



HAL
open science

Détermination de la teneur en eau locale par mesure de l'indice de réfraction d'un matériau polymère avec un capteur de Fresnel

Romain Grangeat, Marion Girard, Cyril Lupi, Dominique Leduc, Frédéric Jacquemin

► To cite this version:

Romain Grangeat, Marion Girard, Cyril Lupi, Dominique Leduc, Frédéric Jacquemin. Détermination de la teneur en eau locale par mesure de l'indice de réfraction d'un matériau polymère avec un capteur de Fresnel. 21ème Journées Nationales sur les Composites, École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers (ENSAM) - Bordeaux, Jul 2019, Bordeaux, Talence, France. hal-02423978

HAL Id: hal-02423978

<https://hal.science/hal-02423978>

Submitted on 26 Dec 2019

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

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

Détermination de la teneur en eau locale par mesure de l'indice de réfraction d'un matériau polymère avec un capteur de Fresnel

Determination of the local water content by measuring the refractive index of a polymeric material with a Fresnel sensor

Romain Grangeat¹, Marion Girard¹, Cyril Lupi², Dominique Leduc², Frédéric Jacquemin¹

1 : E3M, Laboratoire GeM
Université de Nantes
58 rue Michel Ange, BP420 44606 Saint Nazaire Cedex
e-mail : romain.grangeat@univ-nantes.fr, marion.girard@univ-nantes.fr, frederic.jacquemin@univ-nantes.fr

2 : TRUST, Laboratoire GeM
Université de Nantes
2 rue de la Houssinière, BP92208 44322 Nantes Cedex 3
e-mail : cyril.lupi@univ-nantes.fr, dominique.leduc@univ-nantes.fr

Résumé

Cette étude démontre la possibilité de mesurer, sans étalonnage préalable, une teneur en eau locale à l'aide d'un capteur à fibre optique basé sur la réflexion de Fresnel. L'approche expérimentale a été réalisée sur un adhésif structural époxy. Trois échantillons ont été instrumentés de capteur à fibre optique et immergés dans de l'eau distillée. L'intensité lumineuse réfléchie a été analysée à l'aide d'un modèle de milieu effectif de type Maxwell-Garnett qui considère des inclusions sphériques d'eau dans une matrice époxy. Les teneurs en eau mesurées ont été validées par comparaison avec une solution analytique et avec une simulation par éléments finis. Dans un cadre industriel, cette approche expérimentale pourrait être utilisée pour surveiller le vieillissement d'un matériau polymère, d'un joint de colle ou d'une structure composite.

Abstract

This study demonstrates the possibility of measuring a local water content without prior calibration using a fiber optic sensor based on Fresnel reflection. The experimental approach was carried out on an epoxy structural adhesive. Three samples were instrumented with fiber optic sensors and immersed in distilled water. The reflected light intensity was analyzed using a Maxwell-Garnett effective medium model that considers spherical water inclusions in an epoxy matrix. The water contents measured in this way were validated by comparing them with the values given by an analytical resolution of the diffusion equation and a finite element simulation. In an industrial setting, this experimental approach could be used to monitor the aging of a polymeric material, an adhesive joint or a composite structure.

Mots Clés : Matériau polymère; Diffusion d'eau; Capteur à fibre optique; Suivi du vieillissement; Contrôle non destructif.
Keywords : Polymeric material; Water diffusion; Fiber optic sensor; Aging monitoring; Non-destructive testing.

1. Introduction

Il existe plusieurs types d'assemblages structuraux, dont les plus connus sont le soudage, le rivetage/boulonnage et le collage. Cette dernière méthode offre la possibilité d'assembler différents matériaux, et permet, sans altération des substrats (perçage, chauffage...), une meilleure répartition des contraintes. De plus, le collage offre la possibilité d'alléger les structures et de réduire les coûts de production. Cependant, il est difficile d'évaluer la durabilité en service. En effet, de nombreuses études s'intéressent à la durabilité des joints collés [1-2]. Cette durabilité est discutable lorsque ces structures sont soumises à des environnements agressifs (humidité relative élevée, immersion, température élevée, produits corrosifs...). La nature hydrophile de l'adhésif [3] lui confère la capacité d'absorber l'eau (Fig. 1), cette absorption peut entraîner une baisse des propriétés mécaniques et

affecter la durabilité de la structure [4]. En présence d'eau, le joint collé contrôle alors les modes de dégradation de la structure.

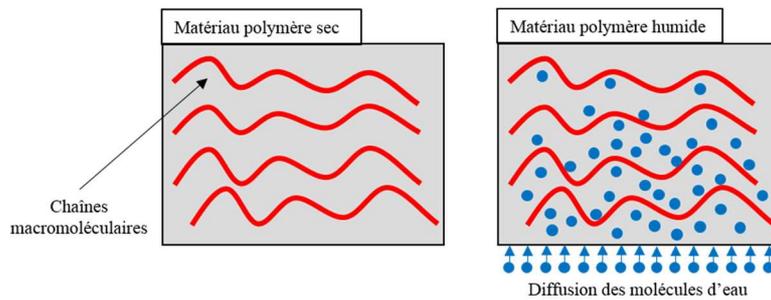


Fig. 1. Principe de diffusion d'eau dans un matériau polymère.

La teneur en eau est donc un paramètre clé de la durabilité et doit être quantifiée dans les assemblages. La géométrie des capteurs à fibre optique sont bien adaptés pour réaliser ce type de mesure. Dans la littérature, des études [5-6] ont déjà démontré la capacité des réseaux de Bragg à fibres optiques (FBG) à détecter la présence d'eau dans une structure collée. Dans ces études, l'humidité est mesurée indirectement à partir de la déformation qu'elle induit. Ici un capteur à fibre optique basé sur la réflexion de Fresnel a été utilisé et inséré au cœur d'un disque d'adhésif (Fig. 2).

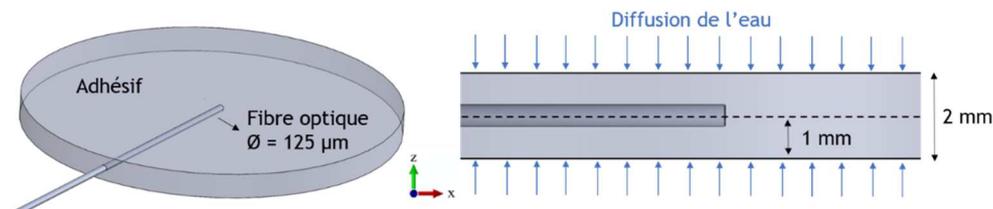


Fig. 2. Insertion d'un capteur de Fresnel au sein d'un disque d'adhésif.

Le capteur, qui sera appelé capteur de Fresnel, permet la mesure locale de l'indice de réfraction du matériau. Des travaux précédents ont montré l'efficacité de ce capteur pour mesurer le taux de polymérisation d'une résine époxy [7] et de l'adhésif étudié [8]. Dans ce travail, le lien entre la teneur en eau et l'indice de réfraction mesuré sera présenté. En effet, lorsque l'échantillon est immergé, l'eau y diffuse et provoque un changement structurel (moléculaire et compositionnel) [9]. Le volume à sonder devient un matériau composite constitué d'inclusions d'eau à l'intérieur d'une matrice époxy. Ce type de matériau peut être décrit par un indice de réfraction effectif dans le cadre du modèle Maxwell-Garnett [10]. Le seul paramètre libre dans le modèle est la teneur en eau. Il peut donc être facilement calculé à partir de la mesure de l'indice de réfraction. L'objectif de cette étude est de prouver expérimentalement la validité de cette approche.

Dans un premier temps, la cinétique de prise en eau du matériau sera étudiée par des moyens conventionnels (suivi gravimétrique). Les cinétiques identifiées permettront d'estimer, par calculs, l'intrusivité des capteurs ainsi que le champ de teneur en eau dans l'éprouvette au cours du vieillissement. D'autre part, des mesures locales de la teneur en eau seront réalisées à l'aide du capteur de Fresnel et interprétées à partir du modèle de milieu effectif de type Maxwell-Garnett. Enfin, les résultats des deux méthodes seront comparés.

2. Diffusion de l'eau dans le matériau polymère

2.1 Essais gravimétriques : caractérisation des paramètres de diffusion

Le matériau polymère utilisé est un adhésif époxy. Il est composé d'une résine époxy, d'un durcisseur à base d'amines modifiés et de charges. Durant le procédé de fabrication, la réaction de

polymérisation se produit entre la résine époxy et le durcisseur par ouverture du cycle époxy. Le procédé de fabrication permet d'obtenir une réaction complète.

Afin de caractériser la cinétique de diffusion d'eau dans l'adhésif, des essais gravimétriques ont été réalisés sur des échantillons de colle seule. Pour ce faire, 12 disques de 70 mm de diamètre et de 2 mm d'épaisseur ont été fabriqués par moulage, auxquels a été appliqué ensuite le cycle de mise en œuvre complet. Avec ces dimensions, la diffusion d'eau peut être majoritairement considérée unidirectionnelle dans le sens de l'épaisseur (épaisseur \ll diamètre). Les éprouvettes ont ensuite été immergées dans de l'eau distillée à 40 °C et l'évolution de la masse à l'aide d'une balance de précision a été mesurée périodiquement. La teneur en eau macroscopique de l'échantillon au cours du temps $C(t)$ peut être calculée à l'aide de l'équation (Eq. 1).

$$C(t) = \frac{m(t) - m_{t0}}{m_{t0}} \cdot 100 \quad (\text{Eq. 1})$$

où $m(t)$ représente la masse de l'éprouvette à un instant t et m_{t0} la masse de l'éprouvette avant immersion. Ils existent plusieurs modèles permettant de modéliser cette teneur en eau macroscopique $C(t)$.

Dans ses travaux, Weitsman (2012) [11] a répertorié en six grandes familles les cinétiques de diffusion d'eau typiques des matériaux polymères. Dans cette étude, deux d'entre elles seront abordées. La plus connue est basée sur le modèle de Fick. Il est représenté par la courbe (1) sur la (Fig. 3). Dans un premier temps, la teneur en eau évolue de manière linéaire jusqu'à atteindre un plateau de saturation C_{sat} . Dans ce modèle, l'absorption d'eau d'un matériau, dépend de deux paramètres : D [$\text{mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$] le coefficient de diffusion qui caractérise la vitesse de diffusion des molécules d'eau et C_{sat} [%] qui caractérise la teneur en eau maximale que peut absorber le matériau. Il est fréquent d'observer expérimentalement des écarts de diffusion avec ce modèle comme le montre la courbe (2) de la (Fig. 3). Après une première phase d'absorption linéaire, la teneur en eau continue d'augmenter de manière lente jusqu'à atteindre une saturation. Cette évolution peut-être représentée par un modèle de type « Dual-Fick ».

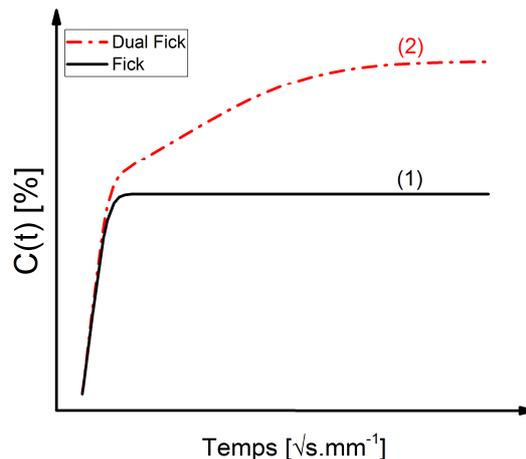


Fig. 3. Représentation des cinétiques de diffusion d'eau : comportements Fickien et Dual-Fickien.

Le modèle Dual-Fick consiste en une somme de deux modèles de Fick [12]. L'équation représentative dans le cas d'une diffusion unidirectionnel dans le sens z est présentée comme suit (Eq. 2) :

$$\frac{\partial c_1(z, t)}{\partial t} + \frac{\partial c_2(z, t)}{\partial t} = D_1 \frac{\partial^2 c_1(z, t)}{\partial z^2} + D_2 \frac{\partial^2 c_2(z, t)}{\partial z^2} \quad (\text{Eq. 2})$$

où $c_1(z,t)$ et $c_2(z,t)$ représentent les teneurs en eau locales suivant une position z et à un instant t . Ce modèle considère deux processus de diffusion, ils sont caractérisés respectivement par les coefficients de diffusion D_1 et D_2 et les teneurs en eau à saturation C_{sat1} et C_{sat2} .

En considérant une plaque infinie d'épaisseur e avec une teneur en eau initiale nulle, la résolution de l'équation (Eq. 2) permet d'obtenir la teneur en eau locale $c(z,t)$ qui est la somme de $c_1(z,t)$ et $c_2(z,t)$.

$$c(z,t) = \sum_{i=1}^2 \left[c_{sat_i} \left(1 - \frac{4}{\pi} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{(-1)^n}{2n+1} \exp \left[-D_i (2n+1)^2 \pi^2 \frac{t}{e^2} \right] \cos \left[(2n+1) \pi \frac{z}{e} \right] \right) \right] \quad (\text{Eq. 3})$$

En intégrant sur le volume l'équation (Eq. 3) la teneur en eau macroscopique $C(t)$ est :

$$C(t) = \sum_{i=1}^2 \left[c_{sat_i} \left(1 - \frac{8}{\pi^2} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{(2n+1)^2} \exp \left[-D_i (2n+1)^2 \pi^2 \frac{t}{e^2} \right] \right) \right] \quad (\text{Eq. 4})$$

A partir des mesures gravimétriques réalisées sur les 12 disques lors de l'immersion et en utilisant l'équation (Eq. 1), il est possible de tracer l'évolution de la teneur en eau en fonction du temps d'immersion pour chaque éprouvette. Après identification des paramètres par la méthode de minimisation de l'écart au sens des moindres carrés, le modèle Dual-Fick présenté précédemment permet de représenter la diffusion d'eau dans les éprouvettes. Les paramètres identifiés sont répertoriés dans la (Tab. 1), ils correspondent à la moyenne et à l'écart type sur les 12 éprouvettes.

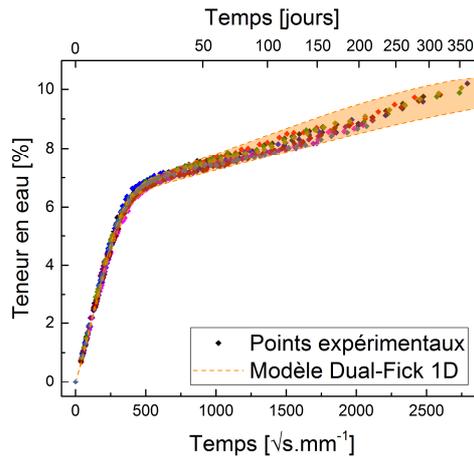


Fig. 4. Évolution de la teneur en eau en fonction du temps d'immersion.

D_1 [$\text{mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$]	$(1.62 \pm 0.07) \cdot 10^{-6}$
C_{sat1} [%]	6.17 ± 0.04
D_2 [$\text{mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$]	$(2.06 \pm 0.36) \cdot 10^{-8}$
C_{sat2} [%]	4.56 ± 0.36

Tab. 1. Paramètres identifiés pour le modèle Dual-Fick.

En prenant en compte l'écart type sur les paramètres identifiés, il est possible de tracer un spectre de réponses (Fig. 4).

A partir des paramètres de diffusion d'eau identifiés sur les mesures macroscopiques, il est possible de calculer le champ de teneur en eau locale $c(z,t)$.

2.2 Distribution de la teneur en eau locale

L'idée est de déterminer la teneur en eau locale au niveau du capteur de Fresnel lors de l'immersion d'un disque instrumenté. En se positionnant au bout du capteur (Fig. 2) et en utilisant l'équation (Eq. 3) il est possible de déterminer $c(z,t)$ (Fig. 6). Cette solution analytique ne prend pas en compte la présence d'un corps hydrophobe (capteur à fibre optique). Afin de vérifier l'intrusivité du capteur sur la diffusion d'eau un calcul par élément fini a été réalisé. En implémentant le modèle Dual-Fick (Tab. 1) dans le logiciel de calculs par éléments finis AbaqusTM, il est possible de simuler le champ de teneur en eau locale sur une éprouvette instrumentée pour différents temps d'immersion.

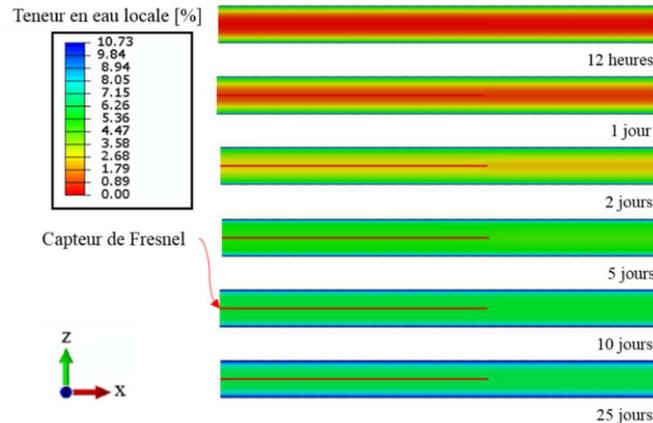


Fig. 5. Évolution du champ de teneur en eau locale pour différents temps d'immersion.

Les résultats de la (Fig. 5) permettent de déterminer la teneur en eau locale au niveau du capteur de Fresnel.

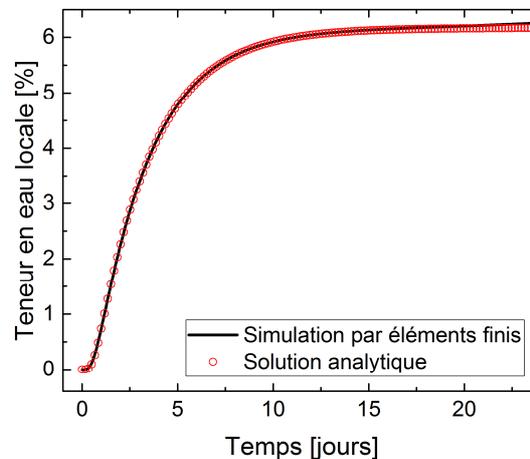


Fig. 6. Teneur en eau locale en fonction du temps d'immersion au niveau du capteur de Fresnel (par éléments finis et avec la solution analytique).

Les résultats obtenus par simulation éléments finis et avec la solution analytique sont très proches. Un écart de 1,6 % a été calculé au maximum. La présence du capteur de Fresnel joue donc un rôle négligeable sur la diffusion d'eau.

En conclusion, la teneur en eau locale au niveau du capteur de Fresnel peut être estimée avec une bonne approximation à l'aide de la solution analytique. Cette solution pourra être comparée aux résultats obtenus avec les mesures optiques du capteur de Fresnel.

3. Mesures optiques

3.1 Capteur à fibre optique basé sur la réflexion de Fresnel

Une fibre optique est un cylindre en verre ou en plastique qui a la propriété de conduire la lumière. Elle est généralement constituée de deux cylindres concentriques en verre : le cœur et la gaine optique (Fig. 7).

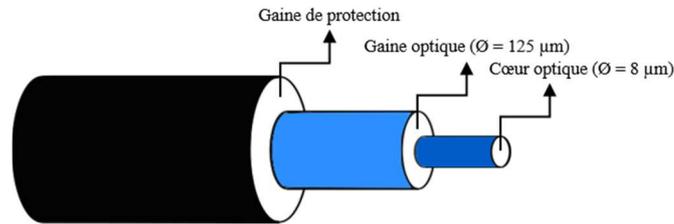


Fig. 7. Représentation d'une fibre optique.

La lumière se propage dans le cœur optique dû à une différence d'indice de réfraction avec la gaine. La fibre optique utilisée dans cette étude est une fibre monomode (SMF28) avec un cœur optique de 8 µm et une gaine de 125 µm (fabriquée par iXblue IXF-SM-1550-125). Le clivage du bout de la fibre optique permet la création d'un dioptre. En suivant les lois Snell-Descartes, une partie de la lumière incidente est réfléchiée par le dioptre (Fig. 8).

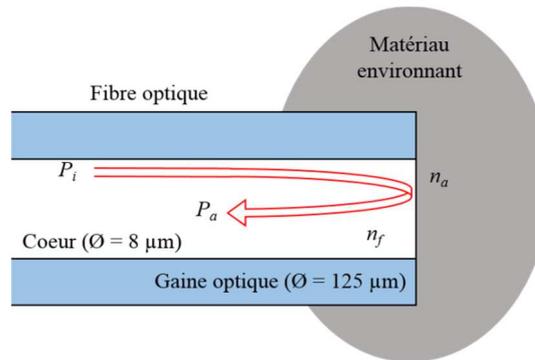


Fig. 8. Principe du capteur de Fresnel.

Dans la littérature, Cusano (2000) [13] propose de déterminer l'indice de réfraction d'un matériau en mesurant la puissance réfléchiée par le dioptre optique. Dans un premier temps, une mesure dans un milieu d'indice de réfraction connu (par exemple l'air) est nécessaire. Dans un second temps, en mesurant la puissance réfléchiée dans un matériau cible (ici un adhésif époxy), il est possible de mesurer son indice de réfraction à l'aide de l'équation (Eq. 5).

$$n_a = -n_f \left(\frac{\eta + 1}{\eta - 1} \right) \quad \text{avec} \quad \eta = \left(\frac{n_f - n_{air}}{n_f + n_{air}} \right) \left(\frac{P_a}{P_{air}} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (\text{Eq. 5})$$

où P_{air} et P_a représentent respectivement la puissance réfléchiée dans l'air et dans l'adhésif, n_f l'indice de réfraction de la fibre et n_a l'indice de réfraction de l'adhésif. Dans cette étude, l'indice de réfraction de l'air et de la fibre sont considérés constants et les valeurs ont été corrigées pour une température de 40 °C : $n_{air} = 1,000$ et $n_f = 1,457$ pour une longueur d'onde de 1550 nm. Pour la mesure, un laser avec une longueur d'onde de 1550 nm a été utilisé et connecté à un coupleur optique. La puissance réfléchiée est ensuite mesurée à l'aide d'une photodiode (détecteur) (Fig. 9).

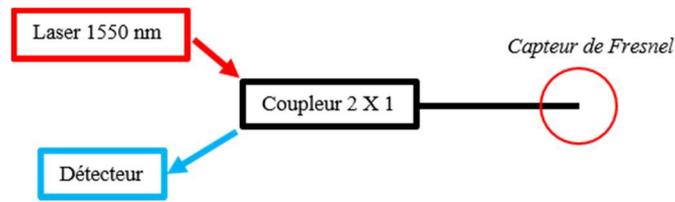


Fig. 9. Principe de mesure du capteur de Fresnel.

3.2 Évolution de l'indice optique du matériau polymère lors de l'immersion

Trois éprouvettes disques, avec la même géométrie que celle décrite précédemment, ont été instrumentés, conformément à la (Fig. 2), lors de l'étape de moulage. Le même cycle de mise en œuvre que celui réalisé pour les éprouvettes de suivi gravimétrique, a été établi. En fin de polymérisation, l'indice de réfraction de l'adhésif à 40 °C est $n_0 = 2,904 \pm 0,002$ [8]. Les trois éprouvettes instrumentées ont ensuite été immergées dans de l'eau distillée à 40 °C. L'indice de réfraction de l'adhésif a ensuite été mesuré au cours de cette immersion (Fig. 10).

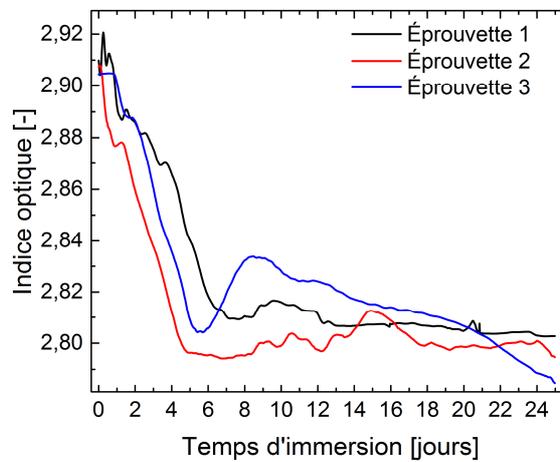


Fig. 10. Évolution de l'indice de réfraction de l'adhésif en immersion sur 3 éprouvettes instrumentées par un capteur de Fresnel.

Les résultats de la (Fig. 10) montrent une chute de l'indice de réfraction lors des 6 premiers jours en immersion. Ils semblent par la suite se stabiliser.

Afin de faire le lien entre la teneur en eau locale et l'indice de réfraction mesuré, il est nécessaire d'utiliser un modèle optique décrit dans la suite.

3.3 Détermination de la teneur en eau locale à partir de l'indice de réfraction du matériau polymère

Lorsque l'eau pénètre dans l'adhésif, le matériau devient un matériau composite constitué d'inclusions d'eau dans une matrice époxy. Il existe plusieurs modèles qui permettent d'estimer l'indice de réfraction effectif d'un milieu composite. Dans le cas de concentrations faibles et pour des inclusions approximativement sphérique, le modèle de Maxwell-Garnett [14] est bien adapté. Nous utiliserons ici le formalisme défini par Markel (2006) [10] :

$$n_{a/w}(t) = n_a \sqrt{\frac{1 + 2f(t) \frac{n_w^2 - n_a^2}{n_w^2 + 2n_a^2}}{1 - f(t) \frac{n_w^2 - n_a^2}{n_w^2 + 2n_a^2}}} \quad (\text{Eq. 6})$$

où $n_{a/w}(t)$, n_a et n_w représentent respectivement l'évolution de l'indice de réfraction du système adhésif/eau, l'indice de réfraction de l'adhésif ($n_a = 2,904$) et l'indice de réfraction de l'eau ($n_w = 1,333$). L'évolution de la fraction volumique d'eau est notée $f(t)$ et permet de calculer la teneur en eau locale.

$$f(t) = \frac{V_w(t)}{V_a} = \frac{c(z, t) \cdot m_{t0}}{V_a \cdot \rho_w} \quad (\text{Eq. 7})$$

$$c(z, t) = \frac{f(t) \cdot V_a \cdot \rho_w}{m_{t0}} \quad (\text{Eq. 8})$$

où $V_w(t)$ représente le volume d'eau, V_a le volume de l'adhésif, m_{t0} la masse de l'adhésif avant immersion, ρ_w la masse volumique de l'eau, et $c(z, t)$ la teneur en eau locale.

La quantité d'intérêt mesurée par le capteur de Fresnel (Fig. 10) correspond à $n_{a/w}(t)$. Il est possible d'exprimer la teneur en eau locale en fonction de l'indice de réfraction $n_{a/w}(t)$ à l'aide des équations (Eq. 6) et (Eq. 8).

$$c(z, t) = \left(\frac{V_a \cdot \rho_w}{m_{t0}} \right) \cdot \left(\frac{n_{a/w}^2(t) - n_a^2}{n_w^2 - n_a^2} \right) \cdot \left(\frac{n_w^2 + 2n_a^2}{n_{a/w}^2(t) + 2n_a^2} \right) \quad (\text{Eq. 9})$$

En utilisant les résultats expérimentaux de la (Fig. 10) et l'équation (Eq. 9) il est possible de déterminer l'évolution de la teneur en eau locale mesurée par le capteur de Fresnel. Cette teneur en eau locale peut être comparée à celle calculée analytiquement à l'aide du modèle Dual-Fick (Fig. 6).

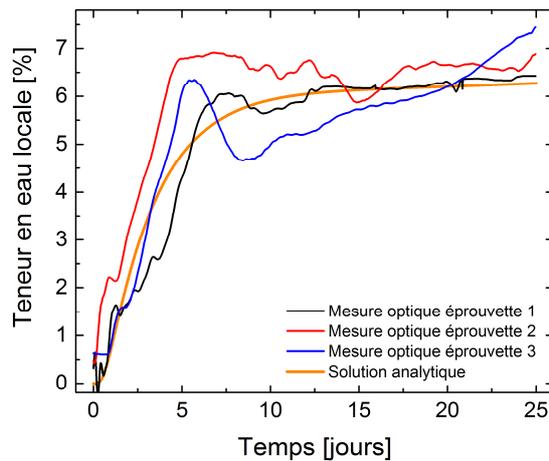


Fig. 11. Comparaison de l'évolution de la teneur en eau locale déterminée à partir de l'indice de réfraction sur 3 éprouvettes instrumentées avec la solution analytique du modèle Dual-Fick (Fig. 6).

Les résultats expérimentaux obtenus (Fig. 11) suivent le modèle optique utilisé. Durant les 6 premiers jours d'immersion la teneur en eau locale de l'adhésif augmente fortement. Ensuite elle semble se stabiliser. Le modèle Dual-Fick prévoit une seconde phase de diffusion d'eau beaucoup plus lente, qui pourrait être traduite par une diminution lente de l'indice de réfraction. Dans cette étude, la durée des essais a été trop courte pour pouvoir observer ce second processus. Il a tout même été possible de relier l'indice de réfraction de l'adhésif à sa teneur en eau locale (Fig. 12).

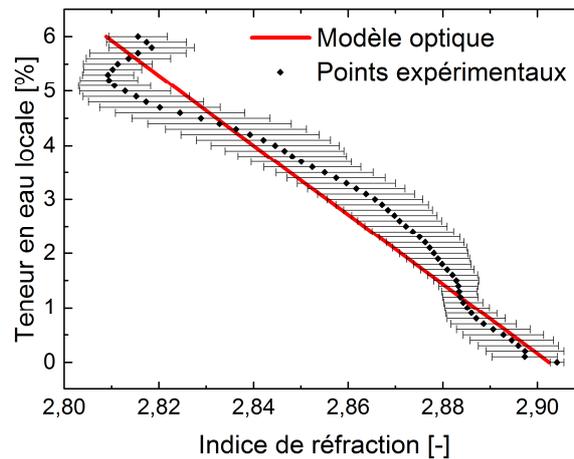


Fig. 12. Lien entre l'indice de réfraction et la teneur en eau locale de l'adhésif.

Il existe une relation linéaire entre l'indice de réfraction et la teneur en eau locale. Le modèle optique utilisé permet donc en mesurant l'indice de réfraction de l'adhésif de déterminer sa teneur en eau locale.

4. Conclusion

Cette étude montre la possibilité de mesurer la teneur en eau locale d'un adhésif époxy à l'aide d'une mesure d'indice de réfraction. Pour cela, un capteur à fibre optique basé sur la réflexion de Fresnel a été utilisé. Ce capteur permet une mesure *in situ* et non destructive. À notre connaissance, c'est le premier capteur permettant de mesurer de manière *in situ* la teneur en eau locale au cœur d'un matériau polymère. Il est important de noter que ce type de mesure est simple à mettre en œuvre. Dans un contexte industriel, ce capteur permettrait de suivre l'état de santé d'un assemblage collé ou d'une structure composite lors du vieillissement.

Remerciements

Cette étude est une partie du projet INDUSCOL et les auteurs souhaiteraient associer le partenaire industriel : Naval Group. Ce travail a bénéficié d'une aide de France Énergies Marines et de l'État, gérée par l'Agence Nationale de la Recherche au titre du programme Investissements d'avenir portant la référence ANR-10-IEED-0006-08.



ANR-10-IED-0006-08

Références

- [1] J. M. Sousa, J. R. Correia, and S. Cabral-Fonseca, "Durability of an epoxy adhesive used in civil structural applications," *Constr. Build. Mater.*, vol. 161, pp. 618–633, 2018.
- [2] M. Heshmati, R. Haghani, and M. Al-Emrani, "Environmental durability of adhesively bonded FRP/steel joints in civil engineering applications: State of the art," *Compos. Part B Eng.*, vol. 81, pp. 259–275, 2015.
- [3] H. Träubel, *New Materials Permeable to Water Vapor*. 1999.
- [4] A. D. Crocombe, Y. X. Hua, W. K. Loh, M. A. Wahab, and I. A. Ashcroft, "Predicting the residual strength for environmentally degraded adhesive lap joints," *Int. journal Adhes. Adhes.*, vol. 26, pp. 325–336, 2006.
- [5] M. Mieloszyk and W. Ostachowicz, "Moisture contamination detection in adhesive bond using embedded FBG sensors," *Mech. Syst. Signal Process.*, vol. 84, pp. 1–14, 2017.
- [6] V. Bonilla, M. Mieloszyk, and W. Ostachowicz, "Model of moisture absorption by adhesive joint," *Mech. Syst. Signal Process.*, vol. 99, pp. 534–549, 2018.
- [7] X. A. Aduriz, C. Lupi, N. Boyard, J. Bailleul, D. Leduc, and V. Sobotka, "Quantitative control of RTM6 epoxy resin polymerisation by optical index determination," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 67, pp. 3196–3201, 2007.
- [8] R. Grangeat, M. Girard, C. Lupi, D. Leduc, and F. Jacquemin, "Revealing of interphases in bonded joints with a

- fiber optic sensor based on Fresnel reflection,” *Int. J. Adhes. Adhes.*, vol. 91, no. February, pp. 12–18, 2019.
- [9] K. M. Davis and M. Tomozawa, “Water diffusion into silica glass: Structural changes in silica glass and their effect on water solubility and diffusivity,” *J. Non. Cryst. Solids*, vol. 185, no. 3, pp. 203–220, 1995.
- [10] V. A. Markel, “Introduction to the Maxwell Garnett approximation: tutorial,” *J. Opt. Soc. Am. A*, vol. 33, no. 7, p. 1244, 2016.
- [11] Y. J. Weitsman, *Fluid Effects in Polymers and Polymeric Composites*. 2012.
- [12] M. D. Placette, X. Fan, and D. Edwards, “A dual stage model of anomalous moisture diffusion and desorption in epoxy mold compounds,” *2011 12th Intl. Conf. Therm. Mech. Multi-Physics Simul. Exp. Microelectron. Microsystems*, p. 1/8-8/8, 2011.
- [13] A. Cusano, “Optoelectronic sensor for cure monitoring in thermoset-based composites,” *Sensors Actuators, A Phys.*, vol. 84, no. 3, pp. 270–275, 2000.
- [14] J. C. M. Garnett, “Colours in Metal Glasses and in Metallic Films,” vol. 203, pp. 385–420, 1904.