale : $T = T^0$ sur Ω (VII.1)

$$\text{et pour condition aux limites : } T = T_i \text{ sur } \partial\Omega \quad (\text{VII.2})$$

et empruntons ici une technique de résolution basée sur l'utilisation des transformées intégrales.

VII.1.1 Transformée de Laplace et décomposition sur base orthogonale

La transformée de Laplace en temps est définie par :

$$\mathcal{L}\{f(x, t)\} = \bar{f}(x, p) = \int_0^\infty e^{-pt} f(t) dt \quad (\text{VII.3})$$

Appliquée à l'équation du transfert de chaleur, on est ramené (c'était le but poursuivi) à une équation aux dérivées partielles ne portant plus que sur les variables d'espace x et y .

$$p \, \bar{T} - T_0 = \Delta \bar{T} - Bi \, \bar{T} + \bar{q}$$

avec pour condition aux limites : $\bar{T} = \bar{T}_i$ sur $\partial\Omega$ (VII.4)

La condition initiale se répercute dans l'équation conformément aux propriétés de la transformée vis-à-vis de la dérivation. On procède maintenant à une transformée intégrale finie de type Fourier sur l'espace. Pour la variable x par exemple, définie sur le support $[0, L_x]$, la transformée de Fourier en sinus d'une fonction dépendant également du temps mais préalablement transformée dans l'espace de Laplace se définit par

$$\mathcal{F}_s\{\bar{f}(x, p)\} = \tilde{f}(\alpha_n, p) = \int_0^{L_x} \bar{f}(x, p) \sin \alpha_n x \, dx \quad (\text{VII.5})$$

où $\alpha_n = \frac{n\pi}{L_x}$ avec $n = 1, 2, 3, \dots$. Le retour inverse de l'espace de Fourier à l'espace de la variable réelle x s'opère par une série de Fourier.

$$\bar{f}(x, p) = \mathcal{F}_s^{-1}\{\tilde{f}(\alpha_n, p)\} = \sum_{n=1}^{\infty} \tilde{f}(\alpha_n, p) \sin \alpha_n x \quad (\text{VII.6})$$

La fonction $\bar{f}(x, p)$ est donc approximée par décomposition sur une base spectrale ou modale. La base des fonctions doit être libre c-à-d garantir l'orthogonalité des modes. Les valeurs des 'coefficients de Fourier' α_n correspondent aux valeurs propres de l'opérateur de diffusion (avec ses conditions aux limites). La base sinus est considérée ici puisque c'est la base adaptée pour intégrer les C.L. de type température imposée (idéalement nulles). Nous pouvons faire plusieurs remarques d'importance à ce stade :

1. La première concerne le traitement de l'équation VII.4. Compte tenu du caractère 2D du problème, c'est bien sûr à une double transformée intégrale finie sur les supports $[0, L_x]$ et $[0, L_y]$ qu'il faut procéder.
2. La seconde se réfère à la série infinie qu'impose en théorie l'équation VII.6. En pratique, la décomposition se fait sur un nombre fini de modes correspondant dans notre cas au nombre maximum n_{max} des valeurs discrètes de température disponibles .
3. Un nombre de modes plus faible peut être considéré soit $n < n_{max}$. Il permettra une régularisation du problème de type "mollification" sur la quasi-solution recherchée. En diminuant le nombre de modes, on diminue le nombre de degrés de liberté disponibles sur la fonction approximée, ce qui aura pour effet de la rendre moins sensible au bruit de mesure.
4. Toute autre fonction du problème sera recherchée de manière approchée par décomposition sur la même base. Il en va ainsi du champ de sources qui dans ce cas, sera également recherché sur une base de fonctions sinus. Cela pose un problème classique de 'rendu' des valeurs aux bords lorsque la fonction recherchée ne présente pas les mêmes caractéristiques aux bords que la fonction pour laquelle a été adoptée la base retenue. Cela donne lieu au phénomène dit de Gibbs se traduisant par de fortes oscillations de la fonction recherchée aux bords.

Nous envisageons donc le problème de l'approximation des variables Température et Source de Fourier par décomposition sur une base de fonctions orthogonales [51]. Compte-tenu de nos conditions de température (et de source) imposée quelconque à la frontière du domaine $\partial\Omega$, nous choisissons une base de décomposition légèrement différente de la base classique en "remplaçant" deux modes haute fréquence par un mode basse fréquence en sinus et un mode basse fréquence en cosinus afin de forcer la solution approchée à respecter les valeurs aux bords.

L'annexe C définit le prolongement associé à toute fonction f , la base sur laquelle ce prolongement est décomposé ainsi que le produit scalaire associé. Les profils de température sur les contours de $\partial\Omega$ (cf. fig. VII.1) sont décomposés comme suit :

$$\begin{aligned}
\bar{T}_1(x) &= \bar{T}_{41} \cos\left(\frac{\pi x}{2 L_x}\right) + \bar{T}_{12} \sin\left(\frac{\pi x}{2 L_x}\right) + \sum_{n=1}^{N-2} \tilde{\bar{T}}_{1n} \sin\left(\frac{n \pi x}{L_x}\right) \\
\bar{T}_2(y) &= \bar{T}_{12} \cos\left(\frac{\pi y}{2 L_y}\right) + \bar{T}_{23} \sin\left(\frac{\pi y}{2 L_y}\right) + \sum_{m=1}^{M-2} \tilde{\bar{T}}_{2m} \sin\left(\frac{m \pi y}{L_y}\right) \\
\bar{T}_3(x) &= \bar{T}_{34} \cos\left(\frac{\pi x}{2 L_x}\right) + \bar{T}_{23} \sin\left(\frac{\pi x}{2 L_x}\right) + \sum_{n=1}^{N-2} \tilde{\bar{T}}_{3n} \sin\left(\frac{n \pi x}{L_x}\right) \\
\bar{T}_4(y) &= \bar{T}_{41} \cos\left(\frac{\pi y}{2 L_y}\right) + \bar{T}_{34} \sin\left(\frac{\pi y}{2 L_y}\right) + \sum_{m=1}^{M-2} \tilde{\bar{T}}_{4m} \sin\left(\frac{m \pi y}{L_y}\right)
\end{aligned}$$

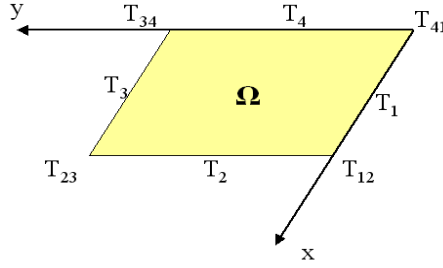


Fig. VII.1: Dénomination des conditions limites

où les températures $\bar{T}_{ij}, i = 1 \dots 4, j = 1 \dots 4$ correspondent aux températures des 4 coins du contour (dans l'espace de Laplace). De la même manière, et en posant les notations suivantes :

$$s^x = \sin\left(\frac{\pi x}{2 L_x}\right), c^x = \cos\left(\frac{\pi x}{2 L_x}\right), s^y = \sin\left(\frac{\pi y}{2 L_y}\right), c^y = \cos\left(\frac{\pi y}{2 L_y}\right), s^{nx} = \sin\left(\frac{n \pi x}{L_x}\right), s^{my} = \sin\left(\frac{m \pi y}{L_y}\right),$$

le champ de température 2D $\bar{T}(x, y)$ est décomposé selon

$$\begin{aligned}
\bar{T}(x, y) &= \bar{T}_{41} c^x c^y + \bar{T}_{12} s^x c^y + \bar{T}_{23} s^x s^y + \bar{T}_{34} c^x s^y \\
&+ \sum_{n=1}^{N-2} \tilde{\bar{T}}_{1n} s^{nx} c^y + \sum_{m=1}^{M-2} \tilde{\bar{T}}_{2m} s^{my} s^x + \sum_{n=1}^{N-2} \tilde{\bar{T}}_{3n} s^{nx} s^y + \sum_{m=1}^{M-2} \tilde{\bar{T}}_{4m} s^{my} c^x \\
&+ \bar{\tau}(x, y) \quad (\text{VII.7})
\end{aligned}$$

avec

$$\bar{\tau}(x, y) = \sum_{n=1}^{N-2} \sum_{m=1}^{M-2} \tilde{\bar{T}}_{nm} s^{nx} s^{my}$$

La famille des modes ainsi constituée, $\mathcal{B} = \{c^x c^y, s^x c^y, s^x s^y, c^x s^y, s^{nx} c^y, s^{my} s^x, s^{nx} s^y, s^{my} c^x,$

$s^{nx} s^{my}$ est complète, orthogonale et totale. Il est donc légitime de rechercher une approximation de $\bar{T}$ dans le sous-espace engendré par cet ensemble.

Notons que si l'on traite une image $\Omega \cup \partial\Omega$ constituée de $N^2 = 21 \times 21$ pixels par exemple avec $M = N$, nous aurons bien une décomposition modale sans troncature sur 4 modes de "coin" + $4 \times (N - 2)$ modes de "profil" + $(N - 2)^2$ modes "intérieurs".

VII.1.2 Définition des coefficients de Fourier

Les coefficients de Fourier apparaissant dans l'équation sont donnés par les produits scalaires soit respectivement

$$\begin{aligned}
 \tilde{T}_{1n} &= \langle \bar{T}_1(x) | s^{nx} \rangle \\
 &= \frac{1}{2 L_x} \int_{-2L_x}^{2L_x} \bar{T}_1(x) s^{nx} dx \\
 &= \frac{1}{2 L_x} \int_{-2L_x}^{2L_x} (\bar{T}_{41} c^x + \bar{T}_{12} s^x + \bar{a}_1(x)) s^{nx} dx \\
 &= \frac{1}{2 L_x} \int_{-2L_x}^{2L_x} \bar{a}_1(x) s^{nx} dx \\
 &= \frac{2}{2 L_x} \int_{-L_x}^{L_x} \bar{a}_1(x) s^{nx} dx \text{ (produit de deux fonctions 2L-périodiques)} \\
 &= \frac{2}{L_x} \int_0^{L_x} \bar{a}_1(x) s^{nx} dx \text{ (intégrale d'une fonction pair)}
 \end{aligned} \tag{VII.8}$$

pour les coefficients de Fourier associés aux profils de température sur les contours et

$$\begin{aligned}
 \tilde{T}_{nm} &= \langle \bar{T}(x, y) | s^{nx} s^{my} \rangle \\
 &= \frac{1}{4 L_x L_y} \int_{-2L_x}^{2L_x} \int_{-2L_y}^{2L_y} \bar{T}(x, y) s^{nx} s^{my} dx dy \\
 &= \frac{1}{4 L_x L_y} \int_{-2L_x}^{2L_x} \int_{-2L_y}^{2L_y} \bar{T}(x, y) s^{nx} s^{my} dx dy \\
 &= \frac{1}{L_x L_y} \int_{-L_x}^{L_x} \int_{-L_y}^{L_y} \bar{T}(x, y) s^{nx} s^{my} dx dy \\
 &= \frac{4}{L_x L_y} \int_0^{L_x} \int_0^{L_y} \bar{T}(x, y) s^{nx} s^{my} dx dy
 \end{aligned}$$

pour les coefficients de Fourier "intérieurs". On remarque que le calcul de ces coefficients est ramené à des intégrales sur le support original. Le prolongement ne sert qu'à définir un produit scalaire rendant libre $\mathcal{B}$. On est donc capable de calculer tous les coefficients de $\bar{T}$ dans la base $\mathcal{B}$.

Dans l'espace de Laplace-Fourier, en posant $\alpha_0 = \frac{\pi}{2 L_x}$, $\beta_0 = \frac{\pi}{2 L_y}$, $\alpha_n = \frac{n \pi}{L_x}$, et $\beta_m = \frac{m \pi}{L_y}$, le problème VII.1 se met grâce aux propriétés d'orthogonalités sous la forme suivante :

Pour les modes de "coins" du domaine :

$$p \bar{T}_{ij} - T_{ij}^0 = -(\alpha_0^2 + \beta_0^2) \bar{T}_{ij} - Bi \bar{T}_{ij} + \bar{q}_{ij} \quad (\text{VII.9})$$

avec $ij, (41, 12, 23, 34)$

Pour les modes de "bords" du domaine :

$$\begin{aligned} p \tilde{\tilde{T}}_{1n} - \tilde{T}_{1n}^0 &= -(\alpha_n^2 + \beta_0^2) \tilde{\tilde{T}}_{1n} - Bi \tilde{\tilde{T}}_{1n} + \tilde{\tilde{q}}_{1n} \\ p \tilde{\tilde{T}}_{2m} - \tilde{T}_{2m}^0 &= -(\alpha_0^2 + \beta_m^2) \tilde{\tilde{T}}_{2m} - Bi \tilde{\tilde{T}}_{2m} + \tilde{\tilde{q}}_{2m} \\ p \tilde{\tilde{T}}_{3n} - \tilde{T}_{3n}^0 &= -(\alpha_n^2 + \beta_0^2) \tilde{\tilde{T}}_{3n} - Bi \tilde{\tilde{T}}_{3n} + \tilde{\tilde{q}}_{3n} \\ p \tilde{\tilde{T}}_{4m} - \tilde{T}_{4m}^0 &= -(\alpha_0^2 + \beta_m^2) \tilde{\tilde{T}}_{4m} - Bi \tilde{\tilde{T}}_{4m} + \tilde{\tilde{q}}_{4m} \end{aligned} \quad (\text{VII.10})$$

Pour les modes intérieurs du domaine :

$$p \tilde{\tilde{T}}_{nm} - \tilde{T}_{nm}^0 = -(\alpha_n^2 + \beta_m^2) \tilde{\tilde{T}}_{nm} - Bi \tilde{\tilde{T}}_{nm} + \tilde{\tilde{q}}_{nm} \quad (\text{VII.11})$$

soit, en écriture généralisée écrite par convention en $\tilde{\tilde{T}}$ et avec $K_{nm} = \alpha_n^2 + \beta_m^2 + Bi$:

$$\tilde{\tilde{T}}_{nm} = \frac{\tilde{\tilde{q}}_{nm} + \tilde{T}_{nm}^0}{p + K_{nm}} \quad (\text{VII.12})$$

On obtient bien comme pour des problèmes classiques, une relation reliant directement, dans l'espace de Laplace-Fourier, les coefficients de Fourier de la température (calculables à partir des données expérimentales) et du flux (après inversion du problème). Il suffira alors de calculer

$$\bar{q} = \sum_{modes} \tilde{\tilde{q}}_{nm} \phi_{nm} \quad (\text{VII.13})$$

où ϕ_{nm} figure tous les vecteurs de la base $\mathcal{B}$.

VII.1.3 Retour dans l'espace temporel

Dans la pratique, nous ne travaillerons pas dans l'espace de Laplace. En effet, à partir de la relation VII.12, le retour dans l'espace temporel se traduit par une simple équation de convolution qui fait intervenir un noyau correspondant à une exponentielle retardée exprimée en fonction des valeurs modales α_n et β_m .

$$\tilde{\tilde{T}}_{nm}(t) = \tilde{T}_{nm}^0 \exp(-K_{nm}t) + \int_0^t \tilde{\tilde{q}}_{nm}(t') \exp(-K_{nm}(t-t')) dt' \quad (\text{VII.14})$$

Pour construire l'algorithme de résolution du problème inverse consistant à estimer $\tilde{\tilde{q}}_{nm}$ nous allons suivre la procédure recommandée par Beck [16] qui nous permettra d'opérer

une régularisation du problème grâce à la méthode des temps futurs. L'équation précédente est discrétisée numériquement selon un schéma temporel défini par le pas de temps d'acquisition des images, soit en posant $t = k \Delta t$ et $E_{nm} = \exp(-K_{nm} \Delta t)$

$$\begin{aligned}
 \tilde{T}_{nm}^k &= \tilde{T}_{nm}^0 E_{nm}^k + \sum_{i=1}^k \tilde{q}_{nm}^i \int_{(i-1)\Delta t}^{i\Delta t} \exp(-K_{nm}(k\Delta t - t')) dt' \\
 &= \tilde{T}_{nm}^0 E_{nm}^k + \sum_{i=1}^k \tilde{q}_{nm}^i \left[\frac{1}{K_{nm}} \exp(-K_{nm}(k\Delta t - t')) \right]_{(i-1)\Delta t}^{i\Delta t} \\
 &= \tilde{T}_{nm}^0 E_{nm}^k + \sum_{i=1}^k \tilde{q}_{nm}^i \frac{1}{K_{nm}} [E_{nm}^{k-i} - E_{nm}^{k-i+1}] \\
 &= \tilde{T}_{nm}^0 E_{nm}^k + \sum_{i=1}^k \tilde{q}_{nm}^i \frac{1 - E_{nm}}{K_{nm}} E_{nm}^{k-i}
 \end{aligned} \tag{VII.15}$$

Si l'on détaille le système constitué par cette équation en faisant intervenir les $M - 1$ ème premiers pas de temps et r pas de temps suivants (futurs), on obtient sous forme matricielle

$$\begin{pmatrix} \tilde{T}_{nm}^1 \\ \tilde{T}_{nm}^2 \\ \vdots \\ \tilde{T}_{nm}^{M-1} \\ \tilde{T}_{nm}^M \\ \vdots \\ \tilde{T}_{nm}^{M+r-1} \end{pmatrix} = \tilde{T}_{nm}^0 \begin{pmatrix} E_{nm} \\ E_{nm}^2 \\ \vdots \\ E_{nm}^{M-1} \\ E_{nm}^M \\ \vdots \\ E_{nm}^{M+r-1} \end{pmatrix} + \frac{1 - E_{nm}}{K_{nm}} \begin{pmatrix} 1 & 0 & \dots & \dots & \dots & \dots & \dots & 0 \\ E_{nm} & \ddots & \ddots & & & & & \vdots \\ \vdots & \ddots & \ddots & \ddots & & & & \vdots \\ E_{nm}^{M-2} & & E_{nm} & 1 & \ddots & & & \vdots \\ E_{nm}^{M-1} & \ddots & & E_{nm} & 1 & \ddots & & \vdots \\ \vdots & \ddots & \ddots & & \ddots & \ddots & \ddots & \vdots \\ \vdots & & \ddots & \ddots & & \ddots & \ddots & 0 \\ E_{nm}^{M+r-2} & \dots & \dots & E_{nm}^r & E_{nm}^{r-1} & \dots & E_{nm} & 1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \tilde{q}_{nm}^1 \\ \tilde{q}_{nm}^2 \\ \vdots \\ \tilde{q}_{nm}^{M-1} \\ \tilde{q}_{nm}^M \\ \vdots \\ \tilde{q}_{nm}^{M+r-1} \end{pmatrix} \tag{VII.16}$$

Considérons que toutes les sources ont été évaluées jusqu'à l'instant $M - 1$ et plaçons nous à l'instant M . Le principe de la méthode consiste à calculer l'évolution du "champ de température" (coefficients de Fourier) sous l'hypothèse, notée H_M , qu'à l'instant M , toutes les sources s'annulent sur les pas de temps suivants soit : $H_M \implies (\tilde{q}_{nm}^M = \tilde{q}_{nm}^{M+1} =$

$\dots = \tilde{q}_{nm}^{M+r-1} = 0$). Nous adopterons le symbole $\{\hat{T}_{nm}\}_{/H_M}$ pour désigner le vecteur des r-températures estimées sous l'hypothèse H_M .

Pour le premier pas de temps $M = 1$, nous aurons simplement la phase d'initialisation :

$$\begin{pmatrix} \hat{T}_{nm}^1 \\ \vdots \\ \hat{T}_{nm}^r \end{pmatrix}_{/H_1} = \tilde{T}_{nm}^0 \begin{pmatrix} E_{nm} \\ \vdots \\ E_{nm}^r \end{pmatrix} \quad (\text{VII.17})$$

Pour les pas de temps suivants, $M \geq 2$, nous aurons sous H_M :

$$\begin{aligned} \begin{pmatrix} \hat{T}_{nm}^M \\ \vdots \\ \hat{T}_{nm}^{M+r-1} \end{pmatrix}_{/H_M} &= \tilde{T}_{nm}^0 \begin{pmatrix} E_{nm}^M \\ \vdots \\ E_{nm}^{M+r-1} \end{pmatrix} + \\ &\quad \frac{1 - E_{nm}}{K_{nm}} \begin{pmatrix} E_{nm}^{M-1} & \dots & \dots & \dots & \dots & E_{nm} \\ \vdots & \ddots & & & \ddots & \vdots \\ \vdots & & \ddots & & \ddots & \vdots \\ E_{nm}^{M+r-2} & \dots & \dots & \dots & \dots & E_{nm}^r \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \tilde{q}_{nm}^1 \\ \vdots \\ \vdots \\ \tilde{q}_{nm}^{M-1} \end{pmatrix} \end{aligned} \quad (\text{VII.18})$$

Pour rendre possible un calcul séquentiel, indispensable par ailleurs puisqu'on ne peut envisager un traitement numérique simultané de tout le film thermographique, invoquons le pas de temps suivant $M + 1$ sous H_{M+1} :

$$\begin{aligned} \begin{pmatrix} \hat{T}_{nm}^{M+1} \\ \vdots \\ \hat{T}_{nm}^{M+r} \end{pmatrix}_{/H_{M+1}} &= \tilde{T}_{nm}^0 \begin{pmatrix} E_{nm}^{M+1} \\ \vdots \\ E_{nm}^{M+r} \end{pmatrix} \\ &\quad + \frac{1 - E_{nm}}{K_{nm}} \begin{pmatrix} E_{nm}^M & \dots & \dots & \dots & \dots & E_{nm} \\ \vdots & \ddots & & & \ddots & \vdots \\ \vdots & & \ddots & & \ddots & \vdots \\ E_{nm}^{M+r-1} & \dots & \dots & \dots & \dots & E_{nm}^r \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \tilde{q}_{nm}^1 \\ \vdots \\ \vdots \\ \tilde{q}_{nm}^M \end{pmatrix} \end{aligned}$$

En développant le membre de droite, on peut faire apparaître l'équation VII.18 et établir la

relation suivante entre les pas de temps M et $M + 1$:

$$\begin{pmatrix} \hat{T}_{nm}^{M+1} \\ \vdots \\ \hat{T}_{nm}^{M+r} \end{pmatrix}_{/H_{M+1}} = E_{nm} \begin{pmatrix} \hat{T}_{nm}^M \\ \vdots \\ \hat{T}_{nm}^{M+r-1} \end{pmatrix}_{/H_M} + \frac{1 - E_{nm}}{K_{nm}} \begin{pmatrix} E_{nm} \\ \vdots \\ E_{nm}^r \end{pmatrix} \tilde{q}_{nm}^M \quad (\text{VII.19a})$$

Au pas de temps $M - 1$, on peut donc exprimer les coefficients de Fourier des températures pour les r pas de temps futurs.

$$\begin{pmatrix} \tilde{T}_{nm}^M \\ \vdots \\ \tilde{T}_{nm}^{M+r-1} \end{pmatrix}_{/M} = \begin{pmatrix} \hat{T}_{nm}^M \\ \vdots \\ \hat{T}_{nm}^{M+r-1} \end{pmatrix}_{/H_M} + \frac{1 - E_{nm}}{K_{nm}} \begin{pmatrix} 1 & 0 & \dots & 0 \\ \vdots & \ddots & \ddots & \vdots \\ \vdots & & \ddots & 0 \\ E_{nm}^{r-1} & \dots & \dots & 1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \tilde{q}_{nm}^M \\ \vdots \\ \tilde{q}_{nm}^{M+r-1} \end{pmatrix} \quad (\text{VII.20})$$

La régularisation par la méthode des temps futurs consiste à poser l'hypothèse $\tilde{q}_{nm}^M = \dots = \tilde{q}_{nm}^{M+r-1}$ dans VII.20. En développant, on obtient les r relations suivantes,

$$\tilde{T}_{nm/M}^M = \hat{T}_{nm/H_M}^M + \frac{1 - E_{nm}}{K_{nm}} \left(\sum_{i=0}^0 E_{nm}^i \right) \tilde{q}_{nm}^M \quad (\text{VII.21a})$$

$$\tilde{T}_{nm/M}^{M+1} = \hat{T}_{nm/H_M}^{M+1} + \frac{1 - E_{nm}}{K_{nm}} \left(\sum_{i=0}^1 E_{nm}^i \right) \tilde{q}_{nm}^M \quad (\text{VII.21b})$$

$\vdots$

$$\tilde{T}_{nm/M}^{M+r-1} = \hat{T}_{nm/H_M}^{M+r-1} + \frac{1 - E_{nm}}{K_{nm}} \left(\sum_{i=0}^{r-1} E_{nm}^i \right) \tilde{q}_{nm}^M \quad (\text{VII.21c})$$

On peut simplifier ces écritures car

$$\frac{1 - E_{nm}}{K_{nm}} \left(\sum_{i=0}^{j-1} E_{nm}^i \right) = \frac{1 - E_{nm}}{K_{nm}} \frac{1 - E_{nm}^j}{1 - E_{nm}} = \frac{1 - E_{nm}^j}{K_{nm}} \quad (\text{VII.22})$$

et donc obtenir une évaluation des coefficients de Fourier $\tilde{T}_{nm/M}$ pour r pas de temps futurs qui ne dépendent que du coefficient de Fourier associé à la source au temps M .

$$\tilde{T}_{nm/M}^M = \hat{T}_{nm/H_M}^M + \frac{1 - E_{nm}}{K_{nm}} \tilde{q}_{nm}^M \quad (\text{VII.23a})$$

$$\tilde{T}_{nm/M}^{M+1} = \hat{T}_{nm/H_M}^{M+1} + \frac{1 - E_{nm}^2}{K_{nm}} \tilde{q}_{nm}^M \quad (\text{VII.23b})$$

$\vdots$

$$\tilde{T}_{nm/M}^{M+r-1} = \hat{T}_{nm/H_M}^{M+r-1} + \frac{1 - E_{nm}^r}{K_{nm}} \tilde{q}_{nm}^M \quad (\text{VII.23c})$$

Les transformées des mesures de température seront notées $\tilde{Y}_{nm}^k$. Elles doivent maintenant être rapprochées des coefficients définis ci-dessus grâce au modèle direct.

VII.1.4 Optimisation par minimisation

On définit une fonction coût de moindres-carrés S_{nm}^M ne portant que sur les r pas de temps futurs.

$$S_{nm}^M(\tilde{q}_{nm}^M) = \sum_{i=1}^r (\tilde{Y}_{nm}^{M+i-1} - \tilde{T}_{nm/H_M}^{M+i-1})^2 \quad (\text{VII.24a})$$

$$= \sum_{i=1}^r (\tilde{Y}_{nm}^{M+i-1} - \hat{T}_{nm/H_M}^{M+i-1} - \frac{1 - E_{nm}^i}{K_{nm}} \tilde{q}_{nm}^M)^2 \quad (\text{VII.24b})$$

Il s'agit de minimiser cette fonction coût par rapport à notre inconnue $\tilde{q}_{nm}^M$ du pas de temps M .

$$\frac{\partial S_{nm}^M}{\partial \tilde{q}_{nm}^M} = \sum_{i=1}^r -2 \frac{1 - E_{nm}^i}{K_{nm}} (\tilde{Y}_{nm}^{M+i-1} - \hat{T}_{nm/H_M}^{M+i-1} - \frac{1 - E_{nm}^i}{K_{nm}} \tilde{q}_{nm}^M) = 0 \quad (\text{VII.25})$$

ce qui nous permet d'obtenir en sortie d'algorithme

$$\tilde{q}_{nm}^M = \frac{\sum_{i=1}^r (\tilde{Y}_{nm}^{M+i-1} - \hat{T}_{nm/H_M}^{M+i-1}) \frac{1 - E_{nm}^i}{K_{nm}}}{\sum_{i=1}^r (\frac{1 - E_{nm}^i}{K_{nm}})^2} \quad (\text{VII.26})$$

Il s'agit donc de calculer (i) les projections sur la base $\mathcal{B}$ du champ de température expérimental pour les r pas de temps suivants l'instant $M - 1$ considéré, (ii) les valeurs de $\hat{T}_{nm/H_M}$ pour ces mêmes pas de temps en utilisant l'équation VII.18 et enfin (iii) les coefficients $\frac{1 - E_{nm}^i}{K_{nm}}$.

VII.2 Validation de l'algorithme

Ce second algorithme (noté **A2** dans la suite) est maintenant utilisé pour reconstruire les sources des deux cas-tests de référence. Seuls quelques résultats principaux seront donnés et comparés avec ceux obtenus par l'algorithme basé sur l'approche "formulation adjointe" et noté **A1**.

VII.2.1 Performances sur signaux non bruités

Dans un premier temps, nous montrons que l'algorithme **A2** fonctionne bien dans le sens où il est à même de reconstruire la source originale lorsqu'aucun bruit n'est ajouté au film thermographique simulé. La figure VII.2 permet de visualiser le rendu spatial de la reconstruction pour le cas-test 1 (**A2** au premier plan, **A1** au second plan). Nous pouvons observer que sur tous les pixels du contour $\partial\Omega$, la source reconstruite par **A2** est maintenue à 0 compte-tenu du fait qu'on impose les valeurs expérimentales au champ de température 'modèle' pour éviter tout phénomène d'oscillations de la solution approchée. L'équation VII.26 impose ce résultat. Il faut donc veiller en utilisant **A2** à ne considérer le résultat comme pertinent qu'à une certaine distance du bord de l'image (deux pixels typiquement).

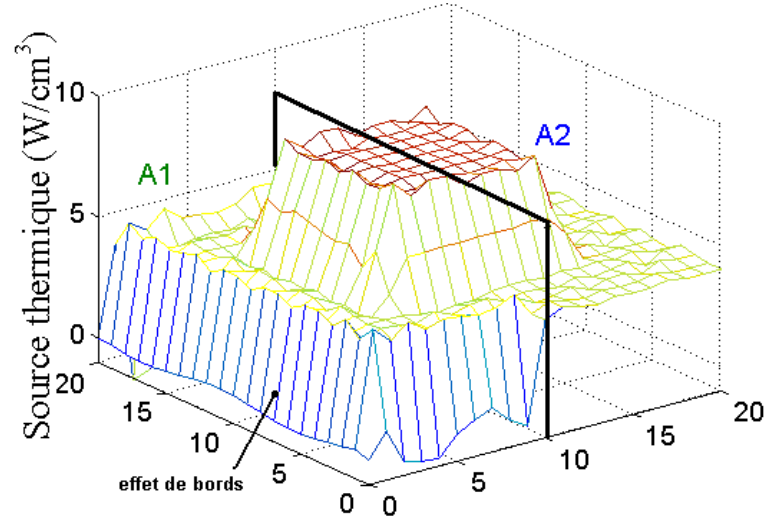


Fig. VII.2: Comparaison entre les deux méthodes de reconstruction (sans régularisation) à partir des champs de température simulés non bruités - Cas 1, $t' = t'_{final} = 400s$

La figure VII.3 montre l'évolution temporelle de la source localisée sur Ω' (et moyennée sur cette zone). Il n'est pas utile ici de confronter la reconstruction temporelle pour la source moyennée sur tout le domaine Ω . Compte-tenu du défaut de reconstruction sur les contours par **A2**, cette source moyenne suit bien le comportement imposé mais apparaît inévitablement très sous-estimée.

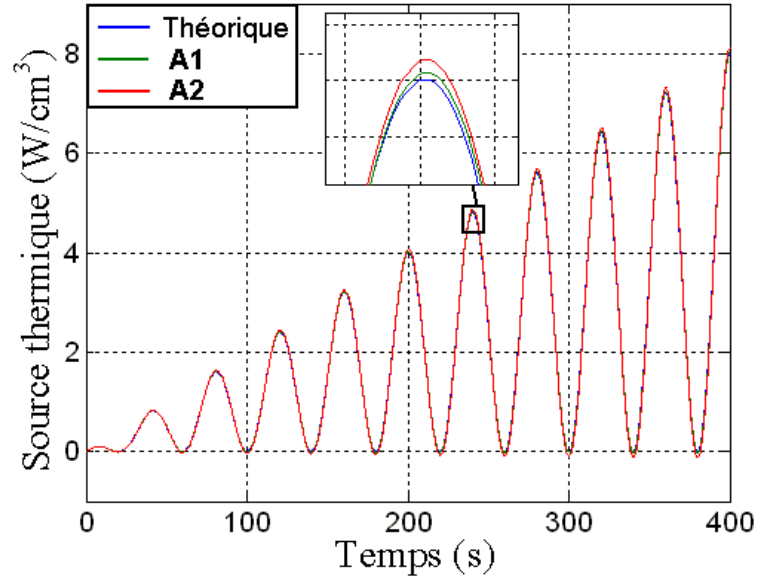


Fig. VII.3: Evolution des sources moyennes sur Ω' (sans régularisation) à partir des champs de température simulés non bruités - Cas 1

VII.2.2 Cas-test 1 : Performances sur signaux bruités

Nous considérons maintenant le cas de champs de température bruités. La figure VII.4 montre que dans le cas 1, pour un bruit de $\sigma = 0.03^\circ\text{C}$, l'algorithme **A2** (1^{er} plan) connaît les mêmes difficultés que **A1** sans procédure régularisante (2nd plan). Elle s'avère donc également indispensable pour **A2**. Ici le nombre de modes utilisés correspond exactement au nombre de pixels de l'image (21 pixels par côté). N'étant pas capable sans procédure de régularisation d'identifier une zone localisée d'activité de la source, regardons néanmoins le comportement de la source identifiée et moyennée sur tout Ω . Pour **A2**, nous éliminons une rangée de 1 pixel sur le contour de l'image. La figure VII.5 montre que les sources reconstruites par **A2** et **A1** sont quasi-identiques entre-elles et très proches de la source théorique. La différence s'explique comme précédemment par une impossibilité à reproduire un saut de source sur l'espace d'un unique pixel.

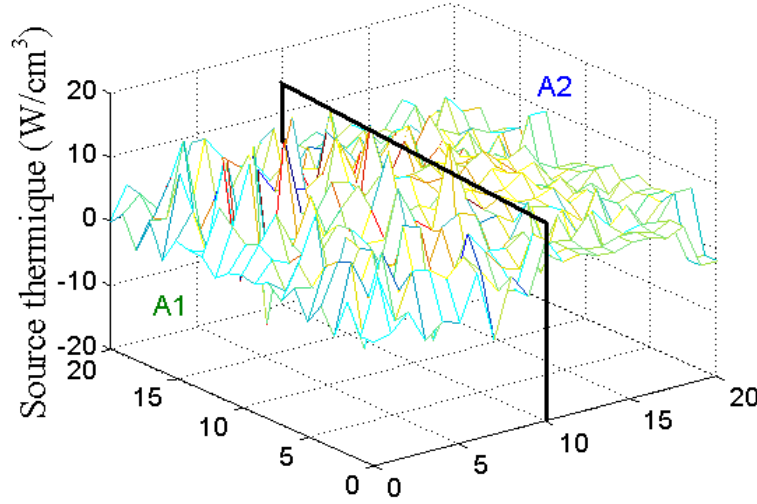


Fig. VII.4: Comparaison entre les deux méthodes de reconstruction (sans régularisation) à partir des champs de température simulés bruités ($\sigma = 0.03^\circ\text{C}$) - Cas 1, $t' = t'_{final} = 400s$

VII.2.3 Cas-test 1 : Procédure de régularisation

Une régularisation s'impose pour ce second algorithme. Deux moyens d'action simultanés sont possibles : une troncature sur le nombre de modes utilisés, en s'affranchissant des modes impliquant les plus grandes fréquences spatiales, et l'utilisation de pas de temps futurs. Un critère est requis pour définir le nombre de modes et nombre de pas de temps futurs optimaux. Il pourrait être établi selon une procédure de **L-curve**. Nous réglerons ici ces paramètres d'inversion par référence à la donnée d'entrée du problème pour comprendre leur effet sur la solution. La figure VII.6 montre le résultat de la reconstruction de la source au dernier instant du film (**A2** au 1^{er} plan, source théorique au 2nd plan). Une rangée de 1 pixel a été supprimée ici sur tout le contour pour la visualisation du résultat. La reconstruction est obtenue pour $n_t = 11$ modes et un nombre de pas de temps futurs $n_{tf} = 15$. Rappelons que le pas de temps considéré est ici de $0.2s$ pour une durée d'expérience de $400s$. 11 pas de temps futurs représentent donc à peu près 0.5% de cette durée. La qualité de la reconstruction par **A2** avec une régularisation adaptée est donc du même niveau que celle obtenue par **A1** (cf.

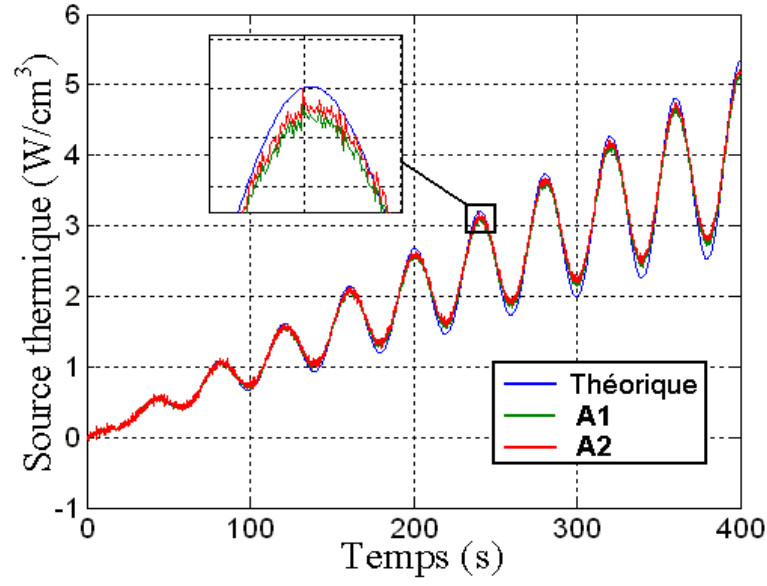


Fig. VII.5: Évolution des sources moyennes sur Ω (sans régularisation) à partir des champs de température simulés ($\sigma = 0.03^\circ C$) - Case 1

fig. VI.10) sous une régularisation $r^{Lc} = 5.75$. Si l'on regarde le comportement temporel (cf. fig. VII.7), on voit que les deux méthodes sont là encore également performantes et qu'elles donnent des résultats proches de la source théorique écart inférieur à 3%. Il s'agit ici de la source reconstruite moyennée sur la zone localisée. L'insert de la figure permet de mesurer l'effet 'lissant' de la régularisation de **A2** par rapport au bruit temporel de reconstruction mais également le léger biais qu'il induit (glissement de la courbe vers l'origine des temps). Nous allons voir que ceci résulte de la procédure des pas de temps futurs.

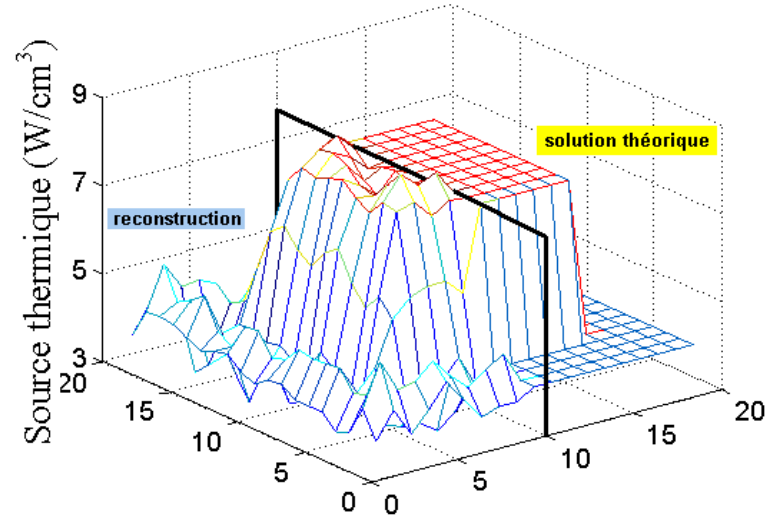


Fig. VII.6: Comparaison entre source théorique et reconstruite (algorithme **A2**, régularisation : $n_t = 11$, $n_{tf} = 15$) à partir des champs de température simulés ($\sigma = 0.03^\circ C$) - Cas 1, $t' = t'_{final} = 400s$

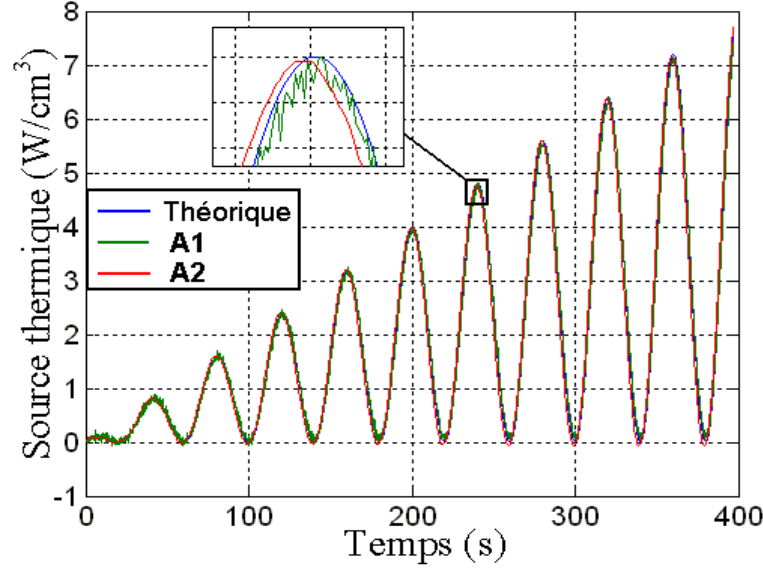


Fig. VII.7: Evolutions des sources moyennes théoriques et reconstruites (A1,A2) sur Ω'

VII.2.4 Influence de la troncature sur les modes

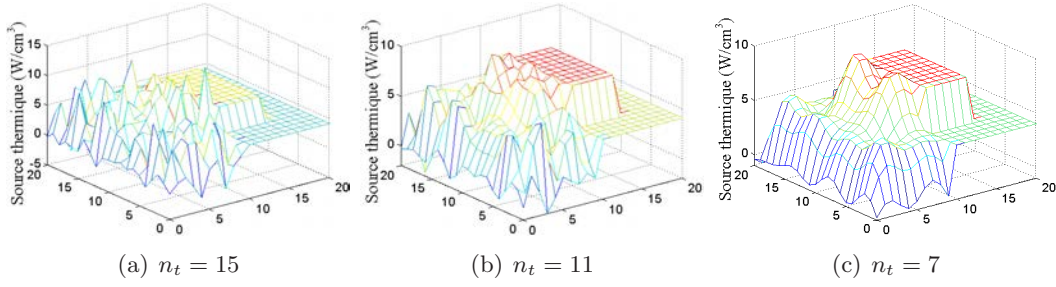


Fig. VII.8: Influence de la troncature sur la localisation Ω' de la source centrale

Nous présentons sur les trois figures suivantes (cf. fig. VII.8) les champs de source reconstruits dans le cas-test 1, par comparaison avec la source théorique pour différents seuils de troncature : $n_t = 7$, $n_t = 11$ et $n_t = 15$. La troncature sur les modes a un effet régularisant permettant de localiser la zone d'activité de la source mais un excès de troncature ($n_t = 7$) "dégrade" la solution. Fort logiquement, trop peu de modes ne permettent plus de reconstruire une forte discontinuité sur la source comme c'est le cas ici. Effet corollaire, les ondulations spatiales de la source ainsi reconstruite sont liées à une décomposition sur un nombre trop faible de fonctions sinus. Si l'on regarde maintenant l'influence de la troncature en terme d'évolution temporelle de la source reconstruite, on peut observer sur l'insert de la figure VII.9 obtenue pour $n_{tf} = 1$ qu'elle est négligeable voire nulle. La source théorique moyenne sur la zone localisée est ici comparée aux évolutions temporelles obtenues pour un nombre de modes $n_t = 19, 15, 11$ et 7 . Ce résultat n'est évidemment pas étonnant, la décomposition modale étant induite par les transformées de Fourier spatiales du champ de température, et ce quel que soit l'instant considéré.

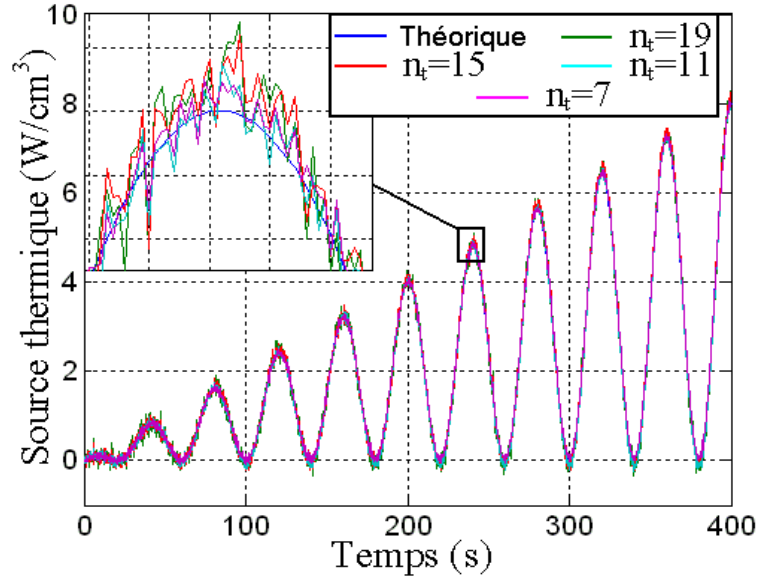


Fig. VII.9: Influence de la troncature sur la source moyenne sur Ω'

VII.2.5 Cas-test 1 : Influence du choix de pas de temps futurs

L'effet du nombre de pas de temps futurs retenus pour l'inversion a un effet régularisant sur l'évolution temporelle de la source reconstruite comme on l'a vu plus haut. Il n'a pas un impact déterminant sur la solution mais permet de lisser le signal temporel reconstruit. La figure VII.10 montre l'évolution de la source moyennée sur la zone localisée pour des pas de temps futurs de $n_{tf} = 1, 10, 15$ et 30 . L'utilisation d'un seul pas de temps futur correspond vis-à-vis de l'algorithme à ne pratiquer aucune régularisation temporelle (autrement dit, il faut au moins un pas de temps futur pour estimer une source dans un schéma temporel de discrétisation à deux pas de temps). L'introduction d'au moins 2 pas de temps futurs produit immédiatement des effets de lissage de la solution. L'insert de la figure permet de voir que l'introduction d'un nombre trop important de pas de temps futurs biaise la solution dans le sens où elle la retarde par rapport au comportement réel.

En apparence et au vu des résultats présentés, le nombre de pas de temps futurs n'a que peu d'influence sur la solution cherchée. Il semble utile uniquement pour améliorer la qualité "visuelle" de la solution. Ceci n'est toutefois pas exact. Nous avons pu vérifier que nombre de modes et nombre de pas de temps futurs sont tout de même légèrement corrélés. Quelques pas de temps futurs suffisent à produire un signal temporel lissé mais permettent également (par rapport au cas à 1 pas de temps futur) d'augmenter le nombre de modes spatial optimal d'une à deux unités. Ceci n'est pas négligeable car cela améliore du même coup la qualité de la reconstruction spatiale.

VII.2.6 Cas-test 2 : Résultats

Pour le cas-test n°2, nous donnons uniquement trois résultats sous forme de figures. Rappelons que le cas-test 2 comporte deux zones sur lesquelles se localisent deux termes sources présentant une dépendance temporelle différente (échelon et échelon-rampe). La première fi-

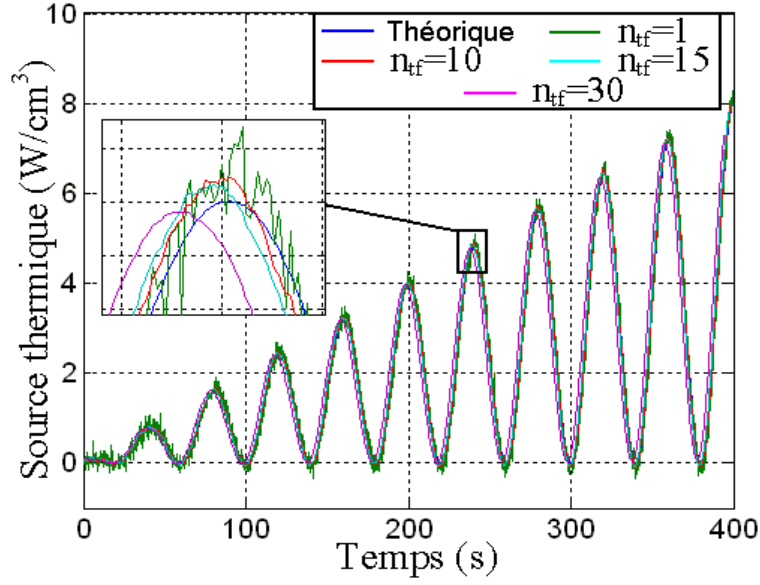


Fig. VII.10: Influence du nombre de pas de temps futur sur l'évolution temporelle de la source moyenne sur Ω'

gure VII.11 montre la bonne localisation obtenue par l'utilisation de **A2** avec une régularisation $n_t = 11$, $n_{tf} = 2$.

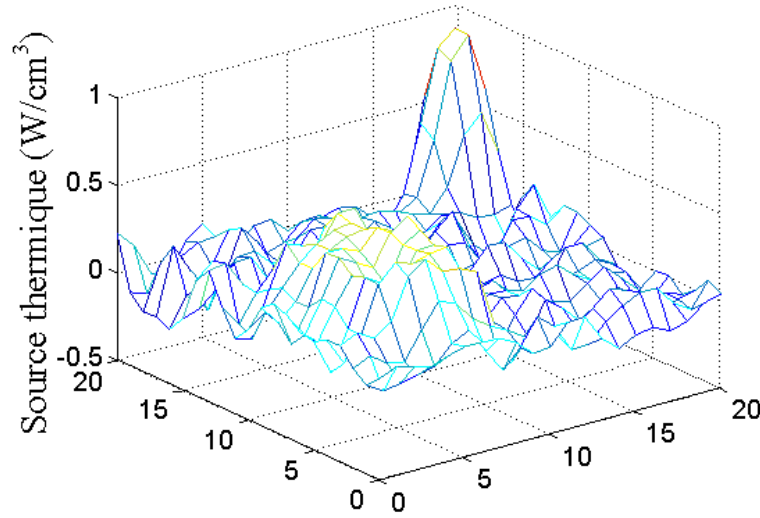


Fig. VII.11: Source reconstruite (algorithme **A2**, régularisation : $n_t = 11$, $n_{tf} = 2$) à partir des champs de température simulés ($\sigma = 0.6^\circ\text{C}$) - Cas 2, $t' = t'_{final} = 300\text{s}$

Rappelons les caractéristiques de ce cas-test : Zone d'observation Ω de 21×21 px et zones de localisation Ω'_1 et Ω'_2 de 7×11 et 4×4 pixels respectivement. Les zones à localiser sont donc de petite taille et compte-tenu de la 'perte' d'information sur les pixels de contour propre à l'algorithme **A2**, la reconstruction est ici très difficile. On peut observer sur la figure que les zones d'activité des sources sont néanmoins bien identifiées. La régularisation optimale est obtenue pour $n_t = 11$ modes soit comme dans le cas 1, un nombre de modes

$n_t > n_{max}/2$. Le pas de temps étant ici très grand (5s), une régularisation à deux pas de temps futurs représente déjà 3% de la durée totale de l'expérience, ce qui est bien plus que dans le cas 1 et donc, on l'a vu, se traduit par un léger effet de retard dans le rendu des évolutions temporelles des sources. Celles-ci sont présentées sur les figures VII.12. Ces deux figures nous montrent que ce qui est primordial dans ce cas, c'est la reconstruction spatiale. La reconstruction temporelle est correcte pour la zone Ω_1 (cf. fig. VII.12(a)) compte tenu d'une taille suffisante de la zone reconstruite pour que la valeur moyenne de la source soit suffisamment précise. Ce n'est plus le cas pour la zone Ω_2 . Cette zone compte 16 pixels mais compte tenu du fait que (i) cette zone partage deux contours avec le contour $\partial\Omega$ sur lequel, on l'a vu la reconstruction est mauvaise ('bloquée' à 0) et que (ii), il est également difficile de localiser l'interface entre Ω et Ω'_2 à 1 pixel près, la source est localisée sur 4 pixels uniquement et est donc fortement biaisée.

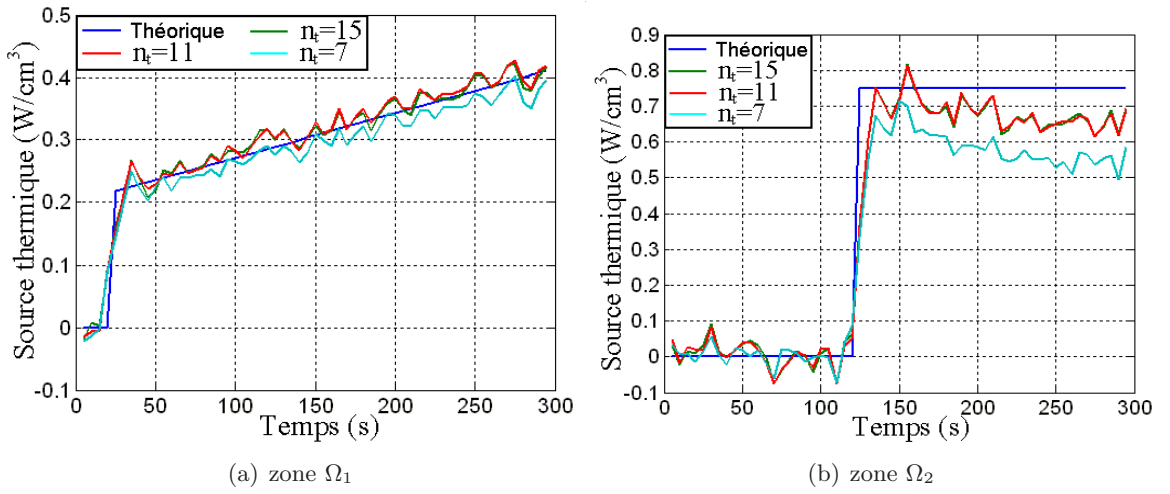


Fig. VII.12: Source moyennée sur les zones de localisation

VII.3 Remarques de conclusion

Cette seconde technique de résolution du problème inverse, bien que fondamentalement différente dans son traitement, a montré des performances identiques à la première méthode mise en œuvre au cours de cette thèse. Ceci est très rassurant et n'est pas souvent le cas dans la littérature. Quelle que soit la méthode, nous avons vu qu'il est impératif de régulariser le problème inverse. Cette régularisation est d'autant plus forte et le choix des paramètres de régularisation d'autant plus crucial que le niveau de bruit sur le signal mesuré est fort. Ces deux algorithmes vont être utilisés au chapitre suivant pour reconstruire des sources thermiques à partir de données réelles et nous définirons les modalités pratiques de mise en œuvre pour chacun d'eux. Mais nous pouvons déjà discuter de leurs différences principales.

- 1 Une première différence est d'une importance capitale s'agissant d'un problème inverse portant finalement sur du traitement d'images : le temps de calcul. L'algorithme **A2** est à cet égard beaucoup plus rapide. C'est évidemment le corollaire classique lié à un traitement plus analytique que numérique du problème mathématique. Le rapport

entre les temps d'exécution sur un même cas est de l'ordre de **25** ;

- 2** Une seconde différence (à caractère temporaire) concerne l'aspect régularisation. Avec **A1**, nous avons donné une procédure permettant de définir le coefficient de régularisation adéquat (critère de la L-Curve). Ce travail n'a pas été fait pour **A2**. Compte-tenu de la proximité des résultats entre les deux méthodes et du fait que par principe de précaution, elles ont été systématiquement mises en œuvre pour traiter les données expérimentales, nous avons ajusté empiriquement la régularisation de **A2**. Grosso modo avons adopté le principe selon lequel, quelques pas de temps futurs sont nécessaires (selon le pas d'acquisition) et qu'un nombre de modes légèrement supérieur à $n_{max}/2$ est requis pour pouvoir rendre compte d'une localisation spatiale. Néanmoins, il est indispensable de réfléchir à la définition de critères précis pour le choix du nombre de modes et de pas de temps futurs à utiliser. Ce travail reste à faire. Rien n'interdit d'utiliser le critère de la L-Curve puisque sans régularisation, nous avons vu que l'algorithme **A2** permettait de bien estimer la source moyenne sur tout le domaine. Il faudrait vérifier par simulations qu'il est effectivement pertinent. C'est un travail que nous ne manquerons pas de faire ;
- 3** Enfin, une troisième différence réside dans le fait que compte-tenu de la base de décomposition adoptée ici, il nous est impossible d'obtenir une valeur de source reconstruite correcte sur les contours de la fenêtre d'observation. Ceci n'est pas un problème si la fenêtre d'observation compte un grand nombre de pixels. Cela le devient lorsque l'on doit travailler sur des fenêtres comptant peu de pixels.

VIII

Extension des algorithmes et Traitement pratique des images expérimentales

Sommaire

VIII.1 Procédure de traitement des images	94
VIII.2 Résultats d'identification	96
VIII.2.1 Identification de sources expérimentales	96
VIII.2.2 Biais de mesure	100
VIII.2.3 Conclusion de la partie 2 : Reconstruction de sources	102

Ce chapitre vient conclure notre travail de développement d'algorithmes de reconstruction de sources thermiques 2D en passant à l'application pratique. Nous allons donc présenter le mode opératoire utilisé pour le traitement des films thermographiques obtenus devant une éprouvette de PEHD soumise à un essai de traction. Par les analyses développées aux chapitres VI et VII, nous avons pu appréhender les difficultés naturelles posées par un tel problème d'inversion et les limitations de performance auxquelles nous sommes parvenus sur des cas-tests bien définis. Nous allons voir maintenant les difficultés supplémentaires liées à la phase d'application à des situations réelles visant à reconstruire des sources thermiques d'origine thermomécaniques. Un choix différent aurait pu être fait à ce moment de la thèse qui en aurait profondément changé la nature. Nous aurions pu en effet concevoir un dispositif expérimental purement thermique, bien maîtrisé quant aux conditions opératoires, idéalisé ou optimisé du point de vue géométrique. Dans l'absolu, il est clair qu'il serait intéressant de construire une expérimentation 2D pour laquelle les conditions aux limites seraient bien maîtrisées, la zone de dissipation de source (profondeur et localisation) bien connue, le flux de chaleur dissipé mesurable (par exemple grâce à un effet Joule). . . Nous aurions alors été en mesure de tester nos algorithmes sur des images thermographiques produites par un véritable outil métrologique et jugé ainsi des sources d'incertitudes supplémentaires qui lui sont propres. Nous avons cependant fait le choix de passer directement à l'application thermomécanique et ce pour plusieurs raisons qu'il nous semble utile de donner ici. La première raison, c'est qu'à l'évidence, compte tenu des temps de réalisation, cette démarche nous aurait alors conduit à faire une thèse de thermique pure. Ce n'était pas l'objectif indiqué dans le sujet proposé et pour lequel je m'étais enthousiasmé. D'autre part, et même si la priorité devait être mise, par la force des choses, sur le développement de techniques de reconstruction de sources, l'objectif était aussi que des progrès notables soient réalisés au laboratoire sur le plan de l'expérimentation thermomécanique et qu'une modélisation thermomécanique des lois de comportement, même rudimentaire, soit mise en place pour décrire les couplages. Il semblait en effet plus urgent de se confronter dès que possible au problème réel dans son entier, afin de prendre toute la mesure de ses complexités (pas toutes bien identifiées au début de ce travail) et des perspectives qu'il ouvrirait ou non sur le plan scientifique. Une expérimentation purement thermique nous aurait sans doute confronté à des problèmes de biais de modélisation en raison des inévitables défauts de réalisation technique de l'expérience ou d'artefacts cachés. C'est après tout dans l'idée que l'on pourrait s'affranchir d'expériences réelles que le recours à la simulation numérique s'est imposé. Dès lors, après les quelques tests de validation d'usage, les plus représentatifs et réalistes possibles, pourquoi ne pas passer directement au problème réel ? Enfin, la curiosité nous aurait de toute façon poussé à vouloir examiner la nature des puissances thermiques mises en jeu lorsque l'on sollicite mécaniquement un matériau. C'est au final la manifestation tangible de l'effet physique sur lequel se sont concentrés nos efforts et l'ignorer aurait été source de frustration.

Nous allons dans un premier temps, donner les résultats bruts d'application des algorithmes et montrer leurs limites lorsque le champ de température est globalement unidirectionnel. L'application des méthodes d'inversion sur le problème 1-D conduit à de meilleurs résultats.

VIII.1 Procédure de traitement des images

Sur la figure VIII.1 ci-dessous, nous avons reproduit les images données par la caméra IR face à l'éprouvette à trois instants différents de l'histoire de chargement : instant $t = 0$ - éprouvette

non déformée, $\epsilon_{11} = 0$, instant $t = 240s$ - $\epsilon_{11} = 1.21$, instant $t = 385s$ - $\epsilon_{11} = 1.93$. Elles redonnent la configuration géométrique du problème tel que présenté schématiquement sur la figure V.2. On peut mesurer ici ce qui constitue un premier obstacle important à une bonne inversion des mesures. De part la forme très élancée des éprouvettes, un suivi du champ de température sur toute la longueur utile déformée conduit à un champ d'observation très large de la scène thermique. Bien que la caméra possède une matrice de 320×240 détecteurs, seul un faible nombre d'entre eux sera utile dans l'expérience. De plus, la fenêtre d'observation $\partial\Omega$ (zone utile pour la reconstruction de la source) doit être définie sur une zone de matière à partir de la dernière image enregistrée pour ne pas risquer de prendre en compte des pixels qui initialement correspondraient bien à des points appartenant à l'éprouvette mais ne le seraient plus ensuite du fait de la striction. Les cadres dessinés sur les images thermiques correspondent à cette situation. Cela restreint encore le nombre de pixels véritablement utiles qui correspond alors à l'ordre de grandeur utilisé pour nos inversions numériques. La zone Z_1 correspond approximativement à une région de taille 21×10 px, pour toutes les expériences. C'est la zone correspondant au V.E.R. sur lequel nos mesures de déformations vraies sont faites. Nous avons également défini les zones Z_2 et Z_3 , de formes très élancées et d'aires supérieures, qui nous permettront de pratiquer la reconstruction de sources à l'échelle de la structure 'éprouvette'. Elles nous permettront de tester les algorithmes de manière contradictoire. Pour la zone Z_1 d'étendue très restreinte, les algorithmes seront utilisés en cherchant à reconstruire la source moyenne sur cette zone soit $\widehat{\langle q \rangle}_{Z_1}$, ce qui ne nécessite pas la mise en œuvre d'une régularisation. Les zones Z_2 et Z_3 nous serviront pour traiter des zones plus larges pour lesquelles apparaissent une localisation de la source et un déplacement de cette localisation vers les lèvres de striction. Une régularisation s'impose ici et nous regarderons si nous avons bien par exemple pour Z_2 , $\langle \hat{q}_{Z_2}(x, y) \rangle_{Z_1} = \widehat{\langle q \rangle}_{Z_1}$. Le choix de la zone Z_3 est, on le comprend bien, intéressant pour tenter une reconstruction de source avec localisation. Cette zone correspond approximativement à une matrice de 237×11 px. Seul l'algorithme **A2** est capable de traiter des images aussi lourdes. C'est pour cette raison que nous avons défini la zone Z_2 d'étendue 151×11 px qui nous permet d'utiliser les algorithmes **A1** et **A2**. Dernière remarque importante relative à notre traitement, toutes les zones ont été définies symétriquement par rapport à un centrage effectué sur le maximum de température du profil longitudinal dans la phase d'écoulement plastique, avant la dissociation de la striction centrale en deux lèvres. On a ainsi la garantie que ce maximum corresponde au maximum de la source thermique qui physiquement, à ce stade du problème est localisée sur le centre de l'éprouvette.

Bien entendu, les résultats présentés ici sont issus d'une application des algorithmes qui respecte les procédures optimales d'identification mises en évidence dans les chapitres précédents (régularisation, pixels de bord non pris en compte). Nous avons également mis en œuvre les algorithmes **A1** et **A2** dans une version 1-D. Nous n'avons pas cru bon devoir présenter ces algorithmes qui sont en tous points semblables au cas 2D. Ils conduisent évidemment à des calculs plus rapides. Mentionnons également que des simulations numériques par éléments finis effectuées par Y. Meshaka [83] lors d'une précédente thèse avaient montré qu'une modélisation 1D est souvent suffisante dans le problème qui nous intéresse. Le transfert conductif n'est considéré que dans l'axe de l'éprouvette et les échanges de chaleur dans les deux autres directions sont très bien modélisés par un terme d'ailette (qui vient s'ajouter à notre terme source). Compte-tenu des nombres de Biot attendus, de l'ordre de 0.1 ou plus faibles, nous avons considéré ce terme d'échange comme nul dans les identifications faites ici.

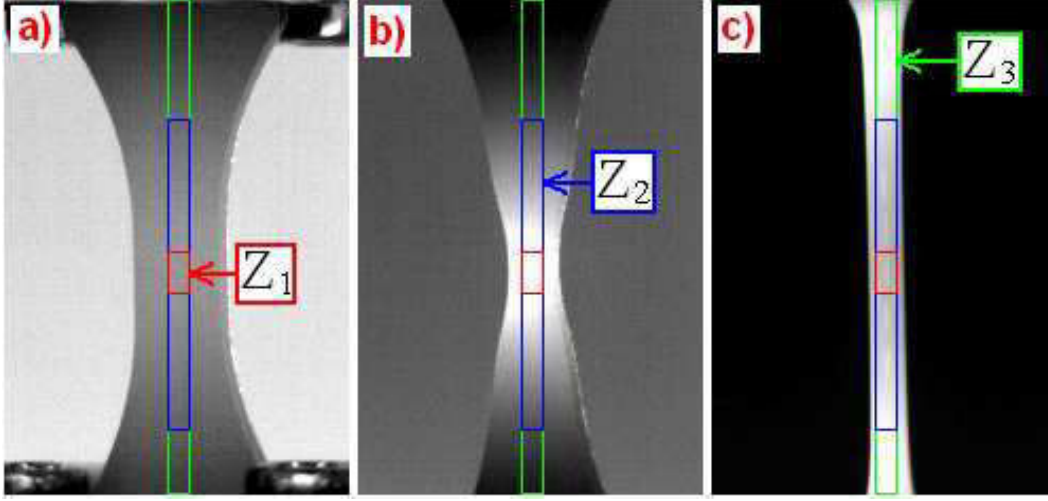


Fig. VIII.1: Description des zones Z_1 , Z_2 , et Z_3 de reconstruction de sources

VIII.2 Résultats d'identification

VIII.2.1 Identification de sources expérimentales

La figure VIII.2 donne l'évolution de la puissance thermique identifiée à l'aide des algorithmes **A1** et **A2** sur la zone Z_1 , en fonction du temps puisque l'expérience de traction (à $\dot{\epsilon}_{11} = 0.005s^{-1}$) est ici suivie d'une relaxation. Il s'agit de la source moyenne identifiée sur la zone Z_1 sans mettre en œuvre de régularisation soit $\widehat{\langle q \rangle_{Z_1}^{2D}}$, puisqu'aucune localisation n'est recherchée sur une zone aussi petite. L'exposant $2D$ ici (ou $1D$ selon les cas) rappelle que c'est bien les algorithmes dans leur version $2D$ (ou $1D$) qui sont utilisés. Nous constatons que les algorithmes donnent des résultats proches mais néanmoins différents, ce qui vient contredire les observations faites jusqu'à présent à partir de données simulées. On observe globalement le comportement attendu : source négative aux premiers instants, correspondant à l'effet thermoélastique, une forte élévation de la puissance aux fortes déformations, qui diminue drastiquement dès que la traction cesse pour passer à une sollicitation de relaxation. Mais on observe également que l'identification conduit à une puissance négative dans la phase d'écoulement plastique (on s'attend a priori à une production de chaleur du fait de l'existence, même faible, d'une dissipation) et en fin de relaxation (on s'attend à un retour à 0). Ces résultats ne corroborent donc pas une indifférence vis-à-vis de l'algorithme utilisé et donnent des résultats douteux sur le plan physique. La figure suivante VIII.3 correspond au cas d'une traction à vitesse plus importante $\dot{\epsilon}_{11} = 0.01s^{-1}$ et appelle les mêmes commentaires. On note bien cependant une puissance plus élevée en fin d'expérience de traction.

La figure VIII.4 suivante correspond aux sources moyennes identifiées sur Z_1 mais après une identification $1D$ effectuée par chacun des algorithmes (sans régularisation) soit $\widehat{\langle q \rangle_{Z_1}^{1D}}$. On observe cette fois que les deux algorithmes conduisent au même résultat. La figure suivante VIII.5 correspond au cas d'une traction plus rapide ($\dot{\epsilon}_{11} = 0.01s^{-1}$) et confirme cette indifférence vis-à-vis de l'algorithme utilisé. Concernant le contenu physique du signal pro-

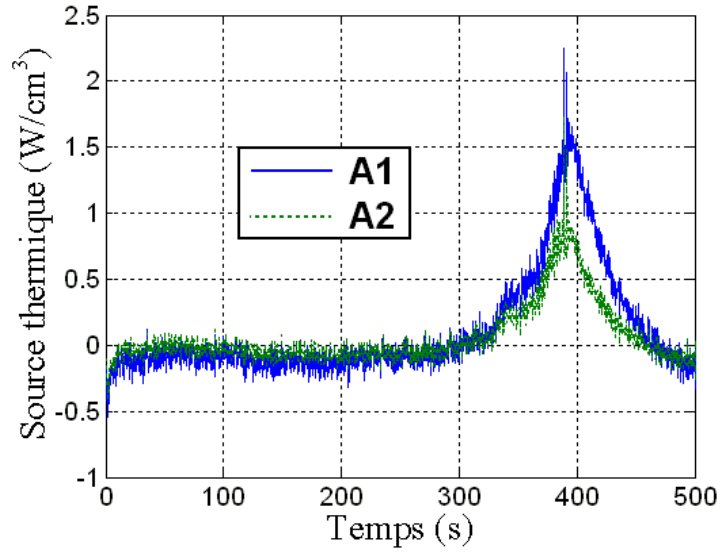


Fig. VIII.2: Identification de sources 2D par les algorithmes **A1** et **A2** sur la zone Z_1 ($\dot{\epsilon}_{11} = 0.005\text{s}^{-1}$)

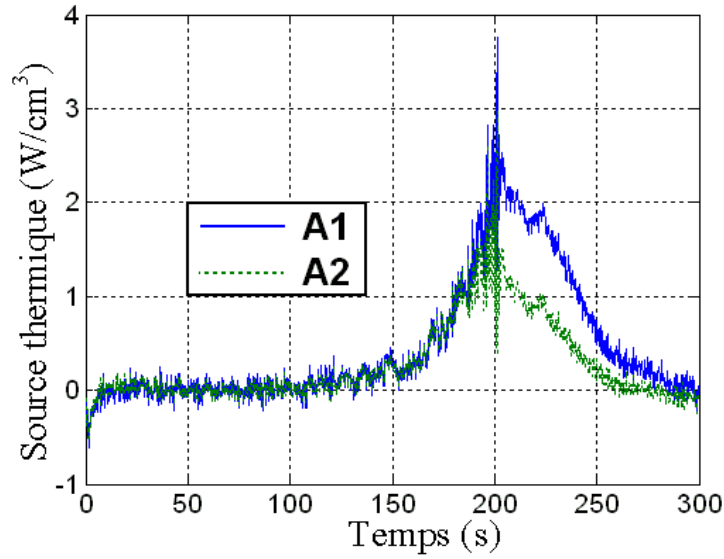


Fig. VIII.3: Identification de sources 2D par les algorithmes **A1** et **A2** sur la zone Z_1 ($\dot{\epsilon}_{11} = 0.01\text{s}^{-1}$)

duit, l'identification 1D semble également meilleure. La puissance estimée dans la phase d'écoulement plastique est bien positive. Par contre, un phénomène surprenant apparaît dans la phase de relaxation : la puissance repasse par une valeur négative avant de retourner à 0. Le retour à 0 est rassurant mais une explication doit être apportée pour expliquer ce phénomène. En conclusion, les identifications 2D et 1D sur la zone Z_1 conduisent donc à des résultats différents mais c'est uniquement dans le cas d'une identification 1D que les résultats obtenus par les deux algorithmes sont cohérents entre eux.

Nous passons maintenant à l'identification des sources sur la zone Z_3 . L'identification 2D n'est

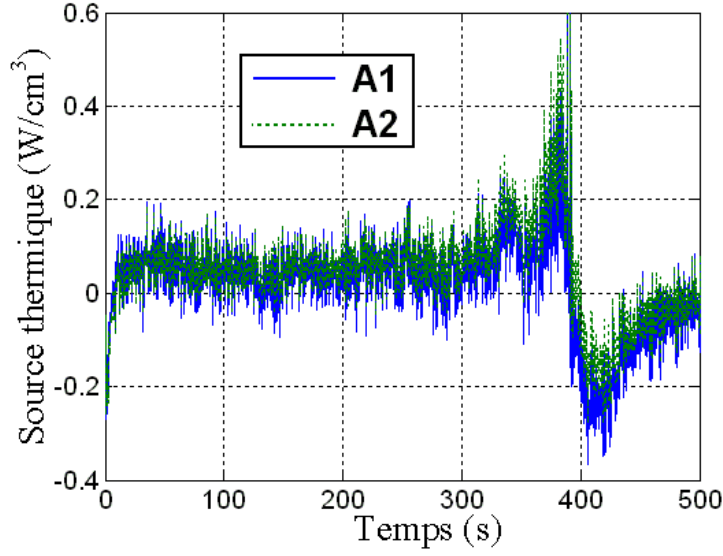


Fig. VIII.4: Identification de sources 1D par les algorithmes **A1** et **A2** sur la zone Z_1 ($\dot{\epsilon}_{11} = 0.005s^{-1}$)

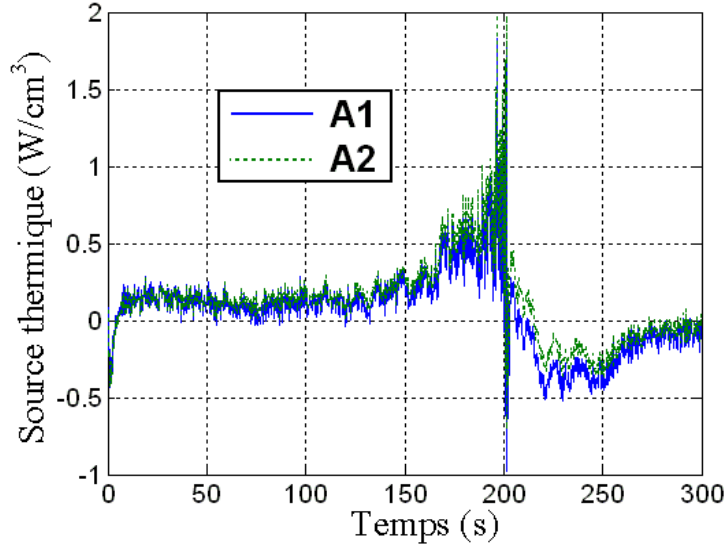


Fig. VIII.5: Identification de sources 1D par les algorithmes **A1** et **A2** sur la zone Z_1 ($\dot{\epsilon}_{11} = 0.01s^{-1}$)

possible qu'avec **A2** compte-tenu du nombre important de pixels mis en jeu (237×11). Sur cette zone, une procédure de régularisation est utilisée pour reconstruire le champ de sources ($n_t = 120$, $n_{tf} = 15$). Ensuite le champ de source identifié en tout point de la fenêtre Z_1 est moyenné pour obtenir $\langle \hat{q}_{Z_3}^{2D}(x, y) \rangle_{Z_1}$. La même opération est conduite pour les algorithmes 1D : On identifie $\hat{q}_{Z_3}^{1D}(x)$ par les deux algorithmes et on regarde ce que donne la moyenne calculée sur la zone Z_1 $\langle \hat{q}_{Z_3}^{1D}(x) \rangle_{Z_1}$. La figure [VIII.6](#) montre que les sources moyennes identifiées sur le VER (Z_1) à partir des algorithmes 1D appliqués sur la zone Z_3 conduisent au même résultat. L'effet lissant des temps futurs par **A2** est bien mis en évidence sur cette figure lorsque l'on compare les signaux de source produits par **A1** et **A2**. Par contre, l'identification 2D faite

à partir de l'algorithme **A2** ne redonne pas le même comportement de source au niveau de la zone Z_1 qui nous intéresse. L'élargissement de la zone d'observation ne conduit donc pas à faire en sorte que les algorithmes 2D fonctionnent mieux. Nous aurions pu penser cela dans la mesure où les gradients de température (et donc le phénomène conductif) sont plus importants. C'est en fait le caractère fortement 1D du champ de température de l'éprouvette qui entache l'identification d'une source avec des algorithmes 2D d'une grosse erreur.

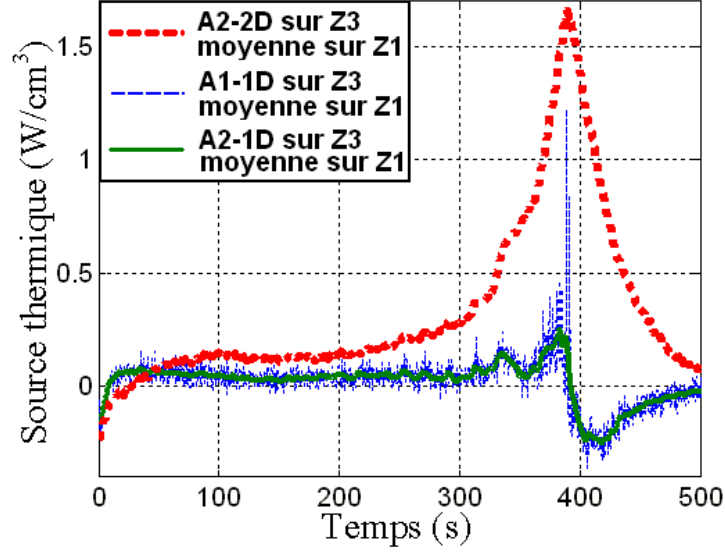


Fig. VIII.6: Identification de sources 1D et 2D sur les zones Z_1 et Z_3 ($\dot{\varepsilon}_{11} = 0.005s^{-1}$)

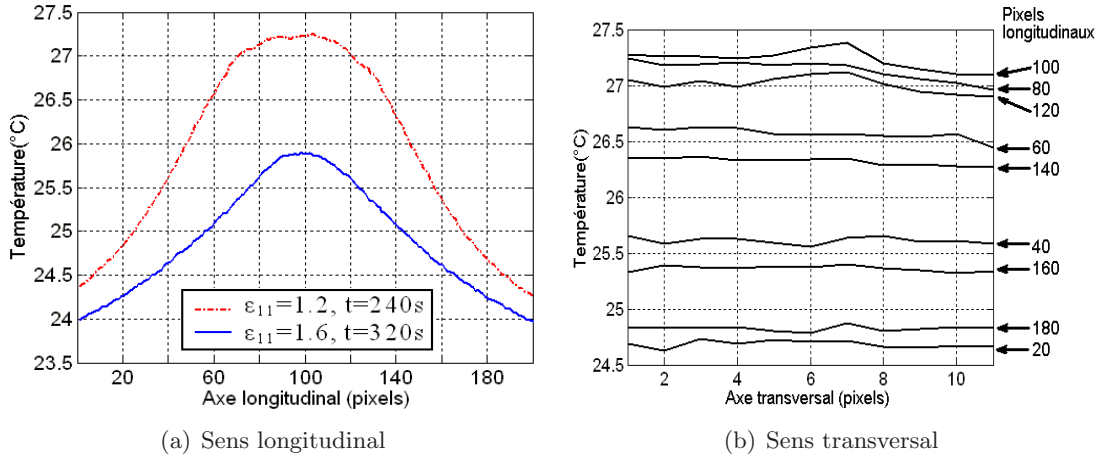


Fig. VIII.7: Profils de température (essai à $\dot{\varepsilon}_{11} = 0.005s^{-1}$)

Les figures VIII.7 montrent les profils de température obtenus dans les sens longitudinal (traction) et transversal de l'éprouvette. Il s'agit de l'essai à $\dot{\varepsilon}_{11} = 0.005s^{-1}$. Deux profils longitudinaux sont donnés pour $\varepsilon_{11} = 1.2, t = 240s$ et $\varepsilon_{11} = 1.6, t = 320s$ (cf. fig. VIII.7(a)). Pour la déformation $\varepsilon_{11} = 1.6$, neuf profils transversaux sont reportés correspondant au centre de la zone et à 2×4 profils pris symétriquement à ce centre (traits verticaux sur les

profils longitudinaux). On remarque donc des différences de température notables (de l'ordre de 3°C) sur les profils longitudinaux alors que les profils transversaux affichent des valeurs constantes (dans le bruit de mesure, fig. VIII.7(b)). Il est donc difficile de concevoir que les algorithmes 2D puissent conduire à des résultats cohérents. En considérant des profils 1D, le rapport signal/bruit est beaucoup plus en faveur d'une mise en œuvre d'algorithmes 1D d'autant qu'il peut être substantiellement amélioré en moyennant les profils de température dans le sens transverse.

Ayant vérifié qu'il est inutile de tenter d'appliquer les algorithmes 2D dans le cas d'espèce, nous pouvons maintenant vérifier la consistance des résultats obtenus quelle que soit la zone d'observation définie. Sur la figure VIII.8, on peut vérifier que l'on a bien

$$\langle \hat{q}_{Z_3}^{1D}(x) \rangle_{Z_1} = \langle \hat{q}_{Z_2}^{1D}(x) \rangle_{Z_1} = \widehat{\langle q \rangle}_{Z_1} \quad (\text{VIII.1})$$

Indépendamment des algorithmes utilisés, les sources locales identifiées sur Z_2 et Z_3 puis moyennées sur Z_1 redonnent la source moyenne directement estimée sur Z_1 .

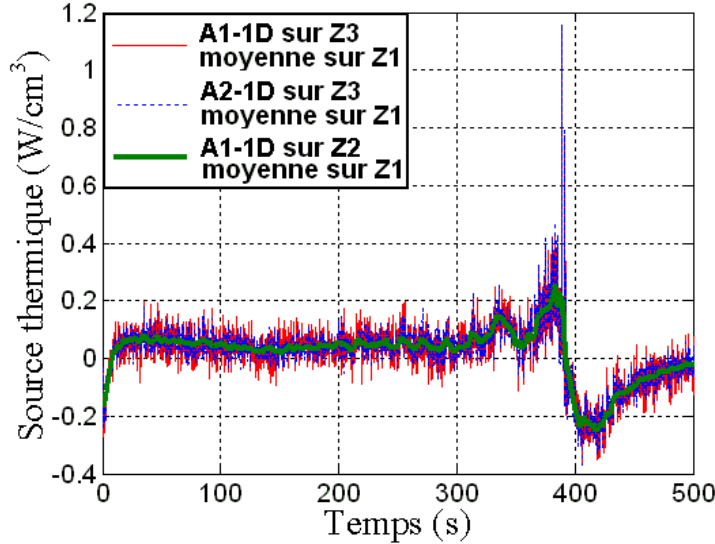


Fig. VIII.8: Comparaison des sources identifiées sur Z_1 par application de l'algorithme 1D sur les zones Z_1 , Z_2 et Z_3

VIII.2.2 Biais de mesure

Nous évoquons ici succinctement les différentes sources possibles de biais de mesure résultant d'effets 'parasites' non pris en compte par le modèle et qu'il conviendrait sans doute d'étudier de près.

- Le phénomène d'advection de chaleur n'a pas été pris en compte dans ce travail. S'agissant de l'algorithme **A1**, cet effet peut facilement être pris en compte au niveau de la discrétisation de l'équation de la chaleur. Le travail a d'ailleurs été fait dans le cas de l'algorithme 1D. Les temps de calcul deviennent alors beaucoup plus long puisque la matrice d'état (cf. eq. VI.5) ou la matrice M (cf. eq. VI.11) doivent être recalculées à chaque itération. Il est néanmoins possible de simuler numériquement le problème, sur un domaine fixe pour les vitesses typiques de nos essais et de procéder à des identifications

des sources en négligeant ou en intégrant cette contribution. Mais pour que le calcul soit réaliste, il convient de modéliser le comportement réel d'une éprouvette qui prenne en compte le phénomène de striction. Ceci ne peut se faire que par un calcul éléments finis en grandes transformations qui nécessite donc l'introduction d'une loi de comportement qui soit également réaliste. Ce travail est donc de grande ampleur.

- Nous avons toujours supposé que les propriétés thermophysiques du matériau (conductivité, chaleur spécifique) restaient constantes durant l'essai. Or le matériau voit sa structure profondément modifiée et cette hypothèse peut devenir grossière. Il serait donc utile de pratiquer des mesures à différents niveaux de déformations. Pratiquement, cela pose un problème technique : déformer une plaque de dimensions suffisamment grandes pour y prélever les échantillons de taille appropriée pour les dispositifs thermophysiques.
- Un phénomène parasite peut exister au niveau des transferts de chaleur. Un transfert peut se faire par conduction dans l'air, dans le sens longitudinal de la plaque (en parallèle avec le transport conductif dans l'échantillon). Cet argument plaide en faveur de la réalisation d'une expérience avec source volumique implantée dans un échantillon test, de manière à vérifier si ce phénomène peut avoir une influence notable.

Par ailleurs, ce transport conductif dans l'air peut être pris en compte simplement en modifiant le coefficient d'échange

$$h = h_{conv} + \lambda_{air} \sqrt{\left(\frac{n\pi}{L_x}\right)^2 + \frac{\rho}{a_{air}} + \left(\frac{m\pi}{L_y}\right)^2} \quad (\text{VIII.2})$$

et ceci pourrait être vérifié par simulations.

Cet effet avait été montré important au LEMTA pour des mesures de diffusivité dans le plan, lorsqu'un flux excitateur est imposé localement sur la surface avant de l'éprouvette. Ici le problème est différent. La source volumique est générée partout dans la matière et la chaleur est transférée par conduction vers les surfaces. Ce n'est qu'ensuite que le phénomène d'échange "parasite" la mesure. Il est vraisemblable de penser que cet effet n'a que peu d'influence dans notre situation.

- Enfin, nous souhaitons mentionner un point qui a retenu notre attention. Notre plate-forme métrologique, on l'a vu, combine les mesures infrarouges avec des mesures de diffusion de lumière pour accéder in-situ à la mesure de variables caractérisant les altérations de la microstructure. Dans ces conditions, il n'était pas envisageable de déposer une fine couche de peinture fortement absorbante (émissive) sur notre éprouvette, comme c'est l'usage dans les expériences de métrologie thermique. Or nous avons pu remarquer qu'aux grandes déformations, les marqueurs inscrits sur l'éprouvette en face avant pour l'extensométrie vidéo deviennent visibles par transparence sur les images thermiques. Ceci intervient uniquement aux grandes déformations comme on peut le deviner sur l'image *c* de la figure VIII.1. Nous avons donc voulu voir si cela amenait un biais de mesure dans la reconstruction. Pour cela nous avons pratiqué des essais sur éprouvettes peintes en noir. Les sources obtenues avec une éprouvette peinte et non peinte pour un essai à même vitesse sont reportées sur la figure VIII.9. Les signaux ne semblent décalés dans le temps que parce qu'il n'a pas été possible de reproduire exactement le même essai (déclenchement de la relaxation au même instant). Le signal aux fortes déformations est également difficile à reproduire en raison des instabilités produites par l'extensométrie vidéo quand les taches deviennent fortement étirées (altération physique qui perturbe la recherche des barycentres). Néanmoins on ne peut observer de biais patent. La source reconstruite pour l'éprouvette peinte semble correspondre au signal moyen de la source (bruitée) reconstruite pour l'éprouvette non

peinte. On observe que la peinture noire a pour effet de diminuer le bruit sur le signal de température et qu'il s'ensuit fort logiquement une reconstruction de source par inversion de mesures de meilleure qualité.

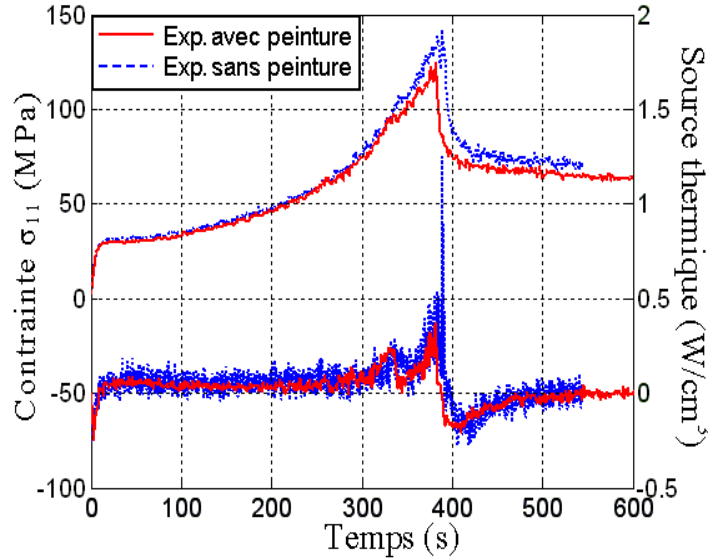


Fig. VIII.9: Sources reconstruites à partir de mesures sur éprouvette peinte en noir et éprouvette non peinte

VIII.2.3 Conclusion de la partie 2 : Reconstruction de sources

En conclusion de cette seconde partie du manuscrit, les points à retenir nous semblent être les suivants :

- Le problème 'technique' de reconstruction de sources à partir d'images 2D de champs de température a été traité et ce par deux stratégies d'inversion radicalement différentes. Des tests de validation ont été menés à partir de données synthétiques obtenues par simulation numérique de cas-tests. La précision et la robustesse de la procédure d'identification des sources ont été jugées sur les aspects de reconstruction spatiale et temporelle. Les deux méthodes donnent des résultats satisfaisants et ont montré des aptitudes semblables lorsqu'une régularisation adaptée est mise en place. Le second algorithme basé sur la décomposition modale s'avère très rapide mais nécessite qu'un critère de régularisation puisse être défini par une procédure claire, ce qui constitue un premier prolongement indispensable de ce travail.
- L'application des algorithmes au cas réel fait surgir de nouveaux problèmes, en particulier celui de l'erreur de reconstruction produite par un traitement d'inversion 2D sur des champs de température essentiellement 1D. Pour l'heure, c'est par l'utilisation conjointe des deux algorithmes (réduits au transfert 1D), par une connaissance empirique de leur fonctionnement propre, par la multiplication des procédures de dépouillement que nous pouvons produire des résultats que nous considérons comme corrects. Mais la marge d'incertitude est importante et nous sommes encore loin d'une utilisation en 'aveugle' d'un algorithme suffisamment robuste. Les biais expérimentaux n'ont pas tous été analysés qui, compte tenu des faibles niveaux de puissance mise en jeu, peuvent avoir une influence ra-

- pidement non négligeable. Il est indispensable de bien juger de l'importance de tous ces phénomènes séparément. Néanmoins, nous sommes capables de mettre en évidence les effets de la localisation sur des signaux expérimentaux, ce qui n'a jamais été reporté dans la littérature à notre connaissance. La figure VIII.10 montre le profil de source reconstruit sur toute l'éprouvette en fonction du temps. On observe bien l'effet de la localisation des mécanismes thermomécaniques, dans les lèvres de striction et ce, aux fortes déformations.
- Actuellement, compte tenu du niveau de précision atteint par la reconstruction, les effets thermiques associés à la déformation du polymère étudié ne sont identifiables que dans une faible plage de vitesses de déformation. C'est à partir d'une vitesse $\epsilon_{11} = 0.005s^{-1}$ que l'on peut commencer à quantifier raisonnablement les effets thermiques. A partir d'une vitesse de $\epsilon_{11} = 0.02s^{-1}$, il semblerait que notre modèle d'inversion doive être modifié pour prendre en compte le phénomène de transport de chaleur par advection de matière. C'est assurément le second prolongement nécessaire à ce travail. Il devra reposer sur une mesure de vitesse locale de déplacement de la matière et s'accompagnera sans doute de nouvelles difficultés face à l'inversion.
 - Notre travail avait aussi comme objectif de mesurer si une procédure de reconstruction de sources menée le plus proprement possible se justifiait sur le plan pratique. Autrement dit est-il si évident, compte-tenu de la présence inévitable d'erreurs de reconstruction, que ce calcul corrige substantiellement les effets de conduction dans l'échantillon comparé au simple calcul de la puissance stockée dans l'éprouvette (terme en $\rho C\dot{T}$). Si l'on se concentre uniquement sur la zone Z1 (VER), force est de reconnaître au vu de la figure VIII.11 que la réponse est négative. Si correction il y a, celle-ci semble marginale. Néanmoins, remarquons que l'évolution de $\rho C\dot{T}$ conduit à une source nulle dans la phase d'écoulement plastique ($t \approx 200s$). Ceci n'est physiquement pas acceptable et la source reconstruite en prenant en compte le transfert conductif nous donne bien une source non nulle, bien visible même si le signal de reconstruction est fort bruité. Il reste vrai que pour des essais relativement lents, les puissances thermomécaniques mises en jeu sont relativement faibles et bien qu'elles s'expriment sur des constantes de temps faibles (réglées par la vitesse de sollicitation), la faible conductivité thermique du matériau polymère fait que tout se passe comme si l'on n'était pas loin du cas adiabatique. Néanmoins, un traitement simpliste des échanges de chaleur (conductif et convectif) à l'échelle de la zone Z1, sous forme d'un terme correctif linéaire au premier ordre du type $(\theta - \theta_{amb})/\tau$ a été essayé et ne produit pas de résultats pertinents. Ils conduisent à une estimation irréaliste de la constante de temps de fuites τ . Par contre, la mise en œuvre des algorithmes à l'échelle des zones Z2 et Z3 est bien sûr inévitable pour produire un résultat correct et légitime notre travail. On peut cependant imaginer que des mesures faites sur la zone Z1 avec une caméra équipée d'un objectif macro, permettent d'obtenir des estimations plus précises de la température moyenne sur cette zone (ou sur une zone encore plus petite) et offre par la mesure de $\rho C\dot{T}$ à un accès plus direct aux sources thermomécaniques recherchées. Ce point reste à vérifier. Pour finir sur ce point, nous pouvons justifier, au moins par les équations, l'évolution de la puissance thermomécanique pendant la phase de relaxation. Le refroidissement brutal de l'éprouvette au moment de l'arrêt de la traction provoque bien (si on l'identifie directement aux sources) une plongée vers des valeurs négatives puis après passage par un extremum, un retour à une valeur nulle (température n'évoluant plus). Cet effet n'est pas attribuable aux échanges de chaleur (conductifs et convectifs). De sorte qu'il s'agit bien là d'une manifestation due aux couplages thermomécaniques que nous tenterons d'éclaircir au chapitre X.

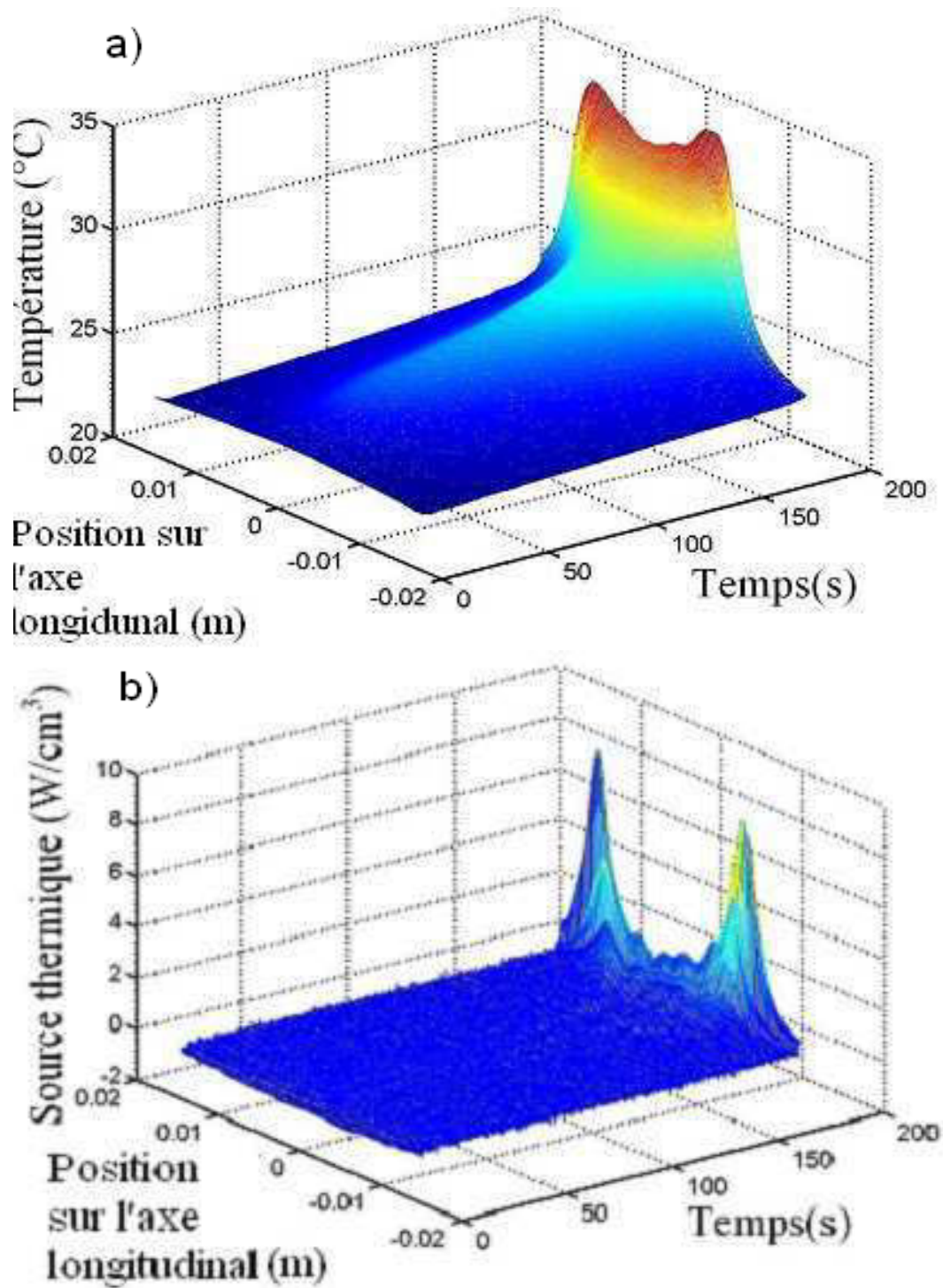


Fig. VIII.10: a) Profil de température au cours du temps (essai à $\epsilon_{11} = 0.01$),
b) Source reconstruite sur la zone Z_3 en fonction du temps par une méthode 1D

- S'agissant des pistes de recherche à venir, nous pensons qu'une méthode de résolution du problème basée sur une décomposition modale est très prometteuse. Mais des résultats plus

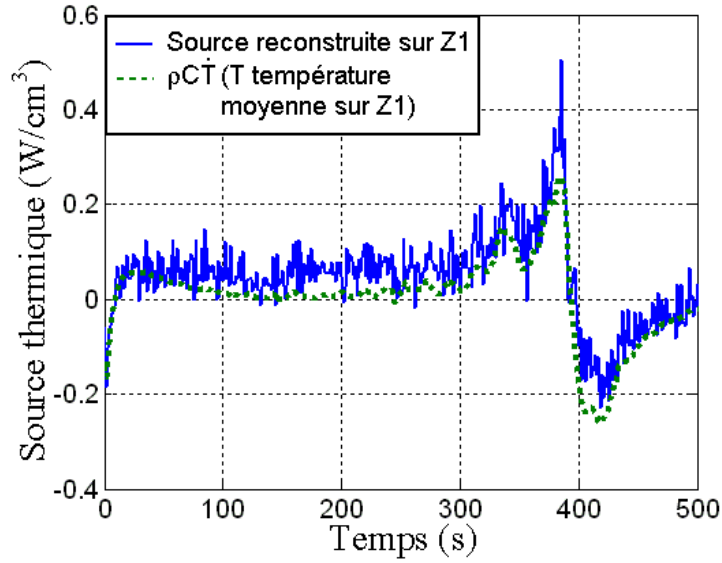


Fig. VIII.11: Comparaison des sources identifiées sur Z1 et du terme d'accumulation $\rho C \dot{T}$ - Essai à $\dot{\epsilon}_{11} = 0.005 \text{ s}^{-1}$

probants ne seront atteints que par un raffinement de la méthode. Celui-ci existe. Il consisterait à décomposer nos fonctions sur la base dite des 'modes de branche', une approche que l'on doit en thermique aux travaux d'Alain Neveu au Laboratoire de Mécanique et d'Energétique d'Evry. Cette méthode est plus générale dans la mesure où elle propose une base de décomposition plus pertinente. Les modes et valeurs modales, dans ces approches, sont conditionnées par l'opérateur aux valeurs propres à résoudre. Généralement en thermique, seules les conditions de température ou de flux imposé sont considérées conduisant à décomposer les fonctions sur des bases de fonctions circulaires. En traitant de conditions aux limites généralisées (condition de Steklov), combinant températures et flux conductifs aux limites du domaine dans une relation linéaire, une base de modes plus efficace et plus représentative de la physique peut être mise en évidence. Elle produit des modes combinant fonctions circulaires et hyperboliques que l'on peut trier en modes 'surfiques' et modes 'volumiques' rendant l'approximation des champs aussi précise aux bords qu'à l'intérieur du domaine. Suite à de nombreuses années de développement [92], des outils existent pour réduire le modèle 'au mieux' à l'aide de critères objectifs (technique d'amalgame modale). L'aspect régularisation de l'approche inverse est donc géré par la méthode. Pendant cette thèse, des échanges ont eu lieu avec le professeur A. Neveu afin de se familiariser avec l'approche. Nous avons envisagé de mettre en œuvre cette troisième approche au cours de notre thèse, persuadé de son potentiel pour traiter notre problème (elle peut de plus traiter le cas de l'advection). Mais le temps a manqué, en raison de la multiplicité des objectifs que nous nous étions fixé et rappelés en introduction à ce chapitre. Il nous paraît essentiel que les travaux de développement futurs soient maintenant axés sur cette méthode.

Troisième partie

Modélisation thermodynamique

IX

Formalisme DNLR et lois d'évolution des variables d'état

Sommaire

IX.1	Un retour sur la thermodynamique de Gibbs généralisée aux milieux hors équilibre : de Gibbs à De Donder et ... aux transferts, et ... à la structure DNLR des lois de comportement . .	110
IX.1.1	Quelques mots sur la thermodynamique de Gibbs	110
IX.1.2	Quelques mots sur la généralisation de De Donder et son extension aux lois d'état dissipatives	116
IX.1.3	Quelques mots sur une extension aux phénomènes de transports . .	119
IX.1.4	Place des première et deuxième lois de la thermodynamique dans ce contexte axiomatique du traitement de l'irréversibilité	120
IX.1.5	Flux et production d'entropie	121
IX.1.6	Quelques mots sur le traitement DNLR des lois d'état avec dissipation intrinsèque	122
IX.1.7	Sur la forme des équations d'état modales en thermomécanique avec dissipation intrinsèque	132
IX.1.8	Bilan d'entropie et formulation des sources thermiques	134
IX.2	Mise en œuvre pratique pour le signal mécanique	136

L'objet de ce chapitre touche à la modélisation des lois de comportement, c'est à dire à la description de l'évolution des lois d'état sous l'effet de sollicitations imposées. Il s'agit bien entendu de rendre compte du rôle de l'histoire de chargement sur la réponse observée.

Le point de vue adopté est celui de la physique macroscopique : comment “prévoir/rendre compte” des observations expérimentales macroscopiques, engendrées par des sollicitations imposées aux mêmes échelles ? Concrètement en thermomécanique des matériaux l'échelle est celle du VER (Volume Élémentaire Représentatif) pour lequel on peut définir les variables de contrôle du potentiel énergie interne par les moyennes¹ $\langle s \rangle = s = -k_B \sum_i f^i \ln f^i$, $\langle v \rangle = v = \sum_i f^i v^i$ et $\langle m_k \rangle = m_k = \sum_i f^i m_k^i$, où s , v et m_k sont respectivement les densités d'entropie, de volume et de masse des constituants k (de manière alternative, on peut utiliser le nombre de constituants $\langle n_k \rangle = n_k = \sum_i f^i n_k^i$ en lieu et place de leur masse), alors que f^i est la probabilité de rencontrer le microétat i de l'espace des phases et, où k_B est la constante universelle de Boltzmann.

Nous avons choisi de puiser la réponse dans le travail de Gibbs [54, 55], tel que l'a généralisé De Donder [38, 39] pour les systèmes en cours de réactions internes, donc hors équilibres, en suivant une démarche engagée par le Groupe de Mécanique des Solides Déformables au LEMTA depuis une quinzaine d'années.

IX.1 Un retour sur la thermodynamique de Gibbs généralisée aux milieux hors équilibre : de Gibbs à De Donder et ... aux transferts, et ... à la structure DNLR des lois de comportement

IX.1.1 Quelques mots sur la thermodynamique de Gibbs

De la relation fondamentale d'Euler aux formes différentielles de Gibbs et de Gibbs-Duhem

Le travail de thermodynamicien de Gibbs était consacré à la formalisation de la thermodynamique de l'équilibre, en toute généralité. Sa contribution déterminante a porté d'une part (i) sur la phénoménologie, donc sur l'étude des comportements observés à l'échelle macroscopique, en ouvrant notamment le formalisme à d'autres coordonnées de travail indépendantes que le volume, et en particulier aux masses des constituants M_k (où de manière alternative à leur nombre N_k), ce qui l'a conduit à introduire le concept de potentiel chimique massique μ_{M_k} (ou de manière alternative le potentiel chimique atomique $\mu_{N_k} = \mu_k$) lui permettant d'aborder les systèmes ouverts et d'autre part (ii) sur une interprétation statistique des lois obtenues, en particulier de la relation qui synthétise la thermodynamique qu'il a appelée **relation fondamentale d'Euler**, en référence aux propriétés d'extensité, et qui s'écrit pour

¹en physique statistique, on montre que les moyennes thermodynamiques sont tellement “piquées” qu'elles se confondent naturellement avec leur valeur centrale, ce qui justifie l'écriture $\langle y \rangle = y$.

un fluide :

$$U(S, V, M_k) = \frac{\partial U}{\partial S} S + \frac{\partial U}{\partial V} V + \sum_k \frac{\partial U}{\partial M_k} M_k \quad (\text{IX.1a})$$

ou encore de manière alternative

$$U(S, V, N_k) = \frac{\partial U}{\partial S} S + \frac{\partial U}{\partial V} V + \sum_k \frac{\partial U}{\partial N_k} N_k \quad (\text{IX.1b})$$

Les dérivées partielles de l'énergie interne U définissent les intensités, duales des extensités entropie S , volume V et masse M_k (ou nombre N_k) des constituants k qui, lorsqu'elles contrôlent l'énergie interne, lui confèrent le statut de potentiel : ce sont in fine ces variables duales qui s'adaptent pour optimiser l'énergie selon la **relation** différentielle dite **de Gibbs** :

$$dU(S, V, N_k) = \frac{\partial U}{\partial S} dS + \frac{\partial U}{\partial V} dV + \sum_k \frac{\partial U}{\partial N_k} dN_k \quad (\text{IX.2a})$$

Cette dernière relation lie entre elles les réponses macroscopiques $(\frac{\partial U}{\partial S}, \frac{\partial U}{\partial V}, \frac{\partial U}{\partial N_k})$ dont la dépendance avec (S, V, N_k) constitue les équations d'état issues de $U(S, V, N_k)$.

Les propriétés d'homogénéité de la relation fondamentale d'Euler imposent une contrainte sur les variations des dérivées partielles qui sont liées par la **relation de Gibbs-Duhem** :

$$0 = S d\frac{\partial U}{\partial S} + V d\frac{\partial U}{\partial V} + \sum_k N_k d\frac{\partial U}{\partial N_k} \quad (\text{IX.3a})$$

En conséquence, on peut noter avec Tisza, que le nombre d'intensités indépendantes est inférieur de une unité à celui des extensités duales.

Quoiqu'il en soit, avec ces deux relations différentielles prises simultanément, on dispose du même contenu thermodynamique qu'avec la forme intégrale d'Euler dont elles dérivent.

La longue histoire de la thermodynamique a attribué des noms à ces dérivées partielles, ce sont respectivement la température T , la pression P (ou la contrainte $\underline{\sigma}$) et le potentiel chimique "atomique" μ_k des constituants k :

$$\frac{\partial U(S, V, N_k)}{\partial S} = T(S, V, N_k) \quad (\text{IX.4a})$$

$$\frac{\partial U(S, V, N_k)}{\partial V} = -P(S, V, N_k) \text{ [ou } = \underline{\sigma}(S, V, N_k) \text{ pour les solides]} \quad (\text{IX.4b})$$

$$\frac{\partial U(S, V, N_k)}{\partial N_k} = \mu_k(S, V, N_k) \quad (\text{IX.4c})$$

Cette définition des intensités constitue en fait la *définition formelle de toutes les lois d'états que l'on peut construire à partir du potentiel énergie interne*; pour la définition de la contrainte, connaître sa dépendance avec la déformation du volume contenant le VER c'est connaître la forme dite intégrale de sa loi de comportement.

La **relation fondamentale d'Euler** s'écrit donc avec ces notations :

$$U = TS + \underline{\sigma} : V_{\underline{\varepsilon}} + \sum_k \mu_k N_k \quad (\text{IX.5})$$

De même pour les **relations différentielles de Gibbs** et de **Gibbs-Duhem** on a :

$$dU = TdS + \underline{\sigma} : dV_{\underline{\varepsilon}} + \sum_k \mu_k dN_k \quad (\text{IX.6a})$$

$$0 = SdT + V_{\underline{\varepsilon}} : d\underline{\sigma} + \sum_k N_k d\mu_k \quad (\text{IX.6b})$$

Sur la forme matricielle de Tisza/Callen des lois d'état

Le suivi des lois d'état :

$$T = T(S, V_{\underline{\varepsilon}}, N_k) \quad (\text{IX.7a})$$

$$\underline{\sigma} = \underline{\sigma}(S, V_{\underline{\varepsilon}}, N_k) \quad (\text{IX.7b})$$

$$\mu_k = \mu_k(S, V_{\underline{\varepsilon}}, N_k) \quad (\text{IX.7c})$$

au cours du temps

$$\dot{T} = \dot{T}(S, V_{\underline{\varepsilon}}, N_k, \dot{S}, (\dot{V}_{\underline{\varepsilon}}), \dot{N}_k) \quad (\text{IX.8a})$$

$$\dot{\underline{\sigma}} = \dot{\underline{\sigma}}(S, V_{\underline{\varepsilon}}, N_k, \dot{S}, (\dot{V}_{\underline{\varepsilon}}), \dot{N}_k) \quad (\text{IX.8b})$$

$$\dot{\mu}_k = \dot{\mu}_k(S, V_{\underline{\varepsilon}}, N_k, \dot{S}, (\dot{V}_{\underline{\varepsilon}}), \dot{N}_k) \quad (\text{IX.8c})$$

fait intervenir leurs dérivées premières par rapport aux extensités, c'est à dire les dérivées secondes de l'énergie interne. Les coefficients correspondants sont les indicateurs de la stabilité thermodynamique qui dépendent de $(S, V_{\underline{\varepsilon}}, N_k)$.

Ces formes incrémentales des lois d'état prises toutes ensemble offrent le même contenu thermodynamique que les deux relations différentielles de Gibbs et de Gibbs-Duhem prises simultanément ou que la relation d'Euler seule ! Elles constituent donc la base naturelle pour formuler les lois de comportement.

Le suivi simultané de l'ensemble de ces lois d'état s'écrit très simplement, de manière très élégante et très efficace lorsque l'on adopte la formulation matricielle mise en avant par Tisza/Callen (1966).

C'est cette stratégie qui est généralement mise en œuvre dans le groupe de mécanique des solides déformables du LEMTA.

Cette matrice de stabilité de Tisza/Callen, parfois appelée matrice de rigidité thermodynamique (ou de souplesse selon les cas), par Tisza lui-même, en référence à la formulation matricielle du continuum posée par la notation de Voigt en mécanique des milieux continus, est bien évidemment parfaitement naturelle pour décrire les couplages. En effet on peut écrire les lois de comportement sous la forme :

$$\begin{pmatrix} \dot{T} \\ \dot{\underline{\underline{\sigma}}} \\ \dot{\underline{\underline{\mu}}} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} U_{,SS} & U_{,S(V\underline{\underline{\varepsilon}})} & U_{,SN} \\ U_{,(V\underline{\underline{\varepsilon}})S} & U_{,(V\underline{\underline{\varepsilon}})(V\underline{\underline{\varepsilon}})} & U_{,(V\underline{\underline{\varepsilon}})N} \\ U_{,NS} & U_{,N(V\underline{\underline{\varepsilon}})} & U_{,NN} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \dot{S} \\ \dot{V\underline{\underline{\varepsilon}}} \\ \dot{N} \end{pmatrix} \quad (\text{IX.9})$$

où nous utilisons les notations $u_{,ab} = \frac{\partial^2 u}{\partial a \partial b}$.

La difficulté pour exploiter cette forme matricielle tient à ce que le vecteur réponse (colonne de gauche) voit ses composantes liées par l'équation de Gibbs-Duhem, alors que tous les éléments du vecteur commande (colonne de droite) sont indépendants. Ceci conduit Tisza à préférer une écriture de la thermodynamique en normalisant toutes les relations par l'une des extensités de sorte que l'on ait le même nombre d'éléments indépendants dans les vecteurs de droite et de gauche. Pour la suite, nous choisissons une normalisation des extensités Y par rapport au volume telle que :

$$y = \frac{Y}{V} \quad (\text{IX.10})$$

ce qui revient à abaisser de une unité le nombre de densité d'extensités indépendantes et conduit à une relation matricielle inversible avec autant de composantes indépendantes du côté du vecteur perturbation (excitation) que de celui du vecteur réponse.

La relation d'Euler s'écrit alors sous forme spécifique en normalisant l'énergie interne :

$$u(s, \underline{\underline{\varepsilon}}, n_\alpha) = Ts + \underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\varepsilon}} + \sum_k \mu_k n_k = \frac{\partial u}{\partial s} s + \frac{\partial u}{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}} : \underline{\underline{\varepsilon}} + \frac{\partial u}{\partial \underline{\underline{n}}} \cdot \underline{\underline{n}} \quad (\text{IX.11})$$

Les équations d'état $T = \frac{\partial u}{\partial s}$, $\underline{\underline{\sigma}} = \frac{\partial u}{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}}$ et $\underline{\underline{\mu}} = \frac{\partial u}{\partial \underline{\underline{n}}}$ (en fait $\mu_k = \frac{\partial u}{\partial n_k}$) sont donc toutes dépendantes des variables de "contrôle thermodynamique" $\{s, \varepsilon, n_k\}$ qui conditionnent l'énergie interne u .

La formulation ("hypoélastique") des lois de comportement passe, comme on l'a vu ci-dessus, par l'écriture des évolutions de ces lois d'état. Sous la forme matricielle de Tisza, on a maintenant :

$$\begin{pmatrix} \dot{T} \\ \dot{\underline{\underline{\sigma}}} \\ \dot{\underline{\underline{\mu}}} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} u_{,ss} & u_{,s\underline{\underline{\varepsilon}}} & u_{,sn} \\ u_{,\underline{\underline{\varepsilon}}s} & u_{,\underline{\underline{\varepsilon}}\underline{\underline{\varepsilon}}} & u_{,\underline{\underline{\varepsilon}}n} \\ u_{,ns} & u_{,n\underline{\underline{\varepsilon}}} & u_{,nn} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \dot{s} \\ \dot{\underline{\underline{\varepsilon}}} \\ \dot{\underline{\underline{n}}} \end{pmatrix} \quad (\text{IX.12})$$

Tous les couplages existants dans le système considéré sont inclus dans la formulation.

Il est aisé et immédiat de généraliser cette relation en introduisant à titre d'exemple des sollicitations électriques et magnétiques par leurs vecteurs “déplacements” respectifs (ou polarisations) $\underline{P}$ et $\underline{M}$; les réponses duales sont les vecteurs champs électriques $\underline{E}$ et champs magnétiques $\underline{H}$. Dans ce cas on arrive à :

$$\begin{pmatrix} \dot{T} \\ \dot{\underline{P}} \\ \dot{\underline{M}} \\ \dot{\underline{\mu}} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} u_{ss} & u_{s\varepsilon} & u_{sP} & u_{sM} & u_{sm} \\ u_{\varepsilon s} & u_{\varepsilon\varepsilon} & u_{\varepsilon P} & u_{\varepsilon M} & u_{\varepsilon n} \\ u_{Ps} & u_{P\varepsilon} & u_{PP} & u_{PM} & u_{Pn} \\ u_{Ms} & u_{M\varepsilon} & u_{MP} & u_{MM} & u_{Mn} \\ u_{ns} & u_{n\varepsilon} & u_{nP} & u_{nM} & u_{nn} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \dot{s} \\ \dot{\underline{P}} \\ \dot{\underline{M}} \\ \dot{\underline{n}} \end{pmatrix} \quad (\text{IX.13})$$

Remarques

– Remarque 1 :

On peut noter ainsi que l'utilisation d'un potentiel à ϖ variables indépendantes conduit à une matrice de stabilité à ϖ^2 coefficients. Puisque cette matrice est issue d'un potentiel qui, par définition, contient toute l'information thermodynamique sur le système, cela impose que sa différentielle soit totale. En d'autres termes, les nécessaires relations de Cauchy Schwartz qui imposent la symétrie de cette matrice réduisent le nombre de coefficients indépendants χ_{ind} à :

$$\chi_{ind} = \frac{(\varpi^2 - \varpi)}{2} + \varpi \quad (\text{IX.14})$$

Pour un cadre thermomécanique à 1 seule variable de microstructure, on peut attendre 1 variable pour la thermique, 6 variables pour la mécanique (les 6 composantes indépendantes de Voigt) et 1 variable de microstructure, soit $\varpi = (1 + 6 + 1) = 8$ variables indépendantes, soit $\chi_{ind} = 36$ paramètres thermodynamiques “incontournables” définissant la nature profonde du milieu et sa stabilité. Dans le cas d'un milieu isotrope linéaire, la sous-matrice des coefficients mécaniques (tenseur “élastique”) se réduit de $\frac{(6^2-6)}{2} + 6 = 21$ à 2 par la prise en compte de symétries supplémentaires d'origine configurationnelle, soit une réduction de 19 coefficients (à ne plus “mesurer”). De même, du fait de l'isotropie, le couplage thermoélastique ne fait plus apparaître qu'un seul coefficient sur les 6 précédents, ce qui introduit une nouvelle réduction de 5 coefficients. Le nombre total de coefficients à déterminer passe donc de 36 à 12 par le biais des symétries propres à l'organisation interne du matériau considéré. Il reste ainsi $u_{ss} \mapsto C_\varepsilon$, $u_{\varepsilon\varepsilon} \mapsto E$ et ν , $u_{s\varepsilon} \mapsto \alpha$, $u_{sn} \mapsto b_{sn}$ (vu par la suite), $u_{\varepsilon n}$ et $u_{nn} \mapsto g$ (vu par la suite) où l'on reconnaît par ordre d'apparition la chaleur spécifique, les 2 paramètres élastiques et le coefficient de dilatation thermique². En cas de symétrie isotropie, les 6 coefficients $u_{\varepsilon n}$ se réduisent a priori à 2 coefficients indépendants. On passe ainsi de 12 à 8 coefficients à déterminer.

En résumé il faut accéder à pas moins de 8 coefficients de stabilité pour proposer une modélisation thermodynamique cohérente des lois d'état d'un milieu thermo-élastique isotrope !

²le symbole $\mapsto$ indique les notations futures

Il faudra donc s'attendre à une certaine complexité d'identification lorsque l'on traitera de matériaux réels qui présenteront de fortes non linéarités d'origines thermodynamiques auxquelles vont venir s'adjoindre des cinétiques internes présentant elles-mêmes d'éventuelles non-linéarités. Le risque de rencontrer des corrélations vis à vis de la réponse expérimentale accessible sera donc grand lorsque l'on cherchera à identifier ces paramètres sur une base de données "incomplète" au regard de cette complexité.

– **Remarque 2 :**

Rappelons que l'énergie interne u est le potentiel thermodynamique adapté pour décrire la réponse en terme de lois d'état lorsque le "contrôle" thermodynamique est affecté à l'entropie, à la déformation et aux nombre de constituants (ou à leurs masses). Par transformée de Legendre, on peut définir d'autres potentiels thermodynamiques adaptés aux contrôles thermodynamiques retenus. Ainsi pour le traitement "thermo-mécano-microstructural" d'un VER, on se retrouve avec trois formes d'énergie au niveau de la relation d'Euler, avec deux variables (duales l'une de l'autre) par type d'énergie. Le nombre de potentiels accessibles est donc de $2^3 = 8$.³

Le tableau IX.1 explicite les diverses transformées de Legendre du potentiel énergie interne et leurs formes différentielles qui conduisent à ces 8 potentiels. On retrouve les célèbres potentiels (i) énergie libre de Helmholtz f (ce potentiel correspond à l'ensemble canonique en mécanique statistique), (ii) enthalpie h , (iii) enthalpie libre de Gibbs g , (iv) grand potentiel ω (celui des mécaniciens qui n'est autre que la somme des énergies mécaniques potentielle et complémentaire et qui correspond par ailleurs à l'ensemble grand canonique en mécanique statistique) et (v) le potentiel ζ qui, à $\frac{1}{T}$ près, n'est autre que l'entropie qui joue le rôle de potentiel pour l'ensemble microcanonique de la mécanique statistique, nonobstant ainsi le basculement de la thermodynamique de Gibbs qui prend appui sur l'énergie, à celle équivalente de Massieu qui se réfère à l'entropie (l'inverse de la température devient alors la variable duale de l'énergie interne et on parle parfois à son sujet de température d'Arrhénius). A coté de ces potentiel relativement "popularisés", on trouve le potentiel "zéro" o beaucoup moins connu, qui correspond à la transformée de Legendre totale de l'énergie interne et qui, puisque toujours nul par définition, présente le statut, peu - voire pas - reconnu dans la littérature, d'invariant thermodynamique fondamental qui le place de manière implicite à l'articulation des méthodes variationnelles de la thermodynamique. Sa forme différentielle n'est autre que la relation de Gibbs-Duhem (au signe près) : $s\dot{T} + \underline{\underline{\varepsilon}} : \underline{\underline{\dot{\sigma}}} + \sum_k n_k \dot{\mu}_k = 0$. Le choix d'un potentiel particulier n'est qu'une question de commodité de représentation : ils possèdent tous le même contenu thermodynamique. Il est souvent plus confortable de choisir le potentiel qui a pour variables d'entrée les grandeurs "contrôlées" par l'expérimentateur lors des essais.

– **Remarque 3**

Dans le travail de Gibbs sur les équilibres, les évolutions internes qui accompagnent les sollicitations imposées, ne peuvent être prises en compte à chaque instant. Il convient donc

³Si l'on voulait détailler les choses au sein même des formes d'énergie, par exemple 2×6 variables mécaniques compte tenu de la symétrie des tenseurs contrainte et déformation et pour un système à deux constituants indépendants, on arriverait à $(1 + 6 + 2) = 9$ couples de variables thermodynamiques macroscopiques, soit $2^9 = 512$ potentiels thermodynamiques possibles, au même contenu thermodynamique, pour décrire le système ...

Énergie interne (Euler)	$u = Ts + \underline{\sigma} : \underline{\varepsilon} + \sum_k \mu_k n_k$
Thermo-Mécano-Chimie	
$\dot{u}(s, \underline{\varepsilon}, n_k) = T(s, \underline{\varepsilon}, n_k) \dot{s} + \underline{\sigma}(s, \underline{\varepsilon}, n_k) : \dot{\underline{\varepsilon}} + \sum_k \mu_k(s, \underline{\varepsilon}, n_k) \dot{n}_k$	
Énergie libre de Helmholtz	$f = u - Ts = \underline{\sigma} : \underline{\varepsilon} + \sum_k \mu_k n_k$
Mécano-Chimie	
$\dot{f}(T, \underline{\varepsilon}, n_k) = -s(T, \underline{\varepsilon}, n_k) \dot{T} + \underline{\sigma}(T, \underline{\varepsilon}, n_k) : \dot{\underline{\varepsilon}} + \sum_k \mu_k(T, \underline{\varepsilon}, n_k) \dot{n}_k$	
Enthalpie	$h = u - \underline{\sigma} : \underline{\varepsilon} = Ts + \sum_k \mu_k n_k$
Thermo-Chimie	
$\dot{h}(s, \underline{\sigma}, n_k) = T(s, \underline{\sigma}, n_k) \dot{s} - \underline{\varepsilon}(s, \underline{\sigma}, n_k) : \dot{\underline{\sigma}} + \sum_k \mu_k(s, \underline{\sigma}, n_k) \dot{n}_k$	
Potentiel Thermo-Méca	$\chi = u - \sum_k \mu_k n_k = Ts + \underline{\sigma} : \underline{\varepsilon}$
Thermo-Mécanique	
$\dot{\chi}(s, \underline{\varepsilon}, \mu_k) = T(s, \underline{\varepsilon}, \mu_k) \dot{s} + \underline{\varepsilon}(s, \underline{\varepsilon}, \mu_k) : \dot{\underline{\varepsilon}} - \sum_k \mu_k(s, \underline{\varepsilon}, \mu_k) \dot{n}_k$	
Enthalpie libre de Gibbs	$g = u - Ts - \underline{\sigma} : \underline{\varepsilon} = \sum_k \mu_k n_k$
Chimie	
$\dot{g}(T, \underline{\sigma}, n_k) = -s(T, \underline{\sigma}, n_k) \dot{T} - \underline{\varepsilon}(T, \underline{\sigma}, n_k) : \dot{\underline{\sigma}} + \sum_k \mu_k(T, \underline{\sigma}, n_k) \dot{n}_k$	
Grand Potentiel	$\omega = u - Ts - \sum_k \mu_k n_k = \underline{\sigma} : \underline{\varepsilon}$
Mécanique	
$\dot{\omega} = -s\dot{T} + \underline{\sigma} : \dot{\underline{\varepsilon}} - \sum_k n_k \dot{\mu}_k$	
Potentiel Thermique	$\zeta = u - \underline{\sigma} : \underline{\varepsilon} - \sum_k \mu_k n_k = Ts$
Thermique	
$\dot{\zeta} = T\dot{s} - \underline{\varepsilon} : \dot{\underline{\sigma}} - \sum_k n_k \dot{\mu}_k$	
Potentiel zéro	$o = u - Ts - \underline{\sigma} : \underline{\varepsilon} - \sum_k \mu_k n_k$
Zéro	
$\dot{o}(T, \underline{\sigma}, \mu_k) = -s(T, \underline{\sigma}, \mu_k) \dot{T} - \underline{\varepsilon}(T, \underline{\sigma}, \mu_k) : \dot{\underline{\sigma}} - \sum_k n_k(T, \underline{\sigma}, \mu_k) \dot{\mu}_k$	

TAB. IX.1: Potentiels thermodynamiques

de trouver une possible extension au formalisme d'équilibre mis en place afin d'intégrer les irréversibilités dues au non équilibre microstructural.

IX.1.2 Quelques mots sur la généralisation de De Donder et son extension aux lois d'état dissipatives

Il a fallu attendre le travail de De Donder (1922) pour voir apparaître et clarifier le concept de degré d'avancement Z^j de ces réorganisations internes, dans le cas de la réaction chimique j impliquant divers constituants k en proportions définies par leur stœchiométrie ν_k^j ("opérateur" de localisation de l'espèce k dans la réaction j ; pour un ensemble de réactions le rang de la matrice des ν_k^j introduit implicitement le nombre de coefficients thermodynamiques dûs au non équilibre réactionnel, nombre qui va encore accroître celui nécessaire à l'équilibre et qui a été évoqué à la section IX.1.1).

Pour la bonne compréhension, il est important de bien percevoir que Z^j n'est pas une coordonnée de travail supplémentaire, ce n'est donc pas une variable d'état, en ce sens qu'elle est parfaitement déterminée par $\{S, V, N_k\}$ à l'équilibre : c'est une variable interne de travail chimique - un paramètre d'ordre - caractéristique de la microstructure et qui n'a de sens qu'en dehors de l'équilibre puisqu'elle s'évanouit justement à l'équilibre (toutes les réactions

chimiques à l'origine des réorganisations internes sont terminées). En effet, le jeu des variables indépendantes demeure fondamentalement inchangé et pour être plus complet, il s'écrit :

$$\{S, V, N_k\} = \{S, V, N_k = N_k^0 + \sum_j \nu_k^j z^j\} \quad (\text{IX.15a})$$

$$\{s, v, n_k\} = \{s, v, n_k = n_k^0 + \sum_j \nu_k^j z^j\} \quad (\text{IX.15b})$$

Ceci constitue la vraie nature de cette généralisation du concept de potentiel thermodynamique de Gibbs introduite par De Donder. De ce point de vue, il est le père de la formalisation thermodynamique des processus irréversibles dits de relaxation. La variable n_k^0 représente le nombre total de constituants k présents dans la microstructure avant tout travail chimique induit par la sollicitation⁴ ; vis-à-vis des réorganisations internes, elle joue le rôle de réservoir initial de particules pour les mécanismes qui vont se mettre en place.

De Donder admet que la relation d'Euler sur laquelle prend appui toute la thermodynamique de Gibbs à l'équilibre demeure valide en présence de réactions internes.

En conséquence, le terme chimique se réécrit :

$$\sum_k \mu_k n_k = \sum_k \mu_k n_k^0 + \sum_k \sum_j \mu_k \nu_k^j z^j \quad (\text{IX.16a})$$

$$= \sum_k \mu_k n_k^0 + \sum_j \left(\sum_k \mu_k \nu_k^j \right) z^j \quad (\text{IX.16b})$$

$$= \sum_k \mu_k n_k^0 - \sum_j A^j z^j \quad (\text{IX.16c})$$

La variable duale de z^j est simplement donnée par :

$$A^j = - \sum_k \mu_k \nu_k^j \quad (\text{IX.17})$$

De Donder appelle **affinité** cette nouvelle variable.

On peut remarquer les égalités $\mu_k = \frac{\partial u}{\partial n_k} = \frac{\partial u}{\partial n_k^0}$ d'une part et $-A^j = \frac{\partial u}{\partial z^j}$ d'autre part.

A l'équilibre l'affinité devient nulle

$$(A^j)^{eq} = 0 \quad (\text{IX.18})$$

⁴en plasticité par exemple, lorsque la déformation est imputable au mouvement des dislocations mobiles, seule une faible fraction $\nu_k^j z^j$ des constituants n_k^0 se trouve impliquée dans le processus, ce sont ceux qui participent à la "reptation" du cœur des dislocations par création/annihilation locales de liaisons atomiques de paires

et l'avancement est défini par l'ensemble des variables d'état :

$$(z^j)^{eq} = z^j(s, \underline{\varepsilon}, (n_k)^{eq}) \quad (\text{IX.19})$$

ce qui correspond à une nouvelle configuration telle que $(n_k)^{eq} = (n_k)^0 + \sum_j \nu_k^j (z^j)^{eq}$

En régime stationnaire (st), cette force thermodynamique de non équilibre chimique est constante, et l'on parle de **régime (ou d'état) isoaffin** : c'est l'**état relaxé** ($^r \equiv ^{st}$) de la thermodynamique de la relaxation (l'équilibre n'est finalement qu'un état isoaffin particulier)

$$(\dot{A}^j)^r = 0 \quad (\text{IX.20})$$

et

$$(\dot{z}^j)^r = \dot{z}^j(s, \underline{\varepsilon}, n_k^r, \dot{s}, \dot{\underline{\varepsilon}}, \dot{n}_k^r) \quad (\text{IX.21})$$

Il ressort que ce régime isoaffin est marqué du sceau d'une dépendance directe, sans retard, des variables internes de microstructure avec les variables d'état de contrôle thermodynamique.

Sauf pour telle ou telle réaction chimique bien identifiée, pour laquelle l'opérateur coefficient de stœchiométrie est parfaitement défini, rares sont les cas où la nature même de ces réactions internes, comme leurs stœchiométries, sont accessibles pour élaborer une modélisation indiscutable.

Pour étendre le concept de De Donder, mis en place pour la réaction chimique bien définie, à l'étude générale des lois de comportement, on peut admettre que les processus dissipatifs internes sont imputables à des mécanismes ("réactions") de création/annihilation de liaisons entre atomes provoqués par la sollicitation. L'évolution de la microstructure trouverait là son origine.

C'est la base du travail poursuivi par le groupe de Mécanique des Solides Déformables au LEMTA ; au sens thermodynamique, ces "réactions" sont classées dans la famille des mécanismes de relaxation. On admet qu'il en existe un très grand nombre et que chacune d'elles possède sa propre cinétique éventuellement non-linéaire. C'est sur ces bases que l'on utilise l'abréviation **DNLr** pour "**Distribution of Non Linear Relaxations**" pour évoquer cette stratégie de traitement des lois d'état.

C'est toute la difficulté du modélisateur que de traiter de ces évolutions irréversibles hors équilibre. C'est là tout son art. Il devra peu ou prou s'appuyer sur les observations microstructurales pour se construire une image raisonnable de la réalité ; in fine, ce seront les capacités prédictives du modèle élaboré et l'ampleur du champ de reconstruction des réponses qui valideront après coup ce "talent" ...

En introduisant le concept d'avancement de De Donder pour décrire les évolutions microstructurales en terme de création/annihilation de "liaisons chimiques", on réalise une transition d'échelle qui fait passer des particules élémentaires (échelle atomique ou moléculaire) à celle des mécanismes acteurs de l'évolution microstructurale induite par la sollicitation imposée.

Ainsi, l'extension de De Donder permet-elle d'exprimer les lois d'état sous le forme générale :

$$\begin{pmatrix} \dot{T} \\ \dot{\underline{\sigma}} \\ \dot{\mu}_k \\ \vdots \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} u_{,ss} & u_{,s\underline{\varepsilon}} & u_{,sn} & \cdot & \cdot & \cdot \\ u_{,\underline{\varepsilon}s} & u_{,\underline{\varepsilon}\underline{\varepsilon}} & u_{,\underline{\varepsilon}n} & \cdot & \cdot & \cdot \\ u_{,ns} & u_{,n\underline{\varepsilon}} & u_{,nn} & \cdot & \cdot & \cdot \\ \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\ \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\ \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \dot{s} \\ \dot{\underline{\varepsilon}} \\ \dot{n}_k^0 + \sum_j \nu_k^j \dot{z}^j \\ \vdots \end{pmatrix} \quad (\text{IX.22})$$

On peut souligner ici que l'apparition d'un signe somme sur les diverses réactions j permet finalement de réaliser la transition d'échelle du mécanisme réactionnel à l'observation macroscopique. La transition d'échelle qui permet le passage de l'échelle atomique ou moléculaire à l'échelle du mécanisme est assurée par le schéma réactionnel retenu.

Une alternative à une écriture basée sur la matrice de stabilité de Tisza consiste à en donner une version plus compacte, tout en préservant la séparation explicite entre les variables d'état et les variables internes de microstructure qui rendent compte de la dissipation par ré-arrangements locaux à l'échelle moléculaire. On regroupe les variables d'état de contrôle thermodynamique sous le vecteur γ et lui associe les réponses duales avec le vecteur β , alors que les “contrôles” thermodynamiques internes, cachés, que sont les “avancements” sont portés par le vecteur z associé aux forces motrices de non équilibre (les affinités de De Donder généralisées) via le vecteur A . Les équations d'état s'écrivent alors :

$$\dot{\beta} = a^u(\gamma, z)\dot{\gamma} + b(\gamma, z)\dot{z} \quad (\text{IX.23a})$$

$$-\dot{A} = b^T(\gamma, z)\dot{\gamma} + g(\gamma, z)\dot{z} \quad (\text{IX.23b})$$

soit sous forme matricielle :

$$\begin{pmatrix} \dot{\beta} \\ -\dot{A} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} a^u(\gamma, z) & b(\gamma, z) \\ b^T(\gamma, z) & g(\gamma, z) \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \dot{\gamma} \\ \dot{z} \end{pmatrix} \quad (\text{IX.24})$$

IX.1.3 Quelques mots sur une extension aux phénomènes de transports

Il est une autre espèce de processus dissipatifs plus aisée à cerner : c'est le transport. En effet il suffit pour cela de considérer les variables d'état comme dépendantes des coordonnées spatio-temporelles. C'est donc au niveau du **bilan local des densités des variables d'état extensives** qui contrôlent l'énergie interne et dont le recensement ne pose pas de problème, que tout se joue. On écrira ainsi en toute généralité pour la densité (massique, volumique, ...) $y = \{s, v, n_k\}$ de $Y = \{S, V, N_k\}$:

$$\dot{y} = -\nabla \cdot J_y + \dot{y}_i \quad (\text{IX.25a})$$

où l'opérateur ∇ définit la dérivation spatiale ($\nabla = \frac{\partial}{\partial x}$) alors que J_y représente le flux⁵ de y traduisant les échanges (le transfert, le transport) via le terme de divergence $\dot{y}_e = -\nabla \cdot J_y$ et où $\dot{y}_i$ traduit sa propre production interne qui se décompose en deux contributions : (i) la part induite par le transport à laquelle on accède généralement par une analyse des bilans et (ii) la part "intrinsèque" à la microstructure pour laquelle la lecture thermodynamique de De Donder offre un cadre bien adapté.

En règle générale, on peut accéder au terme de flux de manière expérimentale, mais a contrario le terme de production exige souvent un effort de modélisation qui nécessite des connaissances pluridisciplinaires touchant au matériau.

IX.1.4 Place des première et deuxième lois de la thermodynamique dans ce contexte axiomatique du traitement de l'irréversibilité

La deuxième loi de la thermodynamique impose simplement que la production d'entropie soit toujours positive ou nulle (c'est une loi de non conservation de l'entropie) :

$$\dot{s}_i \geq 0 \quad (\text{IX.26})$$

La première loi, qui traduit la conservation de l'énergie totale $e^T = (e^K + e^P + u)$ lui impose donc une production nulle :

$$\dot{e}_i^T = 0 = (\dot{e}_i^K + \dot{e}_i^P + \dot{u}_i) \quad (\text{IX.27})$$

où e^K est l'énergie cinétique globale du système, e^P son énergie potentielle globale et u l'énergie interne définie précédemment, notamment par la relation d'Euler.

L'énergie interne produite correspond donc au terme de travail mécanique produit à l'extérieur, soit $\dot{u}_i = \dot{w} = -(\dot{e}_i^K + \dot{e}_i^P)$ et le flux d'énergie interne J_u est appelé flux de chaleur $J_q \equiv J_u$. Ainsi, la relation de Gibbs peut-elle s'écrire :

$$-\nabla J_q + \dot{w} = \dot{u} = T\dot{s} + \underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}} + \sum_k \mu_k \dot{n}_k \quad (\text{IX.28})$$

En résumé, on peut observer que les deux principes fondamentaux de la thermodynamique portent simplement sur les définitions des productions de l'entropie et de l'énergie interne qui s'écrivent donc :

$$\text{deuxième principe} \quad \rightsquigarrow \dot{s}_i \geq 0 \quad (\text{IX.29a})$$

$$\text{premier principe} \quad \rightsquigarrow \dot{u}_i = -(\dot{e}_i^K + \dot{e}_i^P) \equiv \dot{w} \quad (\text{IX.29b})$$

⁵à partir de maintenant, pour alléger les notations, il ne sera plus explicitement fait mention des divers ordre tensoriels ; en effet, nous devrions utiliser un simple soulignement pour un vecteur, un double soulignement pour un tenseur de rang deux, un triple soulignement pour un tenseur de rang trois, ...

IX.1.5 Flux et production d'entropie

Pour faire émerger les expressions des flux et production d'entropie, il suffit d'appliquer la définition du bilan local aux densités des extensités thermodynamiques et de réécrire la relation de Gibbs (cf. eq. IX.28). Pour simplifier les écritures de cette partie, on ne note plus les caractères tensoriels des différentes variables. On arrive à :

$$-\nabla J_q + \dot{w} = -T\nabla J_s + T\dot{s}_i - \sigma\nabla J_\varepsilon + \sigma\dot{\varepsilon}_i - \sum_k \mu_k \nabla J_k + \sum_k \mu_k (\dot{n}_k)_i \quad (\text{IX.30})$$

Pour identifier les différentes contributions au flux de chaleur (flux d'énergie interne), il suffit de faire apparaître les divergences des flux pour les énergies thermique $-\nabla(TJ_s)$, mécanique $-\nabla(\sigma\nabla J_\varepsilon)$ et chimique $-\sum_k \nabla(\mu_k J_k)$, ce qui se traduit par :

$$\begin{aligned} -\nabla J_q + \dot{w} = & -\nabla(TJ_s) + J_s \nabla T + T\dot{s}_i \\ & -\nabla(\sigma J_\varepsilon) + J_\varepsilon \nabla \sigma + \sigma\dot{\varepsilon}_i \\ & -\sum_k \nabla(\mu_k J_k) + \sum_k J_k \nabla \mu_k + \sum_k \mu_k (\dot{n}_k)_i \end{aligned} \quad (\text{IX.31})$$

et permet les identifications :

$$-\nabla J_q = -\nabla(TJ_s) - \nabla(\sigma J_\varepsilon) - \sum_k \nabla(\mu_k J_k) \quad (\text{IX.32a})$$

$$\dot{w} = J_s \nabla T + T\dot{s}_i + J_\varepsilon \nabla \sigma + \sigma\dot{\varepsilon}_i + \sum_k J_k \nabla \mu_k + \sum_k \mu_k (\dot{n}_k)_i \quad (\text{IX.32b})$$

On obtient ainsi :

$$J_q = TJ_s + \sigma J_\varepsilon + \sum_k \mu_k J_k \quad \text{soit} \quad J_s = \frac{1}{T} J_q - \frac{\sigma}{T} J_\varepsilon - \sum_k \frac{\mu_k}{T} J_k \quad (\text{IX.33a})$$

$$T\dot{s}_i = -J_s \nabla T - (J_\varepsilon \nabla \sigma + \sigma\dot{\varepsilon}_i - \dot{w}) - \sum_k J_k \nabla \mu_k - \sum_k \mu_k (\dot{n}_k)_i \quad (\text{IX.33b})$$

En T.P.I, on identifie souvent de manière implicite la part mécanique de la production d'entropie à un effet visqueux défini par $\Pi \nabla \dot{x}$, où $\dot{x}$ est la vitesse de déplacement et où Π est défini comme le tenseur de contrainte visqueuse [84]; par identification, on a $\Pi \nabla \dot{x} = (J_\varepsilon \nabla \sigma + \sigma\dot{\varepsilon}_i - \dot{w})$. Par ailleurs, en T.P.I toujours, on écrit souvent de manière implicite $J_\varepsilon = 0$ ce qui conduit alors à $\Pi \nabla \dot{x} = (\sigma\dot{\varepsilon}_i - \dot{w})$.

Puisque la température est une grandeur définie positive, la deuxième loi de la thermodynamique impose donc :

$$T\dot{s}_i = -J_s \nabla T - (J_\varepsilon \nabla \sigma + \sigma \dot{\varepsilon}_i - \dot{w}) - \sum_k J_k \nabla \mu_k - \sum_k \mu_k (\dot{n}_k)_i \geq 0 \quad (\text{IX.34a})$$

$$T\dot{s}_i = -J_s \nabla T - \Pi \nabla \dot{x} - \sum_k J_k \nabla \mu_k - \sum_k \mu_k (\dot{n}_k)_i \geq 0 \quad (\text{IX.34b})$$

Cette dernière forme est celle que l'on trouve dans la plupart des ouvrages sur la T.P.I. ; elle correspond en fait à la relation dite de Clausius-Duhem.

Observons ici que lorsque les trois termes de gradient sont nuls - absence de phénomène de transfert, de transport - la production d'entropie ne peut provenir que de réorganisations internes qui affectent la population des divers types de liaisons chimiques locales ; on parle de dissipation intrinsèque et le deuxième principe impose alors :

$$T\dot{s}_i = - \sum_k \mu_k (\dot{n}_k)_i \geq 0 \quad (\text{IX.35a})$$

$$T\dot{s}_i = \sum_j \left(- \sum_k \mu_k \nu_k^j \right) \dot{z}^j \geq 0$$

$$T\dot{s}_i = \sum_j A^j \dot{z}^j \geq 0 \quad (\text{IX.35b})$$

IX.1.6 Quelques mots sur le traitement DNLR des lois d'état avec dissipation intrinsèque

Modèle cinétique de relaxation d'ordre 1

Pour prendre en compte les évolutions de la microstructure on doit généralement élaborer une modélisation. Nous utilisons le concept d'avancement de De Donder pour décrire les évolutions micro-structurales en terme de création/annihilation de "liaisons chimiques". Les cinétiques sont décrites à partir de la mécanique statistique appliquée au concept d'état transitoire activé selon l'approche de Eyring (1931) ; on admet qu'un grand nombre de mécanismes peut être décrit par un ensemble de cinétiques élémentaires d'ordre 1 (c'est à dire par une seule "molécule", un seul événement moléculaire, une seule collision réactive impliquée à chaque fois dans une réaction $A \rightarrow B$. Ce sera le cas si l'on se place au niveau des liaisons qui se font et se défont au cours du temps), c'est à dire par ⁶ :

$$\dot{z} = - \frac{z - z^r}{\tau_z} \quad (\text{IX.36})$$

où z^r définit l'état relaxé (équiaffin au sens de De Donder) et τ_z le temps caractéristique correspondant.

⁶cette hypothèse n'est qu'une commodité de travail, raisonnable dans bien des cas, mais elle ne saurait restreindre la portée du traitement thermodynamique poursuivi

Mécanismes de relaxation et temps caractéristiques

Le temps caractéristique τ_z introduit a priori via la cinétique d'ordre 1 peut être précisé sur la base de considérations sur la physique de sauts atomiques/moléculaires impliqués dans les évolutions microstructurales.

Bases statistiques de la modélisation des cinétiques moléculaires C'est à cet étage de la modélisation que l'on précise, à l'échelle atomique, l'interprétation du temps caractéristique pour une "réaction" donnée : il est inversement proportionnel à la fréquence des sauts atomiques ν_z qui opèrent dans le mécanisme considéré et inversement proportionnel à la probabilité f_z^+ d'atteindre la barrière d'activation qui conditionne son déplacement local.

$$\tau_z = \frac{1}{\nu_z} \frac{1}{f_z^+} \quad (\text{IX.37})$$

Remarque : La fréquence comme la probabilité sont des grandeurs fondamentalement positives, il en résulte que les temps caractéristiques ne sauraient être négatifs. Cette remarque n'est pas aussi anodine qu'elle pourrait le paraître, car nous établirons plus loin, par des considérations phénoménologiques, que ceci est équivalent au deuxième principe de la thermodynamique qui oriente la flèche du temps.

La mécanique statistique nous permet de définir cette probabilité pour un ensemble canonique associé au potentiel de Helmholtz $F = (U - TS) = (\sigma V \varepsilon + \sum_l \mu_l N_l)$ local :

$$f_z^+ = \exp - \left(\frac{\Delta F_z^+}{k_B T} \right) \quad (\text{IX.38})$$

où

$$\Delta F_z^+ = F_z^+ - F_z \quad (\text{IX.39a})$$

$$\text{si } T_z^+ = T_z = T \rightsquigarrow \Delta F_z^+ = (U_z^+ - U_z) - T(S_z^+ - S_z) \quad (\text{IX.39b})$$

$$\Delta F_z^+ = \Delta U_z^+ - T \Delta S_z^+ \quad (\text{IX.39c})$$

représente la barrière d'énergie locale qu'il faut franchir pour déclencher le mouvement atomique. La figure IX.1.6 illustre le principe de franchissement d'une barrière d'activation pour la $j^{\text{ième}}$ réaction.

Par ailleurs, pour "caler" la fréquence de saut sur un niveau de référence raisonnable, on utilise la fréquence de translation atomique de Guggenheim - $h/(k_B T)$ - puis on introduit un facteur de glissement qui intègre les effets imposés par le voisinage (h est la constante de Planck). Ce facteur peut bien entendu dépendre de la vitesse de sollicitation imposée de l'extérieur ; on écrit pour une sollicitation γ imposée à la vitesse $\dot{\gamma}$:

$$\frac{1}{\nu_z} = \frac{h}{k_B T} a_{\nu_z}(\dot{\gamma}) \quad (\text{IX.40})$$

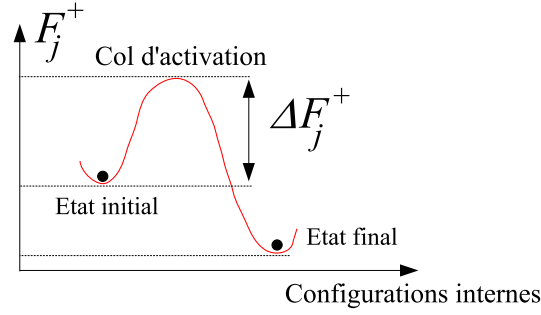


Fig. IX.1: Représentation schématique de la barrière d'énergie libre ΔF_j^+ à fournir pour que la $j^{\text{ième}}$ réaction chimique ait lieu.

Remarque : En mécanique, on observe souvent des comportements dépendants de la vitesse selon des lois “puissance”. Il suffira d’écrire le facteur de glissement en fréquence sous la forme

$$a_{\nu_z} = a_{\nu_z}^* \left(\frac{\dot{\gamma}_o}{\dot{\gamma}} \right)^m \quad (\text{IX.41})$$

pour obtenir un tel résultat ; $\dot{\gamma}_o$ et m sont les deux paramètres ajustables de cet effet de vitesse et $a_{\nu_z}^*$ est le facteur qui “positionne” le temps caractéristique le long de l’échelle des temps en référence au temps caractéristique de Guggenheim ; il faut donc pas moins de 3 paramètres ajustables pour préciser la fréquence de saut de tel ou tel mécanisme réactionnel.

Le temps caractéristique s’écrit à ce stade :

$$\tau^j = \frac{h}{k_B T} a_{\nu}(\dot{\gamma}) \exp \left(\frac{\Delta F^{j+}}{k_B T} \right) \quad (\text{IX.42a})$$

ou encore

$$\tau^j = \frac{h}{k_B T} a_{\nu}(\dot{\gamma}) \exp \left(\frac{\Delta U^{j+} - T \Delta S^{j+}}{k_B T} \right) \quad (\text{IX.42b})$$

Remarque : Dans cette description, on n’évoque qu’un seul sens pour la réaction, mais il est des situations où le processus de retour est non négligeable : après avoir avancé, la réaction recule ! La cinétique globale est alors gérée par des sinus hyperboliques en lieu et place des exponentielles qui ne décrivent qu’un seul sens de la réaction.

Remarque : Lorsque les niveaux d’énergie et d’entropie d’activation sont constants tout au long du processus, les temps caractéristiques sont des constantes et l’on se trouve en présence de cinétiques linéaires du premier ordre. Pour le mécanicien, cela correspond à la viscoélasticité linéaire par exemple.

Remarque : En tout état de cause, il convient en situations isothermes d’introduire a minima 1 paramètre ajustable complémentaire (ΔF^{j+}) pour fixer le temps caractéristique sur l’échelle de temps ; lorsque l’on veut explorer diverses températures, il sera nécessaire d’introduire

au moins une énergie d'activation ΔU^{j+} et une entropie d'activation ΔS^{j+} pour préciser sa dépendance en température avec la loi la plus simple qui est celle d'Arrhénius, mais dont on sait qu'elle est parfois insuffisante pour préciser l'évolution de ΔF^{j+} qui s'écrit $\Delta F^{j+} = \Delta U^{j+} - T\Delta S^{j+}$.

Ainsi, pour simplement approcher un temps de relaxation, il faut envisager 1 paramètre ajustable pour le facteur de fréquence, voire lui adjoindre 2 paramètres supplémentaires pour les effets de vitesse, et prévoir 1 paramètre pour la probabilité de saut et éventuellement 1 supplémentaire pour les effets de la température :

a minima, il faut 2 paramètres pour un temps caractéristique, mais très vite on est amené à en augmenter le nombre pour arriver rapidement à 5 pour une cinétique linéaire sensible à la vitesse et à la température.

Variations du niveau d'activation : vers une cinétique non linéaire. En pratique, les cinétiques sont rarement linéaires. Le cadre proposé par Henry Eyring (1901-1981) avec sa théorie du complexe activé (1931) est tout à fait propice à la prise en compte de telles non-linéarités via une évolution de la hauteur de la barrière durant le processus réactionnel.

Puisque le cadre cinétique emprunte in fine celui de la thermodynamique via la mécanique statistique, les variables pertinentes sont naturellement celles de la thermodynamique pour une traduction en terme de variation du potentiel de Helmholtz au niveau local. On choisit de prendre pour référence l'état relaxé et on écrit :

$$(F^+ - F) = (F^{r,+} - F^r) + (F^+ - F^{r,+}) + (F^r - F) \quad (\text{IX.43a})$$

$$(F^+ - F) = \Delta(F^+)^r + \Delta(\Delta(F^+)^r) \quad (\text{IX.43b})$$

$$\text{avec } \Delta(F^+)^r = (F^{r,+} - F^r) \quad (\text{IX.43c})$$

$$\text{et } \Delta(\Delta(F^+)^r) = (F^+ - F^{r,+}) + (F^r - F) \quad (\text{IX.43d})$$

Ainsi, l'évolution "spontanée" vers l'état relaxé conduit-elle à un glissement progressif du temps caractéristique en fonction de l'avancement z donné par rapport à l'état relaxé :

$$a_z = \exp\left(\frac{\Delta(\Delta(F^+)^r)}{k_B T}\right) \quad (\text{IX.44a})$$

On peut admettre, pour construire une modélisation, qu'au cours du processus relaxationnel, (i) les variables de "contrôle" thermodynamique locales $(V\varepsilon)_{VER^+}$ sont fixées et que (ii) la forme de la relation $N_l = N_l^0 + \nu_l^z z_l$ est préservée sur le VER^+ (le volume impliqué dans le processus réactionnel). Ceci permet d'utiliser la forme $F = \sigma V\varepsilon + \sum_l \mu_l N_l^0 + \sum_l \mu_l \nu_l^z z_l$ et d'écrire :

$$\begin{aligned}
 F_{VER+}^+ &= \sigma^+(V\varepsilon)_{VER+} + \sum_l \mu_l^+ (N_l^+)_{VER+} \\
 F_{VER+}^r &= \sigma^r(V\varepsilon)_{VER+} + \sum_l \mu_l^r (N_l^r)_{VER+} \\
 \text{et} \\
 F_{VER+} &= \sigma(V\varepsilon)_{VER+} + \sum_l \mu_l (N_l)_{VER+} \\
 \text{soit} \\
 (F^+ - F^r)_{VER+} &= (\sigma^+ - \sigma^r)(V\varepsilon)_{VER+} + \sum_l (\mu_l^+ (N_l^+)_{VER+} - \mu_l^r (N_l^r)_{VER+}) \\
 \text{et} \\
 (F^r - F)_{VER+} &= (\sigma^r - \sigma)(V\varepsilon)_{VER+} + \sum_l (\mu_l^r (N_l^r)_{VER+} - \mu_l (N_l)_{VER+})
 \end{aligned}$$

où l'on notera $V^+ = (V\varepsilon)_{VER+}$ le volume d'activation qui en quelque sorte définit le “sous-VER” local concerné par le mode de relaxation considéré.

On voit bien selon cette écriture que l'écart à l'équilibre pourra jouer un rôle déterminant sur les cinétiques de relaxation. C'est l'une des “marques” fortes de la stratégie DNLR. La figure IX.1.6 illustre schématiquement la dépendance du col d'activation avec l'écart à l'équilibre ; le parti pris pour cette représentation consiste à reporter la barrière d'activation par rapport aux états initiaux et finaux, mais il faut bien percevoir que le niveau de l'état initial évolue “spontanément” jusqu'à rejoindre celui de l'état relaxé.

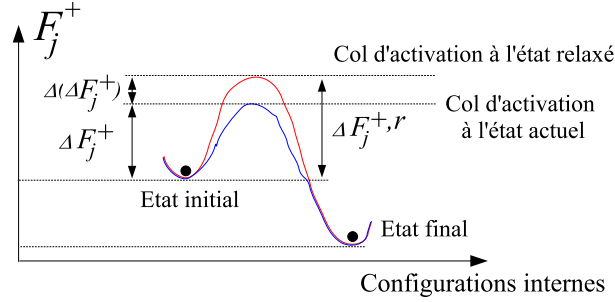


Fig. IX.2: Représentation schématique de la variation de barrière d'énergie libre ΔF_j^+ au cours du chargement en faisant porter les variations sur le niveau du col. Dans cet exemple, $\Delta\Delta F_j^+$ est négatif.

Cette observation suggère de construire une modélisation autour d'une barrière d'activation dépendant de l'écart à l'équilibre sur les lois d'état locales (les réponses aux perturbations imposées). Appelons β le vecteur représentatif de ces lois d'état, on peut poser :

$$\Delta F_j^+(z) = \Delta F_j^{+,ref} + \Delta(\Delta F_j^+(z)) \quad (\text{IX.46a})$$

$$= \Delta F_j^{+,ref} - \mathbf{K}_j^\beta \cdot (\beta - \beta^{eq}) \quad (\text{IX.46b})$$

Pour le potentiel énergie libre de Helmholtz $\beta = {}^t(-s, \sigma)$. Pour la part mécanique, nous admettons $\mathbf{K}_j^\beta = -V^+\varepsilon$ quel que soit j . Dans une première approximation, on peut admettre $V^+\varepsilon = \text{constante}$; d'autres non linéarités apparaissent lorsque ce terme évolue avec la déformation. En conséquence, le terme énergétique $V^+\varepsilon(\sigma - \sigma^r)$ est de type Von Mises pour une réponse "élastique" du "sous-VER" (VER^+); nous avons pu vérifier que l'utilisation du second invariant mécanique J_2 (ou de $|\sigma - \sigma^r|$) pour traduire cette non-linéarité cinétique lie entre elles chacune des composantes tensorielles des contraintes via les temps caractéristiques [42, 7, 81, 41]. Ce lien introduit un couplage responsable de l'anisotropie induite par la déformation au delà du domaine élastique. Il s'avère être responsable de la forme des surfaces de charge limites du domaine élastique et de leurs distorsion en fonction de l'histoire de chargement. En cela, il est responsable des directions d'écoulement de type (visco)plastique[42]. C'est donc une formulation alternative à celle rencontrée traditionnellement en mécanique des matériaux qui, elle, postule ces directions d'écoulement via un pseudopotentiel de vitesses qu'il convient d'adjoindre au potentiel de la thermodynamique de l'équilibre et qui de ce fait ne saurait contenir toute l'information contrairement à celui de De Donder.

Ainsi nous pouvons écrire les temps de relaxation sous la forme :

$$\tau^j = a_\nu(\dot{\gamma}) \frac{h}{kT} \exp\left(\frac{\Delta F_j^{+, \text{ref}}}{kT}\right) \exp\left(\frac{-\mathbf{K}^\beta \cdot |\beta - \beta^{eq}|}{kT}\right) = \tau^{j, \text{ref}} a(z) \quad (\text{IX.47})$$

avec

$$\begin{aligned} \tau^{j, \text{ref}} &= \frac{h}{kT} \exp\left(\frac{\Delta F_j^{+, \text{ref}}}{kT}\right) \quad \text{le temps de référence du mode } j \\ a(z) &= a_\nu(\dot{\gamma}) \exp\left(\frac{-\mathbf{K}^\beta \cdot |\beta - \beta^{eq}|}{kT}\right) \quad \text{le facteur de glissement} \end{aligned}$$

Sur la distribution modale des relaxations

C'est à ce niveau de la modélisation que l'on explicite la multiplicité des processus élémentaires qui assurera la transition d'échelle "mécanismes atomiques élémentaires $\mapsto$ échelle macroscopique du VER". Nous avons vu avec De Donder que chaque processus réactionnel j pouvait être décrit par un paramètre d'avancement z^j et une affinité $A^j = -\sum_k \mu_k \nu_k^j$. Ces diverses réactions peuvent être couplées les unes aux autres, mais il est toujours loisible de choisir une combinaison de ces réactions qui permettent une représentation découplée, en d'autres termes, si l'on diagonalise la matrice de couplage on obtient une base modale pour décrire l'ensemble des mécanismes de réorganisation internes. La diagonalisation peut être totale ou par "blocs", par familles de processus. De tels découplages simplifient considérablement le traitement des évolutions internes. Ce type de traitement modal est justifié, dans le principe, par Meixner (1949) avec ses travaux sur la viscoélasticité. Il trouve une justification supplémentaire au travers d'un théorème plus ancien dû à Jouguet (1921) sur la cinétique des réactions. En fait cela résulte de l'algèbre des matrices.

Nous choisissons donc une stratégie modale combinée à la théorie des fluctuations pour approcher la distribution des différents modes en fonction des temps caractéristiques qui s'y rapportent.

En conséquences, les lois d'évolution :

$$\begin{aligned}\dot{\beta} &= \mathbf{a}^u(\gamma, z)\dot{\gamma} + \mathbf{b}(\gamma, z)\dot{z} \\ -\dot{\mathbf{A}} &= \mathbf{b}^T(\gamma, z)\dot{\gamma} + \mathbf{g}(\gamma, z)\dot{z}\end{aligned}$$

qui s'écrivent encore :

$$\begin{aligned}\dot{\beta} &= \mathbf{a}^u(\gamma, z)\dot{\gamma} - \mathbf{b}(\gamma, z)\tau_z^{-1}(z - z^r) \\ -\dot{\mathbf{A}} &= \mathbf{b}^T(\gamma, z)\dot{\gamma} - \mathbf{g}(\gamma, z)\tau_z^{-1}(z - z^r)\end{aligned}$$

deviennent en explicitant les modes dissipatifs :

$$\dot{\beta} = \mathbf{a}^u(\gamma, z)\dot{\gamma} - \sum_j \frac{b^j(\gamma)(z^j - z^{j,r})}{\tau_z^j} = \dot{\beta}^u + \dot{\beta}^{diss} \quad (\text{IX.50a})$$

$$-\dot{\mathbf{A}}^j = b^{j,T}(\gamma)\dot{\gamma} - \frac{g^j(\gamma)(z^j - z^{j,r})}{\tau_z^j} \quad (\text{IX.50b})$$

où $\dot{\beta}^u = \mathbf{a}^u(\gamma, z)\dot{\gamma}$ est la réponse instantanée alors que $\dot{\beta}^{diss} = -\sum_j \frac{b^j(\gamma)(z^j - z^{j,r})}{\tau_z^j}$ est la part dissipative de la réponse. Cette partie dissipative s'écrit encore :

$$\dot{\beta}^{diss} = -\sum_j \frac{b^j(\gamma)(z^j - z^{j,r})}{\tau_z^j} = -\sum_j \frac{(\beta^j - \beta^{j,r})}{\tau_\beta^j} \quad (\text{IX.51})$$

où τ_β^j est le temps de retard de l'observable β pour le mode j . On peut introduire des "opérateurs" de localisation sur chaque mode j pour la variable β . Ainsi on écrira :

$$\beta^j = p_\beta^j \beta \quad (\text{IX.52})$$

$$\beta^{u,j} = p_\beta^{u,j} \beta^u \quad (\text{IX.53})$$

$$\beta^{r,j} = p_\beta^{r,j} \beta^r \quad (\text{IX.54})$$

$$\dot{\beta}^{u,j} = p_\beta^{u,j} \dot{\beta}^u \quad (\text{IX.55})$$

...

En conséquence, les lois d'état deviennent :

$$\dot{\beta} = \sum_j \dot{\beta}^j = \sum_j \left(p_{\beta}^{u,j} \mathbf{a}^u(\gamma, z) \dot{\gamma} - \sum_j \frac{(\beta^j - p_{\beta}^{r,j} \beta^r)}{\tau_{\beta}^j} \right) \quad (\text{IX.56})$$

On a ainsi décomposé la réponse globale en une somme de réponses modales définies par :

$$\dot{\beta}^j = p_{\beta}^{u,j} \mathbf{a}^u(\gamma, z) \dot{\gamma} - \frac{(\beta^j - p_{\beta}^{r,j} \beta^r)}{\tau_{\beta}^j} \quad (\text{IX.57})$$

L'objectif à ce stade est d'établir des formes raisonnables pour les poids modaux qui sont nécessaires à cette décomposition spectrale. Puisqu'il s'agit notamment d'explicitier les parts dissipatives liées aux écarts à l'équilibre pour chacun des modes, nous choisissons d'analyser le poids relatif des écarts que nous noterons $p_0^j = \frac{z^{u,j} - z^{r,j}}{\sum_k z^{u,k} - z^{r,k}}$. Pour $z^{u,j} = 0$, on a $p_0^j = \frac{z^{r,j}}{\sum_k z^{r,k}} = p_z^{r,j}$.

La théorie des fluctuations d'Einstein nous permet d'approcher la forme de la distribution qui s'y rattache ; on peut établir la forme spectrale recherchée par une analyse du poids modal propre à l'énergie dissipée lors du processus de relaxation, on trouve :

$$p_0^j = B \sqrt{\tau^j}$$

où p_0^j , qui définit le poids modal, est bien entendu normalisé à l'unité ($\sum_j p_0^j = 1$).

En pratique, on admettra $p_0^j = p_z^{r,j} = p_{\beta}^{r,j} = p_{\beta}^{u,j}$.

Pour atteindre la forme de p_0^j , on considère un système, en cours de relaxation "pure", dont la dissipation est gouvernée par le deuxième principe de la thermodynamique

$$T \dot{s}_i = \sum_j A^j \dot{z}^j \geq 0$$

$$\text{avec } A^j = -\frac{\partial u}{\partial z^j} \text{ et } \frac{\partial A^j}{\partial z^j} = -\frac{\partial}{\partial z^j} \left(-\frac{\partial u}{\partial z^j} \right) = -g^{jj} = -g^j.$$

Production d'entropie, stabilité et temps caractéristiques Le coefficient g^{jj} de la matrice de Tisza doit être défini positif pour assurer la stabilité $g^{jj} > 0$.

Par ailleurs, le principe de Le Chatelier-Braun posé dès 1880, généralisé par De Donder (1922) et étendu par Onsager (1931) stipule d'une manière ou d'une autre, de manière plus ou moins explicite, que affinité et vitesse d'avancement s'annulent simultanément à l'équilibre. Ceci induit les fameux théorèmes de modération et conduit à poser une relation de proportionnalité entre vitesse et force de non-équilibre au voisinage de l'équilibre. En d'autres termes :

$$\dot{z} = L A \quad (\text{IX.58})$$

La production d'entropie intrinsèque devient :

$$T\dot{s}_i = \mathbf{A}\dot{\mathbf{z}} = \mathbf{A}\mathbf{L}\mathbf{A} = \mathbf{z}^T \mathbf{L}^{-1} \mathbf{z} \geq 0 \quad (\text{IX.59})$$

ce qui implique que la matrice $\mathbf{L}$ dite de Onsager soit définie positive :

$$\mathbf{L} \geq 0 \Leftrightarrow T\dot{s}_i \geq 0 \quad (\text{IX.60})$$

La définition cinétique $\dot{\mathbf{z}} = -\tau_z^{-1}(\mathbf{z} - \mathbf{z}^r)$ induit $-\tau_z^{-1}(\mathbf{z} - \mathbf{z}^r) = \mathbf{L}\mathbf{A}$ soit :

$$\mathbf{A} = -[\mathbf{L}^{-1}\tau_z^{-1}](\mathbf{z} - \mathbf{z}^r) \quad (\text{IX.61})$$

Le produit $[\mathbf{L}^{-1}\tau_z^{-1}]$ est donc défini positif puisque nous avons vu que $\tau_z = \frac{1}{\nu_z} \frac{1}{f_z^+} > 0$. Or par définition $\mathbf{z}^r \geq \mathbf{z}$, ce qui implique une affinité toujours positive ou nulle ($\mathbf{A} \geq 0$). Sa dérivée partielle par rapport à $\mathbf{z}$ définit la matrice de stabilité “chimique” $\mathbf{g}$:

$$-\frac{\partial \mathbf{A}}{\partial \mathbf{z}} = [\mathbf{L}^{-1}\tau_z^{-1}] - \frac{\partial[\mathbf{L}^{-1}\tau_z^{-1}]}{\partial \mathbf{z}} (\mathbf{z}^r - \mathbf{z}) = \mathbf{g} \rightsquigarrow > 0 \text{ si stable} \quad (\text{IX.62})$$

qui, de fait, doit être positive (pour un système stable). À l'inverse, partant de cette condition de stabilité, jointe au respect de la deuxième loi de la thermodynamique, on en déduit que la matrice des temps caractéristiques doit être positive $\tau_z > 0$: cette condition impose l'orientation de la flèche du temps dans les processus dissipatifs ainsi définis. Elle recouvre bien évidemment les attendus de la définition physique fondée sur la fréquence de saut et la probabilité d'atteindre le col d'activation.

Entropie créée par fluctuations Considérons un VER subissant soudainement un incrément sur ses variables de contrôle thermodynamique. Son potentiel thermodynamique change instantanément mais prend une valeur non optimisée car les processus microscopiques “chargés” de le conduire vers le nouvel équilibre n'ont pas eu l'opportunité de se dérouler sur l'échelle de temps considérée : *le système est dans un état de fluctuation vis à vis de la nouvelle valeur d'équilibre qui devrait être la sienne*. Par contre, si l'on attend suffisamment longtemps, le retour à l'équilibre s'opère spontanément par la mise en œuvre de réorganisations micro-structurales ; on entrevoit ici le rôle du nombre de Deborah $n_D = \frac{\tau_z}{\Delta t_{obs.}}$ sur nos observations.

Nous pouvons donc calculer la production d'entropie totale lors de la régression spontanée de cette fluctuation. Pour ce faire, considérons l'ensemble des mécanismes microscopiques qui seront actifs et conformément à Meixner (ou à Jouguet), choisissons une représentation modale qui diagonalise la matrice des temps caractéristiques τ^{jj} . La production d'entropie pour ce mode j au cours du laps de temps dt est donnée par :

$$ds_i^j = \frac{1}{T} A^j dz^j = -\frac{1}{T} \frac{1}{L^{jj}\tau^{jj}} (z^j - z^{rj}) dz^j \quad (\text{IX.63})$$

L'intégration depuis l'état initial (non relaxé) z^{uj} jusqu'à l'état relaxé z^{rj} conduit à :

$$\Delta s_i^j = - \int_{z^u}^{z^r} \frac{1}{T} \frac{1}{L^{jj} \tau^{jj}} (z^j - z^{rj}) dz^j \quad (\text{IX.64a})$$

$$\begin{aligned} \Delta s_i^j &= - \left\langle \frac{1}{T} \frac{1}{L^{jj} \tau^{jj}} \right\rangle_u^r \int_{z^u}^{z^r} (z^j - z^{rj}) dz^j \\ \Delta s_i^j &= \left\langle \frac{1}{T} \frac{1}{L^{jj} \tau^{jj}} \right\rangle_u^r \frac{1}{2} (z^{uj} - z^{rj})^2 \geq 0 \end{aligned} \quad (\text{IX.64b})$$

Si l'on admet que le facteur cinétique de Onsager (le facteur de fréquence phénoménologique) est indépendant de z , on peut encore écrire

$$\Delta s_i^j = \frac{1}{T L^{jj}} < \frac{1}{\tau^{jj}} >_u^r \frac{1}{2} (z^{uj} - z^{rj})^2 \quad (\text{IX.65a})$$

$$\Delta s_i^j = \frac{1}{2} \left(\frac{1}{T L^{jj}} \right) \frac{1}{\tau_{eff}^j} (z^{uj} - z^{rj})^2 \quad (\text{IX.65b})$$

$$\frac{1}{\tau_{eff}^j} = \left\langle \frac{1}{\tau^{jj}} \right\rangle_u^r \quad \text{avec} \quad (\text{IX.65c})$$

où l'on a fait apparaître le temps caractéristique effectif pour le mode j considéré.

Forme du spectre de relaxation par régression spontanée de fluctuations En prenant appui sur le théorème de l'équipartition de l'entropie créée pour la régression d'une fluctuation en régime linéaire, on a pour chaque mode j :

$$\Delta s_i^j = \frac{1}{2} k_B \quad (\text{IX.66})$$

On peut donc poser :

$$k_B = \left(\frac{1}{T L^{jj}} \right) \frac{1}{\tau_{eff}^j} (z^{uj} - z^{rj})^2 \quad (\text{IX.67})$$

soit

$$(z^{rj} - z^{uj}) = \sqrt{k_B (T L^{jj}) \tau_{eff}^j} \quad (\text{IX.68})$$

Le poids relatif à chaque mode en terme d'avancement se définit comme :

$$p_0^j = \frac{(z^{uj} - z^{rj})}{\sum_l (z^{ul} - z^{rl})} \quad (\text{IX.69})$$

ou encore pour $z^{u,j} = 0$:

$$p_0^j = \frac{z^{rj}}{\sum_l z^{rl}} = \frac{z^{rj}}{z^r} \quad (\text{IX.70})$$

soit finalement :

$$p_0^j = B \sqrt{\tau_{eff}^j} \quad (\text{IX.71})$$

L'intérêt pratique majeur de cette relation de définition, caractéristique d'une certaine "universalité" du **spectre**, est de réduire à **2** le nombre de **coefficients** pour le représenter : il suffit de connaître un temps (le plus long par exemple τ_{max}) et la largeur b du spectre, son étendue, sur l'échelle $\ln t$ dès lors que l'on admet une distribution continue. En effet, pour les calculs, on discrétise le continuum en partageant b en segments équidistants pour porter les divers temps caractéristiques. Il suffit d'en prendre un nombre suffisant pour approcher avec grande précision la réponse du continuum de cinétiques non linéaires. Aussi le nombre de "constantes" de temps ne doit-il pas être considéré comme un paramètre ajustable, mais seulement comme un moyen technique de calcul de la réponse ; il est aisé de vérifier, pour une valeur de b donnée, qu'au delà d'un certain pas de discrétisation, les résultats demeurent inchangés.

On peut noter que nombre de modèles empiriques utilisent des distributions de Prony pour décrire les spectres, ce qui exige 2 paramètres par temps caractéristique : le temps lui même et le poids que l'on lui associe ! Dans ces conditions, décrire un spectre continu est impossible d'une part et d'autre part comment définir les poids respectifs à partir du signal macroscopique ? Cela relève d'une certaine gageure !

Remarque

Cette approche particulière des lois d'état et de leurs évolutions est l'un des axes importants des travaux de modélisation du comportement des matériaux dans le groupe de mécanique des solides déformables du LEMTA. Les succès rencontrés aussi bien en mécanique des polymères qu'en mécanique des métaux ou des céramiques justifient à eux seuls les efforts de modélisation et caractérisation entrepris pour décrypter les couplages qui gouvernent les lois de comportement.

Notons que l'intégration des lois de comportement ainsi obtenues dans des codes de calcul de structure ne pose pas de problèmes. De même la prise en compte des grandes transformations mécaniques se fait "simplement" dès lors que l'on effectue correctement le passage de la dérivée temporelle objective à la vitesse utilisateur. L'outil qui en résulte est donc propice à des réflexions au niveau de la physique, mais présente également une certaine portée vis à vis de l'ingénierie.

IX.1.7 Sur la forme des équations d'état modales en thermomécanique avec dissipation intrinsèque

La relation décrivant l'évolution du comportement est donc de la forme :

$$\dot{\beta}^j = \underbrace{p_{\dot{\beta}}^{u,j} \mathbf{a}^u(\gamma, z) \dot{\gamma}}_{\text{partie instantanée}} - \underbrace{\frac{(\beta^j - p_{\beta}^{r,j} \beta^r)}{\tau_{\beta}^j}}_{\text{partie différée (dissipative)}}$$

pour laquelle, nous adoptons en pratique $p_{\beta}^{u,j} = p_{\beta}^{r,j} = p_0^j$.

Rappelons que nous disposons également d'une relation d'évolution pour chaque mode dans l'espace des variables internes :

$$-\dot{A}^j = b^{j,T}(\gamma)\dot{\gamma} + g^j(\gamma)\dot{z}^j = b^{j,T}(\gamma)\dot{\gamma} - \frac{g^j(\gamma)(z^j - z^{j,r})}{\tau_z^j}$$

Cette relation va nous permettre d'accéder directement à la dissipation lorsque l'on admet le couplage cinétique de Onsager entre force de non équilibre et flux ($\dot{\mathbf{z}} = \mathbf{L}\mathbf{A}$). Ici, il prend la forme modale $\dot{z}^j = L^{jj}A^j = L^j A^j$.

Pour obtenir la dissipation, on va tout d'abord multiplier la relation précédente par $\dot{z}^j$:

$$-\dot{A}^j \dot{z}^j = b^{j,T}(\gamma)\dot{\gamma}\dot{z}^j + g^j(\gamma)\dot{z}^{j^2} = {}^t\dot{\gamma} \cdot \mathbf{b}^j(\gamma)\dot{z}_j + g^j(\gamma)\dot{z}^{j^2}$$

puis observer que $\mathbf{b}^j(\gamma)\dot{z}_j = \left(\tau_{\beta}^j\right)^{-1}(\beta^j - \beta^{j,r})$ et lui appliquer la relation de Onsager :

$$-\dot{A}^j L^j A^j = -{}^t\dot{\gamma} \cdot \left(\tau_{\beta}^j\right)^{-1}(\beta^j - \beta^{j,r}) + \underbrace{g^j(\gamma)L^j A^j \dot{z}^j}_{1/\tau_D^j} \quad (\text{IX.72})$$

$$-L^j \frac{1}{2} \frac{d(A^j)^2}{dt} = -{}^t\dot{\gamma} \cdot \left(\tau_{\beta}^j\right)^{-1}(\beta^j - \beta^{j,r}) + \frac{A^j \dot{z}^j}{\tau_D^j} \quad (\text{IX.73})$$

On vient de faire apparaître (de définir) le temps caractéristique de la dissipation $1/\tau_D^j = g^j(\gamma)L^j$ pour le mode j .

Lorsque les coefficients cinétiques de Onsager sont indépendants du temps, on peut réécrire :

$$-\frac{1}{2} \frac{d \overbrace{L^j (A^j)^2}^{A^j \dot{z}^j = D}}{dt} = -{}^t\dot{\gamma} \cdot \left(\tau_{\beta}^j\right)^{-1}(\beta^j - \beta^{j,r}) + \frac{\overbrace{A^j \dot{z}^j}^D}{\tau_D^j} \quad (\text{IX.74})$$

Pour une représentation en terme d'énergie libre de Helmholtz, les équations d'état du système correspondent aux variables ci-dessous

- les variables d'état $\beta = {}^t(-s, \underline{\sigma})$
- les variables de commande $\gamma = {}^t(T, \underline{\varepsilon})$
- la matrice de Tisza instantanée à coefficients constants correspond à un comportement linéaire (Modèle de Hooke-Duhamel pour la contrainte). C_u est la capacité spécifique, ρ la masse volumique, $\underline{\alpha}_u$ les coefficients de dilatation volumique et $\underline{E}_u$ le tenseur de Hooke
- les temps de relaxation τ_{β} sont différents pour les différentes variables d'état

On trouve donc pour les 3 équations constitutives de la description DNLr avec $D^j = A^j \dot{z}^j$:

$$-\dot{s}^j = p_u^j \left(-\frac{\rho C}{T} \dot{T} - \underline{\alpha}_u \cdot \underline{E}_u \cdot \underline{\dot{\varepsilon}} \right) - \frac{(-s^j) - (-s^{j,r})}{\tau_s^j} \quad (\text{IX.75a})$$

$$\dot{\sigma}^j = p_u^j \left(-\underline{\alpha}_u \cdot \underline{E}_u \cdot \dot{T} + \underline{E}_u \cdot \underline{\dot{\varepsilon}} \right) - (\tau_\sigma^j)^{-1} (\sigma^j - \sigma^{j,r}) \quad (\text{IX.75b})$$

$$-\frac{1}{2} \dot{D}^j = -\dot{T} \frac{(-s^j) - (-s^{j,r})}{\tau_s^j} - {}^t \underline{\dot{\varepsilon}} \cdot (\tau_\sigma^j)^{-1} (\underline{\sigma}^j - \underline{\sigma}^{j,r}) + \frac{D^j}{\tau_D^j} \quad (\text{IX.75c})$$

Notre application pratique porte sur l'essai de traction uniaxial, nous nous contenterons donc de la contrainte axiale $\sigma = \sigma_{11}$ pour un pilotage (avec VideoTraction) de la déformation $\varepsilon = \varepsilon_{11}$ à $\dot{\varepsilon}_{11} = C^{ste}$. Les relations de comportement deviennent :

$$\dot{s}^j = p_u^j \left(\frac{\rho C_u}{T} \dot{T} + \alpha_u E_u \dot{\varepsilon} \right) - \frac{(s^j) - (s^{j,r})}{\tau_s^j} \quad (\text{IX.76a})$$

$$\dot{\sigma}^j = p_u^j \left(-\alpha_u E_u \dot{T} + E_u \dot{\varepsilon} \right) - \frac{\sigma^j - \sigma^{j,r}}{\tau_\sigma^j} \quad (\text{IX.76b})$$

$$\frac{1}{2} \dot{D}^j = -\dot{T} \frac{s^j - s^{j,r}}{\tau_s^j} + \dot{\varepsilon} \frac{\sigma^j - \sigma^{j,r}}{\tau_\sigma^j} - \frac{D^j}{\tau_D^j} \quad (\text{IX.76c})$$

avec $\sigma = \sum_j \sigma^j$, $s = \sum_j s^j$ et $D = \sum_j D^j$.

Remarque : Nous venons de montrer que la description du comportement linéaire d'un milieu isotrope nécessite à minima l'identification de 8 coefficients thermodynamiques de stabilité, auxquels il faut adjoindre 2+1 coefficients cinétiques pour un spectre de relaxations linéaires indépendantes de la vitesse et de la température. L'introduction de non-linéarités sur la matrice de Tisza comme sur les cinétiques de Eyring s'avère indispensable pour les matériaux réels, augmentant d'autant le nombre de paramètres à identifier et augmentant d'autant donc le risque de corrélation qui entachent lourdement la robustesse des simulations.

Pour l'essai unidirectionnel décrit avec les relations [IX.76](#) il conviendra d'introduire a minima les 10 coefficients constants C_u , α_u , E_u , C_r , α_r , E_r , τ_s^{max} , τ_σ^{max} , τ_D^{max} , d ; on rendrait ainsi compte d'un comportement thermo-visco-élastique linéaire avec distribution des temps caractéristiques.

IX.1.8 Bilan d'entropie et formulation des sources thermiques

Pour nos expériences de thermomécanique, nous disposons des signaux d'entrée suivants : (i) la température et (ii) la déformation à chaque instant. Les réponses recherchées sont l'entropie et la contrainte.

Pour la part mécanique, nous admettons que le dispositif de VideoTraction nous "livre" une déformation et une contrainte homogènes dans le petit volume de mesure (le VER).

Par contre pour la part thermique, nous disposons à chaque instant d'une cartographie montrant la présence de gradients de température. La réponse entropique contiendra donc deux

contributions, un terme de flux et un terme de production qui est lui même subdivisé en deux parties. L'une d'elles est propre à la présence du champ thermique et repose sur le gradient de température alors que l'autre, plus intime à la matière, trahit les mécanismes de réorganisations moléculaires induits par le chargement, c'est la dissipation intrinsèque. Il convient donc de séparer ces divers effets pour décrire le comportement thermomécanique avec dissipation de manière cohérente. Comme nous l'avons déjà explicité dans la partie IX.1.5, le flux d'entropie J_s est associé au flux de chaleur J_q par $J_s = \frac{J_q}{T}$ et compte tenu de la relation de Onsager qui lie "force thermodynamique de non équilibre" et flux on a $J_s = L_s \nabla T \nabla T$, qui n'est autre que la loi de Fourier $J_q = -\lambda \text{grad}(T)$. Dans ces conditions, l'entropie échangée avec l'environnement du VER considéré est donnée par :

$$\dot{s}_e = -\nabla \cdot \left(\frac{J_q}{T} \right) = -\frac{\nabla \cdot J_q}{T} + \frac{J_q}{T^2} \cdot \nabla T \quad (\text{IX.77})$$

alors que son taux de production s'écrit :

$$\dot{s}_i = \dot{s}_i^{\text{relaxation}} + \dot{s}_i^{\text{transport}} = \frac{A \cdot \dot{z}}{T} - \frac{J_q}{T^2} \cdot \nabla T \quad (\text{IX.78})$$

La variation d'entropie devient :

$$\dot{s} = \dot{s}_e + \dot{s}_i = -\frac{\nabla \cdot J_q}{T} + \frac{J_q}{T^2} \cdot \nabla T + \frac{A \cdot \dot{z}}{T} - \frac{J_q}{T^2} \cdot \nabla T \quad (\text{IX.79a})$$

$$= -\frac{\nabla J_q}{T} + \frac{A \cdot \dot{z}}{T} \quad (\text{IX.79b})$$

$$= \frac{\lambda \Delta T}{T} + \frac{A \cdot \dot{z}}{T} \quad (\text{IX.79c})$$

Finalement, la relation d'évolution propre à l'entropie (l'équation d'état de s)

$$\dot{s} = \sum_j \dot{s}^j = \frac{A \cdot \dot{z}}{T} + \frac{\lambda \Delta T}{T} = \sum_j p_u^j \left(\frac{\rho C_u}{T} \dot{T} + \alpha_u E_u \dot{\varepsilon} \right) - \frac{(s^j) - (s^{j,r})}{\tau_s^j} \quad (\text{IX.80})$$

n'est autre que l'équation de la chaleur dans laquelle se trouvent explicitées les sources.

On accède en effet directement à l'équation de la chaleur sous sa forme "traditionnelle" en réécrivant :

$$C_u \dot{T} = \lambda \Delta T + A \cdot \dot{z} + \sum_j \left(\frac{s^j - s^{j,eq}}{\tau_s^j} \right) T - \alpha_u E_u T \dot{\varepsilon} \quad (\text{IX.81})$$

On peut ainsi identifier le terme source présent dans l'équation de la chaleur et le relier à la modélisation thermodynamique :

$$q(t) = A \cdot \dot{z} + \sum_j \left(\frac{s^j - s^{j,eq}}{\tau_s^j} \right) T - \alpha_u E_u T \dot{\varepsilon} \quad (\text{IX.82})$$

On voit bien ici tout l'intérêt de modéliser $D = \mathbf{A} \cdot \dot{\mathbf{z}} = \sum_j A^j \dot{z}^j$ tel que nous l'avons proposé au § précédent.

IX.2 Mise en œuvre pratique pour le signal mécanique

La stratégie DNLR présentée précédemment pour accéder aux lois d'état nécessite néanmoins d'avoir recours à une modélisation qui prenne en compte la réalité nano/micro-structurale pour décrire les cinétiques $\dot{z}^j$ des variables internes.

Nous allons aborder maintenant les aspects spécifiques de la modélisation envisagée pour traduire les comportement mécanique du Poly-Ethylène Haute Densité (PEHD) objet de notre étude thermomécanique expérimentale. La relation "générique" :

$$\begin{pmatrix} \dot{\beta} \\ -\dot{\mathbf{A}} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \mathbf{a}^u(\gamma, \mathbf{z}) & \mathbf{b}(\gamma, \mathbf{z}) \\ \mathbf{b}^T(\gamma, \mathbf{z}) & \mathbf{g}(\gamma, \mathbf{z}) \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \dot{\gamma} \\ \dot{\mathbf{z}} \end{pmatrix} \quad (\text{IX.83})$$

doit maintenant être appliquée à un essai de traction uniaxial où l'on "contrôle" la vitesse de déformation d'une part et la température d'autre part. On identifie donc $\gamma = \{T, \varepsilon_{11} = \varepsilon\}$ et $\beta = \{-s, \sigma_{11} = \sigma\}$. Reste à présent à préciser le vecteur des variables internes.

Pour ce faire, nous nous tournons vers l'interprétation microstructurale de la déformation du PEHD. Le PEHD est un polymère semi-cristallin constitué de deux phases réparties de manière alternée sous forme de lamelles cristallines séparées entre elles par une phase amorphe caoutchoutique. Ce "sandwich" dont l'épaisseur des couches avoisine 10 nm s'organise en une structure sphérolitique à l'échelle de quelques $m\mu$. Une même macromolécule peut appartenir simultanément à plusieurs lamelles et aux interphases caoutchoutiques. Bien entendu, la phase amorphe offre une moindre rigidité que la phase cristalline. C'est donc avec elle que débute la déformation qui pour cette part est de nature visco-"hyperélastique". Toutefois, lorsqu'une macromolécule devient trop "tendue", elle induit un "détricotage" des lamelles cristallines auxquelles elle appartient. Pour des raisons d'arrangements topologiques des points de jonction entre phases amorphe et cristalline, pour certaines molécules "liens", la déformation imposée peut provoquer localement une distribution de densités que l'on assimile souvent à de la cavitation. Ce mécanisme est très précoce, tout comme le détricotage des lamelles qui est mis en évidence par microscopie à force atomique (AFM) dès le premiers pourcents de déformation vraie.

La traduction en terme de mécanismes de réorganisation qui a été proposée dans le groupe (thèses de M'Rabet et Arieby) fait appel à 3 familles de "réactions" : (i) la déformation viscoélastique de la phase amorphe caractérisée par un ensemble de variables z^v , (ii) l'apparition concomitante de "micro-cavités" (z^d) et (iii) le "détricotage" des lamelles cristallines (z^p).

Nous admettons donc que l'endommagement d dans la phase caoutchoutique se développe parallèlement à sa déformation visqueuse. Les coefficients de couplage correspondants de la matrice de Tisza seront donc identifiés à 0. Par contre, le détricotage des lamelles est un processus série vis à vis de la déformation de la phase amorphe. Le couplage correspondant sera présent dans la matrice de Tisza et il se fera via les affinités $\mathbf{A}_v$ et $\mathbf{A}_p$. La représentation

matricielle IX.84 est la traduction thermodynamique de cette interprétation de la déformation des semi-cristallins tels que le PEHD.

$$\begin{pmatrix} \dot{\sigma} \\ -\dot{A}_v \\ -\dot{A}_d \\ -\dot{A}_\rho \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} E^u & b_{\sigma v} & b_{\sigma d} & 0 \\ b_{\sigma v}^t & g_{vv} & 0 & g_{v\rho} \\ b_{\sigma d}^t & 0 & g_{dd} & 0 \\ 0 & g_{\rho v} & 0 & g_{\rho\rho} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} v\epsilon \\ \dot{z}_v \\ \dot{z}_d \\ \dot{z}_\rho \end{pmatrix} \quad (\text{IX.84})$$

Pour terminer la construction du modèle, il faut maintenant aborder les aspects cinétiques des réorganisations microstructurales.

Nous postulons un comportement distribué selon la théorie des fluctuations pour chacune de ces grandes familles de “réactions” internes. Nous nous trouvons donc confronté à 3 spectres DNLR. - Pour simplifier, nous admettons que la déformation visco-hyperélastique de la phase intercrystalline amorphe produit dans le même temps la ségrégation de zones de fortes et de faibles densité dans l’interphase : nous admettrons donc que le spectre des temps caractéristiques est le même et définirons l’état relaxé par la double condition $-\dot{A}_v^r = 0 = -\dot{A}_d^r$; ceci réduit à 2 le nombre de spectres à mettre en œuvre.

Par ailleurs, des expériences de relaxations de la contrainte pour divers chargements cycliques ont conduits M’Rabet à un état relaxé présentant une hystérèse complexe. La thèse plus récente de Arieby confirme ces observations de manière indirecte par une caractérisation tridimensionnelle de l’essai de traction lors de trajets de chargement séquencés en grandes déformations et différentes vitesses de sollicitation. Ceci conduit à définir une cinétique sensible à la vitesse en loi puissance (les constantes de temps correspondent à des amortisseurs non-linéaires) avec comme ultime situation une cinétique $\dot{z}^\rho$ proportionnelle à la vitesse de chargement (les constantes de temps induisent alors un comportement de type frotteurs non-linéaires).

La traduction de ces couplages au niveau de la réponse en contrainte s’écrit finalement pour chaque mode :

$$\dot{\sigma}^j = p^j E_u \dot{\epsilon} - \frac{\sigma^j - \sigma^{j,r}}{\tau_{\sigma_u \rightarrow \sigma_r}^j} \quad (\text{IX.85a})$$

$$\dot{\sigma}^{j,r} = p^j E_r \dot{\epsilon} - \frac{\sigma^{j,r} - \sigma^{j,eq}}{\tau_{\sigma_r \rightarrow \sigma_{eq}}^j} \quad (\text{IX.85b})$$

avec $\sigma = \sum_j \sigma^j$ et $\sigma^r = \sum_j \sigma^{j,r}$.

La ”lecture” analogique des équations DNLR IX.85 qui en découlent est illustrée sur la figure IX.3 pour un mode donné.

Dans cette modélisation, l’état dit d’équilibre (^{eq}) est un état d’hyperélasticité réversible autour duquel s’articulent les hystérèses de la réponse relaxée, qui elle-même sert de référence en quelque sorte à la partie ”visqueuse” de la réponse globale. Ainsi, le traitement thermodynamique, associé à une interprétation microstructurale de la déformation, conduit-il

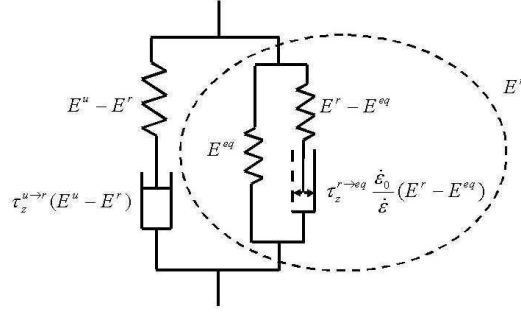


Fig. IX.3: Traduction analogique de la modélisation du PEHD pour un mode DNLR

à une imbrication l'un dans l'autre de deux solides de Poynting-Thomson modifiés pour chaque mode. La déstructuration des lamelles cristallines, non renversable par décharge, est contrôlée par un “frotteur” non linéaire. Elle permet une “polarisation” progressive de la microstructure sous l’effet du chargement uniaxial imposé avec durcissement hyperélastique concomitant. L’apparition d’un adoucissement dû à la naissance de zones à plus faibles densités, qui s’apparente à de l’endommagement par micro-cavités, affecte la part relaxée de la réponse.

Les 2 types de cinétiques sont dépendantes des écarts à l’équilibre via 2 types de volume d’activation qui peuvent dépendre de la déformation, voire de son histoire.

Dans son travail, R. Arieby confronte ce modèle mécanique à ses résultats expérimentaux. La figure X.1 correspond à des charges/décharges opérées jusqu’à des taux de déformation importants.

La figure IX.5 illustre le cas de la stabilisation des cycles.

La modélisation thermomécanique que nous visons ici devra prendre en compte le jeu de relations :

$$\dot{s}^j = p^j \left(\frac{\rho C_u}{T} \dot{T} + \alpha_u E_u \dot{\epsilon} \right) - \frac{(s^j) - (s^{j,r})}{\tau_s^j} \quad (\text{IX.86a})$$

$$\dot{\sigma}^j = p^j (-\alpha_u E_u \dot{T} + E_u \dot{\epsilon}) - \frac{\sigma^j - \sigma^{j,r}}{\tau_\sigma^j} \quad (\text{IX.86b})$$

$$\frac{1}{2} \dot{D}^j = -\dot{T} \frac{s^j - s^{j,r}}{\tau_s^j} + \dot{\epsilon} \frac{\sigma^j - \sigma^{j,r}}{\tau_\sigma^j} - \frac{D^j}{\tau_D^j} \quad (\text{IX.86c})$$

avec pour sources thermiques :

$$q(t) = A \cdot \dot{z} + \sum_j \left(\frac{s^j - s^{j,r}}{\tau_s^j} \right) T - \alpha_u E_u T \dot{\epsilon} \quad (\text{IX.87})$$

Il faut donc ajouter les chaleurs spécifiques, les coefficients de dilatation, un spectre de relaxation pour l’entropie et son cortège de non linéarités cinétiques.

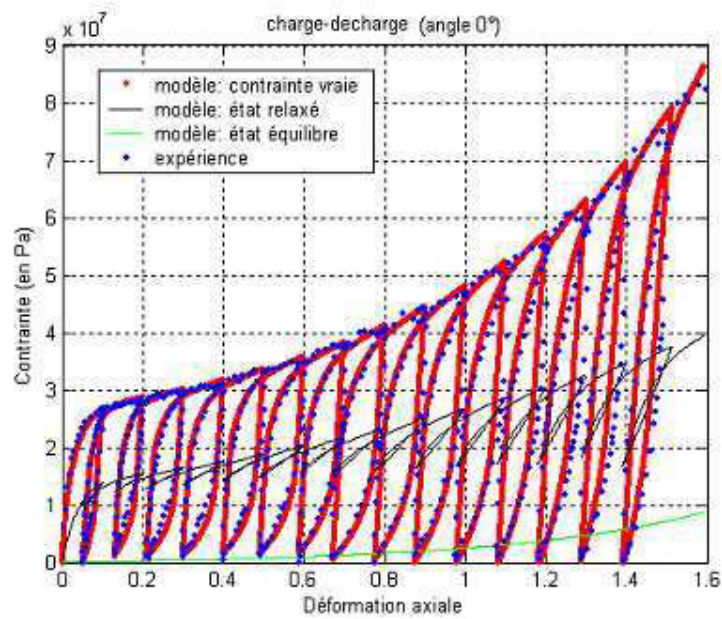


Fig. IX.4: Confrontation du modèle lors de cycles de charges/décharges pour le PEHD en traction [6]

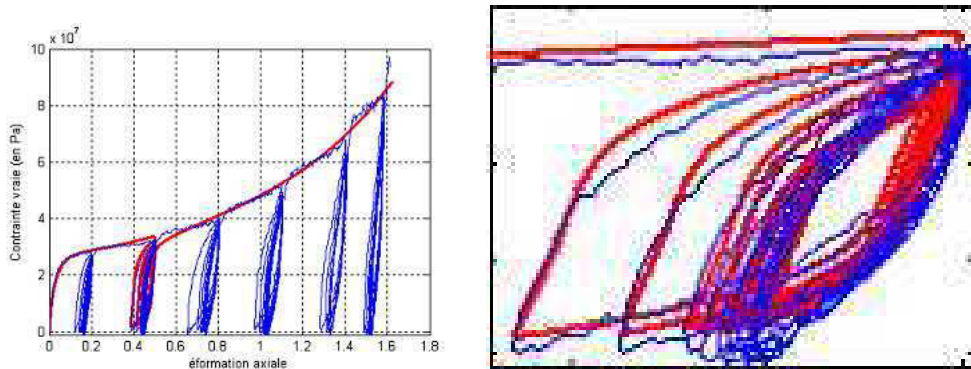


Fig. IX.5: Confrontation du modèle lors de la stabilisation de cycles de charge décharge sur le PEHD en traction [6]

Il est évident que devant une telle complexité, la seule connaissance d'un chargement uniaxial à vitesse de déformation imposée, éventuellement complétée par quelques essais de relaxation de la contrainte ne saurait permettre de discriminer les différents paramètres que la discussion physique précédente suggère d'introduire.

C'est le point dur de toute modélisation non linéaire qui nécessite un grand nombre de paramètres qui devront quasiment tous être identifiés sur une base de données expérimentales, trop souvent insuffisante.

Il sera souvent important de réduire le modèle pour l'adapter à l'information expérimentale disponible afin d'en extraire les paramètres physiques accessibles.

X

Application du modèle thermomécanique de loi de comportement

Sommaire

X.1	Identifiabilité paramétrique et approche DNLR	143
X.1.1	Estimation des paramètres du modèle A	143
X.1.2	Estimation des paramètres du modèle C	146
X.1.3	Estimation des paramètres du modèle B	154
X.2	Modélisation thermomécanique - Rapprochement avec les mesures	156
X.3	Conclusions et Réflexions sur l'approche DNLR	160

L'objectif poursuivi dans ce chapitre est la mise en œuvre de la loi de comportement thermomécanique obtenue dans le cadre de la modélisation DNLR pour une approche d'identification paramétrique. Développer des lois de comportement dans le domaine de la rhéologie est encore aujourd'hui une véritable gageure scientifique. Tout simplement parce que nos ambitions consistent à penser que malgré des transformations parfois radicales dans la matière et pourtant continues, une seule loi de comportement doit permettre d'explicitier l'évolution des contraintes internes et ce quels que soient les effets d'intensités et de trajets de déformation. Le contre-coup, c'est bien sûr des difficultés conceptuelles, mathématiques, . . . pour développer ces lois mais aussi une tendance inflationniste en termes de paramètres "matériaux". Or rien ne sert de développer des lois si la majeure partie de leurs paramètres ne sont pas identifiables à partir de l'expérimentation. Plus précisément, la problématique du développement de lois de comportement en rhéologie des solides doit passer par l'idée que si une loi générale existe, alors l'ensemble de ses paramètres (nécessairement de dimension importante) n'est déterminable que par "lots" séparés, dans des expériences adaptées, qui les rendent identifiables. Ainsi cette loi de comportement idéale doit être de construction modulaire, pour rendre compte de la variété des différents comportements, accompagnée d'une paramétrisation évolutive. Les nouveaux paramètres invoqués ne doivent pas se substituer aux précédents (puisqu'ils ont à priori une réalité physique) mais au contraire venir compléter la gamme. C'est à travers le point de vue du métrologue-inverseur que la loi de comportement "DNLR" est analysée ici. Le cadre extrêmement rigoureux du formalisme thermodynamique utilisé permet de répondre au souci de développer une loi ayant une structure suffisamment générale impliquant des paramètres ayant une forte légitimité. Il ne répond qu'imparfaitement à l'impératif d'une construction modulaire essentiellement pour des raisons historiques. Un raffinement 'tous azimuth' du modèle, rendu nécessaire par la volonté de le confronter à différents matériaux et dans diverses configurations de chargement, a conduit à multiplier les voies permettant d'intégrer de nouveaux 'mécanismes' : dépendance thermo-rhéologique, non-linéarité induite par la déformation, modélisation de l'état relaxé, introduction de l'état d'équilibre, effet de vitesse. . . Au passage, mentionnons que ces mécanismes sont traités quasiment de la même manière par toutes les approches. Au final la loi de comportement ainsi obtenue (cf. eqs. IX.85) ne comporte pas moins de **15** paramètres. Nous avons donc voulu, partant de cette loi, questionner les aspects identifiabilité paramétrique, réduction de modèle, stratégies d'identification afin de redonner la main au métrologue face au modélisateur et que, par un mécanisme de balancier naturel, ce dernier soit confronté à des questionnements nouveaux. Dans un premier temps, nous montrerons qu'il est évidemment illusoire de prétendre estimer ces paramètres à partir d'expériences mécaniques 'simples'. Nous montrerons sur l'exemple du comportement du PEHD lors d'essais de traction-relaxation, qu'un effort réel peut conduire à une réduction de modèle pertinente. Quelles nouvelles interrogations amène-t-il alors au modélisateur ? Dans un second temps, nous confronterons la modélisation aux aspects de couplages thermomécaniques. Compte tenu des difficultés qui persistent encore sur le plan d'une reconstruction quantitative fiable des sources thermomécaniques, il ne sera pas question ici, comme précédemment, de prétendre identifier les nouveaux paramètres de modélisation résultant de la prise en compte des couplages. Nous nous contenterons de montrer que notre loi possède une structure capable de rendre compte de l'observation, dans l'attente évidemment qu'une analyse fine d'identifiabilité de paramètres soit mise en place, que le modèle soit éventuellement réduit et que des progrès soient encore faits sur l'aspect reconstruction de source.

X.1 Identifiabilité paramétrique et approche DNLR

La loi de comportement DNLR, telle qu'issue des derniers travaux sur le PEHD a été exposée au chapitre IX. Nous la qualifierons dans la suite du texte de modèle A. L'ensemble des paramètres la composant a été présenté. Nous souhaitons maintenant passer à la phase d'estimation de ces paramètres à partir de données expérimentales et tout d'abord, en se basant sur nos mesures en traction ou traction-relaxation. Nous alertons le lecteur sur le fait que les quelques notions utiles pour aborder la question de l'identification paramétrique en sciences de l'ingénieur, telles que présentées par Walter et Pronzato [118] par exemple, ont été rappelées séparément dans l'annexe D. Le strict nécessaire a été introduit mais il est indispensable pour comprendre l'argumentaire développé ci-après. Toutes les identifications ont été menées par une optimisation sur le critère des moindres carrés avec des algorithmes déterministes : fonction *fminsearch* sous Matlab ou algorithme de Levenberg-Marquardt codé en interne. Elles ont porté sur des essais mécaniques obtenus pour trois vitesses de chargement (ou déchargement) différentes que nous noterons :

$$\dot{\varepsilon}_1 = 2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}, \dot{\varepsilon}_2 = 10^{-2} \text{ s}^{-1}, \dot{\varepsilon}_3 = 5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$$

X.1.1 Estimation des paramètres du modèle A

Pour commencer notre réflexion sur l'identification des paramètres, nous allons porter notre attention sur le seul comportement mécanique du PEHD et discuter des paramètres du modèle élaboré au LEMTA par R. Arieby (thèse 2007). Pour appuyer notre discussion, nous rappelons, via le schéma analogique ci-dessous, la structure des équations du modèle.

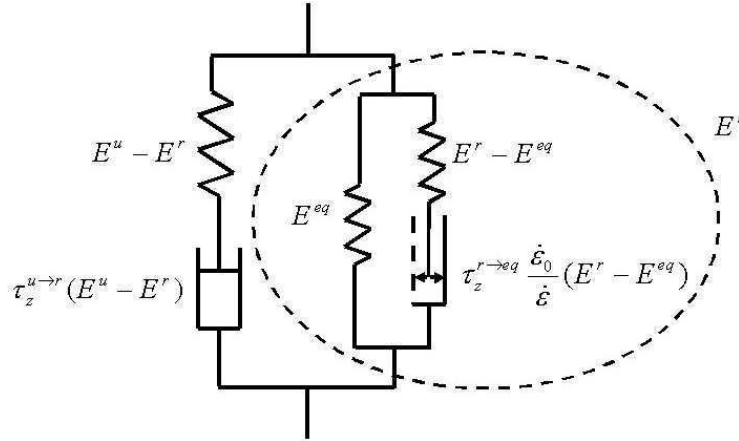


Fig. X.1: Traduction analogique de la modélisation du PEHD pour un mode DNLR selon [6] et [88]

En clair, les paramètres à connaître à chaque instant pour intégrer la forme incrémentale des lois de comportement et remonter à la loi d'état sont regroupables en 5 grandes familles dont 3 portent sur les coefficients thermodynamiques de stabilité de la matrice de Tisza (les trois rigidités instantanée E^u , relaxée E^r et réversible d'équilibre E^{eq}) et deux sur les cinétiques de transition ($\tau^{u \rightarrow r}$ et $\tau^{r \rightarrow eq}$) :

le module instantané E^u

L'expérience (R. Arieby) montre une pente unique au début de chaque décharge comme au début de chaque mise en charge : cette observation conduit à "caler" un unique module instantané sur cette pente pour tout le domaine expérimental exploré.

Le modèle fait donc appel à 1 seul paramètre ajustable pour l'élasticité instantanée.

le module relaxé E^r ,

Le travail expérimental de K. M'Rabet sur la relaxation de la contrainte lors de charges et décharges révèle la présence d'une forte hystérésis au niveau de l'état relaxé qui peut alors être considéré comme indépendant de la vitesse. Il révèle également et cela est confirmé par les observations de R. Arieby que ce module diminue dès les faibles déformations pour atteindre une valeur quasi asymptotique avant de croître à nouveau à la manière d'un durcissement de type hyperélastique au-delà de $\varepsilon = 0.8$. La figure ci-dessous qui montre l'évolution de la contrainte relaxée mesurée au LEMTA par K. M'Rabet (thèse 2003) illustre ces observations. Arieby propose la forme :

$$E^{r,eff} = E^r \left[\left(1 - [\alpha_1(1 - \exp(-\beta_1\varepsilon_1))] \right) - x\mathcal{L}^{-1}\left(\frac{\lambda_c}{n^{0.5}}\right) \right] \quad (\text{X.1})$$

où

$$x = \sqrt{\left(\frac{1}{n^{0.5}}\right) \frac{3n-1}{n-1}} \text{ et } \lambda_c = \sqrt{\lambda_1^2 + 2\lambda_2^2/3} \quad (\text{X.2})$$

avec

$$\lambda_1 = \exp(\varepsilon_1) \text{ et } \lambda_2 = \exp(\varepsilon_1^{1/2}) = 1/\sqrt{\lambda_1} \quad (\text{X.3})$$

pour analyser ses propres données expérimentales, fortement influencées par la fonction de Langevin inverse $\mathcal{L}^{-1}$ pour les fortes déformations. La première partie $\left(1 - [\alpha_1(1 - \exp(-\beta_1\varepsilon_1))]\right)$ rend compte de l'adoucissement que l'on peut être tenté d'attribuer aux zones de moindre densité qui se développent dans l'interphase amorphe, alors que la seconde prend en compte son durcissement de type hyperélastique ; le paramètre n correspond au nombre de liens rigides dans la chaîne moléculaire de type Arruda et Boyce.

Cette forme introduit 4 paramètres ajustables pour traiter des évolutions de la rigidité apparente avec la microstructure relaxée.

le spectre de relaxation $u \rightarrow r$

Ce spectre est caractérisé par sa largeur d , et par son temps caractéristique le plus long au niveau de la relaxation $\tau^{u \rightarrow r} = \tau_{\max}^1$. L'indice 1 désigne l'étage n°1 ou la branche gauche du modèle modal Poynting-Thomson de la figure X.1.

Le volume d'activation, défini par la relation $V^+ = -k_\sigma = -k_0 \exp[k_1 \varepsilon^{k_2}]$ qui affecte le niveau de la barrière d'activation par le biais de l'écart à l'état relaxé sur la contrainte, produit un glissement des temps au cours du processus.

L'effet de la vitesse se retrouve dans la fréquence de saut ; il induit également un glissement défini par $(\frac{\dot{\varepsilon}_0}{|\dot{\varepsilon}|})^{1/m}$ sur les temps caractéristiques.

Au bilan ce spectre nécessite 7 paramètres ajustables.

Le module hyperélastique apparent décrivant la part réversible du comportement dit d' "équilibre"

C'est la formulation de l'élasticité caoutchoutique de Arruda et Boyce qui est retenue pour cette partie :

$$\sigma^{eq} = Nk_B T \frac{1}{\lambda_c} n^{0.5} (\lambda_1^2 - \lambda_2^2) \mathcal{L}^{-1}\left(\frac{\lambda_c}{n^{0.5}}\right) \quad (X.4)$$

Ceci introduit 1 nouveau paramètre $Nk_B T$ à identifier et noté NKT par la suite.

le spectre de relaxation $r \mapsto eq$

La largeur du spectre est prise identique au précédent, le temps le plus long $\tau^{r \mapsto eq} = \tau_{max}^2$ est un paramètre ajustable (branche droite du modèle modal de Poynting-Thomson). Sa sensibilité à la vitesse est choisie égale à $(\frac{\dot{\epsilon}_0}{|\dot{\epsilon}|})$, ce qui n'ajoute aucun paramètre, mais transforme l'amortisseur en frotteur assurant de la sorte une hystérèse insensible au temps pour l'état relaxé. Le volume d'activation est une constante et c'est un nouveau paramètre à ajuster.

Ce spectre nécessite donc 2 paramètres supplémentaires.

Pour résumer, le modèle de R. Arieby,

qui permet par ailleurs de rendre compte des variations de volume lors de charges/décharges (moyennant la modélisation du coefficient de Poisson effectif à l'aide de 5 paramètres supplémentaires calés sur le suivi expérimental des déformations transversales),

qui permet également d'analyser l'anisotropie microstructurale en fonction des orientations de prélèvement des éprouvettes dans des plaques extrudées (via une variation linéaire de n avec l'orientation),

met en oeuvre pas moins de 15 paramètres à ajuster sur diverses histoires de chargement pour décrire le comportement en traction.

Pour l'heure, ces paramètres sont obtenus par "ajustements manuels" sur une "banque" de données expérimentales portant sur une caractérisation tridimensionnelle de la réponse pour diverses histoires de chargement. Le tableau ci-dessous fournit les valeurs retenues par R. Arieby.

Pour l'état d'équilibre		$Nk_B T = 0.53 \text{ Mpa}$		$n = 90$
Pour l'état relaxé (d=4)		Pour la réponse globale		
$E_1^r = 350 \text{ Mpa}$	$\tau_{max}^{eq} = 19.10^7 \text{ s}$	$E_1^u = 1180 \text{ Mpa}$	$\tau_{max}^r = 42300 \text{ s}$	
$\alpha_1 = 0.889$	$\beta_1 = 18$	$K_0 = 1299 \text{ cm}^3/(\text{mol at})$	$K_1 = 0.57$	
$K_\sigma^{eq} = 518 \text{ cm}^3/(\text{mol at})$	$\dot{\epsilon}_0 = 9.10^{-7} \text{ s}^{-1}$	$K_2 = 2$	$m = 0.12$	

TAB. X.1: Valeurs des paramètres nécessaires à la simulation du PEHD en tractions séquencées charges/décharges à différentes vitesses et en grandes déformations

Notons la valeur du coefficient Eu trouvée ici égale à 1180 Mpa. Compte-tenu du nombre important de paramètres, nous ne produirons pas les figures correspondant au tracé de tous les coefficients de sensibilité. Un travail fastidieux d'analyse croisée de ces figures nous révèlent que pour des stimulations de traction, traction-relaxation et traction interrompue par des

cycles charge-décharge, bon nombre de ces paramètres sont corrélés et certains sont d'une sensibilité très faible relativement aux autres. Autrement dit, la panoplie d'excitations envisagées ne permet pas l'identification simultanée de nos paramètres qui ne peuvent être qualifiés d'intrinsèques. Cela signifie aussi qu'un nombre important de combinaisons de valeurs des paramètres sont susceptibles de conduire aux mêmes 'fits'. Même si l'ajustement 'manuel' s'est fait avec beaucoup de clairvoyance et s'appuie sur un empirisme nourri d'expériences multiples et variées, il ne repose pas sur l'optimisation d'un critère objectif par un calcul automatique (qui devrait être la règle). L'utilisation de la loi de comportement pour prévoir le comportement dans d'autres situations ou caractériser d'autres matériaux reste donc problématique. Les paramètres corrélés apparaissent au niveau de la description de l'état relaxé et, on pouvait s'y attendre, au niveau des coefficients de glissement associés aux spectres de relaxation.

Nous nous sommes proposés dans le cadre de cette thèse, de reprendre le problème à la base et de rechercher une stratégie d'identification efficace pour le modèle DNLR. Du moins nous tâcherons d'en présenter les principes fondamentaux qui selon nous devraient guider dorénavant toute procédure d'ajustement expérimental avec la loi de comportement DNLR.

X.1.2 Estimation des paramètres du modèle C

Le modèle C est un modèle réduit dérivé du modèle général A (réputé complet). Nous avons essayé de construire ce modèle en ne retenant que les éléments indispensables pour décrire le comportement du matériau dans l'essai de traction. Ce modèle est basé sur une *structure* DNLR à un seul étage soit :

$$\dot{\sigma}^j = p^j E_u \dot{\epsilon} - \frac{\sigma^j - \sigma^{j,r}}{\tau_\sigma^j} \text{ avec } \sigma = \sum_j \sigma^j \quad (\text{X.5})$$

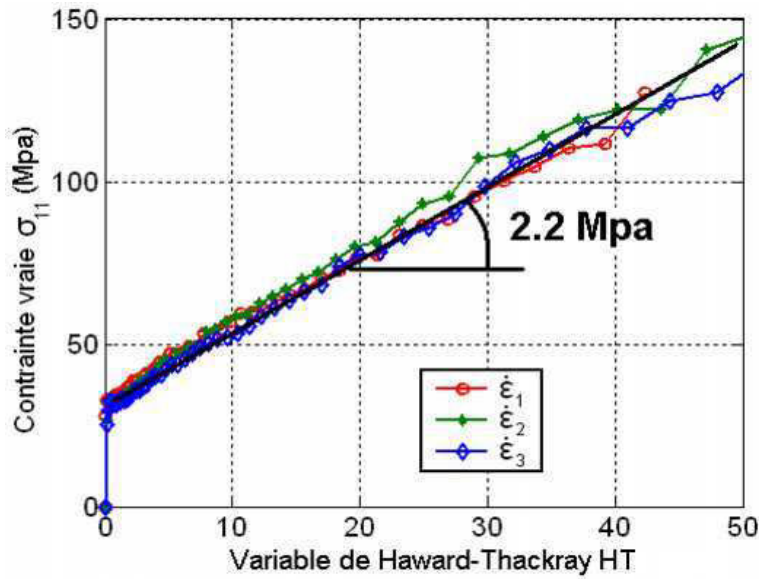


Fig. X.2: Courbes expérimentales $\sigma = f(HT)$ (traction simple) pour les trois vitesses de chargement

Essai de traction simple

L'état relaxé est basé sur une description limitée à l'hyperélasticité. En effet, l'analyse des données expérimentales brutes montre que si la courbe de traction est tracée en fonction de la variable de Haward-Thackray notée $HT = \lambda^2 - \lambda^{-1}$ [64] où λ figure l'élongation ou stretch ($\lambda = \exp(\varepsilon)$), on obtient un comportement linéaire de la contrainte et ce quelle que soit la vitesse de traction (cf. fig. X.2). De plus la pente de cette droite est constante et vaut approximativement $NKT = 2.2 \text{ Mpa}$ soit l'ordre de grandeur exact des valeurs retenues classiquement pour le module hyperélastique du PEHD. En conséquence, il semblerait que la courbe de traction n'ait besoin pour être reproduite, que de 3 paramètres : le module d'élasticité instantané Eu au 'départ' de la courbe, le module hyperélastique NKT qui permet de décrire toute la partie de durcissement de la traction en approchant dans le modèle DNLR l'état relaxé par $\sigma^r = NKT \times HT$, et enfin une distribution (choisie linéaire ici) de temps de relaxations (viscoélasticité pure) permettant d'accommoder le passage de l'un à l'autre de ces deux comportements ('genou' de traction). Le modèle C, chargé ici de décrire le comportement du PEHD en traction est donc un modèle réduit à 3 paramètres : $p = \{Eu, NKT, \tau_{max,T}\}$ (l'indice T du paramètre $\tau_{max,T}$ indique qu'il s'agit du spectre associé à la traction). Le nombre de décades choisi pour décrire le spectre est un paramètre ayant un statut assez particulier. Il est lié à la structure du modèle direct choisi (DNLR) et doit être fixé de manière à garantir que le modèle ne soit pas biaisé. C'est un paramètre que nous qualifierons de paramètre de convergence au même titre que le nombre de modes retenus dans l'analyse spectrale menée en partie 2 ou le paramètre de régularisation r . Dans la littérature 'inverse', ce genre de paramètres est souvent qualifié d'hyper-paramètre. Il a néanmoins un sens physique important puisqu'il borne le spectre vis-à-vis des hautes fréquences. La figure X.3(a) donne les coefficients de sensibilité X_j à chacun des trois paramètres p_j . La seconde figure X.3(b) représente la sensibilité à Eu en fonction de la sensibilité à $\tau_{max,T}$. Ces deux paramètres sont relativement fortement corrélés. Si l'identification devait se faire sur la partie 'plateau' de la courbe de traction, il est évident que leur identification simultanée ne serait pas possible. Heureusement, aux faibles (genou de traction) et aux grandes déformations, les deux paramètres se décorrèlent. La matrice de sensibilité X est représentée ci-dessous (cf. fig. X.4). On voit que l'erreur attendue sur les différents paramètres est inférieure à 3% même si l'on remarque la valeur élevée (0.997) du coefficient de corrélation r_{13} entre Eu et $\tau_{max,T}$. Ce dernier paramètre est donc bien identifié et on peut vérifier cela en modifiant drastiquement les valeurs initiales de l'algorithme. C'est toujours la même estimation qui est trouvée et l'identification est très robuste. En présence d'un nombre de paramètres faibles, ces valeurs de coefficients de corrélation ne sont pas rédhibitoires pour l'estimation pourvu que l'on dispose de beaucoup de données expérimentales dans les zones présentant une décorrélation paramétrique même sur une plage de temps faible.

La figure X.5 permet de vérifier que c'est pour un nombre de décades $d \geq 6$ que nous avons convergence des paramètres estimés. Notons que ce paramètre d a une influence énorme sur le module élastique Eu qui peut ainsi passer de 1.4 Gpa à 2.3 Gpa, valeur atteinte à convergence! Le paramètre NKT est toujours très bien identifié et n'est pas sensible à la troncature du spectre ce qui est logique. Les temps caractéristiques $\tau_{max,T}^1, \tau_{max,T}^2, \tau_{max,T}^3$ identifiés séparément pour les essais de traction aux vitesses $\dot{\varepsilon}_1, \dot{\varepsilon}_2, \dot{\varepsilon}_3$ évoluent toujours avec le nombre de décades. C'est évident par construction du modèle, puisqu'en changeant le nombre de décades, on affecte directement le spectre. Un nombre de décades élevé va affecter un certain poids, même faible, aux processus de fortes fréquences et ainsi provoquer une

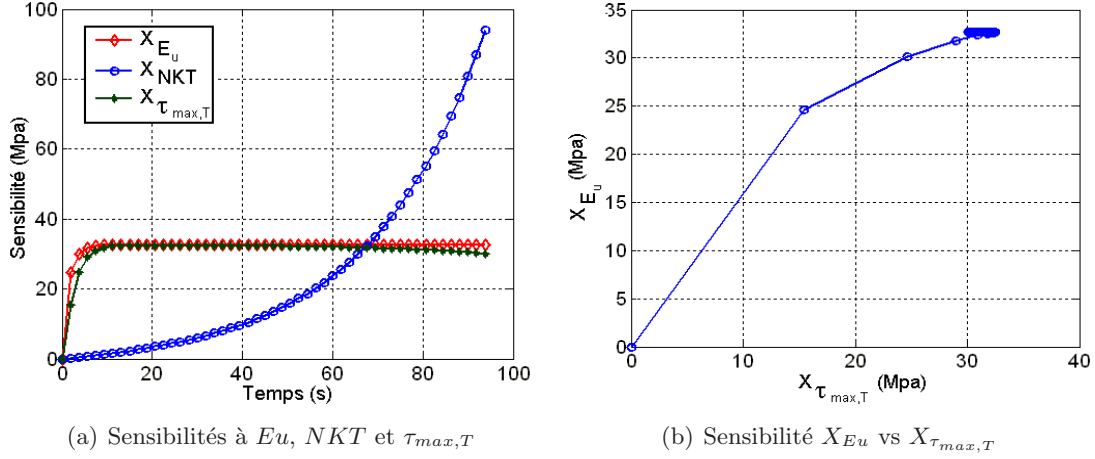


Fig. X.3: Sensibilités des paramètres du modèle C en traction simple

$$\text{cov}(\hat{\mathbf{p}}) = \begin{bmatrix} 0.027 & -0.228 & -0.997 \\ -0.228 & 0.012 & 0.179 \\ -0.997 & 0.179 & 0.000 \end{bmatrix}$$

Fig. X.4: Matrice de Variance-Covariance des paramètres du modèle C (Traction)

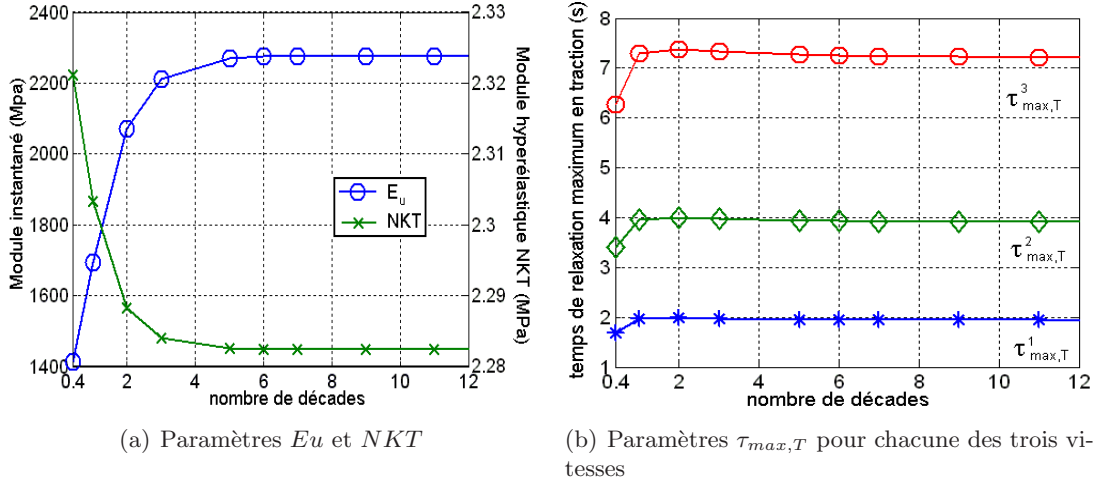


Fig. X.5: Convergence des paramètres identifiés avec le nombre de décades

diminution du τ_{max} . Dans le calcul numérique, on peut donc générer des erreurs et l'optimiseur fait sensiblement évoluer les valeurs de $\tau_{max,T}$. Néanmoins on peut vérifier que pour $d \geq 6$ ces paramètres de temps sont stabilisés à moins de 0.8% près.

Les paramètres sont facilement identifiables grâce à ce modèle réduit. Les paramètres E_u et NKT ont été identifiés simultanément sur toutes les courbes expérimentales obtenues aux

différentes vitesses mais un seul temps caractéristique était identifié pour chaque vitesse. Les valeurs obtenues par ajustement sont reportées dans le tableau X.2. Nous montrons que de surcroît, ce modèle extrêmement simpliste n'induit pas de biais. Sur la figure X.6, nous avons reporté les trois courbes expérimentales σ - ε obtenues pour les trois vitesses d'essai ainsi que la courbe théorique recalculée grâce au modèle (pour une vitesse arbitraire). Les courbes sont tracées en fonction d'un temps adimensionnel qui a été réduit par la vitesse d'essai soit $t^* = t \dot{\varepsilon}$. Nous constatons à l'analyse des résidus d'identifications, que le 'fit' est de très bonne qualité. Il montre donc que le modèle n'est pas biaisé, y compris (c'est ce que l'on teste dans la figure) lorsque l'on adopte une distribution linéaire des cinétiques de relaxation avec un 'rescaling' simple en vitesse. C'est à dire que les cinétiques de relaxation exprimées en nombre de Deborah : $De = t \dot{\varepsilon} = t_{rel}/t_{exp}$ sont considérées ici comme indépendantes de ce nombre et conduisent à un comportement quasi-unique (pas d'effet de vitesse).

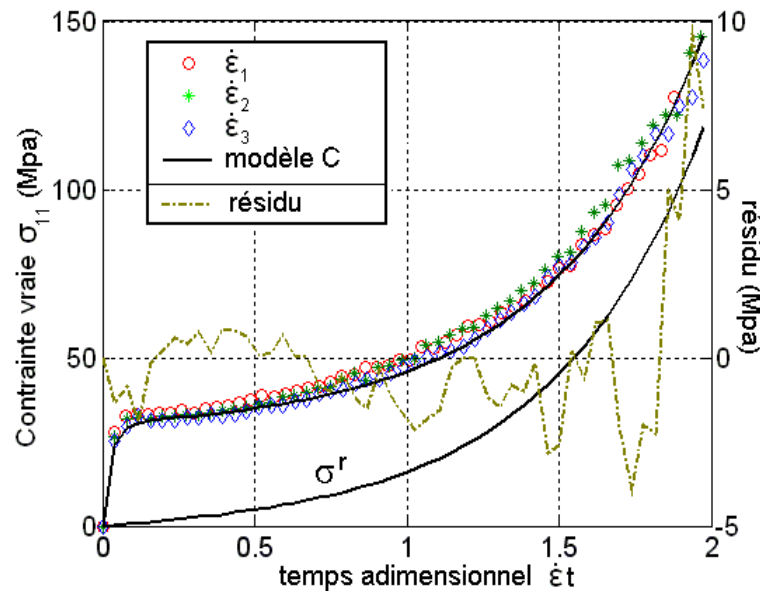


Fig. X.6: Courbes expérimentales $\sigma = f(\dot{\varepsilon}t)$ aux trois vitesses et courbe théorique ajustée pour $\dot{\varepsilon}_1$ (6 décades)

Concernant les valeurs des paramètres, nous identifions donc les valeurs suivantes :

Eu	NKT	$\tau_{max,T}^1$	$\tau_{max,T}^2$	$\tau_{max,T}^3$
2275 MPa	2.28 MPa	1.953 s	3.93 s	7.255 s

TAB. X.2: Paramètres identifiés sur l'essai de traction avec le modèle C (aux 3 vitesses de traction)

S'agissant de la valeur de Eu l'écart avec les valeurs données par le constructeur est énorme (1200 MPa soit près de 50% de moins). Il est également différent de la valeur trouvée avec le modèle A suite aux ajustements 'manuels'. Nous avons alors décidé de réaliser une mesure indépendante de Eu par technique ultrasonore qui repose sur la mesure directe des vitesses d'une onde sonore dans le sens longitudinal et transversal de l'échantillon. Ces mesures ont été faites grâce à deux transducteurs permettant une excitation sonore à 5 MHz grâce à deux éléments piézoélectriques excitant une membrane céramique en compression et cisaillement.

Les transducteurs récupèrent les échos de l'onde sonore après réflexion sur la face arrière de l'échantillon. Le signal de réponse acoustique permet de calculer la période moyenne P entre échos successifs (trois généralement pour un polymère). Reliés à un oscilloscope, il est alors possible de mesurer l'intervalle de temps nécessaire au parcours de 2 fois l'épaisseur du matériau et d'en déduire les vitesses longitudinales et transversales via la formule $V = 2 \times e / P$ où e est l'épaisseur. Des formules permettent de déduire le module instantané Eu ainsi que le coefficient de Poisson. Le dispositif est disponible à l'Ecole Européenne d'Ingénieurs en Génie des Matériaux. Le module d'Young instantané Eu est obtenu alors par l'équation :

$$Eu = \rho V_T^2 (3V_L^2 - 4V_T^2) / (V_L^2 - V_T^2) \quad (\text{X.6})$$

Pour deux mesures, nous avons obtenu les valeurs de 2210 et 2230 MPa pour le module ! Nous avons donc ici la démonstration évidente que seule une stratégie d'identification bien pensée peut conduire à l'estimation précise de paramètres matériaux véritablement intrinsèques. La valeur estimée par ajustement de notre modèle de comportement, certes simpliste, mais parfaitement réduit pour l'identification de Eu sur la courbe de traction du polymère présente moins de 2% d'écart avec la valeur obtenue par technique ultrasonore. Mentionnons qu'encore à l'heure actuelle beaucoup de chercheurs discutent de résultats expérimentaux pour lesquels le module d'élasticité a été estimé par mesure de pente à l'origine de la courbe de traction !

En ce qui concerne la valeur de NKT , nous retrouvons une valeur très proche de la valeur initiale moyenne, estimée grâce au comportement hyperélastique constaté aux grandes déformations et ce pour différentes vitesses de traction (moins de 4% d'écart).

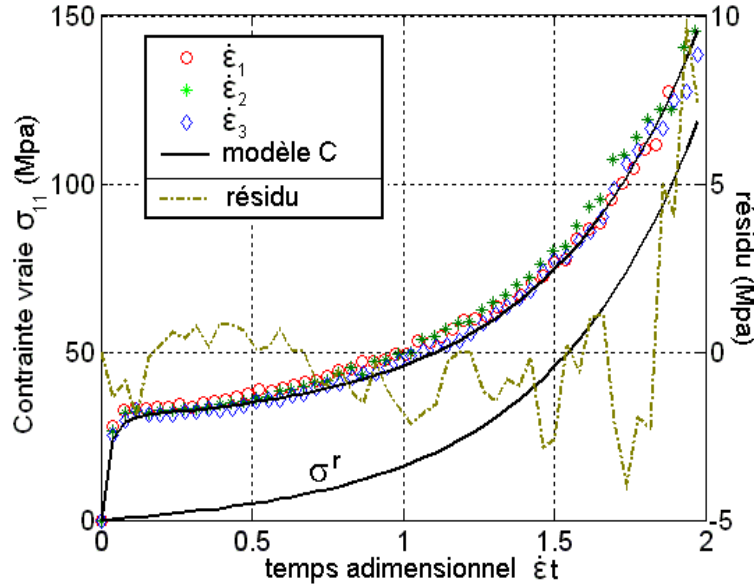


Fig. X.7: Courbes expérimentales $\sigma = f(\dot{\epsilon} t)$ aux trois vitesses et courbe théorique ajustée pour $\dot{\epsilon}_1$ (2 décades)

En ce qui concerne la valeur des temps caractéristiques estimés, on trouve bien des temps $\tau_{max,T}$ d'autant plus courts que la vitesse de traction est grande. Il est remarquable de noter que, corrigé de la vitesse de traction, ces temps conduisent à des nombres de Deborah respectivement égaux à $De^1 = 0.0391$, $De^2 = 0.0393$, $De^3 = 0.0363$ soit une dispersion de

l'ordre de 8%. On peut donc dans ce modèle réduit prétendre n'utiliser qu'un seul temps de relaxation bornant le spectre aux temps longs et décaler simplement ce temps avec la vitesse d'essai. L'ajustement des paramètres avec ce modèle est donc de très bonne qualité connaissant d'autre part les limitations métrologiques inhérentes à Vidéotraction (premiers points de la courbe très sensibles à la régulation en vitesse, derniers points de la courbe généralement assez bruités compte-tenu de la désagrégation des taches).

Pour terminer, nous présentons en figure X.7 les ajustements obtenus en considérant le modèle C pour lequel le nombre de décades a été fixé arbitrairement à 2. On observe que la structure du modèle conduit également à un bon ajustement. Mais la valeur de Eu est alors biaisée et n'a assurément plus de caractère intrinsèque au matériau. On trouve une valeur de Eu , égale à 2072 MPa soit 10% d'écart par rapport à la valeur obtenue avec 6 décades. On voit donc encore une fois le danger d'une approche un peu trop 'rapide' dans cette phase d'estimation des paramètres modèles.

Essai de traction-relaxation

Nous passons maintenant à l'analyse de données expérimentales plus riches, obtenues lorsque la traction est suivie d'une relaxation. Dans les essais donnés ici, la relaxation est enclenchée à une déformation voisine de $\varepsilon_r = 1.9$. Nous choisissons ici de considérer que la traction cessant, la matière relaxe vers un certain état d'équilibre avec d'autres cinétiques. Le modèle C est donc complété pour cette phase par un changement de cinétique (toujours linéaire), conduisant à l'introduction d'un nouveau paramètre $\tau_{max,R}$ (l'indice R indique cette fois qu'il s'agit du spectre associé à la Relaxation). L'état d'équilibre vers lequel le système évolue dépend bien sûr, entre autres, du niveau de déformation atteint en fin de traction ε_r . Nous choisissons de considérer $\sigma^{j,r} = p^j \sigma^{eq}$ dans l'équation X.5 et d'identifier ce paramètre. Le nouveau vecteur paramètre est donc $p = \{Eu, NKT, \tau_{max,T}, \tau_{max,R}, \sigma^{eq}\} = \{p_T, p_R\}$ pour faire apparaître le jeu de paramètres nécessaires pour la traction et le jeu complémentaire invoqué pour décrire la relaxation. Notons que dans ce cas, le modèle C n'est plus en adéquation avec les idées physiques ayant présidé à la construction du modèle A et ce pour deux raisons. Tout d'abord, l'état d'équilibre évoqué ici ne correspond pas stricto sensu à un état relaxé, ces deux états étant clairement définis par la thermodynamique. Ensuite, le fait d'introduire un nouveau spectre calé par $\tau_{max,R}$ signifie que l'on crée artificiellement un 'saut' de spectre alors que le spectre des temps de relaxation impliqués dans cette phase de relaxation devrait être issu de la phase précédente, pour intégrer les effets mémoires. Mais il s'agit encore une fois de veiller à avoir le modèle réduit qui permette une bonne identification de tous les paramètres. Certains pourront avoir une signification physique claire et permanente. D'autres seront des paramètres introduits pour réduire efficacement le modèle, dont le sens physique est nécessairement indirect, et pour cette raison, ils peuvent venir enrichir la réflexion. On peut imaginer par exemple que la courbe qui permettrait de tracer l'évolution de σ^{eq} identifié en fonction de la déformation ε_r soit intéressante à analyser. Examinons maintenant ce à quoi nous conduit ce modèle en termes d'estimation paramétrique.

Plaçons-nous dans la situation d'un expérimentateur disposant des données de traction-relaxation et du modèle C. Deux attitudes sont possibles :

- Les paramètres correspondant à la traction p_T ne sont identifiés que sur l'intervalle de données correspondant à la seule traction. Cela correspond à l'opération précédente. On considère donc le vecteur p_T comme connu. Seuls sont identifiés les paramètres $p_R =$

$\{\tau_{max,R}, \sigma^{eq}\}$. Par sécurité, un spectre de 7 décades a été considéré pour le spectre en relaxation soit une de plus que pour la traction. Les valeurs obtenues pour p_R pour les trois vitesses sont données dans le tableau X.3

	$\dot{\varepsilon}_1$	$\dot{\varepsilon}_2$	$\dot{\varepsilon}_3$
Eu (MPa)	2276 fixé		
NKT (MPa)	2.28 fixé		
$\tau_{max,T}$ (s)	1.953	3.93	7.25 fixés
$\tau_{max,R}$ (s)	2.92	4.96	16.88
σ^{eq} (MPa) (s)	66.0	75.2	68.7

TAB. X.3: Paramètres p_R identifiés sur l'essai de (traction)-relaxation avec le modèle C

Pour l'essai à la vitesse $\dot{\varepsilon}_1$ on donne un exemple de l'ajustement obtenu (fig. X.8). Mis à part les écarts observables aux grandes déformations compte tenu des erreurs métrologiques, les résidus d'identification sont très corrects. Notons que l'on ne retrouve pas du tout l'égalité des nombres de Deborah si l'on corrige les temps de relaxation identifiés par la vitesse de traction. C'est normal et c'est le signe des effets mémoires. Cet ajustement sur un essai de traction-relaxation unique n'est pas intéressant en soi compte-tenu du faible contenu physique des paramètres additionnels. Il faudrait étudier l'évolution des valeurs prises par p_T pour différents essais en modifiant les jeux de valeurs ($\dot{\varepsilon}$ et ε_r) afin de comprendre l'influence des effets mémoires sur ces paramètres ce qui pourrait nourrir une modélisation plus efficace. Nous verrons néanmoins l'usage intéressant que nous pourrions en faire en section X.2 pour traiter des données thermomécaniques.

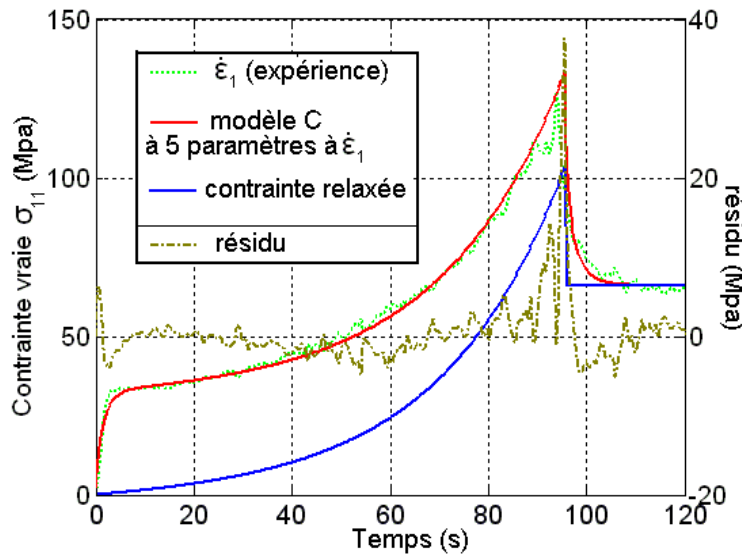


Fig. X.8: Courbes expérimentales et théorique ajustée $\sigma = f(t)$ pour l'essai de traction-relaxation à $\dot{\varepsilon}_1$

- La seconde attitude possible consisterait à considérer que les données doivent permettre d'identifier la totalité des 5 paramètres. Analysons alors les courbes de sensibilité pour le jeu de paramètres identifié précédemment (essai à $\dot{\varepsilon}_1$). On observe sur la figure X.9(b)

que les paramètres p_R ont une sensibilité nulle dans toute la phase de traction, ce qui est normal. Les deux paramètres apparaissent décorrélés dans la phase de relaxation. La sensibilité à σ_{eq} part de 0 pour tendre vers un maximum aux temps ultimes. C'est le contraire pour $\tau_{max,R}$. Ces deux paramètres peuvent à priori bien être estimés séparément, ce qui légitime la démarche précédente. Malheureusement, si l'on se propose d'estimer l'ensemble des paramètres, on observe qu'à l'exception de σ_{eq} , toute la phase de relaxation se révèle être un très mauvais intervalle d'identification. Les 4 autres paramètres y voient leur sensibilité décroître 'exponentiellement' de leur valeur en fin de traction, vers une valeur nulle. La phase de relaxation apporte donc une forte corrélation entre paramètres et peut dégrader l'estimation. C'est ce que l'on observe en pratique. Partant des valeurs initiales connues, une identification sur le signal des 5 paramètres conduit au résultat reporté dans le tableau X.4, où la seconde ligne reporte les écarts en % par rapport aux valeurs déterminées par l'identification successive de p_T puis p_R . Seul σ_{eq} est bien identifié. Les autres paramètres voient leurs valeurs fortement modifiées. Le module instantané Eu varie de 10%. Cela illustre le principe énoncé en introduction, selon laquelle la loi de comportement doit être enrichie pour rendre compte de nouveaux phénomènes mais en maintenant les acquis (paramètres déjà identifiés). La bonne stratégie est d'identifier les paramètres additionnels uniquement.

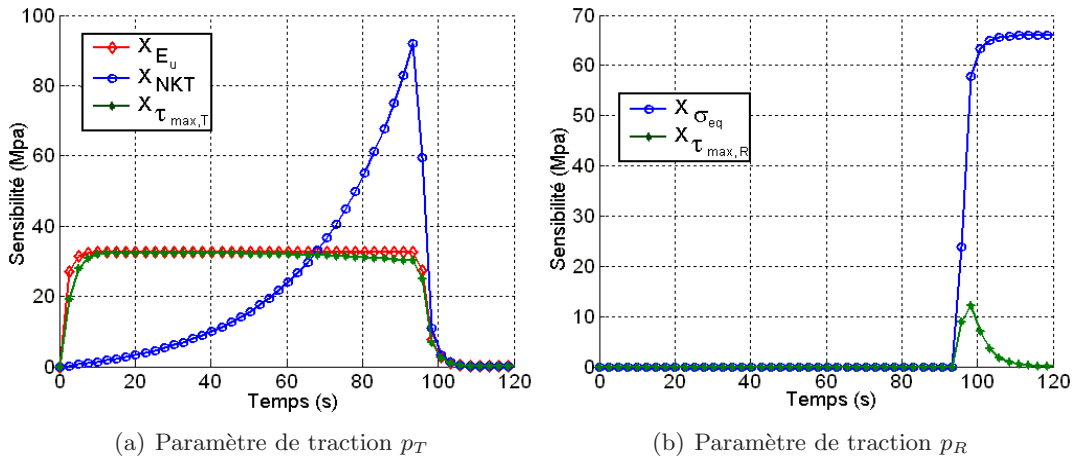


Fig. X.9: Sensibilité aux paramètres pour le modèle B sur un essai de traction-relaxation ($\dot{\epsilon}_1$)

Eu	NKT	$\tau_{max,T}$	$\tau_{max,R}$	σ_{eq}
2011 MPa	2.05 MPa	2.36 s	3.48 s	65.74 MPa
11.6 %	10 %	-21 %	-19 %	0.5 %

TAB. X.4: 5 Paramètres p identifiés sur l'essai de traction + relaxation avec le modèle C (pour $\dot{\epsilon}_1$)

Cet exemple illustre à nouveau toute la problématique de l'identification de loi de comportement, qui limite véritablement les progrès que l'on serait en droit d'attendre. Notre modèle C, performant du point de vue de la réduction et physiquement correct est très intéressant pour l'essai de traction. Dans le cas de la traction-relaxation, le modèle C est complété. C'est

toujours un modèle réduit mais au prix cette fois de petits arrangements avec la physique. Seuls les paramètres additionnels doivent être identifiés sous peine de remettre en cause les valeurs obtenues sur l'essai de traction simple. L'adéquation modèle-expérimentation reste très bonne.

X.1.3 Estimation des paramètres du modèle B

On considère cette fois le modèle DNLR dans sa version 'double étage' mais que l'on va chercher à épurer de paramètres superflus. On a vu en effet qu'une distribution linéaire des cinétiques de relaxation semblait suffisante pour la phase de traction, et que l'effet de vitesse était proportionnel. L'état relaxé n'a semble-t-il pas besoin d'être modélisé de manière complexe. Tentons donc de voir si en ne conservant que le squelette de l'approche à double-étage, nous disposons d'un modèle descriptif satisfaisant appelé modèle B. Ce modèle est rappelé par les équations suivantes :

$$\dot{\sigma}^j = p^j E_u \dot{\varepsilon} - \frac{\sigma^j - \sigma^{j,r}}{\tau_{\sigma}^j} \text{ avec } \sigma = \sum_j \sigma^j \quad (\text{X.7a})$$

$$\dot{\sigma}^{j,r} = p^j E_r \dot{\varepsilon} - \frac{\sigma^{j,r} - \sigma^{eq,j}}{\tau_{\sigma}^{eq,j}} \text{ avec } \sigma^{eq,j} = NKT \times HT \quad (\text{X.7b})$$

Ce modèle fait intervenir maintenant un minimum de 5 paramètres soit $p = \{Eu, Er, NKT, \tau_{max,T}^1, \tau_{max,T}^2\}$. On rappelle que les exposants 1 et 2 associés au temps $\tau_{max,T}$ renvoient aux deux spectres nécessaires pour décrire chaque étage : étage 1 = état courant→état relaxé, étage 2 = état relaxé→état d'équilibre. On récupère maintenant l'idée physique que deux états thermodynamiques sont définis. L'état relaxé est l'état d'équilibre métastable, correspondant à un état stationnaire pour les processus dissipatifs qui sont directement assujettis à la commande (état d'accompagnement). L'état courant doit toujours 'relaxer' vers l'état relaxé. L'état d'équilibre correspond à la situation où la commande cesse. Les processus dissipatifs qui étaient activés mais en régime stationnaire ont maintenant droit eux aussi à relaxer. L'état relaxé 'relaxe' vers l'état d'équilibre (en général avec des constantes de temps très longues, liées à la transformation du patin viscoplastique en frotteur). Nous voulons vérifier que cette structure de modèle permet bien de rendre compte d'un essai de traction-relaxation en garantissant une cohérence sur le plan des idées physiques qui sous-tendent le modèle et en conservant les acquis obtenus par le modèle réduit C. Autrement dit, nous ne revenons plus sur la question du nombre de décades utilisées pour le spectre et fixé à 6, ni sur la valeur du module instantané Eu considérée comme connue. Par contre les deux autres paramètres associés au modèle C, NKT et $\tau_{max,T}^1$ sont susceptibles d'évoluer. Voyons ce que l'on apprend en abordant la question de l'estimation des paramètres.

Essai de traction simple

La figure X.10 montre l'ajustement obtenu par le modèle B. On observe, et cela ne doit pas surprendre, que l'ajustement est bon, mais qu'il a été obtenu au prix d'une 'annihilation' de l'étage n°1. Les courbes donnant l'évolution de σ et σ^r sont quasiment superposées et s'ajustent sur les données expérimentales. La valeur identifiée pour Er est supérieure à la valeur de Eu ! Les valeurs de temps identifiées sont toutes deux plus faibles que la valeur

attendue. Les coefficients de sensibilité aux modules et aux temps caractéristiques apparaissent fortement corrélés entre eux avec des sensibilités près de 15 fois plus faibles pour Eu et $\tau_{max,T}^1$! L'identification conduit à un état relaxé qui se confond avec l'état courant. On peut vérifier ceci de manière plus claire en imposant le paramètre $\tau_{max,T}^1$ à une valeur très faible ($0.0001s^{-1}$). On impose donc ici que l'état courant relaxe vers l'état relaxé de manière instantanée. On observe alors que les modules Er et NKT ainsi que le temps $\tau_{max,T}^2$ tendent exactement vers les valeurs identifiées par le modèle C en traction alors que les sensibilités à Eu et $\tau_{max,T}^1$ deviennent quasiment nulles (10000 fois pus faibles que pour Er , NKT et $\tau_{max,T}^2$).

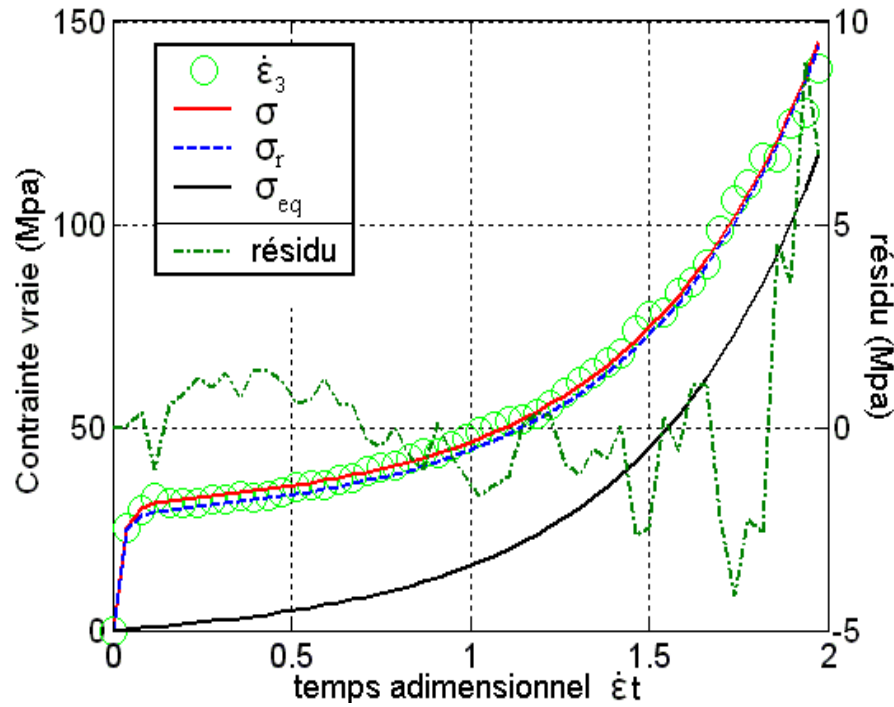


Fig. X.10: Courbes expérimentales et théorique ajustée $\sigma = f(t)$ pour l'essai de traction-relaxation à $\dot{\epsilon}_3$ - Modèle B

Ce résultat n'est pas surprenant et illustre juste les conséquences prévisibles de l'utilisation d'un modèle surparamétrisé par rapport à l'expérience considérée. Déjà dans sa version la plus simple, la structure de notre loi de comportement est trop complexe pour permettre l'identification propre des paramètres impliqués sur le seul essai de traction.

Er	NKT	$\tau_{max,T}^1$	$\tau_{max,T}^2$
2780 MPa	2.26 MPa	2.40 s	5.6 s

TAB. X.5: 4 Paramètres p identifiés sur l'essai de traction avec le modèle B (pour $\dot{\epsilon}_3$)

Essai de traction-relaxation

Cet essai apporte une information additionnelle mais la qualité de l'information est faible puisque, on l'a vu avec le modèle C, cette phase induit des sensibilités semblables pour la quasi-totalité des paramètres (décroissance à 0). Nous avons tenté de voir si la structure

double-étage permet néanmoins de garder une continuité de l'état relaxé au passage en relaxation avec un ajustement qui permette de prévoir le niveau vers lequel nous relaxons (appelé σ^{eq} précédemment). La relaxation demande à introduire deux nouveaux temps $\tau_{max,R}^1$ et $\tau_{max,R}^2$ mais nous fixerons $\tau_{max,R}^2 = \infty$ pour introduire l'idée que l'état relaxé ne peut évoluer vers l'état d'équilibre dans des temps suffisamment courts pour l'observateur. On rajoute donc un seul paramètre aux 5 précédents. Les tentatives d'identification se sont toutes soldées par un échec. La structure 'double DNLR' dans sa version la plus simple ne permet pas de rendre compte du comportement traction-relaxation, au moins dans la description des niveaux de contrainte atteints (on pouvait consentir à ce que les cinétiques soient mal décrites). Inutile à ce stade d'enrichir le modèle par des non-linéarités en tout genre sur les spectres de temps de relaxation, cela pourrait conduire à des ajustements plus ou moins corrects mais en introduisant à l'évidence de nombreuses corrélations entre paramètres. Nous avons donc tenté d'appliquer ce modèle aux essais de charge-décharge.

Essai de charges-décharges

La figure X.11 montre l'ajustement obtenu. La structure du modèle B capture bien les phases de charge-décharge en respectant la hiérarchie des états relaxés et d'équilibre. Les cinétiques ne sont à l'évidence pas correctes. Concernant les valeurs identifiées pour les paramètres, on trouve une valeur correcte pour le module $NKT = 2.26 \text{ MPa}$. Par contre, les autres valeurs des paramètres ne sont pas physiquement admissibles. Le module de l'état relaxé est trouvé à une valeur exagérée de 14.6 GPa !! Comme en atteste les discontinuités brutales de la réponse de la contrainte σ^r sur la figure X.11. S'agissant des constantes de temps, on trouve que la constante de temps $\tau_{max,R}^2$ est supérieure à $\tau_{max,R}^1$. Ce qui n'est pas acceptable. Les tentatives d'identification ont été multipliées en ajoutant d'autres expériences de charge-décharge survenant à d'autres niveaux de déformation, pour enrichir l'observable. Mais nous ne sommes parvenus à des résultats corrects. Il semble que la structure du modèle B ne soit pas capable de rendre compte simplement de ces essais.

Dans ces conditions, nous n'avons pas jugé raisonnable d'aborder la question du couplage thermomécanique avec le modèle DNLR complet (modèle A) d'autant que les couplages nécessitent l'introduction de paramètres additionnels en nombre! Nous avons donc choisi d'adopter le modèle C pour tenter de rapprocher du modèle nos mesures expérimentales de puissance thermomécanique.

X.2 Modélisation thermomécanique - Rapprochement avec les mesures

Nous rappelons le jeu d'équations utilisé pour la modélisation thermomécanique.

$$\dot{s}^j = p^j \left(\frac{\rho C_u}{T} \dot{T} + \alpha_u E_u \dot{\varepsilon} \right) - \frac{(s^j) - (s^{j,r})}{\tau_s^j} \quad (\text{X.8a})$$

$$\dot{\sigma}^j = -p^j \alpha_u E_u \dot{T} + p^j E_u \dot{\varepsilon} - \frac{\sigma^j - \sigma^{j,r}}{\tau_\sigma^j} \quad (\text{X.8b})$$

$$\frac{1}{2} \dot{D}^j = -\dot{T} \frac{s^j - s^{j,r}}{\tau_s^j} + \dot{\varepsilon} \frac{\sigma^j - \sigma^{j,r}}{\tau_\sigma^j} - \frac{D^j}{\tau_D^j} \quad (\text{X.8c})$$

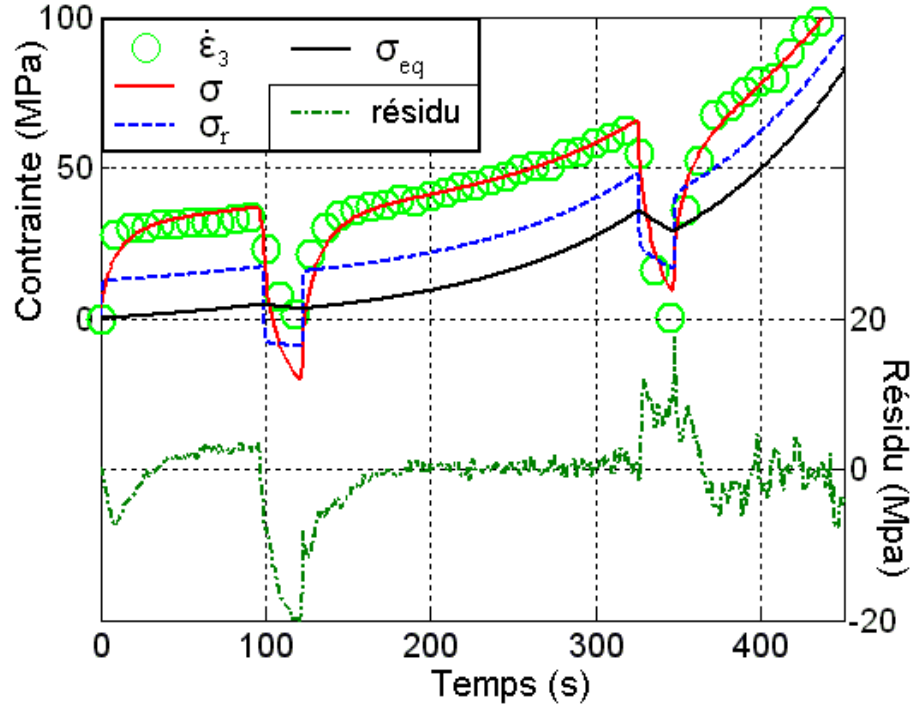


Fig. X.11: Courbes expérimentales et théorique ajustée $\sigma = f(t)$ pour l'essai de charge-décharge à ε_3 - Modèle B

La source reconstruite à partir de l'inversion des images expérimentales peut alors être rapprochée du modèle :

$$q(t) = q_1(t) + q_2(t) + q_3(t) = A.\dot{z} + \sum_j \left(\frac{s^j - s^{j,r}}{\tau_s^j} \right) T - \alpha_u E_u T \dot{\varepsilon} \quad (\text{X.9})$$

Le premier terme correspond à la dissipation intrinsèque ($q_1(t) = D$), toujours nécessairement positive. Le second terme correspond aux couplages entropiques. Le dernier terme correspond au couplage thermoélastique. La loi purement mécanique X.8 est donc décrite par le modèle C, seul modèle satisfaisant vis-à-vis de l'estimation paramétrique. Il interviendra dans le calcul de la source thermique par la valeur identifiée pour E_u dans la partie thermoélastique et par la valeur identifiée pour $D = A.\dot{z}$, solution de l'équation X.8. Nous avons donc déjà 5 paramètres pour le modèle mécanique $p_{meca} = \{E_u, NKT, \tau_{max,T}, \tau_{max,R}, \sigma^{eq}\}$. Les couplages thermomécaniques en imposent de nombreux autres mais nous allons ici faire les hypothèses suivantes : le spectre des temps de relaxation pour l'entropie τ_s^j et la dissipation τ_D^j sont considérés identiques (même nombre de décades et mêmes temps maximums τ_{max}). Nous fixerons le coefficient de dilatation de l'état relaxé α_r à 0. Les paramètres ρC_u et α_u seront supposés connus. La valeur de $\rho C_u = 1724000 \text{ J/m}^3/\text{K}$ a été précisément mesurée par calorimétrie sur le dispositif existant au LEMTA. Le coefficient $\alpha_u = 16 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$ a été estimé directement sur le signal de source reconstruit puisque aux temps courts, ce signal décroît instantanément à la valeur $\alpha_u E_u T_0 \dot{\varepsilon}$. Au final, il reste 3 paramètres additionnels d'origine thermomécanique (thméca) à estimer sur le signal de source reconstruit soit $p_{thmeca} = \{\rho C_r, \tau_{max,T}^s, \tau_{max,R}^s\}$. Le même nombre de décades a été considéré pour les parties

mécaniques et thermomécaniques (équation sur l'entropie et la dissipation). Il est important de noter ici que le signal de commande du modèle pour l'équation portant sur l'entropie X.8 est $\dot{T}$ et que, par conséquent, il correspond à une mesure. Nous avons opéré un lissage de ce signal par moyenne glissante pour mettre en entrée du modèle une commande qui ne soit pas trop bruitée.

La figure X.12 montre les ajustements obtenus après application d'une stratégie d'identification en deux temps. Les paramètres de la loi mécanique sont tous supposés déjà connus. Les paramètres $\rho C_r, \tau_{max,T}^{(s,k)}$ ont été identifiés dans la phase de traction pour les $k = 1, 2, 3$ vitesses. Le dernier paramètre $\tau_{max,R}^{(s,k)}$ est identifié pour chaque essai k dans la phase de relaxation. Le tableau X.6 donne l'ensemble des paramètres connus et identifiés correspondant aux trois vitesses. L'ajustement obtenu est de bonne qualité et les estimations se font dans de bonnes conditions d'identifiabilité. Les sensibilités à $\rho C_r, \tau_{max,T}^s$ et $\tau_{max,R}^s$ sont reportées sur la figure X.13 pour l'essai à $\dot{\epsilon}_3$ et la figure X.14 donne la matrice de variance-covariance associée à ces sensibilités. Il est remarquable de noter que le paramètre ρC_r a été identifié de manière à être identique quelle que soit la vitesse de chargement considérée. De même, on peut remarquer la bonne hiérarchie des temps de relaxation identifiés : temps plus courts avec la vitesse croissante, temps de relaxation en traction plus faibles que pour la relaxation.

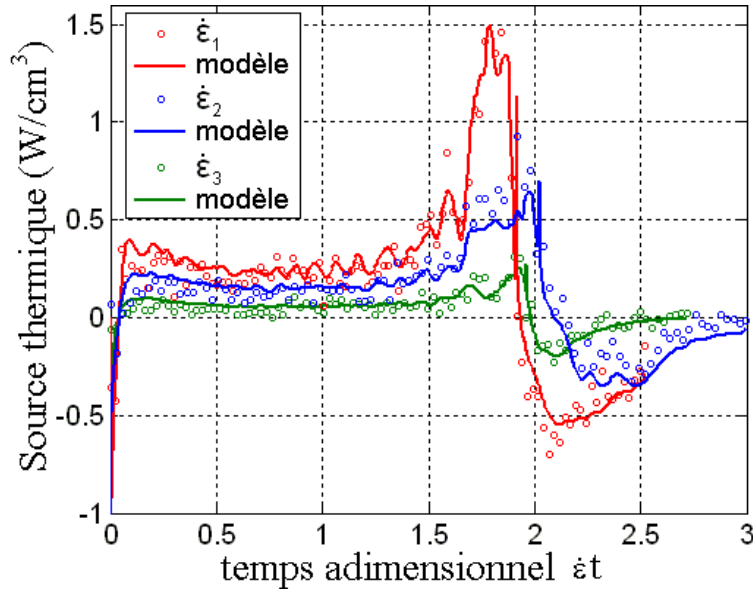


Fig. X.12: Courbes expérimentales et théoriques ajustées $q = f(t)$ pour l'essai de traction-relaxation aux trois vitesses

Il est intéressant maintenant de chercher à voir la part relative de chacune des composantes thermomécaniques dans la source globale. C'est l'objet de la figure X.15. Pour un essai de traction-relaxation conduit à une vitesse $\dot{\epsilon}_1$, nous donnons la source théorique $q(t)$ produite par le modèle avec les valeurs de paramètres identifiées. Figurent également les évolutions des trois composantes q_1, q_2 et q_3 . On peut faire les observations suivantes :

- La dissipation D est bien toujours positive. Elle ne contribue que très faiblement à la puissance thermomécanique globale mise en jeu (moins de 10%), ce qui semble confirmer les observations faites au LMGC à Montpellier. Elle relaxe très rapidement mais s'est installée

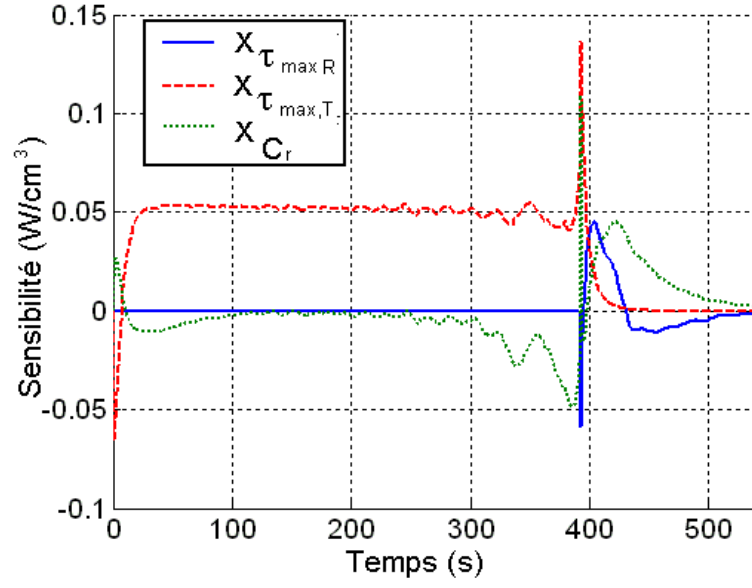


Fig. X.13: Sensibilités aux trois coefficients thermomécaniques identifiés : ρC_r , $\tau_{max,T}^s$ et $\tau_{max,R}^s$ - Essai à $\dot{\epsilon}_3$

$$\text{cov}(\hat{\mathbf{p}}) = \begin{bmatrix} 0.009 & -0.15 & -0.34 \\ -0.15 & 0.001 & -0.075 \\ -0.34 & -0.075 & 0.000 \end{bmatrix}$$

Fig. X.14: Matrice de Variance-Covariance des paramètres $\{\rho C_r, \tau_{max,T}^s$ et $\tau_{max,R}^s\}$ du modèle thermomécanique (Traction + Relaxation)- Essai à $\dot{\epsilon}_3$

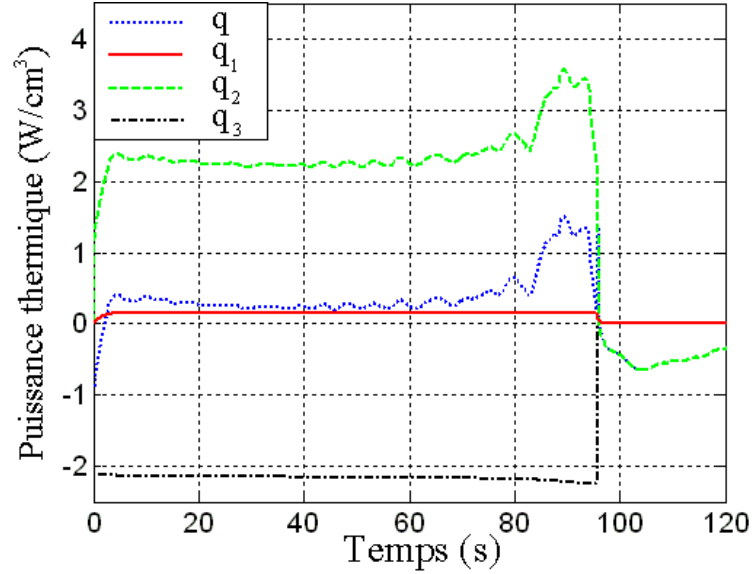


Fig. X.15: Courbe théorique $q = f(t)$ pour l'essai de traction-relaxation à $\dot{\epsilon}_1$ et évolution des composants thermomécaniques q_1 , q_2 et q_3 .

	$\dot{\epsilon}_1$	$\dot{\epsilon}_2$	$\dot{\epsilon}_3$
Eu (MPa)	2276 fixé		
NKT (MPa)	2.28 fixé		
$\tau_{max,T}$ (s)	1.953	3.93	7.25 fixés
$\tau_{max,R}$ (s)	2.92	4.96	16.88 fixés
σ^{eq} (MPa) (s)	66.0	75.2	68.7 fixés
ρC_u (J/m ³ /K)	1.724 10 ⁶ fixé		
α_u (K ⁻¹)	16 10 ⁻⁵ fixé		
ρC_r (J/m ³ /K)	0.33 10 ⁶		
$\tau_{max,T}^s$ (s)	0.48	1.48	2.43
$\tau_{max,R}^s$ (s)	1.03	6.98	10.97

TAB. X.6: Paramètres thermomécaniques $p_{thmecca}$ identifiés sur l'essai de traction-relaxation avec le modèle DNLR

- progressivement au démarrage de l'essai pour devenir maximale au point de contrainte seuil. Enfin, il est remarquable de noter que dans la phase d'écoulement plastique établi, le minimum de la source thermomécanique identifiée correspond exactement à la dissipation. Cela signifie qu'en ce point là (temps d'environ 40 s soit une déformation de 0.8) les effets thermoélastiques et entropiques sont compensés. Cela nous paraît physiquement acceptable dans la mesure où la transformation viscoplastique ayant eu lieu au déclenchement de la striction, nous sommes dans une phase d'étirement simple (écoulement) de la matière.
- L'effet de couplage sur la variable entropie est réglé par la valeur du coefficient ρC_r identifié. On voit qu'en l'absence ici de coefficient de dilatation pour l'état relaxé (α_r), ce terme compense le phénomène thermoélastique mais porte toutes les relaxations d'origine thermomécaniques. C'est ce terme qui induit les composantes de relaxation thermomécaniques que l'on peut observer au niveau du genou de traction, de la phase de durcissement hyperélastique (qui on le verra s'accompagne d'un développement anisotrope dans la matière) et enfin de la phase de relaxation.
 - L'effet thermoélastique q_3 est important. Il reste relativement constant pendant la phase de traction, signe que l'influence du changement de température de l'éprouvette n'est pas déterminant. Il s'arrête instantanément dès que l'on rentre dans la phase de relaxation.

Cette brève confrontation n'avait d'autre but que d'approcher la problématique pour laquelle ce sujet de thèse a été proposé. Elle illustre bien la démarche qui doit être mise en œuvre maintenant pour prétendre utiliser les informations thermiques pour l'élaboration ou la vérification thermodynamique des lois de comportement. Ces premiers résultats sont encourageants mais bien sûr restent fragiles dans l'état actuel de la modélisation. En tout état de cause, il ne semble pas que les couplages thermomécaniques observés recèlent des comportements très complexes qui nécessitent une modélisation raffinée.

X.3 Conclusions et Réflexions sur l'approche DNLR

L'approche DNLR, cadre de développement de lois de comportement utilisé au LEMTA pour décrire la rhéologie des matériaux solides a permis de rendre compte d'un grand nombre

de faits phénoménologiques pour différents matériaux et dans des conditions de sollicitation variées (excitations mécaniques ou thermiques, trajets de chargement complexes). Sa structure de base repose sur l'écriture de la composante irréversible des variables d'état par le biais de cinétiques de relaxation du premier ordre, rejoignant ainsi des approches de type Biot [17]. Dans l'espace temporel, cela revient à écrire cette composante inélastique sous la forme d'une série de Prony, chaque exponentielle impliquant un temps de relaxation. Des réflexions sur la nature des évolutions microstructurales intervenant dans un polymère semi-cristallin ont permis de mettre en évidence une structure dite 'double-étage' mettant en jeu trois 'états' de la matière : un état courant (réponse à l'excitation), un état relaxé et un état d'équilibre. Cette structure de base n'a été établie que récemment, après des travaux expérimentaux ayant visé à caractériser l'état relaxé et qui se multiplient également dans la communauté ([90], [91], [101]). Auparavant, l'approche DNLR avait été raffinée en ne travaillant que sur l'introduction de non-linéarités au niveau des spectres de relaxation, en reprenant les idées classiques sur le sujet (théorie de Eyring, notion de volume d'activation, effets de vitesse).

Nous avons essayé dans ce chapitre d'y voir plus clair à propos du problème d'identifiabilité des nombreux paramètres résultant de cet enrichissement de la loi. Nous avons essentiellement montré comment une analyse d'identifiabilité peut conduire à réduire le modèle de manière efficace lorsque les données expérimentales correspondent à des essais mécaniques qui ne sont pas assez complets pour rendre tous les paramètres suffisamment sensibles et décorrélés les uns des autres. Si nous avons pu mettre en évidence un modèle réduit très simple conservant une structure DNLR à un étage pour rendre compte des essais de traction-relaxation, il n'en a pas été de même pour le modèle à double-étage, y compris en complétant la base de données avec des essais de charge-décharge répétés. Nous n'en concluons pas cependant que l'approche n'est pas pertinente. En effet, ce travail a été mené sur une courte période, en fin de thèse, qui ne nous a pas permis de pousser plus loin l'analyse. Les essais pilotés en vitesse de déformation sont des essais compliqués : en dernier ressort, ce sont les contraintes internes qui pilotent les mécanismes microstructuraux. Néanmoins, il doit être possible de réussir à caractériser une simple traction suivie d'une relaxation de manière correcte. A l'issue de ce travail, nous mesurons le véritable défi scientifique que constitue la mise au point de lois de comportement en mécanique. Comment, alors que la phénoménologie met en évidence la diversité des mécanismes mis en jeu, éviter les surparamétrisations de modèles ? Comment effectuer une analyse de sensibilité pertinente sur des modèles à 15 paramètres ? Quelle méthodologie utiliser ? Comment réussir une construction modulaire des lois de comportement qui capture dans chaque 'module' une certaine classe de phénomènes, que l'on activerait ou non en fonction du type de chargement effectué ? Le problème nous paraît à ce stade de notre réflexion, très ardu.

Pour l'heure, notre conviction est qu'il est indispensable de poursuivre le travail expérimental afin d'enrichir notre connaissance phénoménologique. Ensuite, en se basant sur des modèles simplifiés permettant des identifications sûres de nos paramètres, nous pourrions aller vers la complexité par addition de phénomènes sensibles accompagnés des expérimentations qui les rendent caractérisables.

Quatrième partie

Bilan des résultats

XI

Interprétation de ces résultats

Sommaire

XI.1	Investigation expérimentale de la microstructure des polymères : contexte	166
XI.2	Quelques principes fondamentaux à propos des mécanismes d'endommagement dans les polymères semi-cristallins	168
XI.3	Résultats et discussion	172
	XI.3.1 Réponse thermomécanique	172
	XI.3.2 Réponse microstructurale par technique ISLT	175
	XI.3.3 Identification des différentes phases de déformation	175
	XI.3.4 Influence de la vitesse de déformation	177
XI.4	Conclusion	178

Dans cette ultime partie, nous avons souhaité présenter l'ensemble des résultats obtenus grâce à la plateforme métrologique mise en œuvre au cours de cette thèse et objet d'une présentation détaillée en partie 1. Nous analyserons donc l'ensemble des informations apportées par les trois techniques optiques au cours d'un même essai mécanique. Nous montrerons les avancées que permet d'obtenir ce dispositif expérimental en matière de caractérisation du comportement des polymères en mettant en regard les informations de contrainte, de puissance thermomécanique mise en jeu, et d'endommagement en fonction de la déformation macroscopique subie par l'échantillon. Nous mettrons particulièrement l'accent dans cette partie sur l'interprétation qui peut être faite de ces mesures en termes d'évolution du comportement de la matière à l'échelle de la microstructure. Nous allons donc dans un premier temps évoquer le contexte scientifique lié à la compréhension des mécanismes microscopiques pour la prévision du comportement macroscopique. Ensuite et dans le cadre de l'essai de traction, nous présenterons une synthèse des scénarios conçus pour mettre en relation la succession des mécanismes intervenant à l'échelle de la microstructure et l'observation globale qui en résulte. Dans un troisième chapitre, nous ferons part de notre propre analyse à la lumière des résultats nouveaux que nous avons obtenus. Nous n'avons pas cru bon de présenter l'ensemble de nos résultats expérimentaux mais avons préféré nous limiter à la présentation des seuls résultats d'expériences réussies, reproductibles et pour lesquelles les signaux expérimentaux produits simultanément par les trois techniques étaient disponibles, ce qui ne fut pas toujours le cas.

XI.1 Investigation expérimentale de la microstructure des polymères : contexte

Les études consacrées à une meilleure compréhension des mécanismes intervenant au cours de la déformation des polymères semi-cristallins (PSC) sont nombreuses partout dans le monde. La physique des polymères semi-cristallins est intéressante en raison d'une organisation microstructurale hétérogène à différentes échelles. En particulier, la présence de deux phases, cristalline et amorphe, engendre des comportements très variés aux fortes déformations, notamment vis-à-vis des phénomènes d'endommagement. La littérature fourmille de conjectures tentant d'expliquer leurs origines, modes d'évolution, interactions. . .

Selon la plupart des papiers comme [5, 67]), les voies par lesquelles la structure originale d'une éprouvette de PSC s'altère par modification de sa texture, sont toujours difficiles à identifier. En conséquence, les modèles physiques explicatifs du comportement à l'échelle macroscopique manquent toujours. Par contre, tous les états morphologiques pris par la microstructure en conditions 'statiques', lors des diverses étapes de leur histoire de déformation, sont maintenant bien identifiés. On doit ce progrès à une constante amélioration des techniques physiques d'investigation (MEB, Diffraction X, tomographies, RMN...) et à une accessibilité croissante de l'ensemble des chercheurs à ces appareillages. La matière peut maintenant être sondée à toutes les échelles, de l'ångström au millimètre, avec des résolutions toujours plus fortes. Toutes ces techniques de microscopie sont généralement basées sur les phénomènes d'interaction de rayonnement avec la structure. Elles ont permis une bonne connaissance des entités morphologiques composant les polymères semi-cristallins, de la molécule ou du monomère jusqu'à l'échelle sub-millimétrique, marquant l'identification d'un premier type de structure : les sphérolites, résultat de l'organisation de l'état solide à partir du refroidissement de la

phase liquide. Malheureusement, à la différence des investigations expérimentales portant directement sur des observables macroscopiques, cette connaissance est davantage basée sur des informations qualitatives obtenues à partir "d'analyses d'images" plutôt que sur des résultats quantitatifs issus de modélisations physiques fines. C'est souvent à la longue expérience des équipes de recherche spécialisées dans l'interprétation des images produites par telle ou telle technique (microscopie électronique, diffraction des rayons X par exemple) que l'on doit donc des avancées. L'inconvénient qui en résulte est évident. Une expérience de cette nature se construit sur du long terme, se partage avec des collaborateurs proches. Une appropriation de cette culture par la communauté entière n'est pas aisée. Il est également important de mentionner que la plupart des techniques sondant la matière ne permettent d'étudier l'organisation du matériau qu'aux faibles échelles (nm). Elles apportent ainsi, pour la plupart, une information très locale. Un autre aspect limitant est en rapport avec l'expression 'états statiques' utilisée plus haut. Ces techniques sont employées pour observer ou caractériser la microstructure des échantillons dans une phase post mortem c'est-à-dire après qu'une pré-déformation ait été atteinte. Cette situation est évidemment due à la complexité technique de dispositifs intégrés qui permettraient de faire de la microscopie électronique ou à force atomique, de la diffraction X, de l'imagerie RMN ou de la microcalorimétrie... in-situ, dans l'environnement d'une machine d'essai. On sent d'ailleurs dans les préoccupations des différents laboratoires français que c'est à l'évidence le prochain défi scientifique à relever. Nombreux sont les projets visant à développer ou à s'équiper de 'micro-machines' d'essais mécaniques, dotées d'une instrumentation pour la mesure de contraintes et déformations locales et fonctionnant in-situ sous le faisceau sonde de ces appareillages.

La technique ISLT présentée au chapitre III répond en partie aux inconvénients ou restrictions qui viennent d'être évoqués. Cette technique est d'abord très légère au sens où les éléments qui la composent (une diode laser, une caméra CCD et éventuellement quelques éléments optiques) sont portables, peu encombrants, et donc s'adaptent facilement dans l'environnement des machines. Aspect non négligeable, ils conduisent à un appareillage relativement peu coûteux et de fait largement accessible à la communauté. En second lieu, cette technique nécessite des temps d'acquisition relativement courts (plus faibles que la seconde). Elle offre donc la possibilité d'une caractérisation in-situ et *en temps réel*. Cette technique permet comme on a pu le voir, une véritable *mesure* des paramètres caractérisant la microstructure et ces paramètres sont mesurés d'une manière dynamique, c'est-à-dire en phase avec le processus de déformation subie par un VER de matière quel que soit le trajet de chargement appliqué. Par conséquent, elle fournit des données quantitatives et ainsi des informations objectives qui peuvent être utilisées pour vérifier la pertinence de modèles micro- ou macro-mécaniques ou même à les élaborer. Quatrièmement, cette technique sonde des volumes 3D de matière de l'ordre de quelques mm³, produisant ainsi une information moyenne du comportement de la microstructure à l'échelle du VER. Bien entendu, comme pour toutes les techniques basées sur l'interaction rayonnement-matière, celle-ci offre des informations seulement sur une gamme partielle d'échelles de longueur, selon la longueur d'onde de la source de lumière utilisée, mais ici la gamme est relativement étendue puisqu'elle couvre des échelles allant typiquement de quelques dizaines de nm (limite haute de la diffraction X obtenue par exemple en USAXS) jusqu'à quelques centaines de micromètres. C'est notamment la perspective d'étudier le transport de lumière polarisée (aspect non discuté dans cette thèse) qui permet cela. Par conséquent, c'est un outil privilégié pour étudier l'endommagement mécanique car il permet des mesures in-situ de paramètres reliés au développement des vides ou crazes dans l'échantillon. Il four-

nit en fait une mesure quantitative du blanchiment exhibé par la plupart des échantillons polymères et observable à l'œil nu. La cavitation est souvent considérée comme un effet collatéral très secondaire de la déformation plastique car il n'est pas intrinsèque à la matière, ce qui est vrai : il accompagne une striction. Certains chercheurs [50] se refusent même à discuter des mécanismes microstructuraux dans ces situations et ne considèrent que des essais de compression dans leurs études. La compréhension des mécanismes microstructuraux intervenant dans ce cas-ci est pourtant importante pour appréhender précisément les circonstances responsables de cette instabilité, à travers la physique de différents mécanismes agissant et notamment le rôle des glissements cristallographiques ou du réseau enchevêtré de la phase amorphe.

L'inconvénient de cette technique est sa restriction aux matériaux turbides ou translucides. Mais comme il peut être appliqué à une grande variété de polymères amorphes ou semi-cristallins, cet inconvénient est relatif. Comme nous l'avons mentionné au chapitre III, une autre technique de dispersion de la lumière avait été développée auparavant avec le même objectif [53, 105]. Elle se fonde sur l'étude du transport de lumière cohérent. Pour les deux techniques, les principes physiques fondamentaux et les caractéristiques de base du dispositif expérimental sont semblables même s'ils ne font pas appel aux mêmes ingrédients mathématiques pour la modélisation des phénomènes (physique statistique et théorie quantique pour le transport cohérent, physique du transport balistique de photons pour le transport incohérent). Elles donnent accès à une longueur de transport de photons et moyennant un modèle d'interaction des photons avec les diffuseurs, les deux techniques peuvent fournir une information liée au nombre de diffuseurs et à leur taille moyenne. La technique ISLT offre certains avantages par rapport à la technique de transport cohérent. D'abord, la qualité du signal d'intensité rétrodiffusée, qui est très bonne parce que la majorité des photons produits dans de tels matériaux, très turbides, sont incohérents. Deuxièmement, elle détecte facilement la présence d'une anisotropie qui se développerait dans le milieu. Elle n'implique aucune complexité technique additionnelle telle que la résolution élevée d'angle exigée pour la même analyse dans le cas du cône cohérent de rétro-diffusion [103]. Enfin, grâce à de nouveaux développements, cette technique offre des potentialités additionnelles, déjà vérifiées dans d'autres applications, comme la mesure de paramètres caractérisant la matrice elle-même (et non seulement les vides). Ces nouvelles perspectives ne seront pas abordées ici. Elles sont liées à l'utilisation de l'analyse de la lumière polarisée en temps réel [11, 44].

XI.2 Quelques principes fondamentaux à propos des mécanismes d'endommagement dans les polymères semi-cristallins

Le but de cette revue bibliographique très ciblée est de rappeler les idées les plus importantes relativement aux mécanismes de déformation opérant au sein des PSC. Les points de vue adoptés en première instance ont été largement corrigés et adaptés au gré des observations accumulées au cours des dernières décennies. Des arguments ont été opposés aux schémas initialement conçus en raison de nouveaux résultats expérimentaux. La complexité du matériau a été prise en considération avec plus de précision, et notamment son aspect composite. Les premières réflexions étaient souvent partielles (basées, par exemple, sur le seul composant cristallin de la structure). Une connaissance précise des micromécanismes œuvrant lors d'un chargement expérimental donné a pu être atteinte grâce à des analyses de

microstructure réalisées le plus souvent post-mortem, pour différents niveaux de déformation. Mais la prévision de l'évolution de la microstructure et donc à fortiori du comportement macroscopique est toujours un défi pour d'autres trajets de chargement. Nous avons appris à l'occasion du symposium international Shear07 organisé à Nancy par C. G'sell, et dédié au cisaillement, à quel point il était difficile, encore aujourd'hui, de prédire le comportement en cisaillement d'un polymère malgré une connaissance précise de son comportement en traction par exemple (ou vice-versa). Des études effectuées en compression plane [98] ont prouvé par ailleurs que si un certain nombre de mécanismes actifs sont effectivement communs avec ceux présents dans le cas de la traction uniaxiale, d'autres phénomènes peuvent seulement être détectés dans l'une ou l'autre configuration de sollicitation.

Naturellement, des articles importants ont été publiés depuis les années 70 relativement aux problématiques évoquées ci-dessus (voir par exemple [82] pour une synthèse). Ont retenu notre attention, ceux dont l'objectif était de répertorier et classer les étapes dominantes du processus de déformation d'un échantillon de PEHD à l'échelle de la microstructure. Les études tentent de mettre en relation ces différentes étapes avec les différentes phases que l'on peut identifier sur les courbes macroscopiques de contrainte-déformation obtenues dans un essai de traction.

À partir du matériau de départ organisé en structure sphérolitique homogène, trois, quatre ou cinq phases de déformation sont généralement considérées pour décrire l'évolution de la microstructure (cf. fig. XI.1). Peterlin [97] identifie trois étapes de déformation :

- la déformation plastique de la structure sphérolitique (déformation de pré-striction),
- la transformation discontinue d'une structure sphérolitique en une structure fibrillaire par phénomène de microstriction (ou necking, phénomène que l'on comprend comme un déclenchement d'écoulements plastiques localisés et multiples)
- la déformation plastique de la structure fibrée induisant un durcissement progressif (augmentation du module plastique)

Aux déformations élevées (supérieures à 1.5), la microstructure présente une organisation fortement orientée ('microfibres' ayant des diamètres de quelques centaines d'angströms et des longueurs de quelques dizaines de microns). En fait, il y a trois types importants de texturisation en situation de déformation plastique :

- (1) une texture cristallographique qui s'appuie sur les axes cristallins dans les lamelles
- (2) une texture de nature morphologique liée à l'orientation des lamelles
- (3) une texture macromoléculaire correspondant à un alignement dans la phase amorphe

Ces orientations préférentielles coïncident avec les axes principaux de la déformation macroscopique [80].

Dans un papier de 1995, Brooks et al. [21] discutent de la présence d'un double seuil de limite d'écoulement plastique se produisant dans un essai de traction sur du polyéthylène (PE), définissant alors trois phases. Sur une courbe typique de contrainte-déformation, la première limite élastique (Y1) marque le début d'une phase de déformation qui n'est pas instantanément récupérable après décharge. Les déformations comprises entre Y1 et un deuxième seuil Y2, sont récupérables mais après un long temps d'attente (recouvrance). Pour des déformations au-delà de Y2, on observe une déformation plastique permanente, pour laquelle les glissements des chaînes mènent à la fragmentation lamellaire [23].

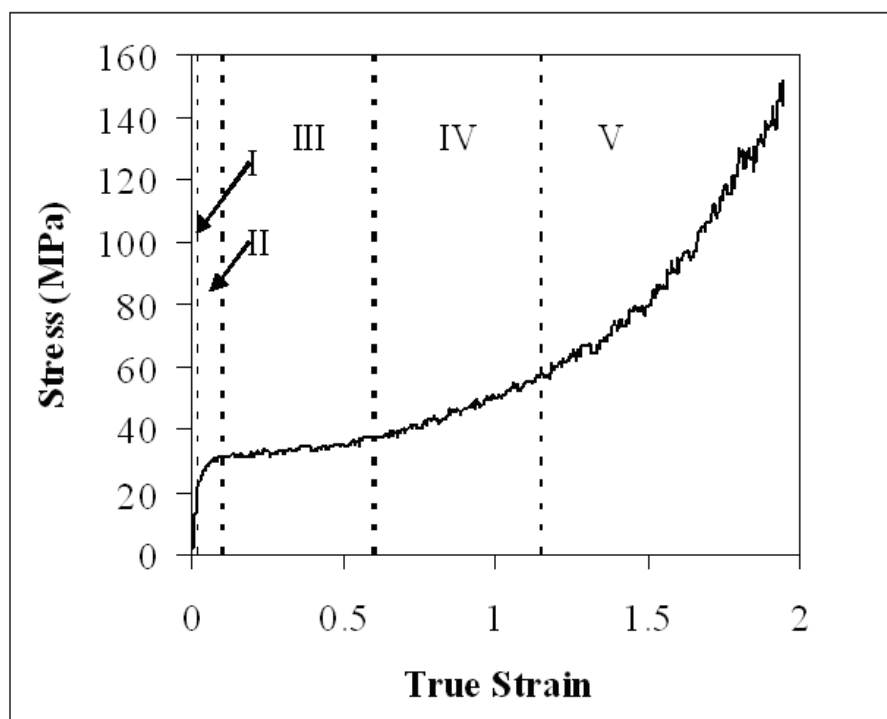


Fig. XI.1: courbes expérimentales déformation vraie - contrainte vraie pour le PEHD à un taux de déformation de 0.005 s^{-1} .

Plus tard, une série de papiers [23, 24, 25] tentent de corrélérer la déformation moléculaire, lamellaire et macroscopique à des mesures 'simultanées' de SAXS et de WAXS pendant un étirage à froid de divers polyéthylènes. Ces travaux montrent que pour différents types de PEHD, la première limite élastique observée sur la courbe macroscopique de force-déplacement correspond (i) à un début de cavitation, qui coïncide également avec (ii) le début d'une transformation martensitique induite par les contraintes internes, (iii) le début de l'orientation cristalline et (iv) une diminution de la longue période équatoriale des sphérolites due à un amincissement lamellaire provoqué par un glissement de chaînes. Il semble également qu'aux déformations élevées, dans la phase d'adoucissement dite de 'plateau' de la courbe de traction (étape III sur la figure XI.1), un motif ordonné d'arrangement des fibres ait été mis en évidence à partir de profils SAXS. Les auteurs plaident en faveur d'une augmentation de la cavitation dans cette phase. Les microvides seraient formés pour permettre le relâchement des contraintes fortes présidant à la rupture lamellaire. Dans un papier de Hiss et al. [67], une étude intéressante est rapportée sur un schéma de déformation uniaxiale du PE qui tente de rapprocher le comportement macroscopique d'observations microstructurales à des échelles sub-microniques. Les auteurs considèrent que la déformation d'un PSC correspond simplement à l'élongation d'un réseau présentant une viscosité non linéaire élevée. Ceci est motivé par l'observation suivante : les échantillons montrent une recouvrance presque complète à leur longueur originale une fois chauffés jusqu'au point de fusion. A partir d'expériences menées sur des polymères très différents (du comportement solide ou caoutchouc), un schéma général de déformation peut être dégagé. Ce scénario se fonde sur la mesure de diverses déformations récupérables :

- une déformation recouvrée de manière libre (non contrainte)
- un rétrécissement dû à un chauffage de l'échantillon à une température proche du point de fusion
- un rétrécissement obtenu par décharge jusqu'à contrainte nulle (à même vitesse de déformation que pour la charge)

Dans ces expériences, la déformation totale est la somme de la composante résiduelle ou irréversible et des composantes récupérables mentionnées ci-dessus. Selon leur schéma de déformation, cinq phases (quatre points caractéristiques) peuvent être distinguées sur la courbe contrainte-déformation (cf. fig. XI.1)

Phase I La première phase de déformation ($0 < \varepsilon_{11} < 0.02$) correspond au comportement hookéen ou élastique pur (aucune déformation résiduelle)

Phase II A $\varepsilon_{11} \cong 0.02$, on observe une augmentation de la complaisance jusqu'à une déformation typique de $\varepsilon_{11} \cong 0.1$, à proximité de la limite élastique (seuil d'écoulement).

Phase III Pour $0.1 < \varepsilon_{11} < 0.6$, on observe une évolution croissante de la composante recouvrable de la déformation lors d'essais de relâchement libre des éprouvettes. Pour toutes les variétés de PE étudiées, le maximum de déformation recouvrée est variable mais intervient toujours pour une même valeur de déformation totale, $\varepsilon_{11} \cong 0.6$

Phase IV Une diminution de la complaisance a lieu. La transition entre les phases III et IV ($\varepsilon_{11} \cong 0.6$) a été associée à l'apparition de 'fibrilles' détectés dans les images de diffraction X (ou à la disparition de l'intégrité des sphérolites)

On observe finalement une dernière transition entre les phases IV et V ($\varepsilon_{11} \cong 1.15$), qui correspond généralement au commencement de la phase dite de durcissement hyperélastique. Elle est qualifiée par Hiss et al. [67] de phase "d'écoulement plastique vrai", parce que c'est à partir de ce point que la déformation devient véritablement irréversible et permanente.

Phase V Dans cette phase, une déformation résiduelle subsiste, même après un maintien prolongé à la température de fusion, et qui croît avec le niveau de déformation totale

A l'échelle de la microstructure, la dynamique d'évolution des phases I à V est censée être gouvernée par des processus de glissement (d'abord interlamellaires, puis intralamellaires). On considère généralement que ces mécanismes se produisent d'abord individuellement dans des zones localisées pendant la phase II avant qu'un régime collectif d'écoulement ne se mette en place. La transition entre les phases I et II est considérée comme la limite élastique à partir de laquelle une déformation plastique se produit. Les auteurs évoquent l'hypothèse selon laquelle cette limite élastique serait commandée par un phénomène de nucléation à partir duquel peuvent s'activer des écoulements plastiques locaux. Cette interprétation se retrouve également chez Salamatina et al. [102] à propos des mesures d'énergie thermique mise en jeu pendant la déformation. La notion de Transformations Plastiques de cisaillement (PST) est associée à l'idée d'une nucléation d'événements de cisaillements très localisés, véhiculant avec eux une certaine énergie stockée.

La variation de volume a également été étudiée au cours d'essais de traction réalisés sur du PEHD par Addiego et al. [2]. Dans le régime plastique, il y a probablement concurrence entre un phénomène de compaction et un effet de dilatation. La compaction a comme conséquence une réduction de la distance moyenne entre les chaînes amorphes, confirmée semble-t-il par

des mesures de diffraction de rayons X. Le processus de dilatation est expliqué par une diminution de la cristallinité due à un processus de fragmentation des lamelles mais également par la formation (nucléation), croissance et coalescence des vides à l'intérieur et entre les sphérolites. Ce scénario de déformation est basé sur des observations de microscopie électronique à balayage effectuées post mortem sur des échantillons ayant été soumis à une traction suivie d'une étape de recouvrance. Les conclusions formulées quant à l'évolution de microstructure sont analysées en fonction de la déformation axiale résiduelle vraie. L'existence de la coalescence est suggérée par des observations sous MEB. Les auteurs pensent également que les mécanismes de dilatation sont essentiellement dus au processus de cavitation observé dans les sphérolites de PEHD et d'autant plus présent que la vitesse de déformation est faible. Ceci est conforme aux idées générales de Kramer [75] sur le développement de crazes dans les polymères.

XI.3 Résultats et discussion

Dans cette section, nous décrivons les résultats expérimentaux majeurs obtenus pendant cette thèse. Nous discuterons de ces observations à la lumière des schémas d'interprétation séquencés en phase vus précédemment. Nous donnons finalement notre interprétation physique des changements structurels se produisant dans le matériau.

XI.3.1 Réponse thermomécanique

Sur la figure XI.2(a), les courbes matérialisées par des marqueurs ronds ($\bullet$) correspondent au signal mécanique de contrainte vraie fonction du temps adimensionné. On reconnaît le comportement typique du PEHD avec trois phases caractéristiques : à faibles déformations, une forte augmentation quasi élastique de la contrainte (Phases I puis II), ensuite un plateau stabilisé autour d'une valeur de contrainte seuil de l'ordre de 50 MPa, correspondant à l'initiation d'un écoulement caractérisant un régime plastique de déformation (phases III et IV) et finalement une phase de durcissement (phase V). Lorsqu'une déformation de 1.87 est atteinte, l'expérience est stoppée et la déformation est maintenue constante. Pendant cette relaxation, la contrainte diminue, passant d'environ 120 MPa à 60 MPa. La figure XI.2(a) présente également le signal thermomécanique expérimental obtenu à partir des algorithmes d'inversion exposés aux chapitres VI et VII et appliqués à un film thermographique. On peut observer la différence des niveaux du bruit entre les signaux mécaniques et thermomécaniques. Cette différence trouve bien sûr son explication par le fait qu'à qualité de signal métrologique sensiblement égale (résolution et niveaux de numérisation des caméras), le signal mécanique est issu d'une mesure 'directe' (produite par le vidéoextensomètre) alors que le signal thermomécanique est le double produit d'une mesure (le champ de température) et d'un processus d'inversion, dont on a pu mesurer l'effet amplificateur de bruit. Néanmoins, la reproductibilité est satisfaisante (cf. fig. XI.2(a)). Les processus thermiques accompagnant la déformation peuvent être analysés grâce à ce signal et il est possible de distinguer quatre phases.

Aux premiers instants (quasi instantanément), la puissance de la chaleur est négative. Cet effet endothermique est la signature du processus réversible associé au couplage thermoélastique, bien connu depuis les études thermodynamique sur le gaz parfait (phase I). Cet effet est plus clairement visible dans le médaillon de la figure XI.3(b). Le niveau atteint par

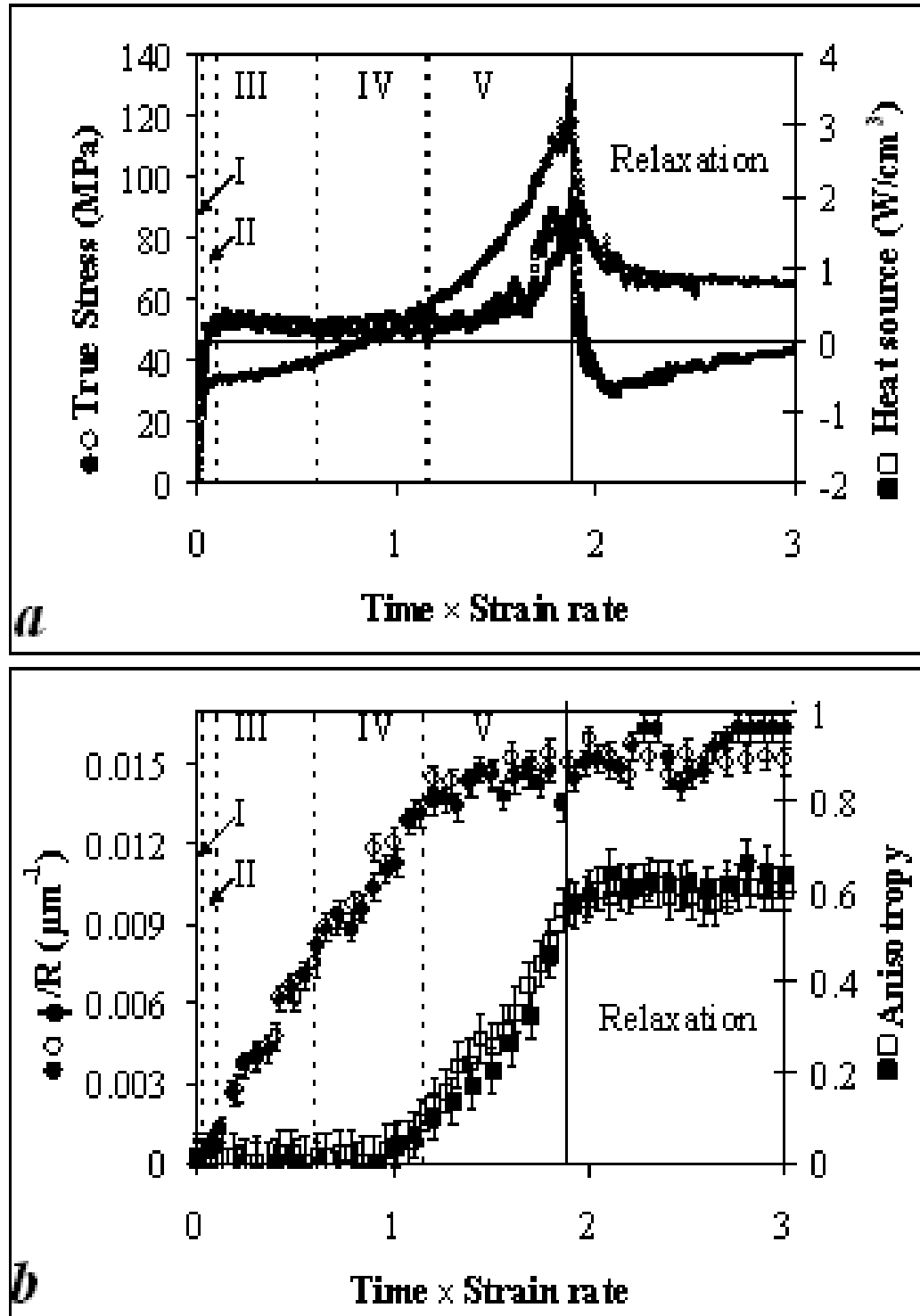


Fig. XI.2: Essai de traction à une vitesse de déformation de 0.02 s^{-1} . Reproductibilité des réponses thermomécaniques (a) et de transport de lumière incohérente (b). A une déformation de 1.87, un test en relaxation est réalisé.

cette puissance correspond au groupement $\alpha_u E_u T_0 \dot{\epsilon}$. Il nous permet d'évaluer le coefficient thermoélastique α_u de l'ordre de $16 \cdot 10^{-5} K^{-1}$, connaissant par ailleurs la température de l'éprouvette et le module instantané E_u . Cette valeur est vraiment très proche (légèrement plus faible) de celle fournie par le fabricant du matériau utilisé ($20 \cdot 10^{-5} K^{-1}$). Cette valeur minimum est proportionnelle à la vitesse de déformation ce que nous observons bien en passant de $\dot{\epsilon} = 0.005 s^{-1}$ à $\dot{\epsilon} = 0.01 s^{-1}$. C'est moins vrai lors du passage de $0.01 s^{-1}$ à $0.02 s^{-1}$ mais cela ne nous étonne pas compte tenu du nombre très restreint d'images disponibles à cette vitesse. De nouvelles expériences doivent être faites à cette vitesse là en se limitant aux temps courts avec des temps d'échantillonnage plus courts.

Les processus mécaniques deviennent très rapidement fortement exothermiques. La puissance de chaleur redevient positive en l'espace de quelques secondes (Phase II) au moment de l'amorce de la striction. Les mécanismes microstructuraux sont sans doute très dissipatifs dans cette phase (plaidant en faveur de transformations martensitiques des structures cristallines?).

La puissance demeure ensuite relativement constante, caractérisant un écoulement plastique correspondant aux phases III et IV. Compte tenu du niveau de bruit, il est difficile de repérer le type de dépendance de cette puissance en fonction de $\dot{\epsilon}$. L'ordre de grandeur de cette puissance pour des vitesses de déformation de 0.005 et $0.01 s^{-1}$ est de $0.18 W/cm^3$. Cela correspondrait dans une approximation de dissipation intrinsèque à une viscosité apparente de l'ordre de $20 \cdot 10^8 Pa.s$, approximativement celle d'un verre sodocalcique simple à $600^\circ C$ soit aux environs de la température de transition vitreuse. Compte tenu de la valeurs de E_u identifiée, cela conduit à un temps caractéristique de l'ordre de $\frac{\eta}{E_u} = \frac{20 \cdot 10^8}{2.27 \cdot 10^9} \approx 1$ seconde ce qui correspond bien à la 'somme' des temps de relaxation identifiés, somme proche du τ_{max} (de part les poids forts donnés à ces processus sur la réponse macroscopique).

Le déclenchement de la phase de durcissement (Phase V) est clairement marqué sur le signal thermique par une augmentation forte de la chaleur produite. Elle indique que des processus additionnels prennent place au sein du matériau. Insistons sur le fait que cette augmentation de puissance est bien relevée toujours au même point, à l'endroit de la mesure des déformations. Il ne s'agit pas, comme on pourrait le penser au premier abord, du passage devant la caméra de la zone de striction. La puissance thermique mise en jeu au niveau des lèvres de striction est bien plus importante, comme on a pu l'observer par reconstruction (cf. figures présentées au chapitre VIII). C'est tout l'intérêt de notre dispositif qui est illustré ici avec le pilotage des pieds motorisés supportant les caméras IR et visible.

Pendant la relaxation, un phénomène étonnant se produit qui montre une réponse endothermique marquée, d'autant plus forte que l'on est alors à $\dot{\epsilon} = 0$ c'est-à-dire qu'on a supprimé la composante thermoélastique. L'évolution de la puissance retourne ensuite à 0 avec le phénomène de relaxation. Les analyses de nos résultats expérimentaux discutés au chapitre VIII semblent montrer qu'il n'y pas là d'effet résultant des échanges de chaleur conductifs avec le VER (La source correspond globalement au terme d'accumulation). Il y a donc un net refroidissement correspondant à prélèvement d'énergie sous forme de chaleur au détriment de l'énergie que l'on pourrait qualifier de stockée et qui peut être vue comme une modification de capacité calorifique avec la déformation. En d'autres termes, la relaxation considérée comme un retour vers un état d'équilibre n'est possible que par un prélèvement d'énergie stockée qui donne de nouvelles voies possibles pour la réorganisation interne de la matière. Cette

interprétation doit être vérifiée en requestionnant les conditions expérimentales et en testant par simulations, les réponses fournies par notre modèle thermodynamique comme indiqué au chapitre X.2.

Insistons ici sur le fait que nous ne prétendons pas encore à une mesure quantitative fiable de cette puissance thermique. Nous avons vu déjà à quel point le problème inverse est délicat et assez dépendant des options de dépouillement adoptées pour traiter des images expérimentales (notamment le choix d'une résolution 1D ou 2D du problème inverse). Des incertitudes pèsent aussi sur certains paramètres et leur degré d'influence (coefficient d'échange) ainsi que sur certains biais expérimentaux. Néanmoins, tous les résultats obtenus fournissent un faisceau d'indices relativement concordants quant aux phénomènes attendus et à leur niveau d'importance. Nous allons voir maintenant qu'ils ont également le bon goût de corroborer les résultats obtenus par la technique ISLT.

XI.3.2 Réponse microstructurale par technique ISLT

Nous l'avons dit, l'endommagement par cavitation ou "crazing" se manifeste par un blanchiment du matériau, aisément décelable à l'œil nu. De translucide, l'échantillon prend une couleur blanc intense dans la zone de striction, donc lorsque la déformation est élevée. Au cours d'un essai de traction, la longueur de transport varie typiquement de 0.85 à 0.15 millimètre (cf. fig. XI.2(b), fig. XI.3(c)). Elle diminue ainsi d'un facteur 5 en raison du développement de trous dans la structure. La figure XI.2(b) montre l'évolution des deux paramètres mesurés par la technique ISLT en fonction de la déformation pour l'essai de traction-relaxation reporté sur la figure XI.2(a).

Nous observons une augmentation quasi-linéaire du ratio fraction volumique de cavité - rayon moyen (Φ/R) pendant la totalité des phases III et IV. Les phases I et II non plus, ne peuvent être discriminées par la technique. Nous avons en effet enregistré un film d'images avec un pas de temps d'acquisition faible pour vérifier qu'aux très faibles déformations (inférieures à 0.1), aucune évolution de la longueur de transport n'est détectable. La première image qui nous révèle une variation de longueur de transport, se situe en fin de zone II avec l'apparition de la localisation.

Ensuite, la longueur de transport reste approximativement constante jusqu'à la fin de l'expérience (phase V et relaxation). La figure XI.2(b) présente également l'évolution de l'indice d'anisotropie d'image en fonction de la déformation, selon la définition pratique vue au chapitre III. On peut voir que l'anisotropie demeure nulle jusqu'à une valeur de déformation d'environ 1.1 (phases I à IV). Pour une déformation supérieure à 1.1, une anisotropie apparaît qui ne cesse d'augmenter jusqu'à la fin de la traction (phase V). Aucune modification de l'anisotropie d'image n'est mesurable pendant la relaxation signe en tout cas qu'il n'y a pas 'relaxation' topologique de la structure, confirmant que l'état fibrillaire obtenu aux fortes déformations comporte un caractère permanent.

XI.3.3 Identification des différentes phases de déformation

Nous récapitulons maintenant l'ensemble des observations thermo-mécaniques et 'microstructurales'.

Phase I : Cette phase est clairement identifiée par la réponse endothermique du matériel, due à l'effet réversible thermoélastique (cf. fig. XI.2(a) et médaillon de la figure XI.3(b)). Ce critère pourrait être utilisé pour définir clairement la limite du domaine élastique, en s'affranchissant du caractère conventionnel de la définition actuelle basée sur la courbe contrainte-déformation (figure XI.2(a) et insert de la figure XI.3(a)). La déformation élastique dans les PSC est généralement considérée comme dominée par la déformation du composant amorphe [24].

Phase II : Cette phase se termine par une saturation de résistance élastique en traction qui initie une courte phase de fluage ($\dot{\sigma} = 0$). Elle est marquée par une inversion du signe de la puissance de chaleur mesurée (voir les inserts des figures XI.3(a) et XI.3(b)) qui croît fortement jusqu'à saturation. Ce premier effet thermique irréversible actif peut correspondre à une étape de transformation martensitique des cristallites, décelable par des mesures de WAXS dans cette même gamme de déformation [25] et au déclenchement et à la stabilisation de "bulles" (nanovoids) d'un rayon de 5 nm et plus [96]. La striction de l'éprouvette a lieu à la fin de cette phase alors qu'un premier changement de valeur de longueur de transport est discernable. Ce point de transition entre les phases II et III correspond au point Y1 dans [21] et au point B dans [67].

Phases III et IV : La source de chaleur demeure positive et constante (cf. fig. XI.2(a)). Ceci peut indiquer que le même processus physique se produit pendant les phases III et IV, au moins du point de vue macroscopique. Notons que dans la littérature [25], ces deux phases sont également associées à une transformation morphologique continue allant d'un état lamellaire initialement non-orienté et conféré par la structure sphérolitique, vers un état fibreux orienté. Selon plusieurs mécanismes de déformation identifiés au niveau microscopique (glissements de chaîne fins, systèmes de glissement dans les cristaux, glissements transverses, mûclages induits par la déformation...) le phénomène observé à l'échelle macro apparaît comme un comportement collectif moyen. Ces deux étapes correspondent donc à un régime global d'écoulement plastique, qu'il n'est pas plus évident de repérer par l'analyse de la courbe contrainte-déformation (cf. fig. XI.2(a)) que par le signal thermique que nous avons obtenu. Ces deux phases correspondent également aux premiers processus dits d'endommagement accessibles par la technique ISLT, se traduisant par une diminution de la longueur de transport. Cette diminution correspond à une augmentation linéaire de Φ/R et ce sans anisotropie apparente. Ceci signifierait que l'éventuelle nucléation et croissance des cavités serait principalement un processus isotrope. Notons que ceci ne signifie pas nécessairement que les cavités soient elles-mêmes isotropes. En effet, si les cavités sont anisotropes mais aléatoirement orientées, le transport de lumière incohérente conservera sa symétrie polaire (pour une discussion détaillée cf. [10]). On mesure donc tout l'intérêt qu'il y aurait à améliorer encore la technique par analyse du transport de polarisation qui montre que l'on peut prétendre séparer les deux paramètres Φ et R .

Phase V : Après une déformation approximative de $\varepsilon = 1.1$, nous observons que le rapport Φ/R reste constant (cf. fig. XI.2(b)). Ceci signifie qu'il n'y a plus de création de surfaces délimitant des trous. L'augmentation corrolaire de l'anisotropie d'image avec la déformation signifie donc que si les cavités se sont développées auparavant de manière isotrope, elles subissent une forte déformation selon l'axe de traction ou(et) que si elles présentaient un caractère anisotrope, leur répartition dans l'espace était aléatoire et devient, en phase V fortement orientée selon l'axe de traction. Ces deux situations ont

été mises en évidence lors d'études similaires réalisées sur des suspensions liquides anisotropes. Par analogie avec celles-ci, un indice d'anisotropie de 0.6 tel qu'il est obtenu ici pour une vitesse de déformation de $0.02s^{-1}$ et une déformation de 2 correspond à des diffuseurs très ovoïdes (anisotropies des objets de l'ordre de 10!) et bien orientés [10]. Ceci confirme toutes les études expérimentales basées sur la diffraction de rayons X qui montrent que la microstructure des PSC devient très fibreuse à de tels niveaux de déformation et s'accompagne d'un processus de fragmentation des lamelles cristallines [23, 25]. Le déclenchement de cette phase (point D dans [67]) marque le début d'une véritable déformation irréversible attribuée à la résorption des enchevêtrements. La topologie de réseau change et produit une perte de mémoire.

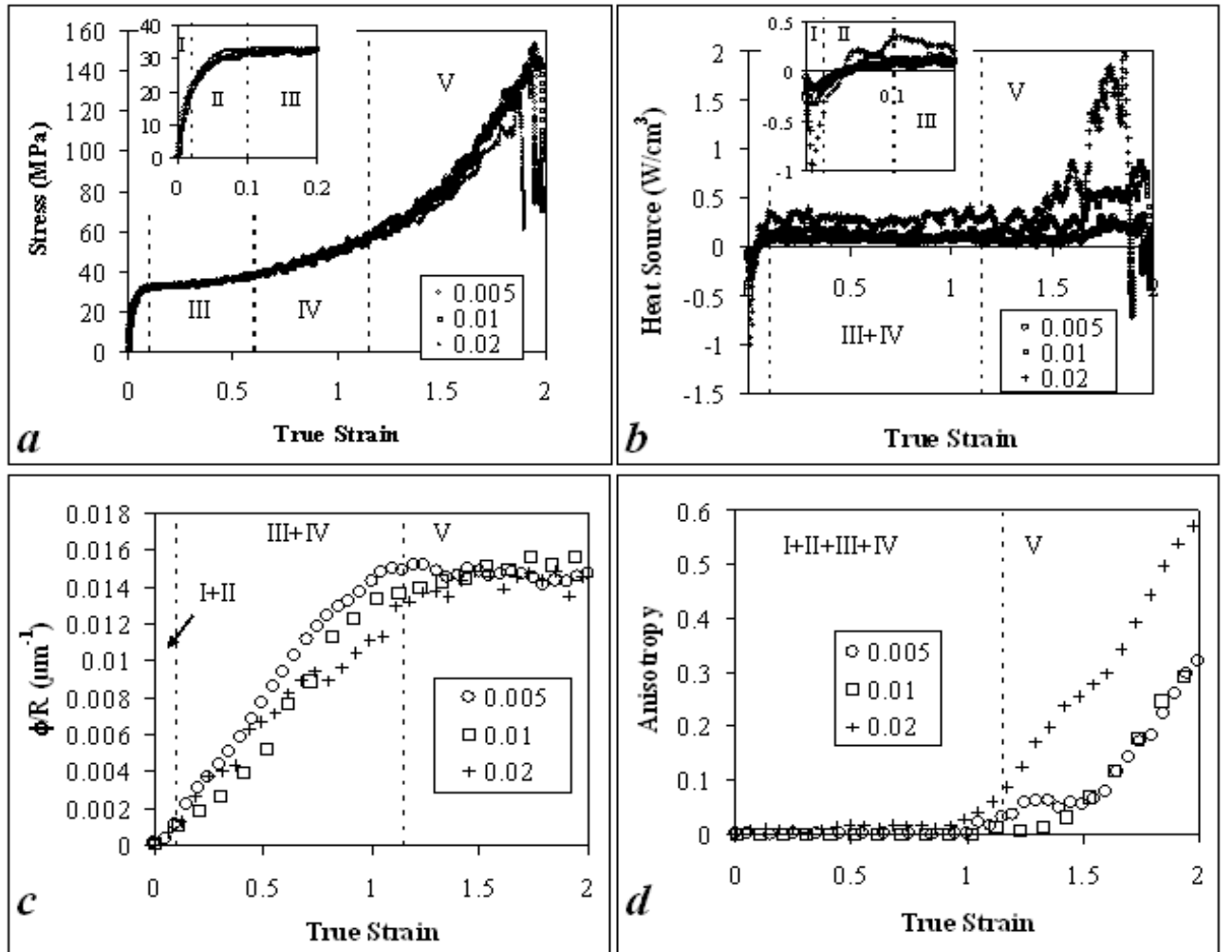


Fig. XI.3: Influence de taux de contrainte sur thermomécanique (a, b) et transport léger incohérent (c, d) réponses.

XI.3.4 Influence de la vitesse de déformation

La figure XI.3 présente des résultats expérimentaux obtenus aux vitesses de déformation de 0.005, 0.01 et $0.02s^{-1}$. Les réponses mécaniques (cf. fig. XI.3(a)) et le ratio Φ/R (cf. fig.

XI.3(c)) ne semblent pas être sensibles aux vitesses de déformation dans la gamme étudiée. Ce ne semble pas être le cas pour la réponse thermomécanique (cf. fig. XI.3(b)). Ce qu'il faut constater, c'est avant tout la similarité des réponses dans le découpage séquentiel discuté plus haut et ce quelque soit la vitesse de déformation. Il faut néanmoins remarquer que pour les déformations extrêmes atteintes (de l'ordre de 2), l'anisotropie au taux de déformation maximum ($0.02s^{-1}$) est presque le double de l'anisotropie obtenue pour des vitesses de déformation inférieures (cf. fig. XI.3(d)). Ceci pourrait indiquer que l'évolution des cavités n'ait pas atteint de régime stationnaire pour ce taux de déformation. En dépit d'une élongation/orientation beaucoup plus importante des cavités, leur taille et fraction volumique moyennes semblent se maintenir à l'identique (cf. fig. XI.3(c)). Ceci tend à prouver que la déformation du PEHD s'accompagne d'une phase de croissance isotrope et continue des cavités avant qu'un changement de stratégie ne s'opère en faveur d'une élongation/orientation de ces cavités. Ceci est encore confirmé par une augmentation systématique de la source de chaleur quand l'anisotropie apparaît, indiquant qu'un coût énergétique additionnel important y serait associé.

XI.4 Conclusion

Par la production de l'ensemble des résultats expérimentaux issus de notre plateforme métrologique, nous avons montré comment ils offrent ensemble les moyens de mieux comprendre les évolutions internes de la matière et leurs incidences sur les observables macroscopiques. Nous retiendrons que sur des essais de traction-relaxation, l'ensemble des mesures obtenues se confortent l'une l'autre et permettent d'inscrire nos déductions en termes de schémas d'interprétation des évolutions microstructurales dans les scénarios proposés dans la littérature. Cet outil va maintenant être pérennisé au laboratoire et de nombreux travaux expérimentaux sont envisagés. Le point essentiel maintenant est d'introduire ou de connecter les informations disponibles sur les cinétiques d'endommagement par crazing avec des modélisations simples. Le fait que l'on observe un blocage de la création de trous, qui se maintienne dans la phase de relaxation, un développement de l'anisotropie dans la phase hyperélastique (qui se traduit par une composante forte du couplage thermomécanique entropique) doit pouvoir nous aider à résoudre les problèmes auxquelles nous avons été confrontés au chapitre X dans l'utilisation d'un modèle de loi de comportement qui permette de décrire de manière satisfaisante l'essai de traction-relaxation.

Conclusion et perspectives

Au terme de ce rapport, nous nous contenterons de revenir sur les apports de cette étude et les principales conclusions que l'on peut dégager vis-à-vis du problème thermomécanique dans son ensemble. Concernant les apports, nous avons répondu aux deux objectifs initiaux. Le premier concernait le développement d'un système expérimental qui puisse permettre au groupe Rhéologie des Solides du laboratoire de pérenniser une activité d'études thermomécaniques des matériaux basée sur l'expérimentation. Grâce à une collaboration improvisée au sein du laboratoire avec les spécialistes de Rhéo-optique (C. Baravian), ce dispositif a même évolué au-delà de nos espérances puisque nous sommes capables de caractériser in-situ des évolutions de microstructure (cinétiques de variables 'internes'). Cette information est également précieuse puisqu'elle permet finalement d'expliquer les effets thermomécaniques que l'on s'est attaché à caractériser. C'est précisément le second objectif qui consistait à développer des approches inverses de reconstruction de sources qui soient en phase avec les progrès récents (sur le plan des techniques mathématiques) en matière d'inversion de mesures. Le troisième objectif consistait à tenter de pratiquer de véritables identifications paramétriques de la loi de comportement DNLR à partir de la double information mécanique et thermique obtenue expérimentalement. Nous considérons que cette thèse n'a que partiellement répondu à cet objectif mais elle a le mérite de poser le problème et de tracer les pistes de réflexions futures.

En ce qui concerne les résultats obtenus, et nous concentrerons notre propos sur l'aspect reconstruction de sources, nos conclusions sont les suivantes. La communauté des mécaniciens s'agite beaucoup autour de la question (légitime) de l'analyse énergétique de la déformation des matériaux. L'essentiel des travaux se concentre plus sur les aspects de caractérisation en fatigue plutôt que sur notre problématique de recherche de lois de comportement intégrant les aspects élasto-visco-plastiques. L'enjeu semblerait de vouloir déterminer si une limite en fatigue peut être mise en évidence par l'occurrence d'un changement de régime 'dissipatif' selon la contrainte moyenne appliquée sur des essais cycliques (cf. la récente journée consacrée à La Thermographie infrarouge en fatigue des matériaux, organisée conjointement par la SF2M et le CETIM). L'ensemble des travaux sur le sujet évoque la reconstruction inverse de sources mais procèdent en fait d'une approche directe basée sur l'interpolation polynomiale des champs de température afin de calculer directement les dérivées partielles spatio-temporelles et accéder ainsi aux sources. Cette démarche n'est jamais utilisée par la communauté des thermiciens. Notre propos a donc été mettre en oeuvre une technique inverse conforme aux pratiques actuelles des spécialistes de la question. Nos résultats ont d'abord confirmé tout ce qui avait été prédit par les simulations de transferts thermiques faites au cours de la thèse de Y. Meshaka [83]. A savoir que le transfert est essentiellement 1D, ce que nous avons pu vérifier par l'expérience et par la confrontation avec les tentatives de reconstruction 2D. Les algorithmes permettent de reconstruire spatialement et temporelle-

ment les évolutions de source et nous avons pu en mesurer l'intérêt notamment aux grandes déformations. Néanmoins, s'agissant de l'évolution sur un VER ou une zone très restreinte de l'éprouvette, nous avons pu voir que la reconstruction conduit à une source finalement très proche du terme d'accumulation $\rho C\dot{T}$. Cela signifie que même si une distribution d'isothermes est bien visible sur l'image thermographique, le flux de chaleur conductif sortant du VER est somme toute très limité. Dès lors la question de la prise en compte de biais additionnels (échanges radiatifs, advection, émissivités variables, propriétés variables), souvent débattus (âprement) dans les réunions d'initiés, est peu légitime. Par contre, en assouplissant la contrainte scientifique sur cet aspect là, elle remet la modélisation thermomécanique (bien légitime) au cœur du débat, ce qui est une bonne chose.

Concernant les perspectives de ce travail et en faisant abstraction du contenu un peu provocateur de la remarque précédente, plusieurs aspects nous semblent importants. Du point de vue du thermicien, la problématique de reconstruction de sources, quel que soit le domaine d'application, devrait conduire à rechercher à améliorer encore les algorithmes établis, nous en avons discuté. Du point de vue de la mécanique, les perspectives sont plus denses. Grâce au dispositif métrologique mis au point, et grâce à l'investissement prochain dans une nouvelle électronique de pilotage de la machine de traction, doublée de la nouvelle version Vidéotraction Pro d'extensométrie optique, une nouvelle ère s'annonce. Des trajets de chargement complexes vont pouvoir maintenant être programmés et asservis au système de pilotage. Nous pourrons aussi réaliser des essais à contrainte imposée ce qui enrichira considérablement la base de données phénoménologiques. Il faut de notre point de vue, se lancer dans de grandes campagnes de mesure pour pousser notre modélisation dans ces derniers retranchements et la faire évoluer. La question de l'estimation paramétrique, très complexe dans le cas des lois de comportement mécaniques, on l'a vu, devra être au centre du questionnement. Enfin, le potentiel apporté par la technique de rétro-diffusion de lumière, et ses améliorations attendues par analyse du transport de polarisation, doit être mis à profit pour alimenter notre réflexion sur la composante 'microstructurale' de la modélisation.

Annexe A : Réduction de l'équation de la chaleur pour une géométrie 2D

Dans un matériau isotrope (hypothèse de travail), le champ de température $T(x, y, z, t)$ obéit à l'équation de la chaleur suivante :

$$\rho C_p \left(\frac{\partial T}{\partial t} + \vec{V} \cdot \vec{\text{grad}}(T) \right) = \lambda \Delta(T) + q \quad (\text{A.1})$$

avec ρ la masse volumique, C_p la capacité calorifique, λ la conductivité thermique

Un terme d'advection a été ajouté pour tenir compte du déplacement de matière (vitesse de déplacement $\vec{V}(x, y, z, t)$ au cours de l'essai de traction).

q est la source thermique due à la déformation du matériau et aux processus chimiques agissant au sein du matériau et donnant naissance à la dissipation.

Calcul des vitesses de déplacement

Dans la partie IV.2, on tente de reconstituer les différents champs cinématiques (déplacement, vitesse...) à partir des mouvements des bords de l'éprouvette captés sur l'image infrarouge. Certaines hypothèses ont été énoncées. On les rappelle dans le tableau suivant :

$U_x = \int_0^x \varepsilon_{11}(x, t) \, dx$	$V_x = \int_0^x \dot{\varepsilon}_{11}(x, t) \, dx$
$U_y = \varepsilon_{22}(x, t) \, y$	$V_y = \dot{\varepsilon}_{22}(x, t) \, y$
$U_z = \varepsilon_{33}(x, t) \, z$	$V_z = \dot{\varepsilon}_{33}(x, t) \, z$
$\text{div}(V) = \dot{\varepsilon}_{11} + \dot{\varepsilon}_{22} + \dot{\varepsilon}_{33}$	$e = e_0 \exp \varepsilon_{33}$

Présentation de domaine d'étude

Le volume de matière sur lequel nous nous appuyons dans cette annexe est à dimension fixe selon l'axe x et y . Au contraire, selon l'axe z , l'épaisseur de l'éprouvette $e(x, t)$ varie. L'intégration de l'équation de la chaleur s'effectuera sur des bornes variables. Il faudra appliquer la formule générale de Leibniz :

$$\int_{a(v)}^{b(v)} \frac{df(u, v)}{dv} du = \frac{d}{dv} \int_{a(v)}^{b(v)} f(u, v) du + \frac{da}{dv} f(a(v), v) - \frac{db}{dv} f(b(v), v) \quad (\text{A.2})$$

D'autre part, on note $\bar{T}$ la moyenne de la température en z et $\tilde{T}$ la température de surface, c'est à dire la température mesurée par la caméra infrarouge :

$$\bar{T}(x, y, t) = \frac{1}{e} \int_{-\frac{e}{2}}^{\frac{e}{2}} T(x, y, z, t) dz \quad (\text{A.3a})$$

$$\tilde{T}(x, y, t) = T(x, y, z = -\frac{e}{2}, t) = T(x, y, z = \frac{e}{2}, t) \quad (\text{A.3b})$$

Modèle 3D $\mapsto$ modèle 2D

On moyenne l'équation A.1 sur l'épaisseur de l'éprouvette :

$$\frac{\rho C_p}{e} \left(\int_{-\frac{e}{2}}^{\frac{e}{2}} \frac{\partial T}{\partial t} dz + \int_{-\frac{e}{2}}^{\frac{e}{2}} \vec{V} \cdot \vec{\text{grad}}(T) dz \right) = \frac{\lambda}{e} \int_{-\frac{e}{2}}^{\frac{e}{2}} \Delta T dz + \frac{1}{e} \int_{-\frac{e}{2}}^{\frac{e}{2}} q dz \quad (\text{A.4})$$

Par application de la formule de Leibniz pour le terme de "dérivée temporelle" et le développement de l'équation A.4, on trouve :

$$\begin{aligned} \frac{\rho C_p}{e} \left(\frac{\partial e}{\partial t} \bar{T} - \frac{\partial e}{\partial t} \tilde{T} \right) + \rho C_p \left(\frac{V_x}{e} \int_{-\frac{e}{2}}^{\frac{e}{2}} \frac{\partial T}{\partial x} dz + \frac{V_y}{e} \int_{-\frac{e}{2}}^{\frac{e}{2}} \frac{\partial T}{\partial y} dz + \frac{\dot{\epsilon}_{33}}{e} \int_{-\frac{e}{2}}^{\frac{e}{2}} z \frac{\partial T}{\partial z} dz \right) = \\ \frac{\lambda}{e} \int_{-\frac{e}{2}}^{\frac{e}{2}} \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} dz + \frac{\lambda}{e} \int_{-\frac{e}{2}}^{\frac{e}{2}} \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} dz + \frac{\lambda}{e} \int_{-\frac{e}{2}}^{\frac{e}{2}} \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} dz + \bar{q} \quad (\text{A.5}) \end{aligned}$$

On poursuit en appliquant la formule de Leibniz pour les termes de "dérivée spatiale" :

$$\begin{aligned} \rho C_p \left(\frac{\partial \bar{T}}{\partial t} + \frac{\partial e}{\partial t} \frac{\bar{T} - \tilde{T}}{e} \right) + \rho C_p V_x \left(\frac{\partial \bar{T}}{\partial x} + \frac{\partial e}{\partial x} \frac{\bar{T} - \tilde{T}}{e} \right) + \rho C_p V_y \frac{\partial \bar{T}}{\partial y} + \rho C_p \dot{\epsilon}_{33} (\tilde{T} - \bar{T}) = \\ \frac{\lambda}{e} \left(\frac{\partial}{\partial x} \int_{-\frac{e}{2}}^{\frac{e}{2}} \frac{\partial T}{\partial x} dz - \frac{\partial e}{\partial x} \frac{\partial \tilde{T}}{\partial x} \right) + \lambda \frac{\partial^2 \bar{T}}{\partial y^2} + \frac{\lambda}{e} \left[\frac{\partial T}{\partial z} \right]_{-\frac{e}{2}}^{\frac{e}{2}} + \bar{q} \quad (\text{A.6}) \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \rho C_p \frac{\partial \bar{T}}{\partial t} + \rho C_p V_x \left(\frac{\partial \bar{T}}{\partial x} + \frac{\partial e}{\partial x} \frac{\bar{T} - \tilde{T}}{e} \right) + \rho C_p V_y \frac{\partial \bar{T}}{\partial y} = \\ \lambda \left(\frac{\partial^2 \bar{T}}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 \bar{T}}{\partial y^2} \right) + \frac{2\lambda}{e} \frac{\partial e}{\partial x} \frac{\partial (\bar{T} - \tilde{T})}{\partial x} + \frac{\lambda}{e} \frac{\partial^2 e}{\partial x^2} (\bar{T} - \tilde{T}) - \frac{2}{e} h (\tilde{T} - T_{amb}) + \bar{q} \quad (\text{A.7}) \end{aligned}$$

Choix sur l'évolution de $T(z)$

Avec la caméra infrarouge, on mesure la température de surface de l'éprouvette. Afin de passer d'une géométrie 3D à une géométrie 2D, une hypothèse raisonnable sur la dépendance de la température en z (direction selon laquelle on a intégré l'équation de la chaleur) doit être effectuée :

-
- Si T indépendant de z , la température moyenne sur l'épaisseur $\bar{T}$ est égale à la température de surface $\tilde{T}$. Avec cette hypothèse, nous vérifions bien que l'équation de chaleur devient :

$$\rho C_p \frac{\partial \bar{T}}{\partial t} + \rho C_p V_x \frac{\partial \bar{T}}{\partial x} + \rho C_p V_y \frac{\partial \bar{T}}{\partial y} = \lambda \left(\frac{\partial^2 \bar{T}}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 \bar{T}}{\partial y^2} \right) - \frac{2h}{e} (\bar{T} - T_{amb}) + \bar{q} \quad (\text{A.8})$$

- Si q indépendant de z (la source thermique comme uniforme), la température T est de forme parabolique en z . Dans ce cas, on peut trouver une relation liant $\bar{T}$ et $\tilde{T}$ et impliquant les valeurs de h , λ , e et T_{amb}

Si on pose $T(z) = -az^2 + c$ (la fonction $T(z)$ est nécessairement paire), les constantes a et c sont alors déterminées grâce aux conditions limites mixtes (de type convection) en $e/2$ et $-e/2$ à la définition de $\tilde{T}$:

$$\begin{aligned} \frac{\partial T}{\partial z}(z = \pm e/2) &= -\frac{h}{\lambda}(\tilde{T} - T_{amb}) \\ T(z = \pm e/2) &= \tilde{T} \end{aligned}$$

On trouve alors :

$$T(z) = -\frac{h(\tilde{T} - T_{amb})}{e\lambda} z^2 + \tilde{T} + \frac{h(\tilde{T} - T_{amb})e}{4\lambda} \quad (\text{A.10})$$

Sous cette hypothèse, les relations entre température moyenne et température de surface sont :

$$\tilde{T} = \frac{\bar{T} + \frac{h}{6\lambda} T_{amb}}{1 + \frac{h}{6\lambda} e} \quad (\text{A.11a})$$

$$\tilde{T} - T_{amb} = \frac{\bar{T} - T_{amb}}{1 + \frac{h}{6\lambda} e} \quad (\text{A.11b})$$

$$\bar{T} - T_{amb} = \frac{h(\tilde{T} - T_{amb})e}{6\lambda} \quad (\text{A.11c})$$

Ces équations nous ont permis de calculer les erreurs relatives faites en "confondant" les mesures $\tilde{T}$ avec la valeur moyennée sur l'épaisseur $\bar{T}$ et en conséquence d'utiliser la formule A.8. Les résultats sont donnés tableau V.2.

Annexe B : Aspects mathématiques de l'algorithme du chapitre VI

Dans la forme discrétisée ou les indices i, j désignent les nœuds (les pixels de l'image infrarouge) dans le repère (x, y) , l'expression de J_α (cf. eq. VI.1) devient :

$$J_\alpha(\theta_{ij}^n, \mu_{ij}^n, q_{ij}^n, t^n) = \sum_{i=2}^{N-1} \sum_{j=2}^{M-1} [(T_{ij}^n - \theta_{ij}^n)^2 + \mu_{ij}^n F_{ij}^n + \alpha (q_{ij}^n - \tilde{q}_{ij}^n)^2] \quad (\text{B.1})$$

La fonction $J_\alpha(\theta_{ij}^n, \mu_{ij}^n, q_{ij}^n, t^n)$ n'intègre pas la première image ($n = 1$) et les pixels du bord des images ($i = 1$ où N et $j = 1$ où M). Un schéma de Crank-Nicholson est utilisé pour la discrétisation de $F(\theta, q)$, avec l'hypothèse $\Delta x = \Delta y$. En utilisant Δ_{xy} pour le laplacien 2D, la contrainte s'écrit :

$$F_{ij}^n = \frac{\theta_{ij}^n - \theta_{ij}^{n-1}}{\Delta t} - \frac{1}{2} (\Delta_{xy} \theta - 2 B^f \theta)_{ij}^n - \frac{1}{2} (\Delta_{xy} \theta - 2 B^f \theta)_{ij}^{n-1} - q_{ij}^n \quad (\text{B.2})$$

$$\begin{aligned} F_{ij}^n = & \frac{\theta_{ij}^n - \theta_{ij}^{n-1}}{\Delta t} \\ & - \frac{1}{2} \left(\frac{\theta_{i+1,j}^{n-1} + \theta_{i-1,j}^{n-1} + \theta_{i,j+1}^{n-1} + \theta_{i,j-1}^{n-1} - 4\theta_{i,j}^{n-1}}{\Delta x^2} \right) + B^f \theta_{ij}^{n-1} \\ & - \frac{1}{2} \left(\frac{\theta_{i+1,j}^n + \theta_{i-1,j}^n + \theta_{i,j+1}^n + \theta_{i,j-1}^n - 4\theta_{i,j}^n}{\Delta x^2} \right) + B^f \theta_{ij}^n - q_{ij}^n \end{aligned} \quad (\text{B.3})$$

L'équation précédente peut être multipliée par $2\Delta x^2$ (Ce réajustement est intégré dans μ_{ij}^n) et nous pouvons réécrire la contrainte de l'optimiseur sous sa forme discrétisée :

$$F_{ij}^n = A\theta_{ij}^n - (\theta_{i+1,j}^n + \theta_{i-1,j}^n + \theta_{i,j+1}^n + \theta_{i,j-1}^n) - B q_{ij}^n - C_{ij}^n \quad (\text{B.4})$$

$$\text{avec} \begin{cases} A = 4 + \frac{2 \Delta x^2}{\Delta t} + 2B^f \Delta x^2 \\ B = 2 \Delta x^2 \\ C_{ij}^n = -A' \theta_{ij}^{n-1} + (\theta_{i+1,j}^{n-1} + \theta_{i-1,j}^{n-1} + \theta_{i,j+1}^{n-1} + \theta_{i,j-1}^{n-1}) \\ \text{où } A' = 4 - \frac{2 \Delta x^2}{\Delta t} + 2B^f \Delta x^2 \end{cases} \quad (\text{B.5})$$

La fonction objectif $J_\alpha(\theta, \mu, q, t)$ est alors exprimée par :

$$\begin{aligned}
J_\alpha(\theta_{ij}^n, \mu_{ij}^n, q_{ij}^n, t^n) = & \sum_{i=2}^{N-1} \sum_{j=2}^{M-1} [(T_{ij}^n - \theta_{ij}^n)^2 \\
& + \mu_{ij}^n (A \theta_{ij}^n - (\theta_{i+1,j}^n + \theta_{i-1,j}^n + \theta_{i,j+1}^n + \theta_{i,j-1}^n) \\
& - B q_{ij}^n - C_{ij}^n) + \alpha (q_{ij}^n - \tilde{q}_{ij}^n)^2] \quad (\text{B.6})
\end{aligned}$$

A partir de cette équation, on calcule les dérivées de $J_\alpha(\theta_{ij}^n, \mu_{ij}^n, q_{ij}^n, t^n)$ par rapport à chaque variables afin d'exprimer les conditions de stationnarité (pour chaque pas de temps t^n) :

$$\frac{\partial J_\alpha}{\partial \theta_{ij}^n} = 2(T_{ij}^n - \theta_{ij}^n) + A \mu_{ij}^n - (\mu_{i+1,j}^n + \mu_{i-1,j}^n + \mu_{i,j+1}^n + \mu_{i,j-1}^n) = 0 \quad (\text{B.7a})$$

$$\frac{\partial J_\alpha}{\partial \mu_{ij}^n} = A \theta_{ij}^n - (\theta_{i+1,j}^n + \theta_{i-1,j}^n + \theta_{i,j+1}^n + \theta_{i,j-1}^n) - B q_{ij}^n - C_{ij}^n = 0 \quad (\text{B.7b})$$

$$\frac{\partial J_\alpha}{\partial q_{ij}^n} = -B \mu_{ij}^n + 2\alpha (q_{ij}^n - \tilde{q}_{ij}^n) = 0 \quad (\text{B.7c})$$

Pour ce qui est de l'intérieur du domaine i.e. pour $i \in [2, N-1]$, $j \in [2, M-1]$ et pour tout les pas de temps $n \in [2, P]$, le problème se met sous la forme classique d'un problème linéaire $A.X = B$. Cependant, il est nécessaire d'explicitier les équations géant spécialement les conditions limites. Pour cela, par exemple quand $i = 2$, le terme μ_{ij}^1 apparaît dans l'équation [B.7a](#). On donne à cette grandeur une valeur nulle, en considérant qu'il n'y pas de contrainte sur les bords du domaine. $T_{2,j}^n$ est la mesure au bord de l'image. On peut exprimer des conditions sur tous les bords du domaine. Cela donne ces 4 équations :

$$-2(T_{1,j}^n - \theta_{1,j}^n) - \mu_{2,j}^n = 0 \Rightarrow \theta_{1,j}^n = T_{1,j}^n + \mu_{2,j}^n/2 \quad (\text{B.8a})$$

$$-2(T_{N,j}^n - \theta_{N,j}^n) - \mu_{N-1,j}^n = 0 \Rightarrow \theta_{N,j}^n = T_{N,j}^n + \mu_{N-1,j}^n/2 \quad (\text{B.8b})$$

$$-2(T_{i,1}^n - \theta_{i,1}^n) - \mu_{i,2}^n = 0 \Rightarrow \theta_{i,1}^n = T_{i,1}^n + \mu_{i,2}^n/2 \quad (\text{B.8c})$$

$$-2(T_{i,M}^n - \theta_{i,M}^n) - \mu_{i,M-1}^n = 0 \Rightarrow \theta_{i,M}^n = T_{i,M}^n + \mu_{i,M-1}^n/2 \quad (\text{B.8d})$$

Par exemple, pour $i = 2$, le système [B.7](#) devient :

$$2(T_{2,j}^n - \theta_{2,j}^n) + A \mu_{2,j}^n - (\mu_{3,j}^n + \mu_{2,j+1}^n + \mu_{2,j-1}^n) = 0 \quad (\text{B.9a})$$

$$A \theta_{2,j}^n - (\theta_{3,j}^n + T_{1,j}^n + \mu_{2,j}^n/2 + \theta_{2,j+1}^n + \theta_{2,j-1}^n) - B q_{2,j}^n - C_{2,j}^n = 0 \quad (\text{B.9b})$$

$$-B \mu_{2,j}^n + 2\alpha (q_{2,j}^n - \tilde{q}_{2,j}^n) = 0 \quad (\text{B.9c})$$

Le même procédé est appliqué pour $i = N-1$ et $j = 1$ ou $M-1$.

Le problème s'écrit sous une forme linéaire :

$$M_1 \cdot \theta^n + M_2 \cdot \mu^n + B q^n = -C^n - R \cdot T_b^n \quad (\text{B.10a})$$

$$2 \theta^n - M_1 \cdot \mu^n = 2 T^n \quad (\text{B.10b})$$

$$-B \mu^n + 2\alpha q^n = 2\alpha \tilde{q}^n \quad (\text{B.10c})$$

où $C^n = M'_1 \cdot \theta^{n-1} + M_2 \cdot \mu^{n-1} + R \cdot T_b^{n-1}$ et

$$\begin{aligned}\theta^n &= (\theta_{2,2}^n, \theta_{2,3}^n, \dots, \theta_{2,M-1}^n, \theta_{3,2}^n, \dots, \theta_{N-1,M-2}^n, \theta_{N-1,M-1}^n)^T \\ \mu^n &= (\mu_{2,2}^n, \mu_{2,3}^n, \dots, \mu_{2,M-1}^n, \mu_{3,2}^n, \dots, \mu_{N-1,M-2}^n, \mu_{N-1,M-1}^n)^T \\ q^n &= (q_{2,2}^n, q_{2,3}^n, \dots, q_{2,M-1}^n, q_{3,2}^n, \dots, q_{N-1,M-2}^n, q_{N-1,M-1}^n)^T \\ T^n &= (T_{2,2}^n, T_{2,3}^n, \dots, T_{2,M-1}^n, T_{3,2}^n, \dots, T_{N-1,M-2}^n, T_{N-1,M-1}^n)^T \\ T_b^n &= (T_{1,2}^n, \dots, T_{2,M-1}^n, T_{2,1}^n, \dots, T_{N-1,1}^n, T_{2,M}^n, \dots, T_{N-1,M}^n, T_{N,2}^n, \dots, T_{N,M-1}^n)^T\end{aligned}$$

Les matrices M_1 , M'_1 , M_2 , R ont les définitions suivantes :

$$M_1 = \begin{bmatrix} D_1 & I & 0 & \dots & 0 \\ I & \ddots & \ddots & \ddots & \vdots \\ 0 & \ddots & \ddots & \ddots & 0 \\ \vdots & \ddots & \ddots & \ddots & I \\ 0 & \dots & 0 & I & D_1 \end{bmatrix} \quad \text{où } D_1 = \begin{bmatrix} -A & 1 & 0 & \dots & 0 \\ 1 & \ddots & \ddots & \ddots & \vdots \\ 0 & \ddots & \ddots & \ddots & 0 \\ \vdots & \ddots & \ddots & \ddots & 1 \\ 0 & \dots & 0 & 1 & -A \end{bmatrix} \quad (\text{B.11})$$

M'_1 a la même forme que M_1 avec A' à la place de A .

$$M_2 = \begin{bmatrix} D_2 & 0 & 0 & \dots & 0 \\ 0 & D_3 & \ddots & \ddots & \vdots \\ 0 & \ddots & \ddots & \ddots & 0 \\ \vdots & \ddots & \ddots & D_3 & 0 \\ 0 & \dots & 0 & 0 & D_2 \end{bmatrix} \quad \text{où } \left\{ \begin{array}{l} D_2 = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 & \dots & 0 \\ 0 & 1/2 & \ddots & \ddots & \vdots \\ 0 & \ddots & \ddots & \ddots & 0 \\ \vdots & \ddots & \ddots & 1/2 & 0 \\ 0 & \dots & 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \\ D_3 = \begin{bmatrix} 1/2 & 0 & 0 & \dots & 0 \\ 0 & 0 & \ddots & \ddots & \vdots \\ 0 & \ddots & \ddots & \ddots & 0 \\ \vdots & \ddots & \ddots & 0 & 0 \\ 0 & \dots & 0 & 0 & 1/2 \end{bmatrix} \end{array} \right. \quad (\text{B.12})$$

$$R = \begin{bmatrix} I & \delta_{1,1}^{M-2} & \delta_{M-2,1}^{M-2} & 0 \\ 0 & \delta_{1,2}^{M-2} & \delta_{M-2,2}^{M-2} & \vdots \\ \vdots & \vdots & \vdots & \vdots \\ \vdots & \delta_{1,N-3}^{M-2} & \delta_{M-2,N-3}^{M-2} & 0 \\ 0 & \delta_{1,N-2}^{M-2} & \delta_{M-2,N-2}^{M-2} & I \end{bmatrix} \quad (\text{B.13})$$

$\delta_{i,j}^n$ est une matrice carrée de taille $n \times n$, nulle partout excepté au nœud (i, j) où la valeur est 1 : $(\delta_{i,j}^n)_{k,l} = \delta_{i,k}^n * \delta_{i,l}^n$.

Le problème est condensé sous la forme suivante :

$$\begin{bmatrix} M_1 & M_2 & BI \\ -2.I & M_1 & \mathbf{0} \\ \mathbf{0} & -BI & 2\alpha I \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} \theta^n \\ \mu^n \\ q^n \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} -C^n - R.T_b^n \\ -2 T^n \\ 2\alpha \tilde{q}^n \end{bmatrix} \text{ ou } M \cdot x^n = b^n \quad (\text{B.14})$$

$$C^n = M'_1 \cdot \theta^{n-1} + M_2 \cdot \mu^{n-1} + R.T_b^{n-1} \text{ and } \theta^1 = T^1, \mu^1 = \mathbf{0}$$

Annexe C : Décomposition d'une fonction 2D

Soit une fonction $\mathbf{f}$ définie sur $[0, L]$ (cette fonction est continue, dérivable...)

Définissons la fonction $\mathbf{g}$ définie sur $[0, L]$ telle que :

$$g(x) = f(x) - f(0) \cos\left(\frac{\pi x}{2L}\right) - f(L) \sin\left(\frac{\pi x}{2L}\right) \quad (\text{C.1})$$

et considérons le prolongement $\mathbf{p}$ de $\mathbf{g}$ sur $\mathbb{R}$: Pour $x \in [0, L]$, nous avons

$$\begin{aligned} \text{sur } [0, L], p(s=x) &= g(x) \\ \text{sur } [-L, 0], p(s=-x) &= -g(-x) \\ \text{sur } [L, 2L], p(s=2L-x) &= -g(x) \\ \text{sur } [-2L, -L], p(s=x-2L) &= g(x) \end{aligned}$$

Le schéma ci-dessous donne le graphe de la fonction $\mathbf{g}$ et de son prolongement. $\mathbf{p}$ est impair avec $p(0) = 0$ et $p(L) = 0$. $\mathbf{p}$ est rendu 2L-périodique par rapport à la fonction de départ $\mathbf{g}$.

Sur l'intervalle $[0, L]$, nous avons donc :

$$f(s) = p(s) + f(0) \cos\left(\frac{\pi s}{2L}\right) + f(L) \sin\left(\frac{\pi s}{2L}\right) \quad (\text{C.2})$$

avec $\mathbf{p}$ décomposable sur la base des « $\sin(\frac{n\pi x}{L})$ ».

et donc $\mathbf{f}$ décomposable sur la base des « $\sin(\frac{n\pi x}{L})$ » à laquelle on ajoute les deux modes $\cos(\frac{\pi x}{2L})$ et $\sin(\frac{\pi x}{2L})$.

Le produit scalaire associé à cette base est :

$$\langle f|g \rangle = \frac{1}{2L} \int_{-2L}^{2L} f(x) g(x) dx \quad (\text{C.3})$$

Annexe D : Notions utiles en estimation paramétrique

Un matériau peut être considéré comme un système S qui sera perçu dans sa relation à l'univers extérieur par 4 grandeurs vectorielles :

- Les entrées $\mathbf{u}$, grandeurs ou sollicitations agissant sur le système.
- Les grandeurs caractéristiques du système $\mathbf{p}$ qui ne sont pas accessibles directement à partir des mesures $\mathbf{y}$. Ce sont les paramètres du modèle.
- Les sorties $\mathbf{y}$ ou observables traduisant la réponse du système aux entrées. Ces variables évolueront ici en fonction d'une variable indépendante t correspondant au temps physique.
- Les variables subies par le système et l'observateur qui sont généralement non maîtrisées même si elles peuvent être néanmoins caractérisées pour faire partie du modèle d'identification : les perturbations ou bruits de mesure que nous noterons ϵ .

L'écriture matricielle de la loi de comportement DNLR (cf. eq. IX.83) s'inscrit directement dans ce schéma par construction. Selon le potentiel thermodynamique choisi, on s'est arrangé pour que le vecteur γ ne soit constitué que de 'commandes' ou sollicitations imposées au système ($\gamma = \mathbf{u}$). La matrice traduit le système et comportera donc tous les paramètres "matériau" $\mathbf{p}$ à identifier. Le vecteur des variables conjuguées $\mathbf{p}$ correspondra aux observables $\mathbf{y}$. Les entrées $\mathbf{u}$ seront connues (imposées ou mesurées lorsqu'on ne les maîtrise pas). Les sorties seront notées $\mathbf{y}^m$ pour traduire qu'elles sont issues d'une mesure. Elles correspondent à $\mathbf{y} + \epsilon$. Le réglage des paramètres se fait au mieux au sens d'un critère à définir. On notera $\hat{\mathbf{p}}$ une certaine estimation des paramètres. On retrouve les notions discutées en Partie II. Le critère ou *estimateur* cherchera à minimiser l'erreur de sortie $e_s(t, \mathbf{p}) = \mathbf{y}(t, \mathbf{p}) - \mathbf{y}^m$. Il sera toujours basé classiquement sur le critère quadratique dit des moindres carrés :

$$\hat{\mathbf{p}}_{mc} = \arg \min j_{mc}(\mathbf{p}) \text{ avec } j_{mc}(\mathbf{p}) = \mathbf{e}_s^T(\mathbf{p}) \mathbf{Q} \mathbf{e}_s(\mathbf{p}) \quad (\text{D.1})$$

Dans sa forme développée pour tous les instants t_i de mesure, le critère s'écrit

$$j_{mc}(\mathbf{p}) = \sum_i (\mathbf{y}_i^m - \mathbf{y}(t_i, \mathbf{p}))^2 = (\mathbf{y}^m - \mathbf{y}(t_i, \mathbf{p}))^T (\mathbf{y}^m - \mathbf{y}(t_i, \mathbf{p})) \quad (\text{D.2})$$

En notant p_j , le $j^{\text{ème}}$ paramètre du vecteur $\mathbf{p}$, la minimisation du critère impose

$$\frac{\partial j}{\partial p_j} = 0 \quad (\forall j) \implies \mathbf{X}^T (\mathbf{y}^m - \mathbf{y}) = 0 \quad (\text{D.3})$$

On voit ainsi apparaître naturellement ce que l'on appelle la matrice des coefficients de sensibilité X_j , dérivée de l'observable par rapport au paramètre p_j soit

$$\mathbf{X}^*_j(t_i, \mathbf{p}) = \frac{\partial y(t_i, \mathbf{p})}{\partial p_j} \quad (\text{D.4})$$

Cette matrice est donc rectangulaire, de dimension $n \times \dim(p)$. Les courbes de sensibilité présentent l'évolution du coefficient de sensibilité en fonction des variables indépendantes (espace et temps). Nous ne présenterons dans ces courbes, que des coefficients de sensibilités normées définies comme

$$\mathbf{X}_j(t_i, \mathbf{p}) = p_j \frac{\partial y(t_i, \mathbf{p})}{\partial p_j} \quad (\text{D.5})$$

afin de pouvoir comparer entre elles les variations d'amplitude exhibées par ces coefficients. Si le modèle y porte sur la description de l'évolution de la contrainte σ , les sensibilités normées seront donc exprimées en *MPa*.

Dans le cas où le modèle est linéaire en les paramètres c'est à dire que l'on n'a $\mathbf{y} = \mathbf{X}\hat{\mathbf{p}}$, la matrice des coefficients de sensibilité ne dépend pas des paramètres. On obtient directement une estimation du vecteur paramètre par

$$\hat{\mathbf{p}} = (\mathbf{X}^T \mathbf{X})^{-1} \mathbf{X}^T \mathbf{y} \quad (\text{D.6})$$

Ce n'est évidemment pas la majorité des cas en physique et plus généralement le problème d'estimation paramétrique est non linéaire et nécessite un processus itératif en développant la solution au voisinage de la 'solution' obtenue à l'itération courante, soit directement sous forme matricielle :

$$\mathbf{y}^{(n+1)} = \mathbf{y}^{(n)} + \mathbf{X}^{(n)}(\hat{\mathbf{p}}^{(n+1)} - \hat{\mathbf{p}}^{(n)}) \quad (\text{D.7})$$

L'exposant (n) indique que la matrice de sensibilité est calculée avec les valeurs de p estimées à l'itération (n) . En remplaçant $\mathbf{y}^{(n+1)}$ par son développement, on obtient alors une relation de récurrence entre les valeurs des paramètres estimés au rang (n) et au rang $(n+1)$:

$$\hat{\mathbf{p}}^{(n+1)} = \hat{\mathbf{p}}^{(n)} + \left(\mathbf{X}^{(n)T} \mathbf{X}^{(n)} \right)^{-1} \mathbf{X}^{(n)T} (\mathbf{y}^{(n+1)} - \mathbf{y}^{(n)}) \quad (\text{D.8})$$

On mesure ici le rôle important jouer par les coefficients de sensibilité sur l'estimation. Dans le cas où le modèle ne serait pas biaisé, on a $\mathbf{y}^m(t, \mathbf{p}) = \mathbf{y}(t, \mathbf{p}) + \epsilon(t)$ et l'expression précédente conduit au premier ordre et lorsqu'on approche la convergence, à la relation suivante entre paramètres réels et estimés :

$$\hat{\mathbf{p}} = \hat{\mathbf{p}} + (\mathbf{X}^T \mathbf{X})^{-1} \mathbf{X}^T \epsilon(t) \quad (\text{D.9})$$

Si le bruit de mesure suit des hypothèses très commodes (distribution normale de moyenne nulle $E(\epsilon) = 0$ à variance constante $V(\epsilon) = \sigma_b^2$) on peut alors chiffrer l'erreur faite sur l'estimateur. On peut montrer ici que compte tenu des hypothèses faites sur le bruit, cette erreur est nulle, c'est-à-dire que l'estimateur est non biaisé.

$$E(\hat{\mathbf{p}}) = \mathbf{p} \quad (\text{D.10})$$

On peut calculer la variance-covariance de l'estimateur :

$$V(\hat{\mathbf{p}}) = \sigma_b^2 (\mathbf{X}^T \mathbf{X})^{-1} \quad (\text{D.11})$$

Les termes diagonaux de cette matrice représentent les variances de chaque paramètre, c'est-à-dire les carrés des écarts-types de leurs estimations. Les termes hors diagonaux de la matrice $(\mathbf{X}^T \mathbf{X})^{-1}$ représentent les coefficients de corrélation entre paramètres (ils sont proches de 1 dans le cas où les paramètres sont fortement corrélés). Dans le corps du texte, nous présenterons des matrices dites de variance-covariance mais qui sont en fait modifiées pour permettre une lecture plus aisée. Les termes diagonaux seront pris égaux à σ_p/p et représenteront en quelque sorte l'erreur relative faite sur le paramètre (à un écart-type). Les termes hors-diagonaux seront les coefficients de corrélation.

Pour terminer, nous faisons les remarques suivantes :

- En l'absence de bruit, les variances covariances des paramètres sont nulles.
- En présence de bruit de mesure, lorsque les sensibilités du signal aux paramètres sont nulles ou corrélées, le déterminant de la matrice $(\mathbf{X}^T \mathbf{X})$ devient faible et rendront les écarts-types des paramètres très grands.
- En augmentant le nombre de mesures et en prenant des points proches du maximum de sensibilité à chaque paramètre, on diminue les écarts-types des paramètres.
- En effectuant la moyenne des valeurs estimées à partir de plusieurs manipulations, on diminue l'écart-type sur la valeur moyenne.

Références

- [1] R. Abou Khachfhe and Y. Jarny. Determination of heat sources and heat transfer coefficient for two-dimensional heat flow - numerical and experimental study. *Int. J. Heat and Mass Transfer*, 44 :1309–1322, 2001.
- [2] F. Addiego, A. Dahoun, C. G’sell, and J-M. Hiver. Characterization of volume strain at large deformation under uniaxial tension in high-density polyethylene. *Polymer*, 47 :4387–4399, 2006.
- [3] F. Addiego, A. Dahoun, C. G’sell, and J-M. Hiver. Volume variation process of high-density polyethylene during tensile and creep tests. *Oil & Gas Science and Technology , Rev. IFP*, 61(6) :715–724, 2006.
- [4] S. André, Y. Meshaka, and C. Cunat. Rheological constitutive equation of solids : a link between models based on irreversible thermodynamics and on fractional order derivative equations. *Rheol Acta*, 42 :500–515, 2003.
- [5] A.S. Argon. Morphological mechanisms and kinetics of large strain plastic deformation and evolution of texture in semicrystalline polymers. *J Computer-Aided Materials Des*, 4 :75–98, 1997.
- [6] Rida Arieby. *Caractérisation mécanique et modélisation thermodynamique du Comportement Anisotrope du Polyéthylène Haute densité. Intégration des effets d’endommagement*. Doctorat mécanique et énergétique, Institut National Polytechnique de Lorraine, 2007.
- [7] Z. Ayadi, B. Martin, S. Leclercq, M. Nivoit, and C. Cunat. Modelling of cyclic mechanical behaviour of 316sph steel by a non linear relaxations approach. *International Journal of the Italian Association of Theoretical and Applied Mechanics, MECCANICA*, 39(1) :81–85, 2004.
- [8] C. Baravian, F. Caton, and J. Dillet. Steady light transport application to rheology : A new tool for the characterization of concentrated suspensions. *Rheol Acta*, 43 :427–432, 2004.
- [9] C. Baravian, F. Caton, J. Dillet, and J. Mougel. Steady light transport under flow : characterization of evolving dense random media. *Physical Review E*, 71(6), 2005. 066603.
- [10] C. Baravian, F. Caton, J. Dillet, G. Toussaint, and P. Flaud. Incoherent light transport in an anisotropic random medium : a probe of human erythrocyte aggregation and deformation. *Phys Rev E*, 2007. to be published.
- [11] C. Baravian, J. Dillet, and J-P. Decruppe. Birefringence determination in opaque media. *Phys Rev E*, 75, 2007. 032501.

-
- [12] C. Baravian, J. Mougel, A. Durand, and F. Caton. Characterization of dynamical emulsification process in concentrated conditions. *AIChE*, 2007. to be published, DOI : 10.1002/aic.11229.
- [13] Z. Bartczak, A. Galeski, A.S. Argon, and R.E. Cohen. On the plastic deformation of the amorphous component in semicrystalline polymers. *Polymer*, 37(11) :2113–2123, 1996.
- [14] Z. Bartczak and M. Kozanecki. Influence of molecular parameters on high-strain deformation of polyethylene in the plane-strain compression. part i. stress-strain behavior. *Polymer*, 46 :8210–8221, 2005.
- [15] J.V. Beck. Technical report, March 1961.
- [16] J.V. Beck, B. Blackwell, and C.R.Jr St. Clair. *Inverse Heat Conduction : Ill-Posed Problems*. Wiley-interscience edition, 1985.
- [17] M.A. Biot. Theory of stress-strain relations in anisotropic viscoelasticity and relaxation phenomena. *J. of Applied Physics*, 25(11) :1385–1391, 1954.
- [18] P.A. Black. In proceedings of the third european conference on polymer fracture. pages 75–83, 1981.
- [19] P.A. Black. Fatigue of tig-welds. Technical report, 1993.
- [20] M. Bonnet. Un aperçu des approches existantes pour la description mathématique et la résolution des problèmes inverses, *Journée de travail : Problèmes inverses en Mécanique des Solides, Méthodes de résolution, applications*, Note interne 14 du 22/10/1992, Laboratoire de Mécanique des Solides, 1-48.
- [21] N.W.J. Brooks, R.A. Duckett, and I.M. Ward. Modeling of double yield points in polyethylene : temperature and strain-rate dependence. *J. Rheology*, 39(2) :425–436, 1995.
- [22] N.W.J. Brooks, A.P. Unwin, R.A. Duckett, and I.M. Ward. Temperature and strain rate dependence of yield strain and deformation behavior in polyethylene. *Journal of Polymer Science, Part B : Polymer Physics*, 35(4) :545–552, 1997.
- [23] M.F. Butler and A.M. Donald. Deformation of spherulitic polyethylene thin films. *J. of Materials Science*, 32 :3675–3685, 1997.
- [24] M.F. Butler, A.M. Donald, and Ryan A.J. Time resolved simultaneous small- and wide-angle x-ray scattering during polyethylene deformation - II cold drawing of linear polyethylene. *Polymer*, 39(1) :39–52, 1998.
- [25] M.F. Butler, A.M. Donald, W. Brass, G.R. Mant, G.E. Derbyshire, and A.J. Ryan. A real-time simultaneous small- and wide-angle x-ray scattering study of in-situ deformation of isotropic polyethylene. *Macromolecules*, 28(19) :6383–6393, 1995.
- [26] M.F. Butler, A.M. Donald, and A.J. Ryan. Time resolved simultaneous small- and wide-angle x-ray scattering during polyethylene deformation - I cold drawing of ethylene- α -olefin copolymers. *Polymer*, 38(22) :5521–5538, 1997.
- [27] H.B. Callen. *Thermodynamics*. John wiley & sons edition, 1960.
- [28] Y. Candau. Solving inverse heat diffusion problem with discrete wavelet transform. *Inverse Problems in Science and Engineering*, 13(4) :329–339, 2005.
- [29] A. Capatina and R. Stavre. Algorithms and convergence results for an inverse problem in heat propagation. *International Journal of Engineering Science*, 38(5) :575–587, 2000.
-

-
- [30] F. Caton, C. Baravian, and J. Mougél. The influence of the microscopic characteristics of a random medium on incoherent light transport. *Optics Express*, 15(6) :2847–2872, 2007.
- [31] G. Chiavassat and J. Liandrat. A fully adaptative wavelet algorithm for parabolic partial differential equations. *Applied Numerical Mathematics*, 36, 2001.
- [32] A. Chrysochoos. Analyse du comportement thermomécanique des matériaux par thermographie infrarouge. In Eyrolles, editor, *Photomécanique 95*, pages 203–211, 1995.
- [33] A. Chrysochoos and F. Belmahjoub. Thermographic Analysis of Thermo-mechanical Couplings. *Archives of Mechanics*, 44(1) :55–68, 1992.
- [34] A. Chrysochoos and H. Louche. An infrared image processing to analyse the calorific effects accompanying strain localisation. *Int. J. Eng. Sci*, 38(16) :1759–1788, Nov. 2000.
- [35] F. Chuli and Q. Chunyu. Wavelet and error estimation of surface heat flux. *J. Computational and Applied Mathematics*, 150 :143–155, 2003.
- [36] C. Coles and D.A. Murio. Simultaneous Space Diffusivity and Source Term Reconstruction in 2D IHCP. *Computers Math. Applic.*, 42(12) :1549–1564, 2001.
- [37] C. Cunat. The DNLR approach and relaxation phenomena. I - historical account and DNLR formalism. *Mechanics of Time-Dependent Materials*, 5(1) :39–65, 2001.
- [38] T. De Donder. *L’affinité*.
- [39] T. De Donder. *Leçons de Thermodynamique et de Chimie Physique*.
- [40] L. Dieng, A. Abdul-Latif, M. Haboussi, and C. Cunat. Cyclic plasticity modeling with the distribution of non-linear relaxations (dnlr) approach. 21(2) :353–379, 2005.
- [41] L. Dieng, A. Abdul-Latif, M. Haboussi, and C. Cunat. Cyclic softening modeling with the distribution of non linear relaxation (dnlr) approach. *Computers, Materials and Continua*, accepted 2007.
- [42] L. Dieng, M. Haboussi, M. Loukil, and C. Cunat. A theory of inelasticity based on nonequilibrium thermodynamic : application to yield surface prediction. *Mechanics of Materials*, 37 :1069–1081, 2005.
- [43] J. Dillet. *Caractérisation de Milieux diffusants en écoulement par transport incohérent de lumière polarisée*. Doctorat mécanique et énergétique, Nancy Université - INPL, 2007.
- [44] J. Dillet, C. Baravian, F. Caton, and A. Parker. Size determination by use of two-dimensional mueller matrices backscattered by optically thick random media. *Appl Opt*, 45(19) :4669–4678, 2006.
- [45] L. Elden, F. Berntsson, and T. Reginska. Wavelet and fourier methods for solving the sideways heat equation. *SIAM J. Sci. Comput.*, 21(6) :2187–2205, 2000.
- [46] A. Farcas. The boundary element method for the determination of a time-dependent heat source. In *Proceedings of the 5th Int. Conf. on Inverse Problems in Engineering : Theory and Practice*, paper F01, 2005.
- [47] B. Flament, F. Bourquin, and A. Neveu. Synthèse modale : une méthode de sous-structuration dynamique pour la modélisation des systèmes thermiques linéaires. *Int. J. Heat and Mass Transfer*, 36(6) :1649–1662, 1993.
- [48] C. Fond and C. G’sell. Localisation des déformations et mécanismes d’endommagements dans les polymères multiphasés. *Mécanique & Industries*, 3 :431–438, 2002.
-

-
- [49] D.G. Fotheringham and B.W. Cherry. The role of recovery forces in the deformation of linear polyethylene. *J. Mater. Sci.*, 13 :951–964, 1978.
- [50] A. Galeski, Z. Bartczak, A.S. Argon, and Cohen R.E. Morphological alterations during texture-producing plastic plane strain compression of high-density polyethylene. *Macromolecules*, 25 :5705–5718, 1992.
- [51] C. Gasquet and P. Witomski. *Analyse de Fourier et applications*. Sciences sup, dunod edition, 2000.
- [52] V. Gaucher-Miri, P. François, and R. Séguéla. On the mechanisms of initiation and propagation of plastic instability in polyethylene under tensile drawing. *J. Polymer Science, B : Polymer Physics*, 34 :1113–1125, 1996.
- [53] S. Géhant and R. Schirrer. Multiple light scattering and cavitation in two-phase tough polymers. *J. Polymer Science, Part B : Polymer Physics*, 37 :113–126, 1999.
- [54] J.W. Gibbs. On equilibrium of heterogeneous substances- part I. *Trans. Connect. Acad.*, 3 :108–248, 1876.
- [55] J.W. Gibbs. On equilibrium of heterogeneous substances- part II. *Trans. Connect. Acad.*, 3 :343–524, 1878.
- [56] C. G’sell and J-M. Hiver. French Patent 010542100 (23 April 2001).
- [57] C. G’Sell, J-M. Hiver, and A. Dahoun. Experimental characterization of deformation damage in solid polymers under tension, and its interrelation with necking. *International Journal of Solids and Structures*, 39(13-14) :3857–3872, 2002.
- [58] C. G’sell, J-M. Hiver, A. Dahoun, and A. Souahi. Video-controlled tensile testing of polymers and metals beyond the necking point. *J. of Materials Science*, 27(18) :5031–5039, 1992.
- [59] J. Guo, P. Le Masson, E. Artioukhine, T. Loulou, P. Rogeon, M. Carin, M. Dumons, and J. Costa. Estimation of a source term in a two-dimensional heat transfer problem : application to an electron beam welding. *Inverse Problems in Science and Engineering*, 14(1) :21–38, Jan. 2006.
- [60] P.C. Hansen and D.P. O’Leary. The use of the L-curve in the regularisation of the discrete ill-posed problems. *SIAM J. Sci. Comput.*, 14(6) :1487–1503, 1993.
- [61] P.C. Hansen and D.P. O’Leary. The L-curve and its use in the numerical treatment of inverse problems. *Computational Inverse Problems in electrocardiology- Advances in Computational Bioengineering*, 4 :119–142, 2000.
- [62] K.A. Hartley, J. Duffy, and R.H. Hawley. Measurement of the temperature profile during shear band formation in steels deforming at high strain rates. *J. Mech. Phys. Solids*, 35 :283–301, 1987.
- [63] R.C. Haskell, L.O. Svaasand, T.T. Tsay, T.C. Feng, M.S. McAdams, and B.J. Tromberg. Boundary conditions for the diffusion equation in radiative transfer. *J. Opt. Soc. Am.*, A 11(10) :2727–2741, 1994.
- [64] R.N. Haward and G. Thackray. The use of a mathematical model to describe isothermal stress-strain curves in glassy thermoplastics. *Proc. Roy. Soc.*, 1302 :453–472, 1968.
- [65] I.L. Hay and A. Keller. Polymer deformation in terms of spherulites. *Kolloid Z.Z. Polym.*, 204 :43–73, 1965.

-
- [66] J. Heino, S. Arridge, J. Sikora, and E. Somersalo. Anisotropic effects in highly scattering media. *Phys Rev E*, 68, 2003. 031908.
 - [67] R. Hiss, S. Hobeika, and C. Strobl G. Lynn. Network stretching, slip processes, and fragmentation of crystallites during uniaxial drawing of comparative study. *Macromolecules*, 32 :4390–4403, 1999.
 - [68] K. Hong, A. Rastogi, and G. Strobl. A model treating tensile deformation of semicrystalline polymers : quasi-static stress-strain relationship and viscous stress determined for a sample of polyethylene. *Macromolecules*, 37 :10165–10173, 2004.
 - [69] L. Hubert, L. David, R. Séguéla, and G. Vigier. Small-angle x-ray scattering investigation of the deformation processes in the amorphous phase of high density polyethylene. *Polym. Int.*, 53 :582–585, 2004.
 - [70] A. Ishimaru. *Wave Propagation and Scattering in Random Media, Volume I : Single scattering and transport theory* ;.
 - [71] G.A. Jones. *Applied Fracture Mechanics*. Soringer edition, 1978.
 - [72] J. Kaipio and E. Somersalo. Statistical inverse problems : Discretization, model reduction and inverse crimes. *Journal of Computational and Applied Mathematics*, 198(2) :493–504, Jan. 2007.
 - [73] A. Kienle, F.K. Forster, and R. Hibst. Anisotropy of light propagation in biological tissue. *Opt Lett*, 29 :2617–2619, 2004.
 - [74] A. Kienle and R. Hibst. Light guiding in biological tissue due to scattering. *PhyRev Lett*, 97, 2006. 018104.
 - [75] E.J. Kramer. Microscopic and molecular fundamentals of crazing in polymers. *Advances in Polymer Science*, 51/52 :1–55, 1983.
 - [76] J-C. Krapez, D. Pacou, and G. Gardette, editors. *Lock-in thermography and fatigue limit of metals*.
 - [77] G. La Rosa and A. Risitano. Thermographic methodology for rapid determination of the fatigue limit of materials and mechanical components. *Int. J. Fatigue*, 22(1) :65–73, 2000.
 - [78] M. Lazard, S. André, and D. Maillet. Transient coupled radiative - conductive heat transfer in a gray planar medium with anisotropic scattering. *Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer*, 69(1), 2001.
 - [79] C. Le Niliot and P. Gallet. Infrared thermography applied to the resolution of inverse heat conduction problems : recovery of heat line sources and boundary conditions. *Revue Générale de Thermique*, 37(8) :629–643, Nov. 2001.
 - [80] B.J. Lee, A.S. Argon, D.M. Parks, S. Ahzi, and Z. Bartczak. Simulation of large strain plastic deformation and texture evolution in high density polyethylene. *Polymer*, 34(17) :3555–3575, 1993.
 - [81] B. Martin, Z. Ayadi, M. Nivoit, A. Galtier, and C. Cunat. modelling of progressive strain tests, by a non-linear relaxation approach. *MECCANICA, International Journal of the Italian, Association of Theoretical and Applied Mechanics AIMETA*, 41(4) :407–412, 2006.
 - [82] H.E.H. Meijer and L.E. Govaert. Mechanical performance of polymer systems : the relation between structure and properties. *Prog. Polym. Sci.*, 30 :915–938, 2005.
-

-
- [83] Y. Meshaka. *Couplage thermomécanique et approche non entière de l'irréversibilité*. Doctorat mécanique et énergétique, Nancy Université - INPL, 2002.
 - [84] A. Münster. *Thermodynamique des processus irréversibles*.
 - [85] V.A. Morozov. *Regularization methods for ill-posed problems*. CRC Press, 1992.
 - [86] J. Mougel. *Rhéologie, Transport incohérent de la lumière dans les milieux aléatoires ; Application à la caractérisation dynamique d'émulsion concentrées*. Doctorat mécanique et énergétique, Nancy Université - INPL, 2006.
 - [87] J. Mougel, O. Alvarez, C. Baravian, F. Caton, P. Marchal, M-J. Stebe, and L. Choplin. Aging of an unstable w/o gel-emulsion with a non-ionic surfactant. *Rheol Acta*, 45(5) :455–560, 2006.
 - [88] Kaïs M'Rabet. *Comportement mécanique en grandes déformations du polyéthylène haute densité : Approche thermodynamique de l'état relaxé*. Doctorat mécanique et énergétique, Institut National Polytechnique de Lorraine, 2003.
 - [89] D.A. Murio. *The mollification method and the numerical solution of ill-posed problems*. John Wiley edition, 1993.
 - [90] M. Negahban, A. Goel, P. Delabarre, R. Feng, and A. Dimick. Experimentally evaluating the equilibrium stress in shear of glassy polycarbonate. *J. Engineering Materials and Technology*, 128 :537–542, 2006.
 - [91] R.W. Neu, D.T. Scott, and M.W. Woodmansee. Measurement and modeling of back stress at tintermediate to high homologous temperatures. *Int. J. Plasticity*, 16 :283–301, 2000.
 - [92] A. Neveu. Approche modale pour les systèmes thermiques, *Communication privée*, Note interne 23/11/2005, Laboratoire de Mécanique et Énergétique d'Evry, 1-68.
 - [93] A. Neveu, K. El-Khoury, and B. Flament. Simulation de la conduction non linéaire en régime variable : décomposition sur les modes de branche. *Int. J. Therm. Sci*, 38(1) :289–304, 1999.
 - [94] N. Özisik. *Radiative Transfer and interactions with conduction and convection*. Wiley interscience edition, 1973.
 - [95] A. Parker, C. Baravian, F. Caton, J. Dillet, and J. Mougel. Fast optical sizing without dilution. *Food Hydrocolloids*, 21(5-6) :831–837, 2007.
 - [96] A. Pawlak. Cavitation during tensile deformation of high-density polyethylene. *Polymer*, 48 :1397–1409, 2007.
 - [97] A. Peterlin. Molecular model of drawing polyethylene and polypropylene. *J. Mater. Sci.*, 6(6) :490–508, 1971.
 - [98] M. Pluta, Z. Bartczak, and A. Galeski. Changes in the morphology and orientation of bulk spherulitic polypropylene due to plane-strain compression. *Polymer*, 41 :2271–2288, 2000.
 - [99] N. Rajic. Thermographic Assessment of the Heat Dissipation Associated with Fatigue Crack Growth in Mild Steel. Technical Report TR-1190, Defence Science & Technology Organisation, 2001.
 - [100] S. Ramaswamy and A.J. Lesser. Microscopic damage and macroscopic yield in acrylonitrile-butadiene-styrene (ABS) resins tested under multi-axial stress states. *Polymer*, 43 :3743–3752, 2002.

-
- [101] E. Roguet. *Compréhension et modélisation de l'état relaxé d'un polymère semi-cristallin à hautes températures*. Doctorat science des matériaux, Université de Poitiers, 2006.
- [102] O.B. Salamatina, G.W.H. Höhne, S.N. Rudnev, and E.F. Oleinik. Work, heat and stored energy in compressive plastic deformation of glassy polymers. *Thermochimica Acta*, 247(1) :1–18, 1994.
- [103] R. Sapienza, S. Mujumdar, C. Cheung, A.G. Yodh, and D. Wiersma. Anisotropic weak localization of light. *Phys Rev Lett*, 2004. 033903.
- [104] E.G. Savateev. On problems of determining the source function in a parabolic equation. *J. Inverse Ill-posed Problems*, 3(1) :83–102, 1995.
- [105] R. Schirrer, R. Lenke, and J. Boudouaz. Study of mechanical damage in rubber-toughened poly(methyl methacrylate) by single and multiple scattering of light. *Polym Eng and Sci*, 37(10) :1748–1760, 1997.
- [106] B.A.G. Schrauwen, R.P.M. Janssen, L.E. Govaert, and H.E.H. Meijer. Intrinsic deformation behavior of semicrystalline polymers. *Macromolecules*, 37 :6069–6078, 2004.
- [107] J.R. Shenefelt, R. Luck, R.P. Taylor, and J.T. Berry. Solution to inverse heat conduction problems employing singular value decomposition and model-reduction. *Int. J. Heat and Mass Transfer*, 45 :67–74, 2002.
- [108] A. Silva Neto and N. Özisik. The estimation of space and time dependent strength of a volumetric heat source in a one-dimensional plate. *Int. J. Heat and Mass Transfer*, 1994.
- [109] J-C. Smith, Jones G.A., and R.P. Black. titre à completer. *J. Mech. Phys. Solids*, 19 :47–61, 1972.
- [110] S. Socrate and M.C. Boyce. Micromechanics of toughened polycarbonate. *J. of the Mechanics and Physics of Solids*, 48 :233–273, 2000.
- [111] V.V. Solov'ev. Solvability of the inverse problem of finding a source, using overdetermination on the upper base for a parabolic equation. *Differential Equations*, 25(9) :1577–1583, 1990.
- [112] A.N. Tikhonov. Solution of incorrectly formulated problems and the regularization method. *Soviet Mathematics Doklady*, 4 :1035–1038, 1963.
- [113] A.N. Tikhonov and V.Y. Arsenin. *Solution of Ill-posed Problems*. Wiley, 1977.
- [114] R.W. Truss, P.L. Clarke, R.A. Duckett, and I.M. Ward. The dependence of yield behavior on temperature, pressure, and strain rate for linear polyethylenes of different molecular weight and morphology. *J. Polym. Sci.*, 22 :191–209, 1984.
- [115] M. Unser. Splines, a perfect fit for signal and image processing. *IEEE signal processing mag.*, pages 22–38, 1999.
- [116] J.A.W. Van Dommelen, D.M. Parks, M.C. Boyce, W.A.M. Brekelmans, and F.P.T. Baaijens. Micromechanical modeling of intraspherulitic deformation of semicrystalline polymers. *Polymer*, 44 :6089–6101, 2003.
- [117] J.A.W. Van Dommelen, D.M. Parks, M.C. Boyce, W.A.M. Brekelmans, and F.P.T. Baaijens. Micromechanical modeling of the elasto-viscoplastic behavior of semicrystalline polymers. *J. of the Mechanics and Physics of Solids*, 51 :519–541, 2003.
- [118] E. Walter and L. Pronzato. *Identification de modèles paramétriques à partir de données expérimentales*. Masson, Coll. MASC, 1994.
-

-
- [119] A.K. Wong and G.C. Kirby. A hybrid numerical/experimental technique for determining the heat dissipated during low cycle fatigue. *Eng. Fract. Mech.*, 37(3) :493–504, 1990.
- [120] Z. Yi and D.A. Murio. Source terms identification for the diffusion equation. In H.R.B. Orlande, editor, *Proceedings of the 4th Int. Conf. on Inverse Problems in Engineering :Theory and Practice*, volume I of *e-paper*, pages 99–106, 2002.

AUTORISATION DE SOUTENANCE DE THESE
DU DOCTORAT DE L'INSTITUT NATIONAL
POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

o0o

VU LES RAPPORTS ETABLIS PAR :

Monsieur Christophe FOND, Professeur, Institut Charles Sadron, Strasbourg

Monsieur Alain NEVEU, Professeur, LMEE, Université d'Evry, Evry

Le Président de l'Institut National Polytechnique de Lorraine, autorise :

Monsieur RENAULT Norbert

à soutenir devant un jury de l'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE,
une thèse intitulée :

**"Étude du couplage thermomécanique du PEHD par essais mécaniques et inversion
d'images infrarouges"**

en vue de l'obtention du titre de :

DOCTEUR DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

Spécialité : « **Mécanique et énergétique** »

Fait à Vandoeuvre, le 03 décembre 2007

Le Président de l'I.N.P.L.,

F. LAURENT



NANCY BRABOIS
2, AVENUE DE LA
FORET-DE-HAYE
BOITE POSTALE 3
F - 54501
VANDOEUVRE CEDEX