



**HAL**  
open science

**Etude du vieillissement de récepteurs solaires :  
estimation de propriétés thermophysiques par méthode  
photothermique associée aux outils issus de l'intelligence  
artificielle**

Reine Reoyo-Prats

► **To cite this version:**

Reine Reoyo-Prats. Etude du vieillissement de récepteurs solaires : estimation de propriétés thermophysiques par méthode photothermique associée aux outils issus de l'intelligence artificielle. Thermique [physics.class-ph]. Université de Perpignan, 2020. Français. NNT : 2020PERP0017 . tel-03104101

**HAL Id: tel-03104101**

**<https://theses.hal.science/tel-03104101>**

Submitted on 8 Jan 2021

**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.



# THÈSE

Pour obtenir le grade de  
**Docteur**

Délivré par  
**UNIVERSITE DE PERPIGNAN VIA DOMITIA**

Préparée au sein de l'école doctorale 305  
Energie Environnement  
Et de l'unité de recherche  
PROMES – CNRS UPR 8521

Spécialité : Sciences de l'Ingénieur

Présentée par Reine REOYO-PRATS

**Etude du vieillissement de récepteurs solaires –  
Estimation de propriétés thermophysiques  
par méthode photothermique  
associée aux outils issus de l'Intelligence Artificielle**

Soutenue le 24 septembre 2020 devant le jury composé de :

M. Thierry DUVAUT, Pr. Université de Reims	Rapporteur
M. Jean-Marc THIRIET, Pr. Université de Grenoble	Rapporteur
M. Stéphane GRIEU, Pr. Université de Perpignan	Examineur
M. Benjamin REMY, Pr. Université de Lorraine	Examineur
M. Benoît ROUSSEAU, DR CNRS, Université de Nantes	Examineur
M. Florian SUTTER, Docteur, Laboratoire DLR	Examineur
M. Olivier FAUGEROUX, MdC HDR, Université de Perpignan	Directeur
M. Bernard CLAUDET, Pr. Université de Perpignan	Co-directeur

UNIVERSITÉ  
PERPIGNAN  
VIA  
DOMITIA





*À mon père, qui aurait tant aimé assister à l'aboutissement des travaux,  
À ma mère, qui était là pour eux deux.*



## REMERCIEMENTS

---

Comme de coutume, je souhaite commencer ce manuscrit en remerciant toutes les personnes qui m'ont accompagnée lors de cette thèse. Je commencerai par remercier les membres du jury : Jean-Marc Thiriet et Thierry Duvaut, qui ont accepté d'être les rapporteurs de cette thèse et qui ont fait preuve d'une lecture attentive du manuscrit, Benjamin Remy qui a accepté de présider ce jury, Benoit Rousseau qui a suivi l'avancée des travaux à l'occasion des CSI et Florian Sutter qui a accepté de participer à sa première thèse en français. A vous tous, merci pour vos remarques et questions constructives lors de la soutenance. Vous avez fait de ce moment quelque peu « stressant » un très bon moment, j'ai sincèrement apprécié nos échanges autour des travaux présentés. Bien entendu, je ne serai pas arrivée jusque-là sans ma formidable équipe d'encadrement. Olivier Faugoux et Bernard Claudet, mes directeurs, forment un véritable duo de choc. Toujours à l'écoute, ils sont réactifs et savent se rendre disponibles. Je vous remercie de m'avoir fait confiance dès le début du projet. Merci infiniment pour m'avoir accompagnée scientifiquement et techniquement, mais aussi humainement, durant ces quatre années. Stéphane Grieu, co-encadrant de cette thèse, m'a accompagnée sur toute la partie liée aux réseaux de neurones. Merci énormément pour m'avoir patiemment montré toutes les ficelles du machine learning. Je partais de loin dans cette discipline et tu as su m'enseigner tout ce dont j'avais besoin pour avancer sur cette partie des travaux. Merci également pour tes relectures très (certains diraient trop !) minutieuses. A tous les trois, je vous remercie sincèrement pour toute votre aide et pour avoir su m'insuffler une grande dose d'espoir et d'énergie à chaque fois que j'en ai eu besoin !

Ces travaux de recherche ont fait partie intégrante du programme européen Raisalife. Les interactions avec les différents partenaires ont été nombreuses et fructueuses. Je remercie vivement toutes les personnes avec qui j'ai eu la chance de travailler. Je remercie notamment Florian, le responsable du programme, une véritable force tranquille, Yaniv qui a partagé avec nous son expérience d'industriel et qui nous a montré avec enthousiasme les beaux recoins de son pays lors d'une assemblée générale, mais également Simon, Christina, Alina, Sergio, Arantxa, Carine... Cela dit, je ne tenterai pas de les citer tous de peur d'en oublier ! Merci à tous !

Une grande partie de cette thèse s'appuie sur des résultats expérimentaux obtenus sur le site d'Odeillo. Pour cela, un grand merci à Harold qui a travaillé exclusivement sur ce projet pendant près de deux ans et sans qui le SAAF n'aurait pas fonctionné aussi bien. Merci également à Fares, stagiaire qui a partagé l'aventure avec nous pendant six mois et qui a su tirer profit du moindre rayon de Soleil, le tout avec le sourire ! Mention spéciale à Yasmine qui m'a dévoilé en premier lieu tous les secrets du SAAF mais aussi des prévisions météo en Cerdagne ! Merci pour ta gentillesse, ta bonne humeur et pour m'avoir aiguillée à chaque fois que j'en ai eu besoin. Merci à José et Alex pour les nombreux échantillons maltraités, vous avez sauvé une bonne partie de ma campagne de vieillissement ! Merci à Christophe pour son accompagnement dans les caractérisations, merci également à Emmanuel,

indispensable à tout doctorant expérimentant à Odeillo, à Florent pour son aide lors de la campagne de calorimétrie, à Audrey qui s'est intéressée à mes travaux tout au long du projet et qui nous a apporté son aide lors de la campagne de curing notamment.

A Perpignan, j'ai également bénéficié d'aides précieuses. Je remercie tout d'abord Roger qui a conçu le nouveau kaléidoscope du SAAF ainsi que le porte-échantillon et avec qui j'ai pu partager la route de montagne plusieurs fois ! Je remercie Manu et Jean-Jacques, toujours prêts à donner un coup de main. Un grand merci également à Hervé qui a passé de nombreuses heures sur le banc de caractérisation pour dompter la commande du laser et tenter de percer les mystères du détecteur infrarouge. Je remercie Yonko et Enrique pour leur aide dans l'utilisation du MEB et dans l'analyse des résultats. Merci à l'équipe en charge de l'administration et de la comptabilité : Sandrine, Armelle, Naoual, Marina et Samia. J'ai pu toutes vous côtoyer à différentes étapes de la thèse et vous m'avez toujours aidée au mieux, merci pour tout ! Merci à notre duo d'informaticiens, Philippe et Faissal, autant pour leur aide technique que pour les conversations partagées !

Cette thèse aura duré 4 ans (intégrant un congé maternité et une « pause » de 6 mois, à quelques mètres de l'arrivée, à cause du Covid 19...). Elle a été précédée par un stage de 6 mois. J'ai occupé le même bureau depuis janvier 2016 et j'ai donc vu passer beaucoup de gens. Ces personnes ont fait partie de mon quotidien à différentes périodes de la thèse. J'ai pu partager avec elles des pauses café, des repas, des discussions scientifiques, des sujets d'actualités, des inquiétudes sur le monde de demain, des rires, ou bien plus simplement des astuces Word ! A chaque départ, j'ai ressenti un petit pincement au cœur, je voyais une page se tourner... Je vous remercie pour tous les bons moments passés autant que pour les moments plus silencieux, studieux, pendant lesquels nous avançons chacun de notre côté mais côte à côte. Merci à Gabriel, Rémy, Aurélie, Tamar, Gaëlle, Eric, Clément, Alexis, Yasmine, Baptiste, Antoine, Aubin et Diane. Plus généralement, merci à tous les membres du labo qui ont pu m'aider à un moment ou un autre, ou bien simplement avec qui j'ai eu le plaisir de discuter.

Pour terminer, je tiens à remercier mes proches. Je remercie tous les membres de ma famille. En particulier, merci à mes parents et mes frères qui m'ont vu grandir et qui ont toujours été là pour m'aider et me soutenir. Merci à mes beaux-parents sur qui je peux toujours compter. Merci à mon époux pour son soutien, merci de rendre mon quotidien heureux et plus facile. Merci de croire en moi plus que quiconque, bien plus que moi-même, je n'aurais peut-être pas eu le courage de me lancer dans l'aventure de la thèse sans tes encouragements et tes conseils avisés. Et enfin, merci à mon rayon de Soleil, Arwen, grâce à qui il était si facile de laisser toutes les préoccupations de la thèse dès que je traversais le seuil de la maison.

*J'ai cherché à accélérer le vieillissement pour anticiper les erreurs de jeunesse.  
Mais, dans mon élan, j'ai commis une erreur fondamentale :  
j'ai ignoré que, pour vieillir correctement, le principal facteur était le temps.*



## TABLE DES MATIERES

<b>REMERCIEMENTS .....</b>	<b>3</b>
<b>ABREVIATIONS ET NOMENCLATURE.....</b>	<b>10</b>
<b>INTRODUCTION GENERALE .....</b>	<b>13</b>
<b>CHAPITRE I. LE SOLAIRE A CONCENTRATION.....</b>	<b>15</b>
I.1. Le solaire à concentration dans le bouquet énergétique .....	15
I.2. Les différents types de centrales CSP .....	19
I.3. Les éléments constitutifs d’une centrale CSP à tour .....	22
I.3.1. Réflecteurs primaires .....	22
I.3.2. Réflecteurs secondaires.....	23
I.3.3. Récepteurs.....	24
I.3.4. Fluide caloporteur .....	26
I.3.5. Systèmes de stockage.....	28
I.3.6. Dimensionnement de l’ensemble des composants.....	30
I.4. Objectifs et approche du sujet de thèse .....	31
<b>CHAPITRE II. VIEILLISSEMENT THERMIQUE DES RECEPTEURS CSP ET LEUR CARACTERISATION THERMOPHYSIQUE</b>	<b>33</b>
II.1. Notion de vieillissement .....	33
II.1.1. Facteurs de vieillissement .....	33
II.1.2. Propriétés affectées par le vieillissement.....	35
II.2. Méthodes de vieillissement accéléré – Etat de l’art .....	38
II.2.1. Vieillissement accéléré basé sur des méthodes conventionnelles .....	38
II.2.2. Méthodes de vieillissement accéléré sous flux solaire concentré .....	39
II.3. Méthodes usuelles de caractérisation thermophysique des matériaux – Etat de l’art .....	43
II.3.1. Régime stationnaire.....	43
II.3.2. Régime variable.....	45
II.3.3. Outils de l’intelligence artificielle .....	49
II.4. Conclusion .....	51
<b>CHAPITRE III. CAMPAGNES DE VIEILLISSEMENT ACCELERE.....</b>	<b>53</b>
III.1. Présentation des matériaux pour récepteurs étudiés.....	53
III.1.1. Substrats .....	53
III.1.2. Nouveaux revêtements étudiés.....	54
III.1.3. Nouvelle méthode de recuit solaire .....	55

III.1.4. Bilan des combinaisons substrat/revêtement étudiées dans les différentes campagnes et détail des échantillons .....	56
III.2. Dispositif de vieillissement SAAF – Solar Accelerated Aging Facility.....	58
III.2.1. Pyrhéliomètre.....	59
III.2.2. Héliostat.....	59
III.2.3. Parabole.....	59
III.2.4. Kaléidoscope .....	60
III.2.4. Porte-échantillon.....	61
III.2.5. Obturateur et régulation du flux.....	61
III.2.6. Pyromètre.....	62
III.3. Cycles de vieillissement accéléré .....	62
III.3.1. Première campagne de vieillissement .....	63
III.3.2. Deuxième campagne de vieillissement.....	67
III.3.3. Vieillissements additionnels.....	68
III.3.4. Vieillissements réalisés par les partenaires du programme .....	70
III.3.5. Campagne de vieillissement après recuit solaire .....	71
III.4. Conclusion .....	72
<b>CHAPITRE IV. CARACTERISATION DES PROPRIETES RADIATIVES DES MATERIAUX ET ANALYSE DU VIEILLISSEMENT..</b>	<b>73</b>
IV.1. Mesure des propriétés radiatives .....	73
IV.1.1. Principe de la mesure de la réflectivité par spectrophotométrie .....	73
IV.1.2. Appareils de spectrophotométrie utilisés.....	76
IV.1.3. Calculs de l'absorptivité, de l'émissivité et de l'efficacité radiative .....	77
IV.1.4. Significativité des mesures.....	79
IV.2. Analyse du vieillissement avec variation des facteurs de vieillissement.....	80
IV.2.1. Suivi des propriétés radiatives suite à la première campagne.....	81
IV.2.2. Analyse du vieillissement suite à la deuxième campagne.....	83
IV.2.3. Analyse du vieillissement suite à l'augmentation du facteur « température »....	85
IV.2.4. Analyse du vieillissement suite à l'ajout du facteur « humidité ».....	89
IV.2.5. Bilan des effets des différents protocoles de vieillissement .....	90
IV.3. Analyse du vieillissement suite à une modification de la procédure de recuit.....	91
IV.4. Observations visuelles et analyse microscopique complémentaire .....	92
IV.4.1. Observations visuelles.....	92

IV.4.2. Analyse microscopique .....	93
IV.5. Conclusion.....	95
<b>CHAPITRE V.    CARACTERISATION THERMOPHYSIQUE A L'AIDE DE RESEAUX DE NEURONES ARTIFICIELS .....</b>	<b>97</b>
V.1. Fonctionnement des réseaux de neurones.....	97
V.1.1. Topologie d'un réseau de neurones à propagation avant .....	98
V.1.2. Modèle du neurone artificiel .....	99
V.1.3. L'apprentissage .....	100
V.1.4. Stabilité du réseau .....	102
V.2. Réseau de neurones pour la caractérisation thermophysique de matériaux à partir de données simulées.....	104
V.2.1. Base de données simulées.....	104
V.2.2. Optimisation du réseau.....	106
V.3. Réseau de neurones pour la caractérisation thermophysique de matériaux à partir de données expérimentales.....	108
V.3.1. Banc expérimental.....	108
V.3.2. Base de données expérimentales .....	109
V.3.3. Structure d'un réseau de neurones à deux niveaux .....	113
V.3.4. Réseau de classification.....	113
V.3.5. Réseau de neurones pour l'estimation des propriétés .....	115
V.4. Application du réseau de neurones optimisé à des matériaux multicouches pour récepteur de centrale CSP.....	120
Conclusion.....	122
<b>CONCLUSION GENERALE .....</b>	<b>124</b>
<b>ANNEXES    127</b>	
Annexe 1. Programme européen RAISELIFE.....	127
Annexe 2. Propriétés thermophysiques des matériaux de la base de données expérimentales utilisée avec les réseaux de neurones.....	129
<b>BIBLIOGRAPHIE    131</b>	
<b>LISTE DES FIGURES    138</b>	
<b>LISTE DES TABLEAUX.....</b>	<b>143</b>

# Abréviations et nomenclature

## Institutions, laboratoires, entreprises :

B : BSII - Bright Source Industries

CNRS : Centre National de Recherche Scientifique

D : Dechema

DLR : Deutsches Zentrum für Luft - und Raumfahrt – Centre aérospatial allemand

F : Fraunhofer

I : Inta - Instituto Nacional de Técnica Aeroespacial – Centre aérospatial espagnol

PROMES : Laboratoire PROCédés Matériaux et Energie Solaire

PSA : Plataforma Solar de Almería – Plateforme solaire d'Almería

## Abréviations :

ANFIS : Adaptive Neuro-Fuzzy Inference System

AR : Anti-Réfléchissant

CSP : Concentrating Solar Power – solaire à concentration

DNI : Direct Normal Irradiation – Eclairage normal direct ( $W.m^{-2}$ )

FIR : Far InfraRed – Infrarouge lointain

IR : Infrarouge

LM : Levenberg-Marquardt

MEB : Microscope Electronique à Balayage

MIR : Middle InfraRed – Moyen infrarouge

NIR : Near InfraRed – proche infrarouge

NSS : Neutral Salt Spray – brouillard salin neutre

NSTT : National Solar Thermal Test Facility – Dispositif de test solaire

P : Pyromark

PRBS : Pseudo-Random Binary Sequence – Séquence binaire pseudo aléatoire

RAISELIFE : Raising the lifetime of functional materials (programme européen)

RNA : Réseaux de Neurones Artificiels

SAAF : Solar Accelerated Aging Facility – Dispositif de vieillissement solaire accéléré

UV : UltraViolet

VIS : Visible

## Symboles latins :

a : diffusivité thermique ( $m^2.s^{-1}$ )

b : biais (-)

c : vitesse de la lumière  $\approx 3,00.10^8 m.s^{-1}$

Cp : capacité calorifique ( $J.kg^{-1}.K^{-1}$ )

e : vecteur erreur (-)

ep : épaisseur (m)

G<sub>sol</sub> : éclairage solaire normal direct ( $W.m^{-2}$ )

**H** : matrice hessienne  
**h** : constante de Planck :  $6,63.10^{-34}$  J.s  
**I** : matrice identité  
**J** : matrice jacobienne  
**K** : conductivité thermique ( $W.m^{-1}.K^{-1}$ )  
**k** : constante de Boltzmann :  $1,38.10^{-23}$  J.K<sup>-1</sup>  
**l** : longueur (m)  
**L<sub>bb</sub>** : black body spectrum – spectre du corps noir ( $W.m^{-2}$ )  
**P** : puissance (W)  
**p** : périmètre (m)  
**Q<sub>sol</sub>** : flux solaire (W)  
**R** : réflectivité (-)  
**S** : surface, section (m<sup>2</sup>)  
**s** : pente (-)  
**Sse** : somme des erreurs quadratiques (sum square error)  
**T** : température (K)  
**t** : temps (s)  
**w** : poids synaptique (-)  
**x** : entrée d'un neurone (-)  
**y** : sortie d'un neurone (-)  
**z** : entrées d'un neurone pondérées par leur poids synaptique (-)

**Symboles grecs :**

**α<sub>sol</sub>** : absorptivité solaire  
**γ** : angle (rad)  
**ε<sub>ab</sub>** : erreur aberrante (-)  
**ε** : erreur d'estimation (-)  
**ε<sub>th</sub>** : émissivité thermique  
**η<sub>coating</sub>** : efficacité radiative du revêtement (%)  
**λ** : longueur d'ondes (nm)  
**μ** : taux d'apprentissage  
**ρ** : masse volumique ( $kg.m^{-3}$ )  
**φ** : flux surfacique ( $W.m^{-2}$ )  
**σ**, constante de Stefan-Boltzmann :  $5,67.10^{-8}$  W.m<sup>-2</sup>.K<sup>-4</sup>

**Indices :**

**abs** : absorbeur  
**coating** : revêtement  
**c** : chauffe  
**e** : extérieur



## INTRODUCTION GENERALE

---

La production d'énergie est un enjeu majeur du XXI<sup>e</sup> siècle. Par le passé, les préoccupations étaient uniquement axées sur une production en abondance et à faible coût. Malgré le dérèglement climatique en cours et les prévisions alarmantes de hausse de la température moyenne, ces exigences restent d'actualité puisque la consommation ne cesse d'augmenter. Cependant, les préoccupations sont désormais plus larges et l'empreinte de la production d'énergie sur l'environnement est désormais un critère majeur de choix dans les nouvelles installations. C'est pourquoi les centrales solaires à concentration (CSP) font partie des solutions mises en œuvre dans les zones géographiques propices, où le rayonnement solaire direct est suffisamment élevé. En effet, elles utilisent l'énergie solaire pour produire de l'électricité, donc ne rejettent pas de gaz à effet de serre pour fonctionner. De plus, elles sont compatibles avec un système de stockage grâce aux températures élevées atteintes. Dans un souci de durabilité, afin d'optimiser la durée de vie des centrales et de réduire les coûts de maintenance, la tenue dans le temps des différents composants doit être étudiée. C'est dans ce contexte que s'ancrent les travaux de cette thèse.

La durée de vie des centrales solaires à concentration à tour est étudiée dans le cadre du programme européen finançant cette thèse, RAISELIFE (Raising the Lifetime of Functional Materials for Concentrated Solar Power Technology). Celui-ci regroupe des laboratoires et des industriels en Europe et au sud de la Méditerranée. Le programme s'intéresse aux différents vieillissements survenant dans une centrale : celui des miroirs primaires, celui des miroirs secondaires, celui du récepteur côté rayonnement et celui du récepteur côté fluide caloporteur. Enfin, la modélisation de l'ensemble de la centrale est réalisée avec pour objectif de déterminer l'évolution de ses performances au cours du temps. Le laboratoire PROMES est impliqué dans l'étude du vieillissement du récepteur côté rayonnement. Le vieillissement et la caractérisation des propriétés radiatives de plusieurs matériaux élaborés par les partenaires industriels du programme européen sont menés à bien. L'évolution de l'absorptivité et de l'émissivité au cours du temps est analysée. Les propriétés thermophysiques telles que la conductivité thermique et la diffusivité sont étudiées en parallèle sur un panel plus large de matériaux. Une nouvelle méthode d'estimation de ces propriétés est développée. Celle-ci utilise des réseaux de neurones. Leur apprentissage est réalisé à partir de données expérimentales, qui sont obtenues à l'aide d'un banc photothermique développé au laboratoire.

Le présent manuscrit s'articule en cinq chapitres :

Dans le **chapitre I**, nous nous attardons sur le positionnement du solaire à concentration dans le bouquet énergétique ainsi que sur son potentiel de développement. Les différentes technologies existantes sont présentées ; la technologie des centrales solaires à tour est plus particulièrement détaillée.

Le **chapitre II** est un état de l'art sur les deux thématiques étudiées dans ces travaux. D'une part, nous présentons le vieillissement accéléré de matériaux destinés aux récepteurs CSP. Pour cela, nous nous intéressons aux principaux facteurs de vieillissement ainsi qu'aux propriétés pouvant être influencées par ceux-ci. Puis, nous exposons les différentes stratégies de vieillissement existantes à ce jour. D'autre part, nous présentons un type d'analyse qui pourrait permettre de suivre l'évolution des matériaux au cours du vieillissement : la caractérisation thermophysique. Les méthodes de mesure existantes ainsi que leurs limites respectives sont exposées.

Dans le **chapitre III**, nous faisons tout d'abord l'inventaire des matériaux étudiés dans cette thèse dans le cadre de l'étude du vieillissement des récepteurs de centrales CSP. Ceux-ci sont composés d'un substrat résistant aux conditions de fonctionnement de telles centrales et d'un revêtement absorbeur permettant d'augmenter la quantité de chaleur transmise au fluide caloporteur. Le banc expérimental, issu des travaux d'une thèse précédente, est ensuite décrit. Puis l'ensemble des protocoles expérimentaux de vieillissement testés au cours de la thèse est détaillé. Ces essais permettent de tester différents facteurs de vieillissement tels que la température, le gradient thermique, le flux solaire incident et la durée des cycles. L'influence de la procédure de recuit sur la tenue des revêtements est également étudiée.

L'évolution des propriétés radiatives des matériaux est ensuite observée dans le **chapitre IV**. Le principe de mesure de la réflectivité spectrale ainsi que le calcul de l'absorptivité et de l'émissivité sont tout d'abord décrits. Puis, les résultats des différentes campagnes de vieillissement sont détaillés. En complément de l'observation des propriétés radiatives, une analyse microscopique de l'état de surface du revêtement est réalisée sur un type d'échantillon. Le bilan de l'ensemble des campagnes de vieillissement permet de mettre en avant expérimentalement les facteurs influençant le plus significativement l'évolution des propriétés radiatives des récepteurs dans le temps.

Dans le **chapitre V**, nous nous intéressons aux propriétés thermophysiques des matériaux. L'objectif est de développer une nouvelle méthode d'estimation à l'aide de réseaux de neurones artificiels. Nous présentons dans un premier temps le fonctionnement de tels réseaux et le principe d'apprentissage des neurones. Puis, ceux-ci sont utilisés pour estimer simultanément la conductivité thermique et la diffusivité d'une large gamme de matériaux massifs allant des polymères aux alliages métalliques. Pour cela, une large base de données expérimentales est constituée. Enfin, la méthodologie est transposée à l'estimation de ces mêmes propriétés pour les matériaux issus de l'étude du vieillissement de récepteurs CSP. Cette estimation simultanée de deux propriétés corrélées constitue une avancée significative par rapport aux méthodes classiques basées sur les techniques inverses.

# Chapitre I. LE SOLAIRE A CONCENTRATION

L'augmentation de la consommation énergétique et la prise de conscience du dérèglement climatique induit par l'augmentation des émissions de gaz à effet de serre engendrent des interrogations quant au modèle énergétique souhaitable dans un avenir proche. L'émergence des technologies faisant appel à des ressources renouvelables telles que le Soleil et le vent modifie peu à peu le panorama de la production énergétique dans de nombreux pays. Cette étude traite avant tout du solaire à concentration ; la place de cette technologie dans le bouquet énergétique ainsi que son potentiel sont donc présentés dans ce chapitre. Puis, les différents types de centrales solaires à concentration (CSP) sont rappelés. L'accent est mis sur les centrales à tour, avec le détail de leurs éléments constitutifs. Enfin, les différents axes traités lors de cette thèse sont brièvement exposés.

## I.1. Le solaire à concentration dans le bouquet énergétique

La consommation d'énergie se fait sous différentes formes : consommation de chaleur/froid, de combustible pour le transport, d'électricité. A une échelle mondiale, en 2016, la consommation d'électricité représentait environ 25,2 % (17 % de la consommation finale totale pour des usages spécifiquement électriques (éclairage, procédés industriels, etc...), 1,1 % pour le transport électrique et 7,1 % pour la conversion en chauffage ou refroidissement) (Figure I-1). L'électricité est donc un vecteur énergétique important, même s'il ne s'agit pas du poste de consommation majoritaire. De plus, dans les années à venir, la consommation d'électricité pour le transport risque d'augmenter avec l'essor du véhicule électrique [1,2].

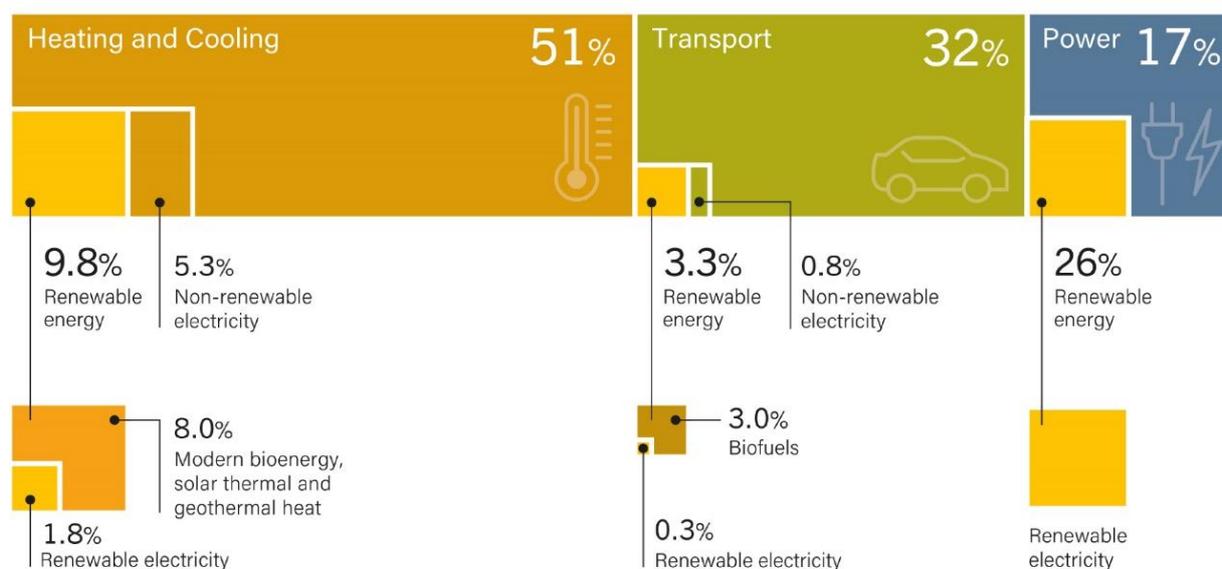


Figure I-1 : Bilan de la consommation d'énergie finale sous différentes formes, en 2016 [3]

Le solaire à concentration permet de produire de l'électricité à partir de chaleur, à l'aide de centrales thermodynamiques. Mais cette technologie représente moins de 0,5 % de

la production mondiale. La grande majorité de l'électricité produite provient de l'énergie fossile, avec 39 % produite à partir du charbon et 23 % à partir du gaz naturel. D'après l'Agence Internationale de l'Energie (Figure I-2), en 2040, dans le cas d'un scénario engageant plus de sobriété énergétique et le renforcement des énergies renouvelables à travers des incitations politiques (figure à droite), l'ensemble « énergies marines, géothermie, CSP » représenterait un peu plus de 2 % (avec 850 TWh/an, contre seulement 11 TWh en 2017), alors que l'ensemble des énergies fossiles et fissiles ne serait plus majoritaire et représenterait 34 % (12497 TWh/an).

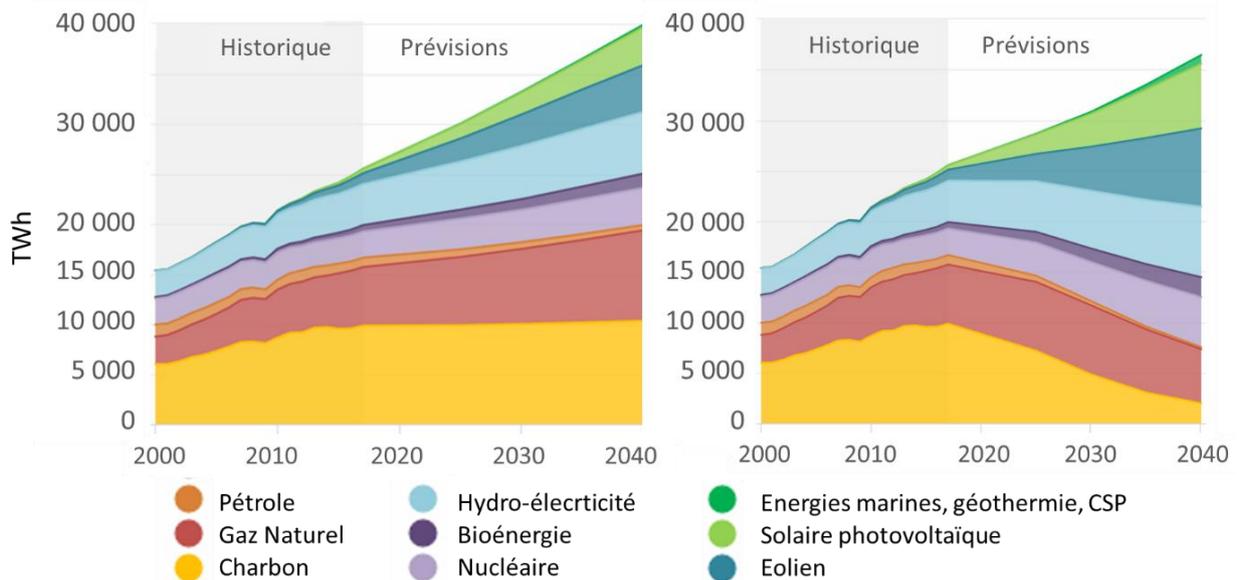


Figure I-2 : Evolution et prévisions de la production d'électricité par type d'énergie. A gauche : scénario avec les tendances actuelles. A droite : scénario avec des incitations politiques [4]

Avec les autres technologies utilisant des énergies renouvelables, telles que le photovoltaïque et l'éolien, les centrales solaires à concentration présentent les avantages de limiter les émissions de gaz à effet de serre puisqu'il n'y a pas de combustion contrairement aux centrales thermiques au gaz ou au charbon, de ne pas contribuer à l'épuisement des ressources fossiles ou fissiles et de ne pas présenter un risque majeur immédiat ou sur le long terme pour la population et l'environnement contrairement à l'énergie nucléaire. En effet, pour ce dernier type d'énergie, le risque de défaillance des centrales nucléaires est faible mais un seul accident peut avoir des conséquences catastrophiques ; de plus le stockage des déchets radioactifs extrêmement nocifs n'est, pour le moment, pas satisfaisant puisqu'il est réalisé de manière temporaire. D'autre part, comme l'énergie hydraulique, il s'agit d'une technologie permettant de mettre en place un stockage d'énergie de manière assez simple et efficace. Alors que l'énergie d'une centrale hydraulique peut être stockée sous forme d'énergie potentielle à l'aide d'un réservoir situé en hauteur, une centrale solaire à concentration peut être construite avec un stockage de chaleur à l'aide d'une ou deux cuves conservant le fluide caloporteur. Celui-ci peut permettre une production d'électricité pendant plusieurs heures en absence de Soleil. C'est le cas par exemple dans la centrale solaire Ashalim [5], en Israël, qui comporte deux réservoirs de sels fondus permettant à la centrale de fonctionner durant 4,5 heures de stockage.

L'énergie hydraulique étant utilisée depuis la fin du XIX<sup>e</sup> siècle pour la production d'électricité, les principaux sites propices à sa mise en place ont déjà été exploités. C'est pourquoi il s'agit de l'énergie la plus utilisée au sein de la catégorie des énergies renouvelables : en 2017 (Figure I-3), elle a représenté 10,1 % de la production d'électricité en France, 62,5 % de la production d'électricité au Brésil et plus de 96 % dans la province de Québec [6].

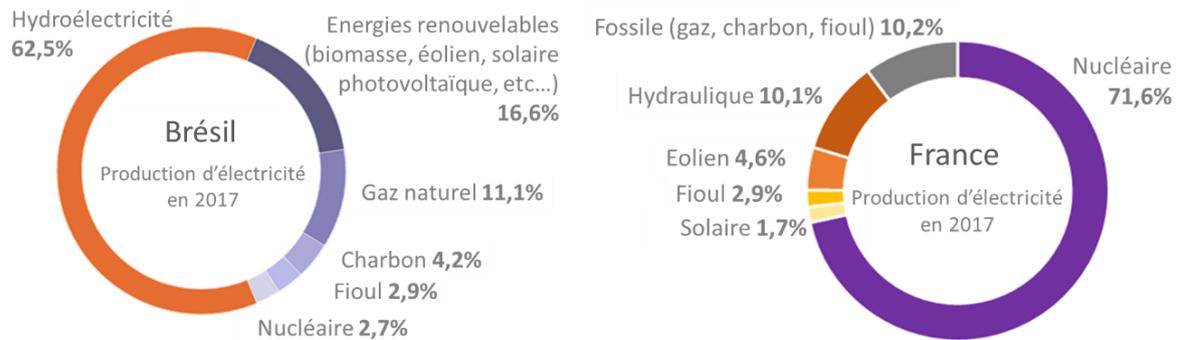


Figure I-3 : Répartition de la production d'électricité par source, en 2017. A gauche : au Brésil [7]. A droite : en France [8].

Ce n'est pas le cas pour les centrales solaires à concentration. L'étude de cette technologie débute suite au premier choc pétrolier en 1973. En 1982, la première centrale à tour pilote, Solar One, entre en service dans le désert de Mojave (Dagget, Californie, Etats-Unis). En 1983, les centrales de Thémis (Targassonne, France) et CESA 1 (Almeria, Espagne) dédiées à la recherche sont inaugurées. La première centrale solaire cylindro-parabolique commerciale, SEGS 1, est construite en 1984 à Dagget également. Il faut ensuite attendre 2006 pour assister à l'ouverture de la première centrale solaire à tour commerciale, PS10 (Séville, Espagne). Depuis, les centrales solaires à concentration se sont multipliées, essentiellement aux Etats-Unis et en Espagne (Figure I-4).

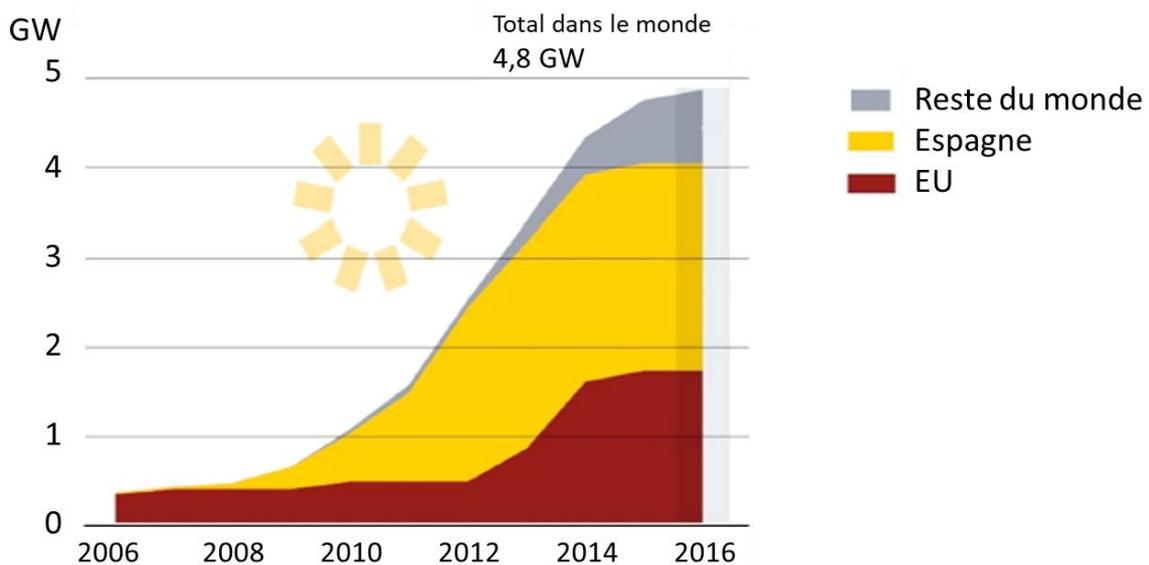


Figure I-4 : CSP – Evolution de la puissance mondiale installée, par région [9]

Le déploiement de ces centrales est limité géographiquement car elles nécessitent d'excellentes conditions d'ensoleillement. Les zones qui peuvent être considérées comme propices sont celles dont le rayonnement direct dépasse les 2000 kWh.m<sup>-2</sup>.an<sup>-1</sup> environ (zones orange, rouges et roses dans la Figure I-5). On remarque qu'il y a des zones propices sur chaque continent : en Australie, en Afrique (au sud et au nord), en Asie (Moyen-Orient, Chine), en Amérique (ouest des Etats-Unis, Mexique, Chili). Le sud de l'Europe est également exploitable et fortement exploité en Espagne essentiellement.

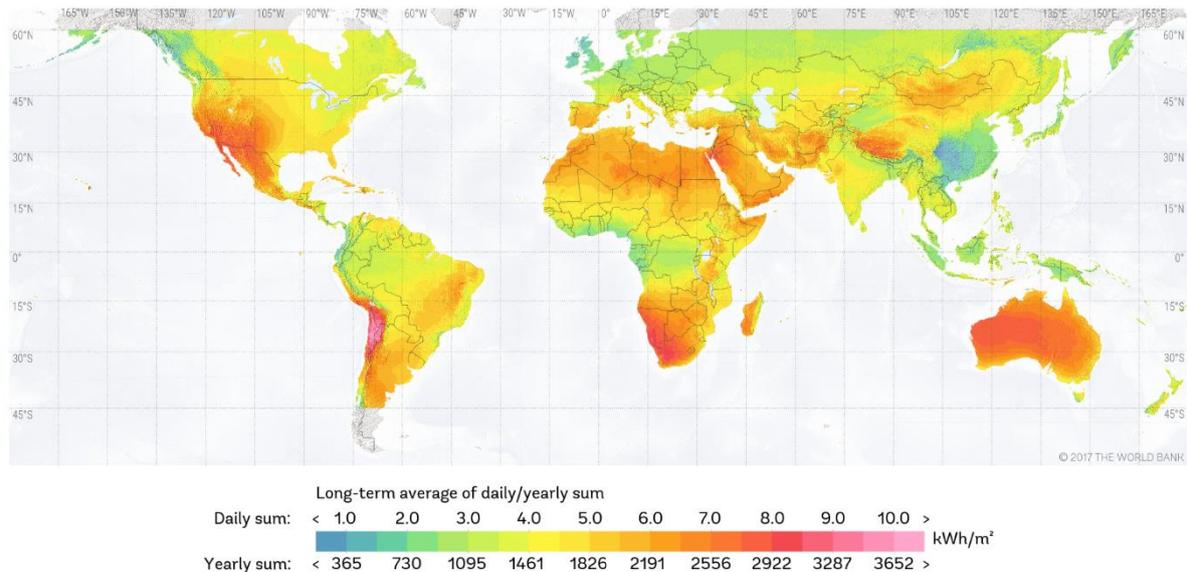


Figure I-5 : Planisphère de la ressource mondiale solaire : répartition du DNI (Direct Normal Irradiation) [10]

De larges régions sont encore exploitables et de nouveaux projets voient le jour chaque année (Figure I-6). Certaines centrales sont de très grande envergure comme la centrale solaire à tours d'Ivanpah qui s'étend sur 1416 ha à Primm (Nevada/Californie, Etats-Unis) de 392 MW répartis sur trois foyers, inaugurée en 2014 [11]. D'autres sont de taille plus modeste comme la centrale à miroirs de Fresnel eLLO (située à Llo, en France), d'une puissance de 9 MW, inaugurée en 2019 [12].



Figure I-6 : A gauche : centrale solaire à tours Ivanpah (Californie) – A droite : Centrale solaire à miroir de Fresnel eLLO (France)

D'après un bilan réalisé en 2019 par le cluster international SolarPACES (Figure I-7), plus de 2200 MW sont en construction (toutes technologies confondues), essentiellement au Moyen-Orient, en Afrique du Nord, et en Chine. Et plus de 1500 MW sont en cours de développement, majoritairement au Chili, mais également en Afrique du Sud, Australie et Europe.

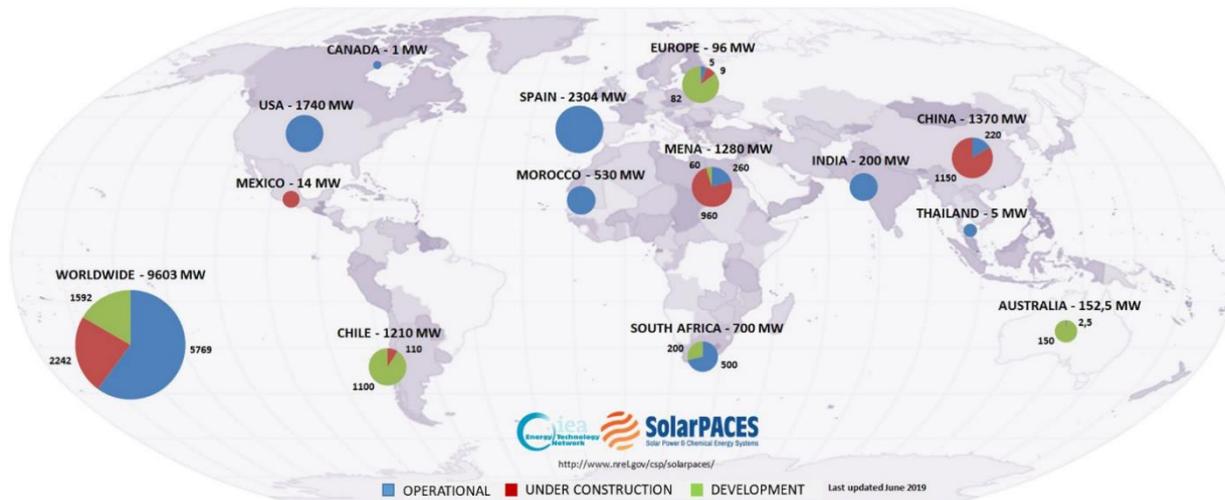


Figure I-7: Bilan en puissance des centrales CSP construites, en construction et en développement, en 2019 [13]

Il est aisé d’imaginer que les études visant à améliorer les différents composants de la centrale sont très nombreuses. Les objectifs sont divers : maîtriser et allonger la durée de vie des matériaux employés, diminuer les coûts de construction et de maintenance afin de pouvoir éventuellement étendre la zone de prospection à des régions un peu moins propices.

## I.2. Les différents types de centrales CSP

Dans les différentes technologies existantes, les composants et le principe des centrales restent similaires (Figure I-8).

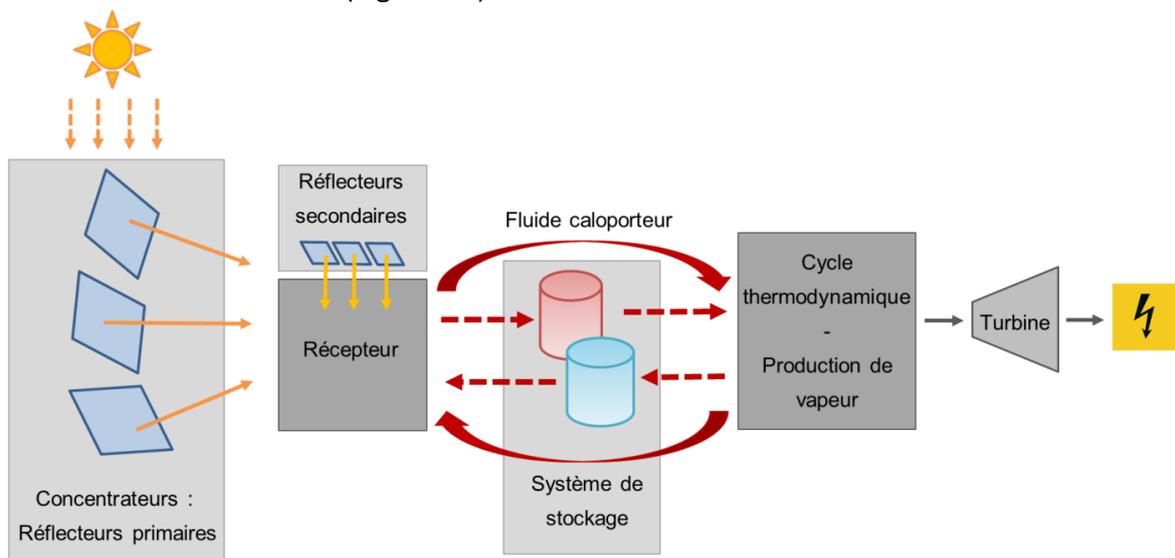


Figure I-8 : Schéma d’une centrale solaire

Tout d'abord un champ solaire, composé des réflecteurs primaires, réfléchit les rayons du Soleil vers un récepteur. Autour de ce récepteur peuvent être situés des réflecteurs secondaires. Derrière le récepteur circule le fluide caloporteur. Selon le type de fluide de transfert choisi, celui-ci peut directement alimenter la turbine pour produire de l'électricité, ou bien transmettre d'abord la chaleur via un échangeur au fluide final. Et enfin, certaines centrales CSP ont également un système de stockage alimenté par un fluide sous forme liquide, solide ou lit de particules.

Quatre grandes catégories de centrale existent ; on peut les classer en fonction de leur système réflecteur-récepteur (Figure I-9). Dans toutes les configurations, le système de concentration est mobile afin de suivre la course du Soleil.

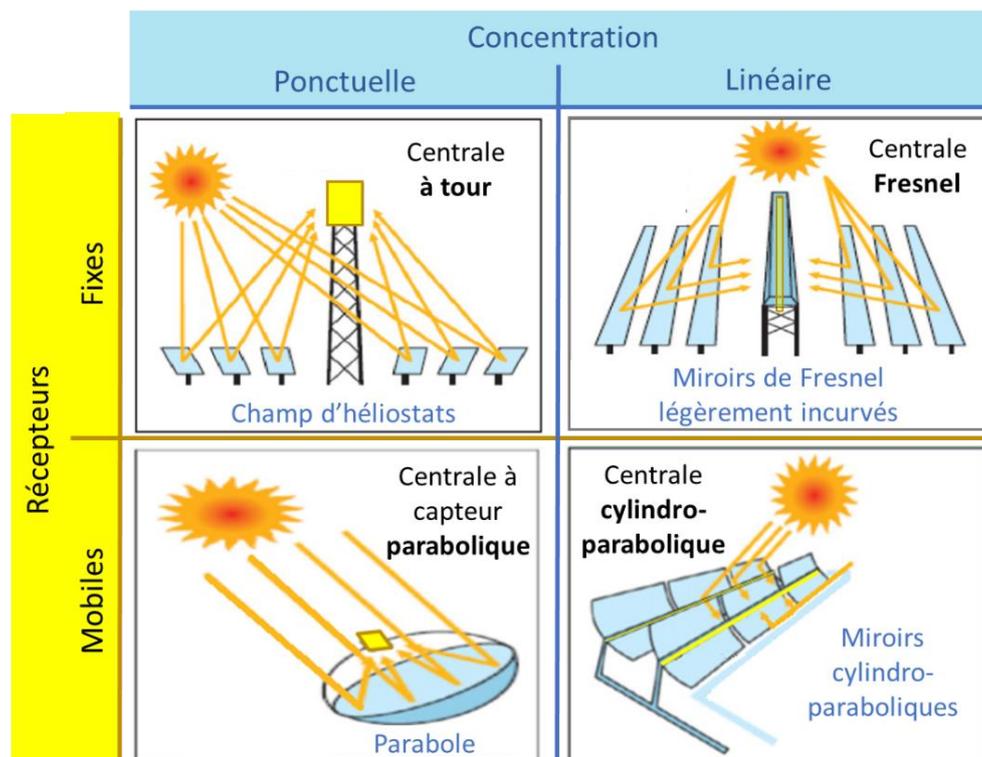


Figure I-9 : Différents types de centrales solaires [14]

Les systèmes à concentration linéaire (Figure I-10) présentent l'avantage d'être facilement modulables. Augmenter la puissance de telles centrales revient à augmenter le nombre de mètres linéaires de miroirs et de récepteur. Il en existe deux types :

- la centrale cylindro-parabolique [15] : constituées de miroirs cylindro-paraboliques et d'un récepteur tubulaire solidaire des miroirs, l'ensemble se déplace sur un seul axe. Son rendement de conversion se situe autour de 25 %. Il s'agit du type de centrale le plus répandu dans le monde.
- la centrale linéaire de Fresnel [14] : les miroirs sont moins coûteux car ils sont quasiment plats, et la centrale est plus facile à mettre en place car le récepteur est fixe. Cependant, le rendement de conversion est plus faible, autour de 20 %.

Les systèmes à concentration ponctuelle (Figure I-11) permettent de suivre la course du Soleil selon deux axes. Pour une puissance donnée, leur emprise au sol est plus élevée que dans le cas des systèmes linéaires. Il en existe également deux types :

- la centrale parabolique (Dish Stirling) [16] : le récepteur mobile est solidaire de la parabole, afin d'être toujours positionné à son point focal lorsque celle-ci se déplace au cours de la journée. La chaleur est transformée par un moteur Stirling directement positionné derrière le récepteur. Cette technologie a un rendement de conversion élevé, de 30 % environ. Mais les coûts de construction et de maintenance en font une technologie peu répandue.
- la centrale solaire à tour : des champs d'héliostats, situés au sol, réfléchissent les rayons du Soleil sur le récepteur situé en haut d'une tour [17]. Cette technologie présente un fort facteur de concentration et un rendement de conversion de 24 % environ. Elle permet de stocker de la chaleur à une température élevée. C'est pourquoi de nombreux projets ont vu le jour depuis 2006. D'autres sont en prévision, comme la centrale Aurora, dans le sud de l'Australie, d'une puissance de 150 MW, dont la capacité de stockage de chaleur lui permet de fonctionner pendant 8 heures sans ensoleillement.



Figure I-10 : Centrales solaires à concentration linéaire. A gauche : modules cylindro-paraboliques au laboratoire Promes (Odeillo- France). A droite : miroirs linéaires de Fresnel et tube absorbeur



Figure I-11 : Centrales solaires à concentration ponctuelle. A gauche : centrale à récepteur parabolique Tooele Army Depot (Tooele, EU). A droite : centrale à tour Solar Two (Barstow, Californie)

## I.3. Les éléments constitutifs d'une centrale CSP à tour

### I.3.1. Réflecteurs primaires

Les réflecteurs primaires sont les miroirs qui réfléchissent les rayons du Soleil pour les diriger vers le récepteur. Dans le cas des centrales à tour, ils sont appelés héliostats. Afin de suivre la course du Soleil, ils sont généralement mobiles selon deux axes (Figure I-12). Le dimensionnement de l'ensemble du champ, et en particulier la distance minimale à respecter entre deux miroirs, doit donc prendre en compte le mouvement de la structure.

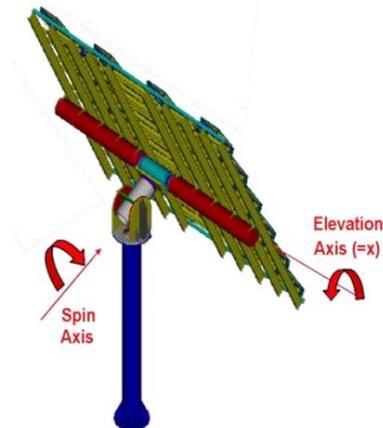


Figure I-12: Système de suivi du Soleil selon deux axes [18]

Les miroirs sont souvent composés de verre argenté de 4 mm d'épaisseur. La couche argentée est protégée à l'arrière par des revêtements successifs (Figure I-13) afin de protéger l'ensemble contre les agressions extérieures (humidité, température) pouvant engendrer la corrosion du miroir.

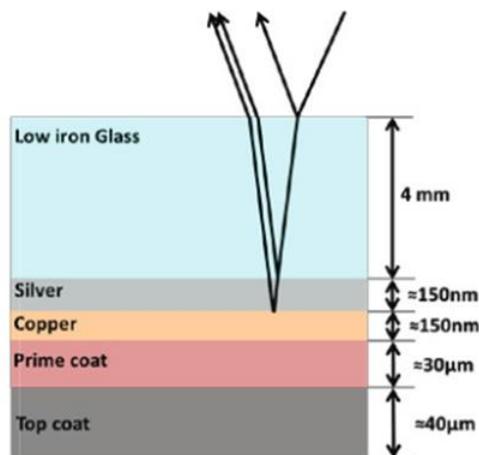


Figure I-13 : Composition type de réflecteurs primaires [19]

L'un des impératifs du champ d'héliostats est le nettoyage. En effet, un encrassement de la surface des miroirs entraîne une perte de réflectivité et donc une perte du rendement de la centrale. Cependant, ces centrales étant souvent situées dans des régions désertiques, l'utilisation d'eau s'avère problématique. C'est pourquoi sont menées des études visant à élaborer des revêtements permettant de limiter l'encrassement et donc le recours au nettoyage [20,21].

### I.3.2. Réflecteurs secondaires

Les réflecteurs secondaires sont positionnés à proximité du récepteur. Ils permettent de récupérer les rayons du Soleil, réfléchis par les réflecteurs primaires et arrivant sur les abords de la tache focale, en dehors du récepteur (concept REFOS, voir Figure I-14). Ces rayons sont redirigés vers le récepteur afin d'augmenter le flux solaire incident. Ils permettent également de limiter les pertes radiatives de l'absorbeur. Cette configuration est utilisée lorsque de très hautes températures sont visées afin d'améliorer le rendement de conversion de l'énergie thermique en énergie électrique. Dans ce cas, le rayonnement est concentré sur une plus petite surface d'absorbeur. Cet absorbeur est alors volumique, c'est-à-dire qu'il est constitué d'un matériau poreux afin que le gaz ou l'air sous pression circule à travers les alvéoles.

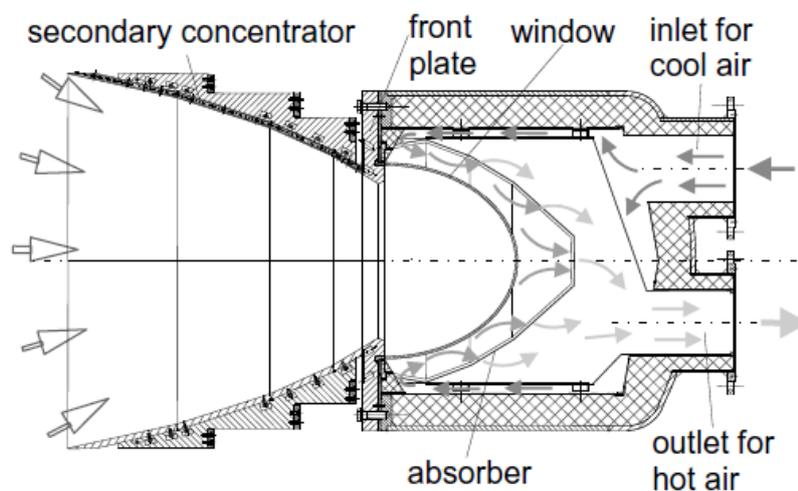


Figure I-14 : Centrale solaire à tour – Positionnement des réflecteurs secondaires dans le dispositif REFOS [22]

Une seconde configuration faisant appel à un miroir secondaire est le système « beam-down ». Dans ce cas, le récepteur n'est pas positionné au sommet d'une tour, mais au sol, ce qui permet de baisser le coût de construction de la centrale. C'est alors le réflecteur secondaire qui renvoie l'ensemble du rayonnement vers le bas (Figure I-15).

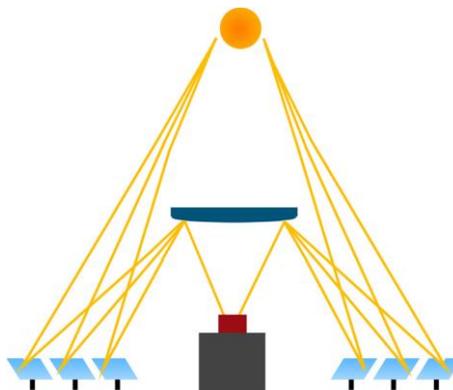


Figure I-15 : Centrale solaire à récepteur ponctuel fixe en configuration « beam-down » [23]

Quelle que soit la configuration, ces miroirs sont beaucoup plus sollicités que les miroirs primaires, puisqu'ils reçoivent un rayonnement déjà concentré : la température et le flux incident sont nettement plus élevés, ce qui favorise la dégradation des réflecteurs, à travers la corrosion notamment. Depuis plusieurs années, des études sont menées avec pour objectifs de prévoir et limiter la dégradation des réflecteurs secondaires. Afin de réduire l'endommagement de ce composant, les travaux de A. Fernández-García [23] soulignent l'importance d'un refroidissement approprié des miroirs et d'une protection de leurs bords, qui sont les plus sensibles à la corrosion. La composition des miroirs est également capitale. Par exemple, l'aluminium aura une moins bonne réflectivité qu'un dépôt argenté mais permettra d'éviter une différence de coefficient de dilatation entre le réflecteur et sa structure, ce qui engendrera moins de contraintes mécaniques.

### **I.3.3. Récepteurs**

Le récepteur est la partie qui reçoit le rayonnement solaire concentré et transfère la chaleur au fluide caloporteur qui y circule. Il peut être surfacique (souvent sous forme de tubes) ou volumique (constitué de matériau poreux). Dans le cas de récepteurs sous forme de tubes dans lequel circule du sel fondu, cet élément doit à la fois résister aux flux et gradients de température élevés sur la face extérieure, et à la corrosion sur la face intérieure. Dans ce paragraphe, nous allons détailler les propriétés recherchées pour le revêtement de la face extérieure, ainsi que les revêtements existants à ce jour.

#### **I.3.3.1 Caractéristiques recherchées**

Afin de rentabiliser au mieux une centrale solaire à concentration, il est nécessaire que le récepteur absorbe un maximum d'énergie solaire, tout en limitant les pertes par rayonnement thermique. Ceci se traduit par une absorptivité importante (réflectivité proche de 0) sur la gamme spectrale du rayonnement solaire, et une émissivité basse (réflectivité proche de 1) sur la gamme spectrale d'émission du corps noir correspondante (600 à 700°C environ dans le cas des centrales à tour), voir Figure I-16. Il est également important qu'un maximum d'énergie soit effectivement transféré au fluide caloporteur. Ceci signifie une conductivité et une diffusivité importantes ainsi qu'une faible épaisseur du revêtement et un bon contact couche-substrat lorsqu'une couche absorbante est déposée sur le substrat. D'autre part, le récepteur doit être résistant à différents phénomènes d'usure liés à l'environnement de la centrale : l'oxydation due aux hautes températures en jeu, ainsi que la corrosion due à l'humidité de l'air. Il doit également résister à des contraintes mécaniques résultant de chocs thermiques importants (larges variations de flux et forts gradients thermiques lors de passages nuageux).

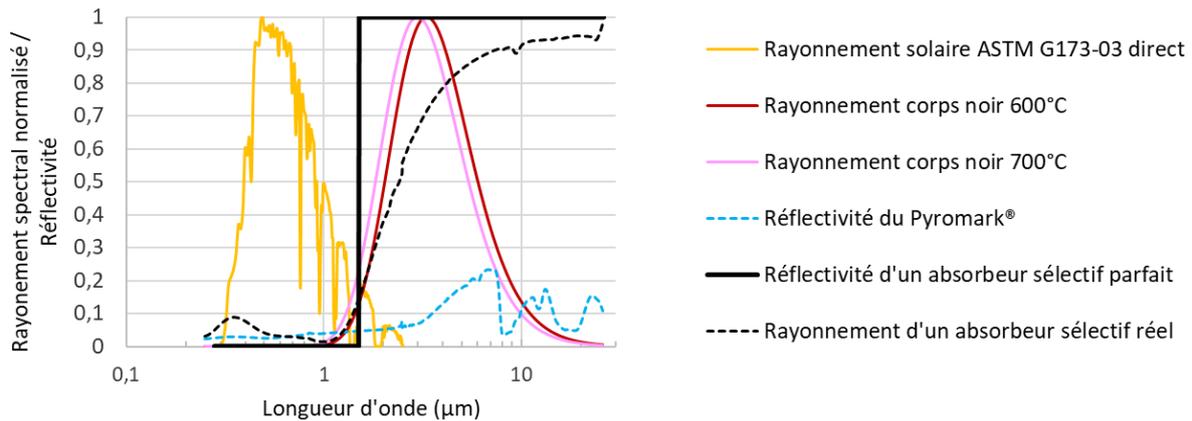


Figure I-16 : Réflectivité d'un revêtement classique (Pyromark®) comparée à celle d'un absorbeur sélectif parfait, au rayonnement solaire et au rayonnement de corps noirs

### I.3.3.2 Revêtements existants

Afin d'optimiser l'absorption, un revêtement peut être déposé sur le substrat. Les revêtements utilisés pour les récepteurs solaires peuvent être classés en deux catégories : les non-sélectifs, tels que le Pyromark 2500®, et les sélectifs tels que les cermet (complexes métal/céramique) [24].

#### Revêtements usuels

La peinture de type Pyromark 2500® est fréquemment utilisée dans les centrales CSP à tour. C'était déjà le cas dans l'une des premières centrales solaires à tour, Solar One, une centrale pilote de 10 MWe en Californie (EU), mise en service en 1981 pour une première phase de test. Un rapport d'activité [25] constatait une diminution significative et régulière de l'absorptivité pendant les trois premières années puis, après une nouvelle application du revêtement, une performance plus stable. De nos jours, après un dépôt et un recuit conformes à la dernière procédure en date [26], ce revêtement atteint une absorptivité de 96 % et est assez stable dans le temps. Néanmoins, les constructeurs considèrent qu'un renouvellement du revêtement tous les 6 à 7 ans est nécessaire pour conserver des propriétés radiatives optimales.

L'une des clefs pour une bonne tenue dans le temps est le protocole d'application de la peinture Pyromark® [27] : la méthode de dépôt (pinceau ou pistolet par exemple), l'épaisseur déposée, le temps de séchage, les étapes du recuit (durée, température à atteindre) sont autant d'éléments pouvant altérer la qualité du revêtement. D'autre part, il faut connaître et respecter les conditions d'utilisation du revêtement pendant la durée de vie de la centrale, sous peine de détériorer anormalement le matériau. Ainsi, un récepteur revêtu de Pyromark® ne devrait pas être exposé à des températures dépassant les 700°C.

#### Revêtements sélectifs

Afin d'obtenir des récepteurs plus durables dans le temps et pouvant supporter de plus hautes températures, de nouveaux revêtements sont recherchés. Bon nombre de ces recherches sont axées sur les revêtements sélectifs ([28,29]). Ceux-ci peuvent être répartis

en quatre catégories (Figure I-17) détaillées dans la revue « *A review on thermal stability and high temperature induced ageing mechanisms of solar absorber coatings* » [30].

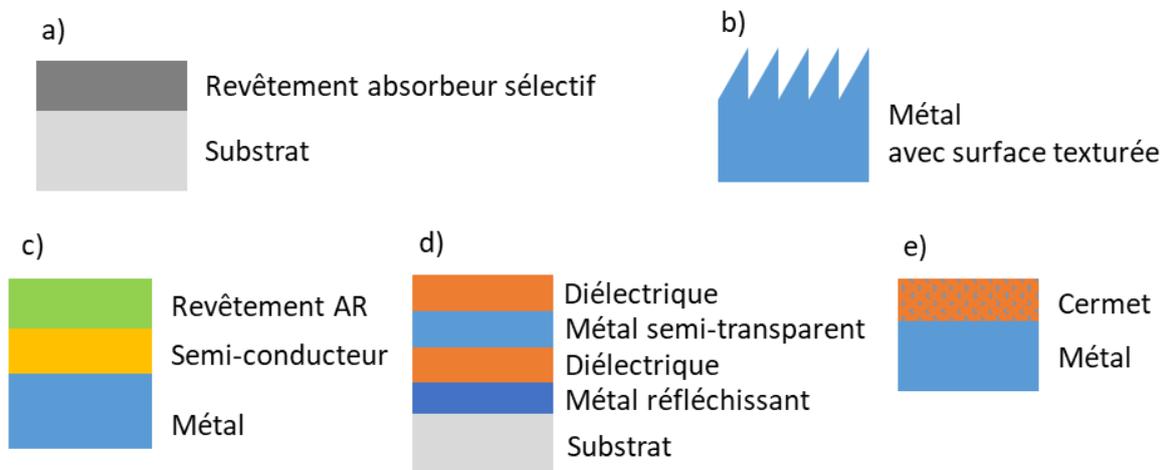


Figure I-17 : Les principales catégories de matériaux sélectifs

Elles sont différenciées par le nombre, la nature et la composition des couches :

- les revêtements à la fois absorbeurs et sélectifs, souvent composés de métaux ou de semi-conducteurs (**a**) ;
- les métaux dont la microstructure ou nanostructure en surface a été texturée (**b**) : les réflexions et absorptions successives permettent d'améliorer les performances optiques du matériau ;
- les combinaisons métal – semi-conducteur – revêtement anti-réfléchissant (**c**). Le semi-conducteur est choisi pour ses propriétés d'absorption du spectre solaire sur la gamme spectrale visible et proche infrarouge. La couche supérieure est ajoutée pour diminuer les pertes par réflexion. Le métal utilisé comme substrat permet de limiter l'émissivité de l'absorbeur.
- les combinaisons de couches de diélectriques et de métaux semi-transparentes (**d**). Les diélectriques absorbent le rayonnement visible et proche infrarouge. Les couches métalliques réfléchissent plusieurs fois le rayonnement infrarouge provenant du substrat, améliorant ainsi la part absorbée ;
- les revêtements composites cermet, ou métal-diélectrique (**e**). Il s'agit de particules métalliques insérées dans une matrice diélectrique (à base de céramique par exemple).

#### I.3.4. Fluide caloporteur

Le fluide caloporteur est situé derrière le récepteur. Selon le type de fluide, celui-ci peut être utilisé directement dans le système de stockage afin de récupérer de la chaleur en dehors des périodes d'ensoleillement et/ou dans la turbine afin de produire de l'électricité. Lorsque ce n'est pas le cas, des échangeurs sont mis en place afin de transférer la chaleur à un autre fluide.

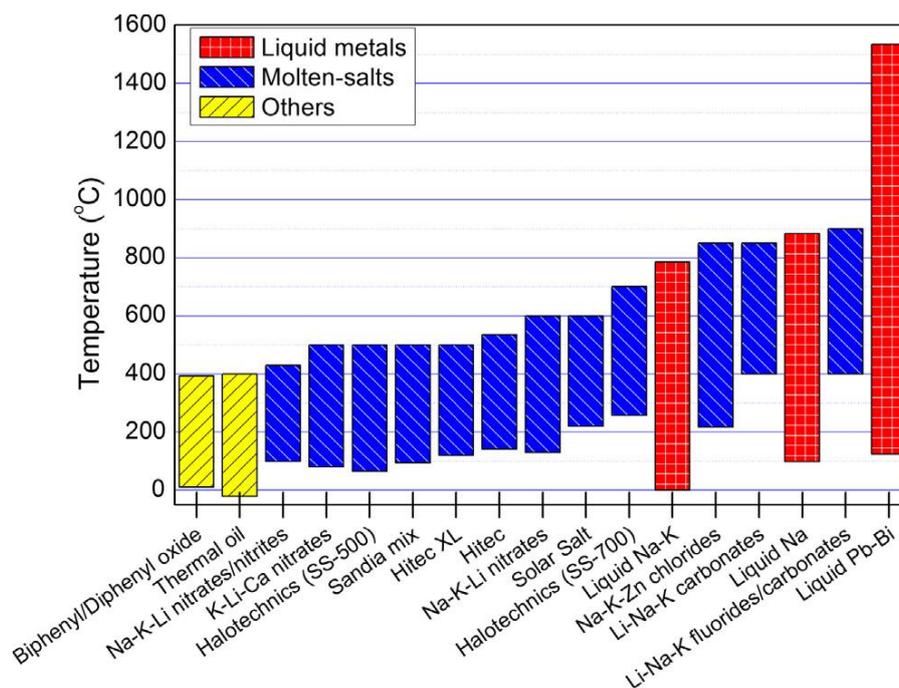


Figure I-18 : Fluides caloporteurs en fonction de la gamme de température utile [31]

Plusieurs fluides sont envisageables dans les centrales solaires à concentration : l'air, l'eau (sous forme de vapeur), des huiles naturelles, des huiles de synthèse, des métaux liquides et des sels fondus. Compte tenu des températures élevées atteintes dans le cas des centrales solaires à tour, les fluides doivent être stables à plus de 600°C (Figure I-18). Ce type de centrale utilise essentiellement des sels fondus, mais également de la vapeur d'eau sous haute pression, ou de l'air.

D'autres critères importants sont à prendre en compte, comme la température de fusion du fluide, sa viscosité, sa conductivité thermique, son coût ainsi que son pouvoir corrosif sur les métaux constituant le récepteur et les tubes. Le Tableau I-1 ci-dessous détaille ces caractéristiques pour quelques-uns des fluides envisageables dans les centrales solaires à tour. Les colonnes relatives à la corrosion indiquent l'alliage sur lequel le fluide peut avoir un effet corrosif ainsi que le taux de corrosion pouvant être atteint.

Fluide	T. maximale d'utilisation (°C)	T. de fusion (°C)	Viscosité (Pa.s)	Conductivité (W.m <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> )	Coût (\$/kg)	Corrosion		
						Alliage	Taux	T (°C)
Air	/	/	0,00003 (à 600°C)	0,06 (à 600°C)	0	Fe-Al (5,8-16,2wt%) - Cr (1,9 - 9,7 wt%)	7-14 g/m	1100
Eau/Vapeur	/	0	0,00133 (à 600°C)	0,08 (à 600°C)	~ 0	In600	1,7-3,5 μm/an	300
Sels fondus : NaNO <sub>3</sub> (60%) KNO <sub>3</sub> (40)	600	220	0,00326 (à 300°C)	0,55 (à 400°C)	0,5	Ha230	47 μm/an	600/ 680
Métal liquide : Na	883	98	0,00021 (à 600°C)	46 (à 600°C)	2	/	/	/

Tableau I-1 : Caractéristiques de quelques fluides caloporteurs envisageables (extrait de [31])

On remarque que l'air est intéressant de par sa faible viscosité et sa gratuité, mais il a une faible conductivité thermique. L'eau présente l'avantage de pouvoir être utilisée directement dans la production d'électricité sans avoir à échanger la chaleur dans un circuit secondaire, ce qui simplifie l'installation finale. Les métaux liquides ont une très bonne conductivité thermique mais leur coût est trop important. Enfin, les sels fondus ont un pouvoir corrosif plus important, ce qui nécessite l'utilisation de revêtements protecteurs à l'intérieur des tubes.

Enfin, outre le coût financier, le « coût environnemental », prenant en compte notamment la disponibilité de la ressource et les éventuels risques liés à son utilisation, doit également être considéré au moment de choisir le fluide caloporteur. Par exemple, les centrales étant souvent situées dans des régions désertiques, l'eau peut être une ressource difficile d'accès. D'autre part, les sels fondus, largement utilisés à ce jour, sont des nitrates provenant des mines du Chili. Le stock n'est donc pas inépuisable, d'autant plus que cette ressource est également utilisée dans l'agriculture et l'industrie chimique. Enfin, l'extraction puis le transport des sels sont aussi à prendre en compte dans l'analyse de cycle de vie de la centrale.

### I.3.5. Systèmes de stockage

Le stockage de chaleur d'une centrale CSP est un atout capital puisqu'il permet de pallier en partie à l'intermittence de la ressource solaire. Les centrales à tour sont particulièrement propices au stockage grâce aux températures élevées atteintes. Trois principaux types de stockage sont possibles [32,33] : le stockage par chaleur sensible à travers la montée en température d'un liquide [34] ou d'un solide [35]; le stockage en chaleur latente à travers le changement de phase d'un fluide [36]; et le stockage thermochimique à travers la réversibilité d'une réaction chimique d'adsorption/désorption d'un composant [37].

Le stockage le plus habituel à ce jour est réalisé en exploitant la chaleur sensible à l'aide de deux cuves distinctes : l'une pour le fluide chaud qui est envoyé vers l'échangeur pour produire de la vapeur, l'autre pour le fluide froid qui revient du cycle thermodynamique. Le fluide peut provenir directement du récepteur comme dans le cas des sels fondus (Figure I-19a), ou bien être chauffé à l'aide d'un circuit secondaire via un échangeur (Figure I-19b).

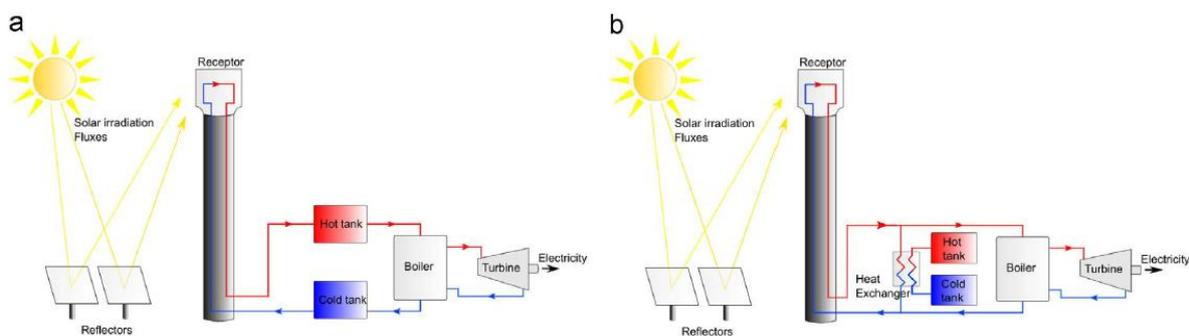


Figure I-19 : Stockage de chaleur à l'aide de deux cuves a) circuit direct – b) circuit indirect [33]

La centrale Gemasolar, en Espagne, est un exemple de ce type de stockage (Figure I-20). Avec deux cuves de 10,5 m de haut et 23 m de diamètre, la centrale compte 8500 tonnes de sels fondus. Cette grande quantité permet de compter sur 15 heures de fonctionnement sans Soleil [38]. Le réservoir froid stocke les sels à une température de 290°C (au-dessus de leur température de fusion) et le réservoir chaud à une température de 565°C.



Figure I-20 : Photo de la centrale solaire Gemasolar. 1-Réservoir chaud ; 2-Réservoir froid ; 3-Echangeur ; 4-Turbine/Générateur d'électricité

En lieu et place des deux cuves, il est possible d'utiliser un seul réservoir appelé « thermocline ». Cette configuration associée à l'utilisation de sels fondus et de matériaux à changement de phase est notamment étudiée dans les travaux de Flueckiger [39].

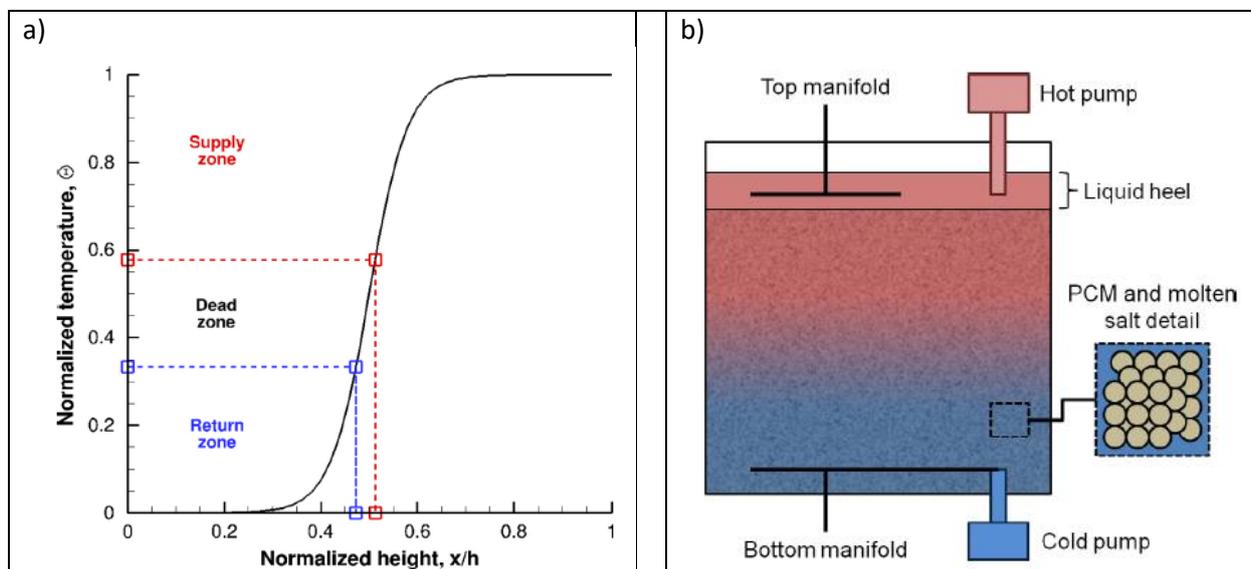


Figure I-21: Stockage thermocline a) évolution de la température dans la cuve, b) schéma d'un réservoir thermocline [39]

On observe sur la Figure I-21-b la structure du réservoir. Une sortie en haut du réservoir permet de récupérer le fluide pour l'acheminer dans l'échangeur qui produit la vapeur nécessaire à la production d'électricité. Une autre sortie en bas du réservoir permet de récupérer le fluide froid pour le ramener au sommet de la tour afin d'être chauffé par le récepteur. L'enjeu est de réussir à obtenir une zone de transition de la température (appelée

« dead zone » dans la Figure I-21-a) la plus réduite possible afin d’avoir deux zones avec deux températures bien distinctes et non pas un mélange homogène sur l’ensemble de la cuve.

### I.3.6. Dimensionnement de l’ensemble des composants

Les différents composants interagissent les uns avec les autres. Il est possible de les isoler pour les étudier séparément, obtenir leur rendement optimal, leurs conditions limites de fonctionnement. Mais, lors du dimensionnement final d’une centrale CSP, il est préférable de considérer l’ensemble des éléments afin de prévoir et d’optimiser la production d’électricité. Pour cela, il est nécessaire de réaliser un modèle suffisamment détaillé de la centrale, comprenant les différentes étapes depuis la collecte du rayonnement solaire (emplacement, nombre et contrôle des miroirs etc.) jusqu’à la production d’électricité (type de turbine, débit d’entrée/sortie etc.), en passant par le récepteur (caractéristiques thermiques du matériau, fluide caloporteur etc.) et le système de stockage (fluide, volume, débit etc.). Dans les travaux de J.B. Zhang [40], un tel ensemble a été modélisé à l’aide de la bibliothèque Modelica « ThermoSysPro » et implémenté ensuite dans le logiciel de simulation Dymola®. Il est possible de coupler un modèle de ce type (Figure I-22) à un système de pilotage sur Matlab/Simulink®.

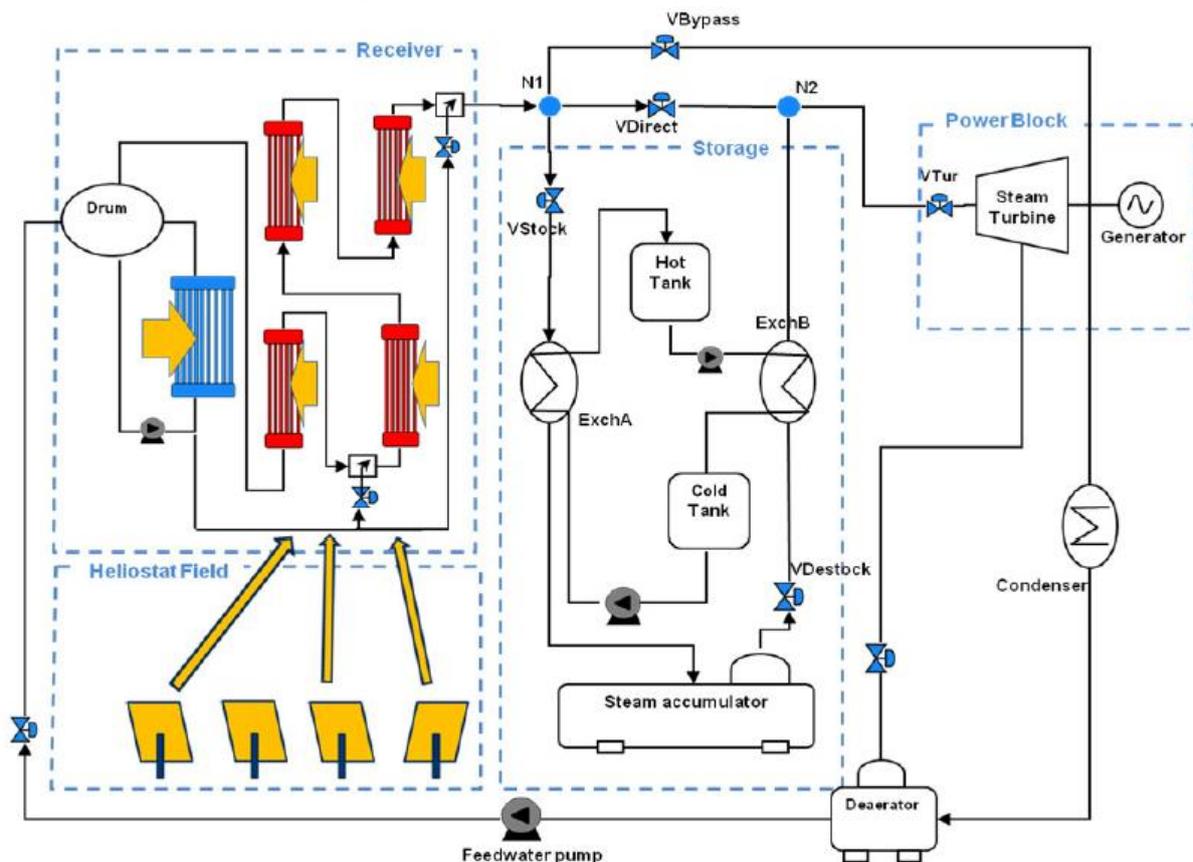


Figure I-22 : Modélisation d’une centrale CSP à tour à l’aide la bibliothèque « ThermoSysPro » [41]

D’autres études se penchent sur l’optimisation de centrales avec des outils différents tels que les algorithmes génétiques [42]. Ceux-ci s’inspirent du principe de Darwin de

sélection naturelle. Plusieurs critères à optimiser sont déterminés par l'opérateur, par exemple, la température des sels fondus, les pressions basses et hautes dans le cycle de génération d'électricité etc. Une fonction objectif à optimiser est également déterminée, par exemple l'exergie. Ensuite, l'algorithme doit tendre vers un optimum en parcourant aléatoirement et simultanément les différentes valeurs possibles des critères à optimiser. Avant chaque itération, la meilleure configuration précédente est retenue pour la suite.

Quelle que soit la méthode d'optimisation globale, une connaissance fine de chaque élément est nécessaire au préalable.

## **I.4. Objectifs et approche du sujet de thèse**

Les travaux réalisés au cours de cette thèse s'inscrivent en partie dans le cadre du programme européen RAISELIFE (« Raising the Lifetime of Functional Materials for Concentrated Solar Power Technology », voir annexe 1). Celui-ci vise à optimiser et étudier les mécanismes de vieillissement des différents composants des centrales CSP à tour et des centrales cylindro-paraboliques. Les réflecteurs primaires, les réflecteurs secondaires, les revêtements de l'absorbeur côté rayonnement solaire et côté fluide caloporteur sont étudiés. Une modélisation de l'ensemble est également réalisée dans le but de connaître l'influence de la dégradation de chaque élément sur le fonctionnement global.

La présente étude se concentre sur les revêtements employés dans les récepteurs de centrale solaire à tour. Nous disposons de plusieurs échantillons de compositions différentes (couples substrat/revêtement différents), provenant de certains partenaires du programme. L'objectif est de réaliser un nouveau type de vieillissement thermique qui s'approche des conditions de fonctionnement réel en terme de température et de flux solaire. D'autres partenaires appliquent des vieillissements qui peuvent être assimilés à des tests classiques. Ces tests seront présentés dans le chapitre suivant (section II.2). L'enjeu est donc de proposer un protocole qui soit complémentaire.

Pour cela, nous disposons d'un dispositif de vieillissement unique, le SAAF (Solar Accelerated Aging Facility détaillé dans le chapitre III). A l'aide de celui-ci, des cycles très agressifs (flux solaire et gradient de température élevés) sont testés afin de déterminer un protocole de vieillissement qui puisse être utilisé sur tous les échantillons. Au cours du vieillissement, afin de vérifier le comportement des revêtements, un suivi des propriétés des échantillons est réalisé. Pour cela, nous déterminons tout d'abord les propriétés représentatives d'un endommagement ayant une influence sur le fonctionnement et le rendement de la centrale (section II.1). Parmi ces propriétés, les caractéristiques radiatives (absorptivité solaire et émissivité thermique) sont effectivement suivies au cours de ces travaux.

Les propriétés thermo-physiques telles que la conductivité et la diffusivité seraient également de bons indicateurs du vieillissement des revêtements. Cependant, les méthodes

de mesures sont plutôt contraignantes (section II.3). C'est pourquoi, en parallèle du vieillissement des échantillons de récepteur, une nouvelle méthode d'estimation des propriétés thermo-physiques est développée. Afin de réaliser ce deuxième objectif, les travaux se sont basés sur des études précédentes portant sur l'élaboration de réseaux de neurones pour l'estimation de la conductivité et de la diffusivité. Dans un premier temps, une base de données simulées, composée de matériaux fictifs massifs (une seule couche, sans revêtement) a été utilisée (section V.2). Puis, une base de donnée expérimentale a été créée dans le but de valider la méthodologie (section V.3). Celle-ci a ensuite été testée sur certains matériaux issus du programme européen, destinés aux récepteurs solaires (section V.4).

## **Chapitre II. VIEILLISSEMENT THERMIQUE DES RECEPTEURS CSP ET LEUR CARACTERISATION THERMOPHYSIQUE**

---

Les récepteurs de centrales solaires à tour sont conçus pour avoir des facteurs de concentration pouvant aller jusqu'à 1000. Ceci signifie qu'un récepteur peut recevoir un flux équivalent à celui de 1000 soleils. Les matériaux employés doivent permettre de capter un tel rayonnement sans subir d'importants dommages tels qu'une décoloration de la surface, une délamination du revêtement, voire des fissures au sein du matériau. Mis en place pour une durée de 30 ans, il est nécessaire de s'assurer que le récepteur installé aura une bonne tenue dans le temps, c'est-à-dire que son efficacité restera suffisamment élevée pour maintenir le niveau désiré de rentabilité de la centrale.

Nous allons tout d'abord présenter les principaux facteurs de vieillissement, c'est-à-dire les agressions extérieures qui peuvent causer un endommagement des matériaux utilisés. Puis nous présenterons les propriétés des récepteurs influencées par le vieillissement. Ensuite nous exposerons les différentes stratégies de vieillissement existantes. Pour clore ce chapitre, nous nous attarderons sur un type d'analyse permettant de suivre l'évolution des matériaux étudiés au cours du vieillissement : la mesure de leurs propriétés thermophysiques. Plus précisément, nous présenterons les différentes méthodes de mesures existantes à ce jour et leurs limites respectives.

### **II.1. Notion de vieillissement**

Tout au long de la vie d'une centrale solaire, le récepteur est quotidiennement soumis à des contraintes thermiques importantes. Le matériau atteint des températures en surface de l'ordre de 650°C et reçoit des flux solaires intenses, de 200 à 1000 kW.m<sup>-2</sup>. Face à ces contraintes répétées, la bonne tenue dans le temps des propriétés et de la structure de l'absorbeur est primordiale. La dégradation de l'une ou de plusieurs de ses caractéristiques (par exemple, l'absorptivité ou la qualité du contact thermique entre le revêtement et son substrat) peut induire, dans le meilleur des cas, une baisse de la performance de la centrale et donc de sa rentabilité. Dans le pire des cas, l'application d'un nouveau revêtement (en cas de délamination) ou le remplacement du récepteur (en cas de rupture) peuvent être nécessaires, ce qui implique un arrêt temporaire de la centrale et des coûts importants de maintenance. Par exemple, pour la centrale CSP Ivanpah, une seule journée de maintenance et donc d'arrêt de la production, engendre 200 000 \$ de pertes pour le gestionnaire [43]. C'est pourquoi il est nécessaire de tester les matériaux envisagés à l'aide de moyens reproduisant et allant même au-delà des conditions réelles de fonctionnement.

#### **II.1.1. Facteurs de vieillissement**

Le vieillissement en laboratoire est toujours complexe du fait qu'il est difficile de maîtriser simultanément tous les phénomènes pouvant entraîner des dégradations. En

conditions réelles, l'absorbeur subit un flux solaire concentré très élevé, ce qui engendre une température en surface élevée. La chaleur étant échangée avec le fluide caloporteur en face arrière, un gradient thermique s'installe au sein du matériau en fonction du débit et des propriétés du fluide. Ces conditions changent progressivement tout au long de la journée avec la course du Soleil, mais également de façon très rapide lors de passages nuageux. D'autre part, le récepteur comme tous les composants de la centrale, est soumis aux différents éléments présents dans l'atmosphère et dans l'environnement (humidité, poussière...). Ces différents facteurs de vieillissement sont présentés ci-dessous, associés aux mécanismes de vieillissement sur lesquels ils agissent (corrosion, contraintes mécaniques etc.).

### **La température**

Elle a un rôle dans la plupart des mécanismes de vieillissement, tels que l'oxydation, la corrosion, l'endommagement de l'état de surface (par exemple une délamination du revêtement). La plupart des propriétés des matériaux varient en fonction de la température. Les gradients de température au sein du matériau ainsi que les changements de température au cours du temps engendrent des dilations et donc des contraintes mécaniques.

### **Le flux solaire incident**

Le rayonnement solaire et sa vitesse de variation ont une influence sur l'état de surface en favorisant des réactions chimiques. Ils peuvent également entraîner une fragilisation mécanique, des déformations ou une modification de la teinte du revêtement, ce qui a pour conséquence d'altérer ses propriétés radiatives.

### **L'humidité**

Comme la température, il s'agit d'un facteur couramment employé dans les tests de résistance des matériaux, notamment à la corrosion. Elle peut également provoquer une détérioration importante de l'état de surface. Ses effets seront différents et plus ou moins accentués selon la température de l'air environnant.

### **La qualité de l'air**

L'air est chargé de polluants d'origine naturelle (eau, minéraux) ou anthropique (industries, trafic routier, élevages), tels que le dioxyde de soufre (SO<sub>2</sub>) ou les oxydes d'azote (NO<sub>x</sub>). Certains ont un pouvoir corrosif ou entraînent une acidification de l'atmosphère. Lorsqu'ils sont présents dans l'air environnant les centrales, ils peuvent réagir chimiquement avec le revêtement déposé en surface de l'absorbeur.

### **Les particules fines**

Bien souvent assimilées aux particules d'origine anthropique issues de la combustion industrielle ou des transports, les particules minérales d'origine naturelle représentent davantage un risque pour les centrales à concentration. En effet, ces dernières sont souvent situées dans des régions désertiques. Le sable fin déplacé par les vents participe donc à la

détérioration de l'absorbeur, à travers l'encrassement voire la modification de l'état de surface. A proximité de l'océan, les cristaux de sel marin peuvent également corroder le récepteur.

## II.1.2. Propriétés affectées par le vieillissement

Au niveau structurel, le vieillissement des matériaux peut provoquer une altération de la composition de l'absorbeur : le revêtement ou les différentes couches déposées sur le substrat peuvent s'entremêler par diffusion par exemple. Des chocs thermiques répétés peuvent également créer des fissures à la surface. Toutes ces altérations entraînent une modification des propriétés radiatives, thermophysiques et mécaniques de l'absorbeur.

### II.1.2.1. Propriétés radiatives

L'absorptivité solaire,  $\alpha_{sol}$ , est le ratio entre le rayonnement solaire absorbé et le rayonnement solaire incident. Dans le cas d'un récepteur de centrale CSP, cette propriété est relative à une gamme de longueur d'ondes allant de l'ultra-violet (UV) au proche-infrarouge (NIR). Ainsi, elle est représentative de la capacité du récepteur à absorber le rayonnement solaire qui est principalement situé dans la gamme visible. Cette propriété doit être la plus élevée possible, de préférence au-dessus de 95 %, afin de transmettre au mieux le flux disponible au fluide de transfert. Il s'agit d'un élément clé pour la rentabilité de la centrale.

L'émissivité thermique,  $\varepsilon_{th}$ , représente la capacité d'un matériau à émettre de l'énergie par rayonnement. Elle est définie par le rapport entre l'énergie rayonnée par le matériau à une certaine température et l'énergie rayonnée par un corps noir à la même température. Donc, plus l'émissivité est élevée, plus le matériau émet de l'énergie, c'est-à-dire plus les pertes par rayonnement sont importantes. L'émissivité est particulièrement importante dans le cas de matériaux sélectifs. Ainsi, même avec une absorptivité qualifiée de moyenne (inférieure à 95 %), il est possible d'augmenter l'efficacité du récepteur de façon significative si le matériau a une très faible émissivité (cf. Eq. II.2).

L'efficacité radiative,  $\eta_{coating}$ , est une donnée qui regroupe ces deux propriétés et qui permet de comparer plus facilement différents revêtements, sélectifs et non-sélectifs. Elle est calculée (Eq. II.1) en tenant compte de l'absorptivité du récepteur  $\alpha_{sol}$ , du flux solaire auquel il est soumis  $Q_{sol}$  ( $W.m^{-2}$ ) ainsi que de ses pertes thermiques radiatives via son émissivité  $\varepsilon_{th}$  et sa température  $T_{abs}$  (K). Les pertes par convection sont négligées dans cette définition.

$$\eta_{coating} = \frac{\alpha_{sol} \cdot Q_{sol} - \varepsilon_{th} \cdot \sigma \cdot T_{abs}^4}{Q_{sol}} \quad \text{Eq. II.1}$$

Il est alors possible de comparer l'effet de l'absorptivité et de l'émissivité sur l'efficacité, en tenant compte du niveau de température et de flux en jeu. Prenons l'exemple

d'un flux solaire incident de  $500 \text{ kW}\cdot\text{m}^{-2}$  et une température de revêtement de  $650^\circ\text{C}$  (Eq. II.2) :

$$\frac{\partial \eta_{\text{coating}}}{\partial \alpha_{\text{sol}}} = 1 \quad ; \quad \frac{\partial \eta_{\text{coating}}}{\partial \varepsilon_{\text{th}}} = \frac{-\sigma \cdot T_{\text{abs}}^4}{Q_{\text{sol}}} = -0,082 \quad \text{Eq. II.2}$$

Le calcul de la valeur des dérivées partielles de l'efficacité radiative par rapport à l'absorptivité et par rapport à l'émissivité montre que l'efficacité radiative est beaucoup plus sensible au premier paramètre. En effet, pour améliorer l'efficacité de 1 %, il est possible d'augmenter l'absorptivité de 1 %, ou bien de réduire l'émissivité de  $1/0,082$  soit 12,2 %.

Les propriétés radiatives, en particulier l'absorptivité solaire, sont des éléments clés à prendre en compte lors de la conception de la centrale. Mais, afin de les considérer comme des indicateurs pertinents du vieillissement, il faut s'assurer que ces propriétés diminuent avec le temps en conditions réelles. Peu de publications existent sur ce sujet. D'après les professionnels chargés de la gestion des centrales, le revêtement devrait être changé tous les 5 à 7 ans environ pour garder un niveau d'absorptivité autour de 95 %. Un rapport fait office de référence en la matière [25]. Il s'agit du bilan réalisé sur la centrale pilote Solar One (Barstow, Californie) par le laboratoire Sandia après les premières années de fonctionnement de celle-ci, en 1988. Il s'est avéré que l'absorptivité du récepteur, revêtu de Pyromark®, a diminué d'environ 2 % par an pendant les trois premières années, passant ainsi de 95 % à 88 %. Puis, après une nouvelle application du revêtement, l'absorptivité a été mesurée à 97 %, demeurant stable la première année, puis diminuant à 96 % la deuxième année. En l'absence de nouveaux rapports in situ, il est difficile d'estimer le taux de dégradation d'un revêtement de récepteur solaire en conditions réelles. Néanmoins, en nous basant sur cette étude ainsi que sur l'expérience des constructeurs de centrales, nous considérons que l'absorptivité du revêtement Pyromark®, toujours couramment employé dans les centrales aujourd'hui, décroît significativement après 5 à 7 ans de service.

D'autre part, l'émissivité n'est pas directement étudiée dans le rapport précité car le revêtement appliqué est non-sélectif, mais elle doit bien être prise en compte dans l'étude du vieillissement dès lors que l'un des matériaux au moins est sélectif, de façon à pouvoir comparer leurs performances globales.

### II.1.2.2. Propriétés thermophysiques

La conductivité thermique,  $K$ , exprime la capacité d'un matériau à transférer la chaleur par conduction en régime stationnaire. La diffusivité thermique,  $a$ , est une propriété dynamique des matériaux. Elle caractérise la conduction de la chaleur en régime variable, c'est-à-dire la rapidité de la réaction du matériau à un changement de température. Ces deux propriétés sont étroitement liées par définition (Eq. II.3).

$$a(T) = \frac{K(T)}{\rho(T) C_p(T)} \quad \text{Eq. II.3}$$

L'évolution de la conductivité et de la diffusivité n'a pas été étudiée en conditions réelles. Néanmoins, l'approche numérique d'A. Boubault [44] souligne que ces propriétés jouent un rôle important dans le comportement thermique des matériaux au cours de cycles de vieillissement accéléré. D'autre part, ses premières expériences [45] montrent qu'elles tendent à diminuer lorsque le matériau est soumis à ces cycles répétés. Or, une diminution de ces propriétés conduit à un transfert thermique moindre entre la surface extérieure irradiée et le fluide caloporteur. C'est pourquoi connaître l'évolution de ces propriétés permet de maîtriser davantage la quantité de chaleur réellement fournie au fluide au cours du temps.

Néanmoins, les méthodes de mesures de ces caractéristiques sont contraignantes (section II.3). Ainsi, l'un des objectifs de cette thèse est de développer une nouvelle méthode d'estimation pour la conductivité et la diffusivité. Les travaux se déroulant en parallèle du vieillissement des échantillons, la méthode n'aura pas pu être utilisée pour suivre l'évolution de ces caractéristiques au cours du temps.

### **II.1.2.3. Propriétés mécaniques**

Les chocs thermiques vont provoquer des dilatations de la structure du matériau et donc une déformation du récepteur. Celui-ci doit pouvoir subir ces déformations de façon temporaire, c'est à dire qu'il doit pouvoir revenir à l'état initial (sans déformation permanente) et ne pas rompre. Pour cela, il est nécessaire de choisir les matériaux en fonction de leur domaine élastique et de leur résilience.

Le domaine élastique est défini par le niveau de sollicitation permettant de maintenir une déformation élastique. Au-delà de ce niveau de sollicitation, que l'on nomme limite d'élasticité, l'endommagement dépend du type de matériau. Pour un matériau ductile, il peut y avoir une déformation plastique (irréversible), puis une rupture ; c'est le cas pour beaucoup de plastiques évidemment, mais aussi pour certains aciers utilisés dans les charpentes de bâtiments par exemple. Ces matériaux peuvent également subir des fissures de fluage ; il s'agit de déformations irréversibles différées dans le temps, souvent dues à de hautes températures. Les matériaux fragiles (tels que les céramiques et certains aciers) n'ont pas une phase de déformation plastique, ils rompent dès que l'on approche de la limite d'élasticité.

La résilience caractérise la capacité du matériau à absorber de l'énergie lors d'une déformation et donc à se maintenir dans le domaine élastique.

Des coefficients permettent de définir plus précisément le comportement des matériaux selon le type de déformation : le module d'Young caractérise la résistance à une déformation en traction, alors que le coefficient de Poisson caractérise la résistance à une déformation en contraction.

## II.2. Méthodes de vieillissement accéléré – Etat de l’art

Des méthodes de vieillissement ont été développées au cours des dernières décennies pour les capteurs plans essentiellement [46,47]. Elles consistent par exemple à exposer des échantillons à des températures de plus en plus élevées, en calculant, pour chaque température, un critère de performance dépendant de la variation de l’absorptivité et de l’émissivité. Cependant, il n’existe pas de méthode normalisée en ce qui concerne les récepteurs de centrales solaires à concentration. Ces derniers n’étant pas soumis aux mêmes contraintes, les méthodes employées sur les capteurs plans ne peuvent pas être directement transférées aux matériaux utilisés dans le secteur du solaire à concentration. Cependant, il est possible de réaliser des campagnes de vieillissement s’inspirant de pratiques usuelles, telles que le vieillissement isotherme ou les tests de résistance à l’humidité. En parallèle, il est nécessaire de concevoir de nouveaux tests spécifiques à ce domaine permettant de simuler les conditions réelles de fonctionnement, avec notamment des flux solaires élevés et des variations cycliques de flux et température.

### II.2.1. Vieillissement accéléré basé sur des méthodes conventionnelles

Le vieillissement isotherme est l’une des méthodes régulièrement utilisée. Elle consiste à exposer un échantillon à une température constante pendant une certaine période, puis à réitérer l’expérience sur un nouvel échantillon avec une température un peu plus élevée. Les températures sont choisies autour du point de fonctionnement du matériau. La durée est progressivement augmentée, c’est-à-dire que les performances suivies sont mesurées à plusieurs reprises au cours du vieillissement. C’est par exemple l’objet des travaux de Ambrosini et al. [48]. Leur étude comprend le vieillissement d’échantillons d’Inconel 625 et Haynes 230, revêtus de revêtements sélectifs ainsi que du revêtement Pyromark® couramment employé dans les centrales solaires à concentration en guise de point de comparaison. Les températures choisies sont 600°C, 700°C et 800°C. Les mesures des performances se font avant vieillissement puis après 12 h, 48 h ou 60 h, 120 h ou 156 h, 240 h puis 480 h de fonctionnement. Les travaux de Raccurt et al. [49] portant sur la stabilité de revêtements sélectifs utilisent des températures un peu moins élevées - de 350 à 500°C, mais pendant des périodes beaucoup plus importantes, jusqu’à 5000 h. Ce type de vieillissement peut se faire sous vide, ou bien sous atmosphère contrôlée.

En conditions réelles, les absorbeurs sont soumis à des changements de température dus à l’alternance jour-nuit et aux passages nuageux. Ainsi, le vieillissement isotherme tel que présenté ci-dessus ne permet pas de reproduire ces cycles qui peuvent conduire à une usure différente du matériau. C’est pourquoi J.F. Torres [50] a mené une étude comparant un vieillissement isotherme avec deux types de vieillissement cyclique : des cycles très courts (montée rapide jusqu’à 850°C, puis descente rapide jusqu’à 550°C) et des cycles plus longs (montée rapide jusqu’à 850°C, stabilisation à cette température maximale pendant 300 s, puis descente rapide jusqu’à 550°C). Les différentes méthodes présentent des résultats

différents, ce qui signifie que le type de cycle a une influence sur le résultat du vieillissement. Cependant, les bilans après 100 heures ou 1260 cycles ne permettent pas de conclure sur la méthode qui se rapprocherait le plus du mécanisme de dégradation réel.

D'autres facteurs entrent en jeu dans la durée de vie des récepteurs, comme l'humidité de l'air pendant la nuit. Afin de déterminer la résistance des matériaux aux épisodes de nuits, ou de non fonctionnement de la centrale, plusieurs tests peuvent être réalisés en s'appuyant sur certaines normes existantes, bien que celles-ci ne soient pas spécifiques au domaine des centrales solaires à concentration. Quatre tests ont été réalisés dans le cadre du programme européen RAISELIFE, sur des revêtements de récepteurs de centrales solaires à tour, par DLR (centre aérospatial allemand), un laboratoire partenaire [51]. Le premier est un test de condensation décrit dans le document ISO 6270, s'appliquant aux revêtements en général (peintures, vernis) : pendant 480 heures, les échantillons ont été positionnés dans un dispositif à atmosphère contrôlée à 40°C, avec une humidité de 100 %. La norme IEC 62108 est conçue initialement pour les modules photovoltaïques à concentration et comporte plusieurs tests. L'un d'eux (test 10.7b) consiste à exposer les matériaux à une chaleur humide afin de vérifier leur résistance à la pénétration de l'humidité à des températures élevées : pour cela, les échantillons du programme ont subi pendant 1000 heures une atmosphère à 65°C et une humidité de 85 %. Un autre test de cette même norme (test 10.8) consiste à faire des essais combinés d'humidité et de gel, afin de vérifier la résistance à une éventuelle délamination induite par ces cycles. Pour cela, les échantillons ont subi plusieurs phases au cours des 1500 heures de test, dont une étape de cycles entre -40°C et 65°C et une étape avec une humidité maximale de 85 %. Enfin, la norme ISO 9227 propose des tests de corrosion en atmosphère artificielle, utiles pour détecter d'éventuels défauts dans le revêtement. Les essais au brouillard salin neutre (NSS) ont été effectués pendant 480 heures, à une température de 35°C, après une pulvérisation de solution saline avec un pH entre 6,5 et 7,2 et une humidité de 100 %. Seul ce dernier test a significativement dégradé les échantillons étudiés lors de la première phase du programme.

## **II.2.2. Méthodes de vieillissement accéléré sous flux solaire concentré**

Dans les essais cités ci-dessus, le flux solaire n'intervient pas. Or, il s'agit d'un paramètre particulièrement important dans les centrales à concentration, pouvant être une source de dégradation de la surface du revêtement. Les expériences faisant intervenir ce paramètre sont moins répandues car plus délicates à mettre en place. En effet, il n'existe pas de « four » clé en main permettant de faire des tests standards. Elles nécessitent la mise en place d'un concentrateur solaire et une localisation géographique propice à la concentration, ce qui signifie présentant un nombre annuel de journées ensoleillées élevé c'est-à-dire ayant une valeur de DNI (Direct Normal Irradiation) au-delà de 1000 W.m<sup>-2</sup>. C'est notamment le cas aux laboratoires PSA à Almeria (Espagne), PROMES-CNRS à Odeillo (France) et Sandia National Laboratory NSTT (National Solar Thermal Test Facility) à Albuquerque, New Mexico (EU).

### II.2.2.1. Plataforma Solar de Almeria (PSA)

Une installation parabolique est en place au laboratoire PSA (Figure II-1). Elle permet de tester plusieurs échantillons tubulaires simultanément. Le support sur lequel sont positionnés les tubes est mobile sur l'axe optique de la parabole, de façon à pouvoir gérer le flux solaire incident. Des ventilateurs sont positionnés à l'arrière afin de contrôler la température de surface. Le flux incident homogène pouvant être atteint sur le support est de  $250 \text{ kW}\cdot\text{m}^{-2}$  environ.



Figure II-1 : Dispositif de vieillissement à PSA [52]

Les échantillons du programme RAISELIFE ont été vieillis à l'aide de ce dispositif. Les cycles réalisés comportent trois phases : une première phase de montée progressive en température et en flux (environ  $30^\circ\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$  et  $14 \text{ kW}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{min}^{-1}$ ), une deuxième phase de trente minutes pendant laquelle les conditions maximales sont maintenues ( $650^\circ\text{C}$ ,  $250 \text{ kW}\cdot\text{m}^{-2}$ ), une troisième phase de refroidissement d'une durée similaire à la phase de chauffe. Cent cycles sont réalisés sur chaque série d'échantillons.

### II.2.2.2. Laboratoire PROMES-CNRS

Le laboratoire PROMES-CNRS a tout d'abord mené une étude paramétrique du vieillissement des récepteurs de centrales solaires à concentration lors de la thèse d'Antoine Boubault [53] à l'aide d'un modèle élaboré sous le logiciel Fluent. L'objectif était de trouver les conditions permettant d'activer au mieux les principaux facteurs de vieillissement considérés (l'éclairement solaire, la température et les gradients thermiques). Différents indicateurs ont été sélectionnés : l'éclairement solaire incident, la température au centre de la face avant, le gradient thermique axial avant-arrière, le gradient thermique axial à l'interface peinture/substrat, le gradient thermique radial centre/côté. Plusieurs paramètres ont été testés : la moyenne temporelle et l'amplitude du flux incident, ainsi que la période des cycles et la durée totale d'irradiation. Plusieurs conditions aux limites ont été testées : les conditions d'éclairement ainsi que les coefficients de convection en face avant et en face arrière. Il s'est avéré que celles-ci sont des leviers importants dans la stimulation du vieillissement. D'autre part, l'étude a mis en évidence les propriétés des matériaux importantes lors de l'étude du vieillissement : l'absorptivité solaire du revêtement, sa

conductivité thermique et la résistance thermique de contact entre la peinture et le substrat.

Suite à ces résultats, deux stratégies ont été déterminées pour mener une campagne expérimentale avec le dispositif Solar Accelerated Aging Facility (SAAF, Figure II-2). Ce dispositif permet d'appliquer des flux élevés, jusqu'à  $1000 \text{ kW}\cdot\text{m}^{-2}$  environ sur une surface de  $2 \times 2 \text{ cm}^2$ .

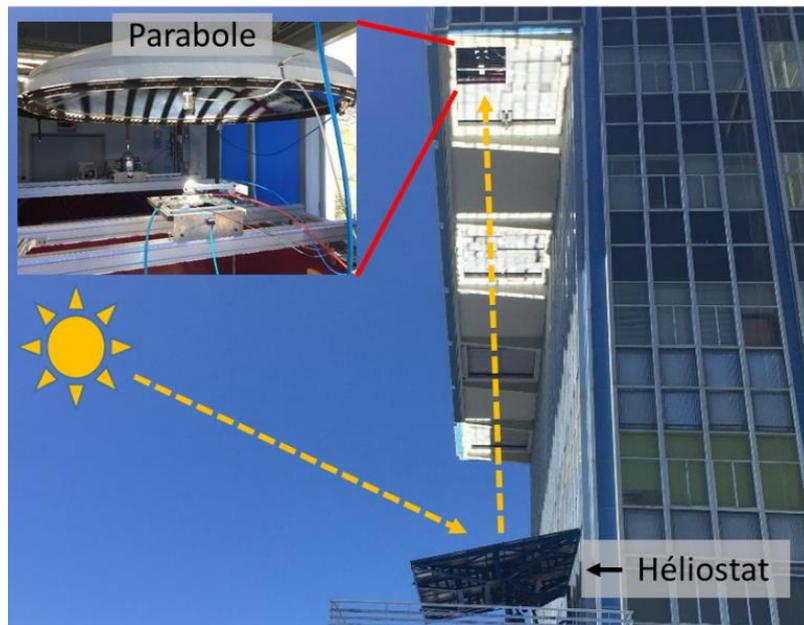


Figure II-2 : Photo générale du dispositif SAAF

La première stratégie visait à appliquer des conditions sévères (flux jusqu'à  $1373 \text{ kW}\cdot\text{m}^{-2}$ ) et constantes pendant une période de 1000 ou 3000 s (voir Figure II-3).

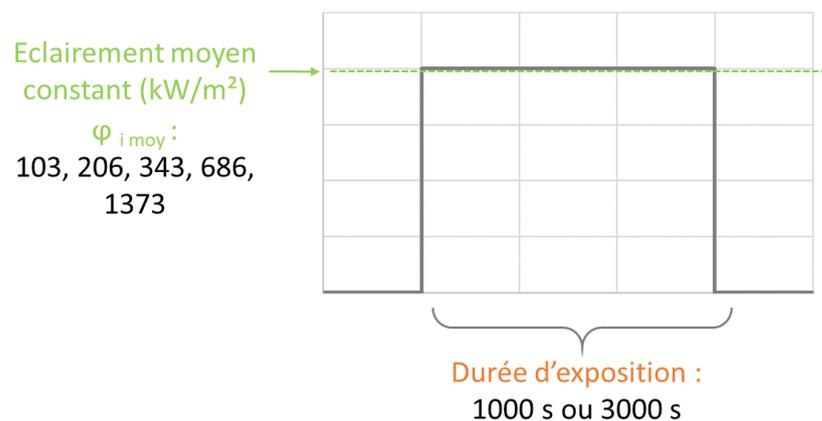


Figure II-3 : Premiers vieillissements accélérés à PROMES – Stratégie 1

La deuxième stratégie visait à appliquer des conditions variables, à travers des cycles plus ou moins rapides (voir Figure II-4).

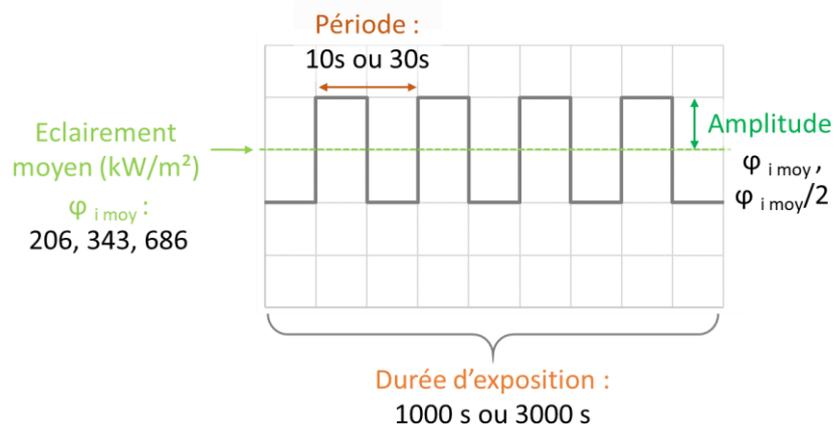


Figure II-4 : Premiers vieillissements accélérés à PROMES – Stratégie 2

Après expérimentation des deux stratégies avec les différents éclairages, périodes, amplitudes et durées d'exposition sélectionnés, les dégradations observées n'étaient pas suffisantes pour pouvoir conclure sur l'efficacité des différents traitements. Il est vraisemblable que les durées d'exposition n'étaient pas assez élevées.

### II.2.2.3. Sandia National Laboratory NSTT (National Solar Thermal Test Facility)

Cette installation de 16 kW (Figure II-5) comporte un héliostat réfléchissant les rayons du Soleil sur une parabole de 6 m de diamètre, avec un facteur de concentration de 5800. Un système d'ouverture de pales permet de gérer la quantité de flux incident sur l'échantillon. Le coefficient de convection en face arrière, estimé à  $200 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ , permet de réguler la température de l'échantillon testé. Des campagnes de vieillissement ont été réalisées avec des cycles faisant varier la température entre  $100^\circ\text{C}$  et  $850^\circ\text{C}$ , et le flux entre 0 et  $600 \text{ kW.m}^{-2}$ , pendant 150 cycles. Pendant ces essais, la vitesse de chauffe a atteint  $130^\circ\text{C.s}^{-1}$  et la vitesse de refroidissement a atteint  $45^\circ\text{C.s}^{-1}$ .



Figure II-5 : Installation de vieillissement au Sandia National Laboratory [54]

#### **II.2.2.4. Comparaison des différents types de cycles**

Le type de cycle réalisé à la Plataforma Solar de Almeria se rapproche de la méthodologie employée pour des cycles isothermes car la variation du flux et de la température se fait lentement (chauffage progressif, pendant 15 minutes, pour arriver à un plateau haut). Les cycles réalisés à PROMES ou à Sandia sont radicalement différents : beaucoup plus courts, mais très agressifs, ils imposent aux échantillons de brusques variations de température et de flux.

### **II.3. Méthodes usuelles de caractérisation thermophysique des matériaux – Etat de l’art**

Il existe différentes méthodes de contrôle non destructif [55] permettant d’estimer les caractéristiques thermophysiques de matériaux telles que la conductivité thermique, la résistance thermique de contact, la diffusivité, l’effusivité.

Les méthodes de la plaque chaude et de la barre sont des méthodes fonctionnant en régime stationnaire. Elles sont donc utilisables pour déterminer la conductivité et les résistances thermiques de contact. A l’aide des mesures de flux et des températures en jeu, la loi de Fourier est employée pour identifier les caractéristiques recherchées.

La diffusivité peut être estimée à partir de méthodes de mesures en régime transitoire, telles que les méthodes photothermiques. L’échantillon à étudier est excité à l’aide d’une source lumineuse. L’évolution de sa température dépend de ses caractéristiques thermophysiques. A l’aide d’un modèle physique adéquat, il est possible de remonter aux caractéristiques recherchées.

Des méthodes ne faisant pas appel à des modèles physiques sont également développées. C’est le cas des outils issus de l’intelligence artificielle comme les réseaux de neurones par exemple. Ces algorithmes, bien qu’ils ne soient pas classiquement utilisés pour cela, permettent, s’ils sont judicieusement entraînés, d’estimer les propriétés de diffusivité et conductivité en exploitant des données expérimentales (chauffage et refroidissement d’un échantillon cylindrique) ou bien d’autres caractéristiques du matériau (porosité, densité, détail des différents composants, etc.).

Le choix de la méthode la plus appropriée se fait notamment en fonction du matériau à caractériser (sa gamme de conductivité, la forme de l’échantillon disponible, etc.). Ci-dessous sont présentées quelques-unes de ces méthodes en régime stationnaire et transitoire.

#### **II.3.1. Régime stationnaire**

##### **II.3.1.1. Plaque chaude gardée**

En régime stationnaire, la méthode la plus employée est celle de la plaque chaude gardée [56–58]. Le modèle considéré est celui de l’application d’un flux de chaleur unidirectionnel sur un échantillon plan d’épaisseur  $ep$ . Un élément chauffant, positionné

entre deux plaques du matériau à caractériser, délivre une puissance surfacique de chauffe  $\phi_c$  constante (Figure II-6). Les plaques extérieures, très conductrices (en cuivre ou aluminium) constituent la source froide. Celle-ci est maintenue à une température fixe à l'aide d'une circulation d'eau issue d'un bain thermostaté. Les différences de température  $\Delta T_1$  et  $\Delta T_2$  de part et d'autre de chaque échantillon sont mesurées. La puissance considérée est directement la puissance issue de l'élément chauffant. La conductivité thermique du matériau est donnée par la relation suivante :

$$\lambda = \frac{\phi_c \cdot ep}{\Delta T_{moy}} \quad \text{Eq. II.4}$$

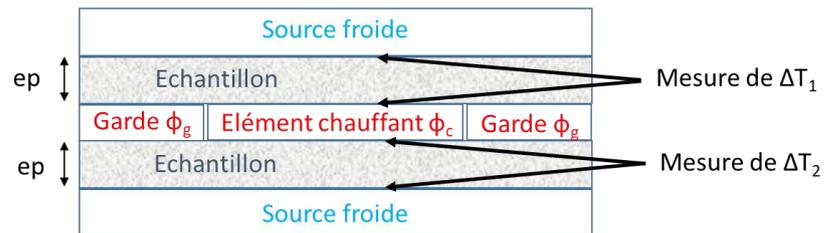


Figure II-6 : Plaque chaude gardée

Cette méthode est bien adaptée à la mesure pour des matériaux isolants car la résistance de contact est négligeable devant la résistance de l'échantillon. D'autre part, la plaque doit être de grande taille (faible épaisseur  $ep$  devant les dimensions des plaques). Enfin, la zone chauffée est entourée d'un anneau de garde dans lequel une résistance fournit un flux permettant de chauffer de façon identique la garde et l'échantillon. Cette disposition permet de respecter l'hypothèse de transfert unidirectionnel. Compte tenu de la configuration et de la gamme de conductivité, il s'agit d'une méthode particulièrement adaptée aux isolants employés dans la construction.

Cette méthode a été normalisée (ISO 8302:1991), ce qui en fait une méthode reconnue, mais sa mise en œuvre doit être particulièrement soignée pour obtenir de bons résultats.

Une alternative, également normalisée (ISO 8301:1991), consiste à positionner un fluxmètre de part et d'autre de l'échantillon à caractériser (Figure II-7). Le flux traversant l'échantillon, à prendre en compte dans le calcul de la conductivité, est égal à la moyenne des flux mesurés (flux entrant  $\phi_1$ , flux sortant  $\phi_2$ ). La conductivité thermique du matériau est alors donnée par la relation suivante :

$$\lambda = \frac{(\phi_1 + \phi_2) \cdot ep}{2 \Delta T} \quad \text{Eq. II.5}$$

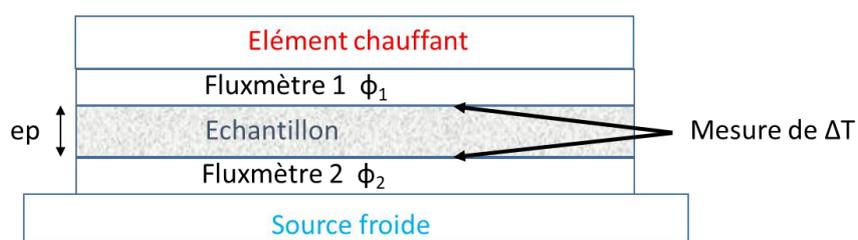


Figure II-7 : Plaque chaude gardée, méthode des fluxmètres

### II.3.1.2. Méthode de la barre

La méthode de la barre fonctionne également en régime stationnaire [59,60]. Applicable aux bons conducteurs, elle nécessite un échantillon dont l'épaisseur est importante devant son diamètre. Par conséquent, les pertes latérales convectives ne sont plus négligeables et sont à prendre en compte dans l'établissement du modèle à l'aide du coefficient de convection  $h$  et de la température extérieure  $T_e$ . Cette technique nécessite l'utilisation d'un fluxmètre (Figure II-8) ou bien d'un échantillon témoin dont les propriétés sont connues. La mesure de la température s'effectue à intervalles réguliers tout au long de la barre de section  $S$  et de périmètre  $p$ . L'équation II.6 est utilisée pour estimer la valeur de la conductivité,  $K$ .

$$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} - \frac{h p}{K S} (T - T_e) = 0 \quad \text{Eq. II.6}$$

Cette méthode est beaucoup moins usitée car sa mise en œuvre est difficile, il est notamment nécessaire de maîtriser le coefficient de convection  $h$  le long de la barre.

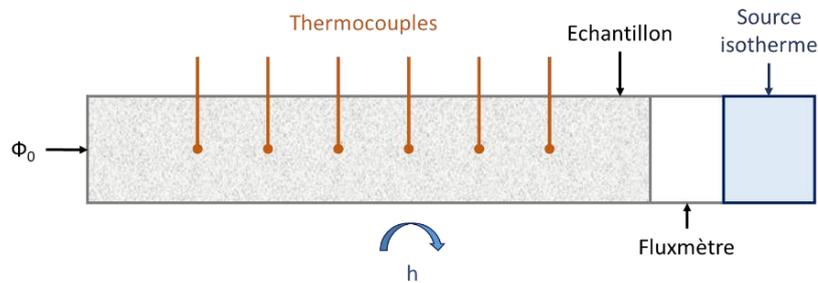


Figure II-8 : Schéma du dispositif de mesure de la barre

## II.3.2. Régime variable

### II.3.2.1. Méthode du fil chaud

Un fil métallique de longueur  $l$  est positionné entre deux échantillons du matériau à caractériser (Figure II-9) ou bien à l'intérieur d'un liquide. Cette méthode [61] est également normalisée (ISO 8894).

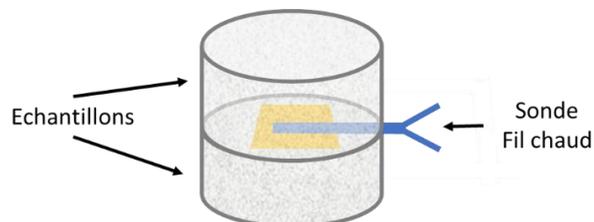
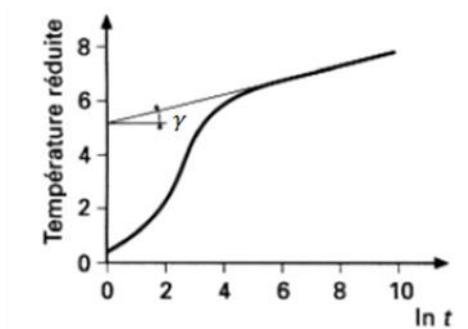


Figure II-9 : Schéma du dispositif de mesure du fil chaud

A l'instant pris pour démarrer l'expérience, on applique une puissance constante  $P_0$  à l'aide du fil chaud. Simultanément, on mesure cette puissance ainsi que la variation de température du fil (Figure II-10). Sur des temps longs, la variation de température est asymptotique à :

$$T(t) = \frac{P_0}{4\pi l K} \ln(t) \quad \text{Eq. II.7}$$



Échelles arbitraires en abscisses et en ordonnées.

Figure II-10 : Méthode du fil chaud, exemple de thermogramme [55]

Ainsi, par analogie avec l'expression précédente et compte tenu de l'angle  $\gamma$ , nous obtenons une estimation de la conductivité (Eq. II.8) :

$$K = \frac{P_0}{4 \pi l \tan \gamma} \quad \text{Eq. II.8}$$

### II.3.2.2. Hot disk

Cette méthode [62], couramment utilisée en laboratoire et dans l'industrie pour mesurer la diffusivité de matériaux, est basée sur la méthode de la source plane transitoire. Elle date des travaux de S.E. Gustafsson [63]. Elle utilise une sonde Hot Disk. Celle-ci est composée d'une résistance sous forme de ruban enroulé en spirale posée sur un support isolant. Elle est positionnée entre deux échantillons du matériau à caractériser (Figure II-11). La résistance permet de produire un flux constant pendant un temps limité. Ainsi, la température du matériau étudié augmente légèrement. La sonde sert également à mesurer cette élévation de température (grâce à l'enregistrement de la variation de la résistance électrique).

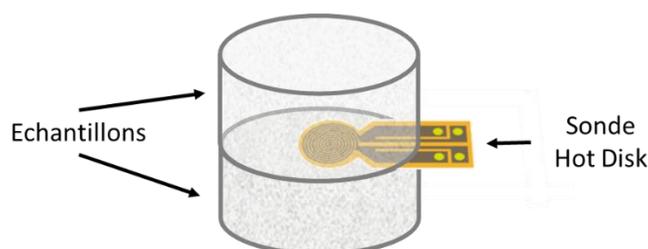


Figure II-11 : Schéma du dispositif de mesure Hot Disk

### II.3.2.3. Méthode photothermique associée aux méthodes inverses

Un échantillon plan cylindrique est soumis à une excitation en face avant ( $x=0$ ), Figure II-12. La réponse en température est étudiée en face avant ou en face arrière ( $x=ep$ ). Plusieurs configurations de cette expérience existent. Il est possible d'utiliser un signal impulsionnel (Dirac de densité de flux uniforme), comme c'est le cas pour la méthode dite « flash » [64]. Dans ce cas, la température est enregistrée sur un laps de temps très court. Il est également possible d'utiliser des signaux plus longs mais moins intenses qui permettent de ne pas détériorer les matériaux fragiles [65], tels que des signaux constants ou périodiques.

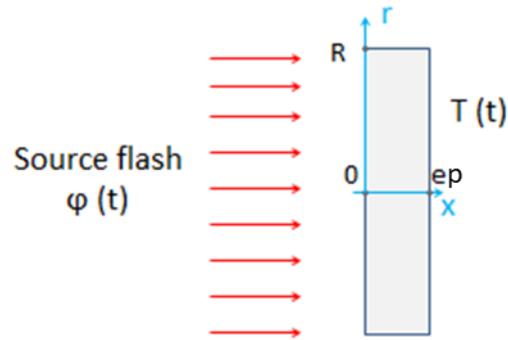


Figure II-12 : Schéma de la méthode flash face arrière

Les mesures issues de cette expérience peuvent être exploitées et interprétées à l'aide de méthodes inverses, afin d'estimer les propriétés thermophysiques de différents matériaux. Pour cela, un modèle et un algorithme d'estimation doivent être développés en fonction de la configuration : type de matériaux, caractéristiques recherchées, type de signal.

Plusieurs modèles existent pour déterminer les caractéristiques de l'échantillon. Par exemple, pour la méthode flash, si l'on considère que l'échantillon est parfaitement isolé en dehors de l'impulsion, le modèle de W. J. Parker [66] nous donne l'expression ci-dessous (Eq. II.9).

$$T(t, x = ep) = \frac{Q}{\rho c_p ep} \left[ 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \exp\left(\frac{-n^2 \pi^2 a t}{ep^2}\right) \right] \quad \text{Eq. II.9}$$

L'identification de paramètres est ensuite issue de la comparaison entre le modèle et les résultats expérimentaux à l'aide d'un algorithme d'estimation visant à minimiser la différence entre les mesures et les valeurs du modèle (Figure II-13).

La Figure II-14 (a et b) montre un exemple de réponse expérimentale en bleu (issu en réalité d'une simulation bruitée du modèle) et la réponse du modèle en rose. À gauche, à l'état initial, des paramètres différents des valeurs recherchées sont utilisés dans le modèle. Ces valeurs servent de conditions initiales à l'algorithme d'estimation. Celui-ci parvient à s'approcher du comportement expérimental après plusieurs itérations et donc à retrouver les paramètres souhaités.

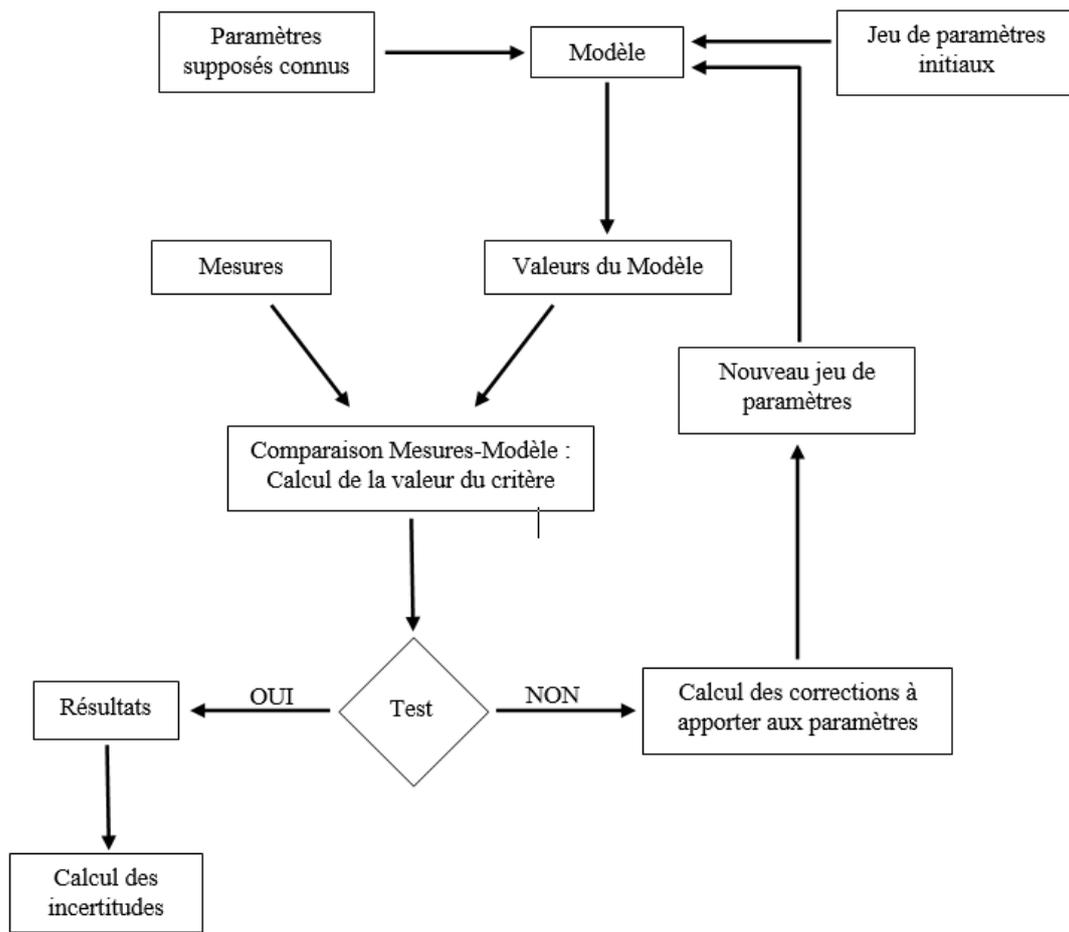


Figure II-13 : Logigramme d'un algorithme de minimisation [67]

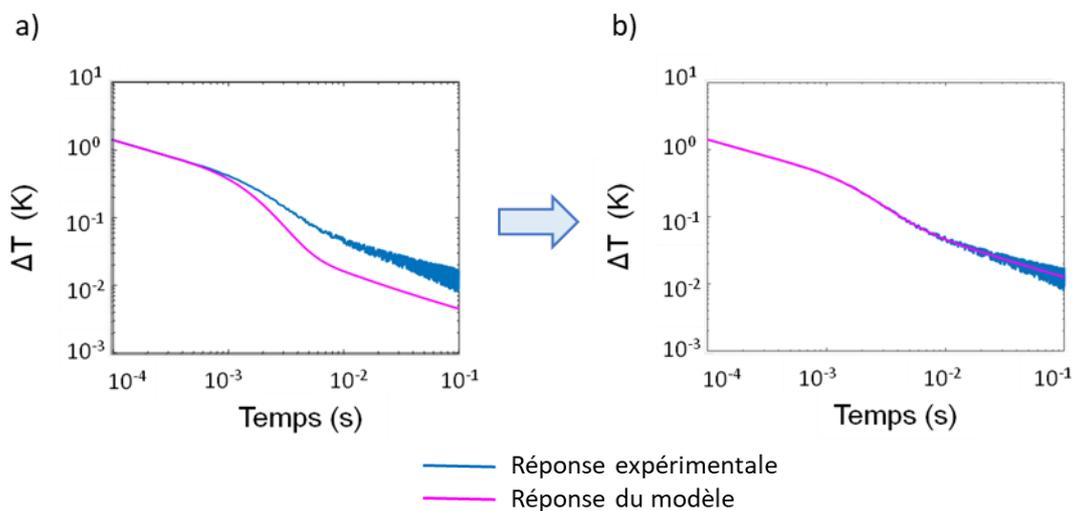


Figure II-14 : Exemple d'identification de paramètres à l'aide des méthodes inverses

Les principales difficultés de ces méthodes proviennent du fait que les problèmes sont souvent « mal posés ». C'est le cas lorsque les observations expérimentales ne permettent pas de déterminer correctement l'influence des différents paramètres recherchés, ou bien lorsque l'on recherche plusieurs paramètres linéairement dépendants, comme la conductivité thermique et la diffusivité.

### II.3.3. Outils de l'intelligence artificielle

Les outils de l'intelligence artificielle ont été utilisés dans de nombreux travaux pour la caractérisation thermique de solides ou de liquides. Nous présenterons ici des travaux utilisant les réseaux de neurones, ainsi que les réseaux neuro-flous. Nous finirons par les premiers travaux réalisés à PROMES alliant les outils de l'intelligence artificielle (avec les deux types de réseaux précités) et l'expérience photothermique.

#### II.3.3.1. Réseaux de neurones artificiels

Les réseaux de neurones artificiels (RNA) sont des structures connexionnistes qui établissent un lien mathématique entre des entrées (choisies par l'opérateur) et des sorties (les propriétés recherchées). Pour établir de tels réseaux, une phase d'apprentissage est nécessaire : des exemples dont le couple « entrées/sorties » est connu sont exploités afin de fixer les paramètres du réseau permettant d'obtenir une erreur d'estimation des sorties acceptable. Les entrées peuvent être de différents types tant que l'information apportée est pertinente. Ceci signifie que les propriétés que l'on souhaite estimer doivent être sensibles aux entrées. Autrement dit, deux matériaux aux propriétés distinctes auront deux entrées différentes et inversement (si deux matériaux ont deux entrées différentes, leurs propriétés seront distinctes). Dans les deux dernières décennies, les réseaux de neurones ont été utilisés dans de nombreuses études visant à estimer certaines propriétés de différents matériaux, à l'aide de données très variées. Quelques-unes de ces études sont présentées ci-dessous afin de montrer un bref aperçu des différentes possibilités.

Les réseaux de neurones ont été utilisés dans les travaux de B. Czél [68] pour l'estimation simultanée de la capacité calorifique et de la conductivité en fonction de la température. La méthode BICOND (BI : estimation de deux propriétés simultanément, COND : conductivité) est utilisée. Un échantillon cylindrique (Figure II-15) est positionné autour d'un premier tube (nommé *core*) dans lequel est inséré un thermocouple et est entouré d'un second tube (nommé *shield*) dans lequel est positionné un second thermocouple. Ces tubes sont très conducteurs afin de mesurer précisément l'évolution de la température du matériau étudié. Tout d'abord, l'échantillon est chauffé jusqu'à ce qu'il atteigne un régime permanent. L'enregistrement des données (températures du thermocouple à l'intérieur et à l'extérieur) démarre lorsque débute le refroidissement de l'échantillon par circulation d'air.

Ces travaux se sont basés sur une très grande quantité d'exemples, entre 1000 et 8000 pour l'entraînement et 100 exemples pour le test du réseau. Pour réaliser cette base de données conséquente, un modèle physique préexistant, correspondant à l'expérience, a été utilisé (avec l'ajout d'un bruit de mesure artificiel). Les réseaux testés ont utilisé le perceptron multicouche et un entraînement via rétro-propagation de l'erreur (cf. chapitre V). Des erreurs de 1 % environ ont été obtenues, ce qui est extrêmement encourageant. Cependant, cette méthode comporte deux inconvénients. Le premier est que la forme de l'échantillon n'est pas toujours facile à réaliser selon les échantillons. Le deuxième, et plus

important, est que les exemples utilisés sont issus de simulations. Une étape de validation avec des données expérimentales serait donc nécessaire.

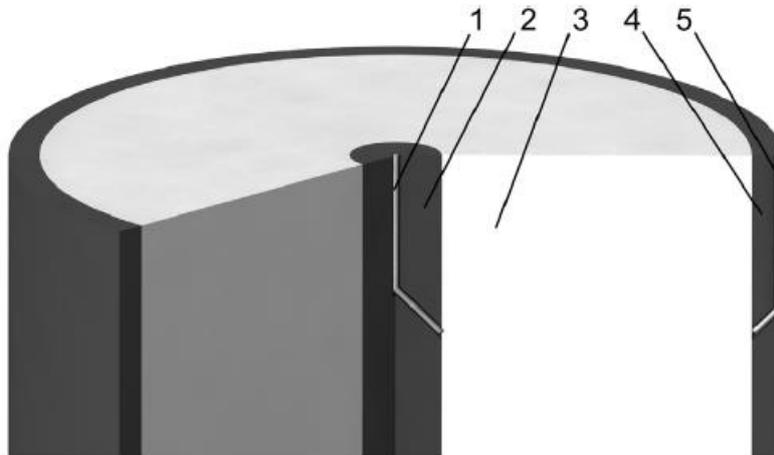


Figure II-15 : Dispositif BICOND de mesure de l'échantillon [68] : 1 - thermocouple intérieur, 2 - tube intérieur (core), 3 - échantillon, 4 - tube extérieur (shield), 5 - thermocouple extérieur

Dans les travaux de R. Singh [69], le même type de réseau est utilisé mais les matériaux étudiés ainsi que les entrées employées sont tout à fait différents. Ces travaux visent à estimer la conductivité thermique effective de matériaux poreux (tels que le sable ou la brique pilée) utilisés dans la construction de bâtiments, baignés dans différents liquides (tels que l'eau). Les entrées des réseaux de neurones réalisés sont les conductivités des différents matériaux composant l'ensemble de l'échantillon (air, liquide, matériau), ainsi que leur répartition volumique. L'unique sortie est la conductivité thermique effective de l'ensemble, elle est obtenue avec une erreur entre 0 et 10 % selon les mélanges réalisés et les fonctions d'entraînement choisies (Levenberg-Marquardt, gradient conjugué, etc...). Ces résultats sont très intéressants, mais sont limités à un type restreint de matériaux (ceux de la construction) utilisés en mélange avec des liquides.

### II.3.3.2. Réseaux neuro-flous

Les réseaux neuro-flous sont des réseaux qui allient la faculté d'apprentissage des réseaux de neurones et la logique floue. Cette dernière permet d'intégrer l'intuition de l'expérimentateur à travers la création de différentes classes d'appartenance. On dit alors que l'on utilise la connaissance experte de celui-ci.

Ce type de réseaux a été utilisé dans le cadre de l'estimation de la conductivité de roches [70,71]. Un réseau ANFIS (Adaptive Neuro-Fuzzy Inference System) a été développé. Quatre données propres aux roches et ayant une influence sur la conductivité, sont considérées en entrée : la vitesse des ondes P (ondes longitudinales de compression) directement proportionnelle à la conductivité des roches, la porosité, la densité, la résistance à la compression uniaxiale (UCS). D'excellents résultats ont été trouvés, avec des erreurs inférieures à 0,5 %. La comparaison avec un réseau de neurones artificiels a montré de moins bons résultats pour ce dernier (erreurs de l'ordre de 2 %).

Ces approches ont également été étudiées pour l'estimation de la conductivité de nanofluides eau-alumine [72]. Trois données d'entrée ont été utilisées : la concentration en nanoparticules du fluide, sa température et la taille des nanoparticules. Les résultats montrent des erreurs maximales autour de 3 %.

### **II.3.3.3. Outils de l'IA associés à une expérience photothermique**

Les réseaux de neurones artificiels et les réseaux neuro-flous ont été utilisés en exploitant, en guise de données d'entrée, des mesures issues d'une expérience photothermique. Les propriétés visées en sortie étaient la diffusivité et la conductivité thermique.

Pour cela, un signal PRBS (Pseudo-Random Binary Sequence) a été choisi afin d'exciter un échantillon. Ce type de signal est un bon compromis entre l'utilisation d'un signal impulsionnel et d'un signal périodique. Il permet de traiter des matériaux fragiles contrairement au signal impulsionnel où la grande quantité d'énergie déposée sur une courte durée peut endommager le revêtement. Sa mise en pratique est plus rapide que celle d'un signal périodique, qui ne permet d'explorer qu'une seule fréquence à la fois et pour lequel il est nécessaire d'attendre l'établissement du régime permanent. Suite à l'excitation de l'échantillon, l'évolution de la température à sa surface est enregistrée. A partir de la réponse complète d'un échantillon à un signal PRBS, il est possible de retrouver la réponse de ce même échantillon à un signal impulsionnel à l'aide d'un réseau de neurones récurrent ou d'un réseau ANFIS [73]. La réponse ainsi obtenue est alors utilisée pour retrouver la diffusivité à l'aide des méthodes inverses présentées ci-dessus.

La réponse au PRBS a également été utilisée directement pour estimer les propriétés des matériaux, sans passer par la reconstruction de la réponse au signal impulsionnel. A l'aide d'un modèle physique adéquat, une base de données d'exemples issus de simulations numériques a pu être créée. Celle-ci a été utilisée pour entraîner et tester des réseaux de neurones parallèles (l'un pour la diffusivité, l'autre pour la conductivité) [74]. Des erreurs d'estimation entre 5 et 7 % ont été trouvées. Des réseaux neuro-flous parallèles ont également été développés [75], pour lesquels des erreurs entre 4 et 7 % ont été obtenues.

Dans le cadre de cette thèse, cette approche visant à associer l'expérience photothermique avec les réseaux de neurones est poursuivie avec l'introduction d'une base de données expérimentales.

## **II.4. Conclusion**

Dans cette première partie, nous avons tout d'abord présenté la notion de vieillissement, avec les principaux facteurs de vieillissement (tels que la température, l'humidité) et les mécanismes de vieillissement associés (tels que la corrosion, la délamination). Puis, nous avons exposé les propriétés des récepteurs pouvant être influencées par le vieillissement : propriétés radiatives, thermophysiques et mécaniques. Par la suite, seule l'évolution des propriétés radiatives des échantillons vieillis sera étudiée. Le

suivi des propriétés thermophysiques ne pouvait pas être réalisé dans le temps imparti avec les échantillons à notre disposition ; les propriétés mécaniques ne font pas partie du champ de cette thèse.

Nous avons également présenté un état de l'art du vieillissement des matériaux récepteurs. L'une des méthodes les plus employées est le procédé isotherme, or ceci ne permet pas de tester la résistance aux variations subies en conditions réelles de fonctionnement. Le vieillissement sous haut flux solaire concentré fait intervenir des variations rapides et importantes du rayonnement incident ainsi que de la température. Certaines installations existantes ont été exposées. Le dispositif SAAF utilisé dans la présente étude sera plus largement détaillé par la suite (chapitre III).

Enfin, puisque l'un des objectifs de ces travaux est de développer une nouvelle méthode d'estimation des propriétés thermophysiques, nous avons exposé les méthodes existantes. Celles-ci présentent un inconvénient majeur : elles ne permettent pas de mesurer simultanément la conductivité thermique et la diffusivité. De plus, chacune est spécifique à un type de matériaux (isolant, conducteur...). Des méthodes faisant appel aux outils de l'intelligence artificielle tels que les réseaux de neurones sont de plus en plus étudiées. Cependant, la validation de celles-ci à l'aide de données expérimentales est peu présente dans la littérature. C'est pourquoi le développement d'une nouvelle méthode ainsi que sa validation expérimentale sont étudiés dans le cadre de ce projet de recherche (chapitre V).

## **Chapitre III. CAMPAGNES DE VIEILLISSEMENT ACCELERE**

---

Le vieillissement des matériaux destinés aux récepteurs des centrales CSP n'étant pas normalisé, les profils de cycle utilisés dans cette étude sont déterminés de manière empirique. Ces cycles sont appliqués sur différents échantillons composés d'un substrat et d'un revêtement ; ceux-ci sont présentés dans la première partie de ce chapitre. Puis, le banc expérimental utilisé pour réaliser le vieillissement est détaillé dans la deuxième partie. Enfin, les différentes expériences menées sont décrites dans la troisième partie. Les deux premières campagnes ont été conduites afin de mettre en avant l'influence de la durée des cycles ainsi que le niveau de flux appliqué. Celles-ci sont complétées par des expériences supplémentaires faisant varier d'autres facteurs de vieillissement tels que la température de l'échantillon et l'humidité ambiante, réalisées en interne ou bien par l'un des partenaires du programme RAISELIFE. Une dernière campagne permet d'étudier l'influence du protocole de recuit sur la tenue des propriétés radiatives au cours du vieillissement.

### **III.1. Présentation des matériaux pour récepteurs étudiés**

#### **III.1.1. Substrats**

Les récepteurs de centrales solaires à tour sont souvent en alliage métallique, résistant aux fortes sollicitations thermo-mécaniques, ou en céramique. Les matériaux Inconel, à base de nickel, considérés comme des super-alliages, sont particulièrement avantageux dans ce domaine. En effet, comparés à des alliages plus classiques à base de fer, ils sont particulièrement résistants, notamment à la corrosion et aux températures élevées. Les matériaux Haynes, de même type, sont également prometteurs.

Dans le cadre de cette étude et du programme européen RAISELIFE, des substrats en Inconel 617 et en Haynes 230 sont adoptés. Ceux-ci peuvent être utilisés pour des récepteurs employant des sels fondus. Conformément aux préconisations des partenaires du programme en charge de l'élaboration des revêtements sur ces substrats, nous considérons une température maximale de l'échantillon de 700°C et un flux solaire maximal de 750 kW.m<sup>-2</sup>. D'autres alliages, à base de fer, sont étudiés : le T91, le VM12 et le T22. Ceux-ci peuvent être employés pour des récepteurs exploitant de la vapeur saturée. Un récapitulatif des matériaux est présenté dans le Tableau III-1, comprenant les compositions, la nature des fluides caloporteurs associés et les conditions maximales de fonctionnement en flux et température.

Substrat	T22	T91	VM12	Inconel 617	Haynes 230
Principaux éléments du substrat	Alliage Fer, Chrome (2 %) Molybdène (1 %)	Alliage Fer, Chrome (9 %) Molybdène (1 %)	Alliage Fer, Chrome (12 %)	Nickel : 44 % Chrome : 20 %	Nickel : 57 % Chrome : 22 %
Type de fluide caloporteur de la centrale	Vapeur saturée			Sels fondus	
Température maximale (°C)	600	650		700	
Flux maximal (kW.m <sup>-2</sup> )	600	500		750	

Tableau III-1 : Composition des substrats et conditions d'utilisation

### III.1.2. Nouveaux revêtements étudiés

Le dépôt d'un revêtement sur un substrat permet d'améliorer les propriétés radiatives du récepteur et ainsi augmenter la quantité d'énergie absorbée et transmise au fluide caloporteur. Dans le cadre de cette thèse, trois nouveaux revêtements (dont un sélectif) et un revêtement protecteur (utilisé en combinaison avec les autres) sont étudiés (Figure III-1 ). Leur élaboration n'a pas fait partie de cette thèse ; ils ont été réalisés par les partenaires du programme RAISELIFE. Pour des raisons de confidentialité, les détails concernant leur composition et leur fabrication ne peuvent être présentés ici. Seule la structure globale nous est connue. En complément, un revêtement usuel, la peinture Pyromark® (**revêtement P**), a été déposé sur le substrat T91 afin d'étudier un échantillon de référence.

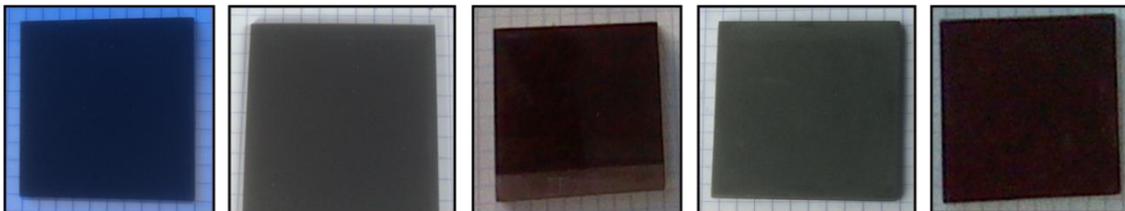


Figure III-1 : (de gauche à droite) revêtement B (BSI), I+B (Inta + BSI), F (Fraunhofer), D (Dechema), P (Pyromark®)

Parmi les revêtements nouveaux, deux sont non-sélectifs. L'un, réalisé par le partenaire industriel Bright Source (**revêtement B**), est une peinture céramique appliquée par vaporisation. L'autre, réalisé par Dechema (**revêtement D**), est une diffusion multi-métallique de chrome et de manganèse essentiellement, déposée par un procédé de cémentation. Plusieurs campagnes de vieillissement ont été réalisées dans le cadre de cette thèse. Lors de la deuxième, un revêtement alliant ces deux procédés a également été testé (revêtement B déposé sur le revêtement D).

L'un des nouveaux revêtements est sélectif. Il est élaboré par Fraunhofer (**revêtement F**). Il est composé d'une couche métallique réfléchissante dans l'infrarouge, d'une couche cermet absorbante, d'une couche anti-réfléchissante (AR) et de couches de séparation et d'adhésion intermédiaires (Figure III-2). Il est déposé par pulvérisation

magnétron (« magnetron sputtering ») sur le substrat poli. Le polissage est une étape importante et contribue à obtenir une faible émissivité de l'échantillon.

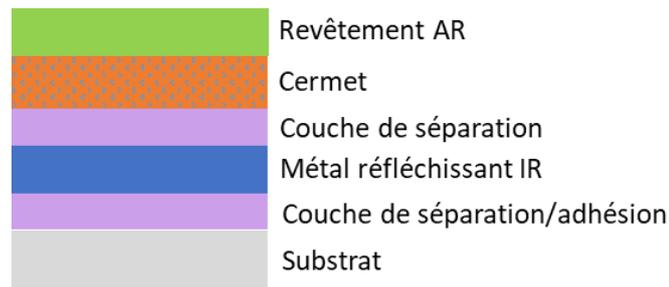


Figure III-2 : Structure du revêtement sélectif F

Enfin, une couche protectrice est également testée. Celle-ci est réalisée par INTA (**revêtement I**). Il s'agit d'un dépôt aluminisé qui a pour fonction de protéger le substrat de la corrosion. Ce revêtement est une couche positionnée entre le substrat et le revêtement final. Il a été testé en association avec le revêtement B depuis la première campagne et avec le revêtement F lors de la deuxième campagne.

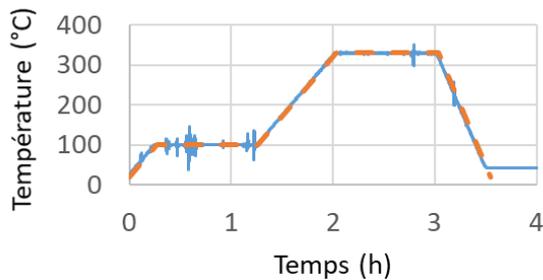
### III.1.3. Nouvelle méthode de recuit solaire

Au-delà de la composition et de l'agencement des couches du revêtement, la réalisation du revêtement conformément à une procédure adaptée est une étape cruciale pour obtenir les propriétés attendues. La dernière étape avant de pouvoir utiliser un échantillon sur lequel un revêtement a été déposé est le recuit. Celui-ci, habituellement réalisé dans un four, consiste à exposer la pièce à un profil de température prédéterminé pendant plusieurs heures afin de finaliser la fixation des couches supérieures sur le substrat. Au cours du recuit, un changement de structure cristalline ou des changements de phases peuvent également avoir lieu sous l'effet des hautes températures, permettant ainsi de modifier les propriétés du revêtement jusqu'à obtenir les caractéristiques finales désirées.

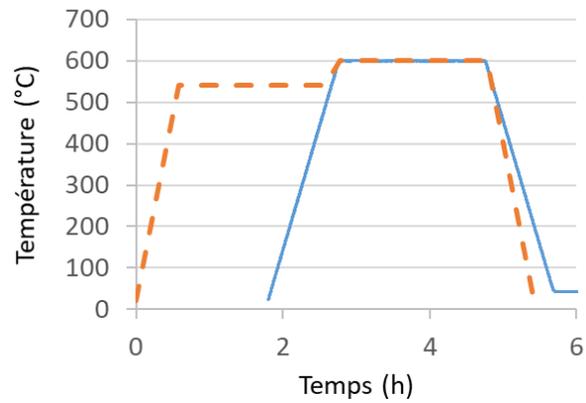
Dans le cadre de cette thèse, nous avons réalisé, sur quatre échantillons, un recuit solaire pour remplacer le recuit traditionnel au four. Le profil théorique initial fourni par les partenaires nécessite plus de 7 heures de Soleil, celui-ci a donc été scindé en deux afin d'être réalisable en deux journées distinctes. Le profil théorique final (déterminé en accord avec le fabricant du revêtement) ainsi que le profil expérimental que nous avons obtenu sont représentés dans la Figure III-3. On remarque tout d'abord que le profil expérimental de température ne suit pas toujours précisément la consigne théorique. Dans la première phase (présentée dans la Figure III-3 a), ceci peut être dû à la qualité de l'ensoleillement. L'ajustement de la température à l'aide de la variation du flux n'anticipe pas la variation de l'éclairement solaire. Donc, lorsque le DNI est variable pour cause de passages nuageux, le flux incident est corrigé juste après une chute ou une augmentation de la température du revêtement. D'autre part, on remarque que, lors de la deuxième phase (Figure III-3 b), la première étape à 550°C n'a pas été réalisée. Cela s'est reproduit pour les quatre échantillons traités. Cette erreur doit être due à un problème de pilotage que nous n'avons pas pu régler

dans le temps imparti (les échéances du programme européen étant réparties au cours de la durée du projet). Nous avons tout de même procédé par la suite au vieillissement de ces échantillons afin de mettre en évidence les conséquences de ce défaut de recuit.

a) Phase 1



b) Phase 2



— Profil expérimental      - - - Profil théorique

Figure III-3 : Recuit du revêtement B sur substrat Inconel 617 ou Haynes 230 - Profil théorique en four comparé au profil expérimental réalisé

### III.1.4. Bilan des combinaisons substrat/revêtement étudiées dans les différentes campagnes et détail des échantillons

#### III.1.4.1. Enchaînement des campagnes de vieillissement

Deux campagnes principales ont été menées à bien pour le programme européen. Celles-ci diffèrent par leur profil de vieillissement, en particulier par la période et le flux incident. Une quinzaine de matériaux distincts ont été testés pour chacune de ces campagnes. Puis, une campagne « post-recuit solaire » a été réalisée en se basant sur le profil de la campagne 1. Enfin, tout au long du projet, des tests supplémentaires ont été réalisés sur quelques échantillons en vue de mettre en avant l'influence de plusieurs facteurs de vieillissement. L'ensemble des tests est récapitulé dans la Figure III-4 et sera détaillé dans la partie III.3.



Figure III-4 : Présentation des différentes campagnes réalisées

### III.1.4.2. Combinaisons substrat/revêtement

Chaque revêtement est déposé sur certains des substrats présentés ci-dessus (III.1.1.). Les Tableaux III-2 et Tableau III-3 récapitulent les échantillons mis à notre disposition dans le cadre du programme, au cours des différentes campagnes de vieillissement réalisées. Les bilans issus de la première campagne ont permis de déterminer les échantillons les plus intéressants à tester lors de la deuxième (en vert dans le Tableau III-2). Pour cela, l'ensemble des tests de tous les partenaires a été pris en compte. Dans ce document, seuls sont présentés les résultats liés au vieillissement accéléré sous haut flux solaire concentré. De nouvelles combinaisons de revêtement ont également été testées lors de la deuxième campagne (en orange dans le tableau). La campagne « post-recuit solaire », dont les échantillons sont récapitulés dans le Tableau III-3, consiste en un ensemble de vieillissements réalisés sur des échantillons ayant bénéficié d'un recuit solaire (voir III.1.3.).

		Revêtements						
		P	B	I+B	D	D+B	F	I+F
Substrats	T91	1, 2	1, 2	1, 2	1, 2	x	1, 2	2
	VM12	x	1	1, 2	1, 2	2	1	x
	T22	x	1	1	1	x	1	x
	Inconel 617	x	1, 2	x	1, 2	x	1, 2	2
	Haynes 230	x	2	x	x	x	x	x

Tableau III-2 : Récapitulatif des échantillons testés lors des campagnes 1 et/ou 2

		Revêtements terminés par recuit solaire		
		B <sub>1</sub>	B <sub>2</sub>	B <sub>3</sub>
Substrats	Inconel 617	√	x	x
	Haynes 230	√	√	√

Tableau III-3 : Récapitulatif des échantillons recuits et vieillis lors de la campagne « post-recuit solaire »

On remarque dans le Tableau III-2 que le Pyromark® n'a été appliqué que sur le T91. Notre demande de substrats non revêtus, avec pour objectif de comparer les nouveaux revêtements à une référence, a été faite après le début du programme. Les différents types de substrats ont été fabriqués en quantité limitée, c'est pourquoi seul le T91 a pu nous être fourni non revêtu par les partenaires.

Le substrat T22 a été abandonné après la première campagne suite à des performances globales moins bonnes sur certains des tests.

D'autre part, la société Bright Source s'apprête à utiliser son revêtement (B) associé au substrat Haynes 230 dans de futures centrales à visée commerciale. C'est pourquoi cette combinaison a été ajoutée à l'étude lors de la deuxième campagne.

Enfin, suite aux résultats obtenus lors de la première campagne et après concertation de tous les partenaires, la combinaison du revêtement sélectif F avec la couche protectrice I a également été envisagée pour la deuxième campagne.

### III.1.4.3. Dimensions des échantillons étudiés

Les échantillons sont plans et carrés conformément au format acceptable par le dispositif de vieillissement (voir III.2). Ils ont été fournis par les partenaires du programme, nous n'avons donc pas eu la possibilité de standardiser leurs dimensions. Deux tailles différentes étaient disponibles : 50 mm de côté pour les échantillons avec les substrats T91, T22, Inconel 617 et Haynes 230, contre 30 mm de côté pour les échantillons avec le substrat VM12.

Pour la première campagne, les épaisseurs des substrats n'étaient pas les mêmes pour les différentes combinaisons substrat/revêtement. Les épaisseurs sont répertoriées dans le Tableau III-4. Pour la deuxième campagne, l'épaisseur était d'environ 2 mm pour tous les échantillons.

		Revêtements			
		B+I	B	D	F
Substrats	T91	3 mm			6mm
	T22				
	VM12				
	Inconel 617	x	1 mm		

Tableau III-4 : Récapitulatif des épaisseurs des échantillons de la première campagne

## III.2. Dispositif de vieillissement SAAF – Solar Accelerated Aging Facility

Le dispositif a été conçu et utilisé lors de la thèse d'A. Boubault [53], puis modifié et utilisé lors de la thèse de Y. Lalau [76]. Lors de la présente thèse, quelques améliorations ont été apportées.

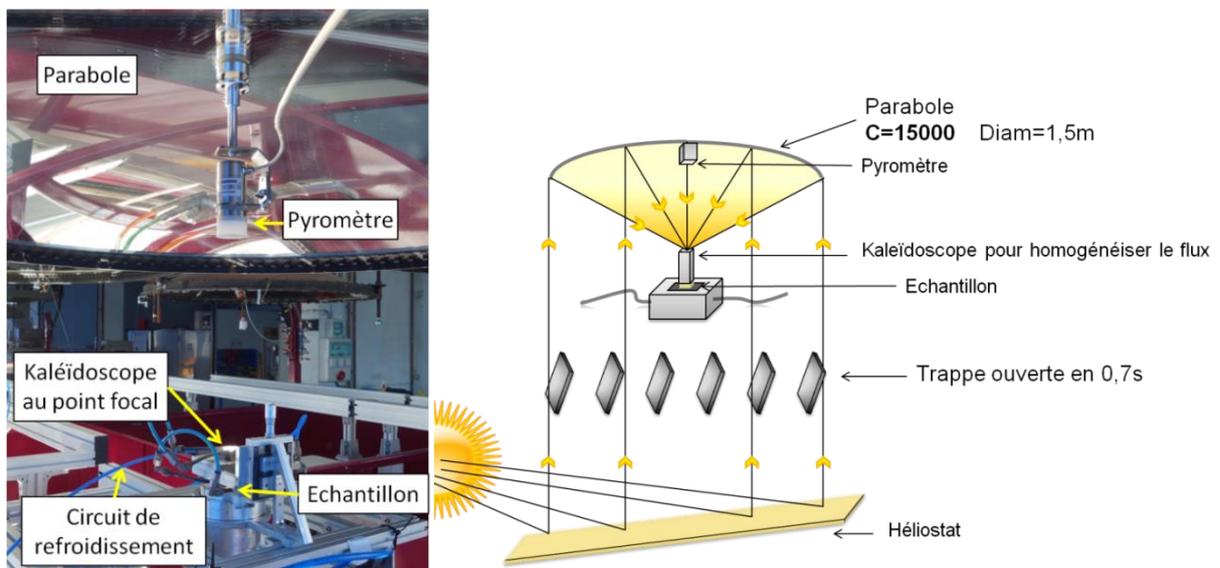


Figure III-5 : Principe du dispositif SAAF

Le dispositif (Figure III-5) consiste en un héliostat qui réfléchit les rayons du Soleil sur une parabole. Celle-ci concentre le flux en son point focal. Un kaléidoscope placé en ce point permet d'obtenir un flux homogène en sortie, sur l'échantillon. La température du

revêtement est mesurée à l'aide d'un pyromètre « solarblind » (captant le rayonnement à  $5 \mu\text{m}$ ). Elle est régulée à l'aide d'un circuit de refroidissement à l'arrière de l'échantillon. Le flux est contrôlé à l'aide de l'ouverture et de la fermeture de l'obturateur situé entre l'héliostat et le porte-échantillon, à partir de la mesure du DNI (Direct Normal Irradiation) via un pyrhéliomètre.

Les différents composants du dispositif sont détaillés ci-après.

### III.2.1. Pyrhéliomètre

Cet appareil fait partie de la station météo du laboratoire PROMES, à Odeillo. Il est utilisé pour mesurer l'éclairement énergétique solaire direct perpendiculaire. Il s'agit du rayonnement provenant de l'angle solide du disque solaire uniquement et frappant une surface perpendiculaire à l'axe de cet angle solide. Le suivi est réalisé tout au long de la journée, avec un enregistrement toutes les secondes entre 5 h et 19 h. La donnée recueillie, le DNI, nous est utile pour contrôler le flux que l'on souhaite appliquer à l'échantillon conformément à notre procédure de vieillissement accéléré.

### III.2.2. Héliostat

L'héliostat est situé au deuxième étage, sous le décrochage du bâtiment qui abrite la parabole SAAF et qui sert à faire contre-poids au grand four solaire situé sur la face Nord du bâtiment. Ce miroir plan mesure  $20 \text{ m}^2$  et suit automatiquement la course du Soleil au cours de la journée afin que les rayons soient réfléchis sur la parabole.

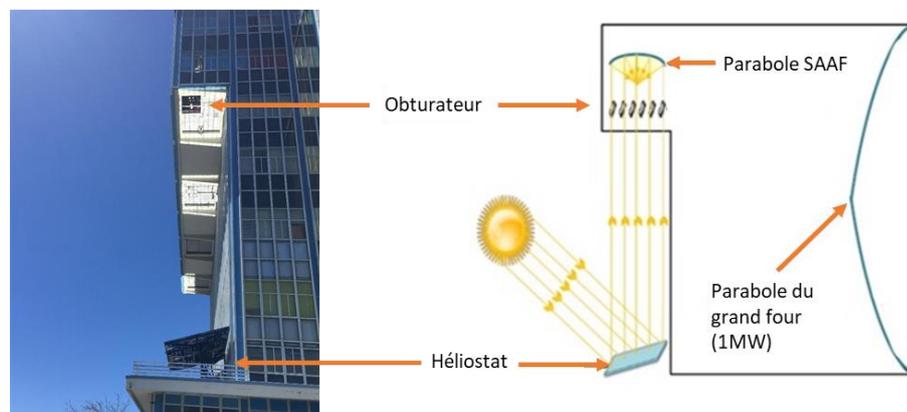


Figure III-6 : Positionnement de l'héliostat dans le dispositif SAAF

### III.2.3. Parabole

Elle permet de concentrer le rayonnement en provenance de l'héliostat. Elle a un diamètre de  $1,5 \text{ m}$  et a un facteur de concentration de  $15000$ . Une puissance de  $0,9 \text{ kW}$  est obtenue à son point focal.

### III.2.4. Kaléidoscope

Il est positionné au point focal de la parabole et a pour fonction l'homogénéisation du flux à sa sortie. Pour cela, il est réalisé avec un matériau réfléchissant. Initialement conçu en cuivre avec un dépôt intérieur aluminisé, le kaléidoscope a été amélioré pour cette thèse. Réalisé en aluminium poli, il peut régulièrement être démonté et poli à nouveau en interne. Il n'est donc plus nécessaire de faire appel à un prestataire pour déposer un nouveau revêtement. Ceci permet de conserver ses propriétés réfléchissantes à des valeurs élevées (réflectance supérieure à 66 %). Les dimensions initiales ont été conservées, à savoir une hauteur de 60 mm et une ouverture carrée de 20 mm de côté. Ce rapport 1/3 entre la hauteur et la largeur est fréquemment utilisé dans ce genre de dispositif, il permet une bonne homogénéisation du flux tout en limitant les pertes d'énergie par absorption lors des multiples réflexions sur les parois. Compte tenu de l'ouverture du kaléidoscope, un seul échantillon à la fois peut être placé sur le banc expérimental. Le graphique de la Figure III-7 représente le profil d'éclairement en entrée et en sortie du kaléidoscope. On remarque la répartition normale du flux solaire en entrée, c'est-à-dire au point focal de la parabole, et la répartition homogénéisée en sortie, après réflexions sur l'aluminium poli. Les parois sont refroidies par eau (Figure III-8) afin de ne pas être endommagées par le rayonnement concentré.

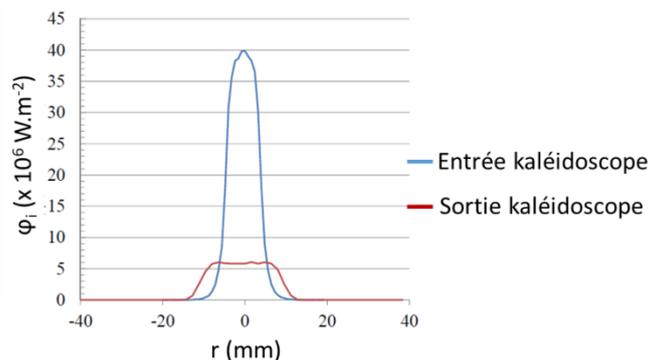


Figure III-7 : Profils de l'éclairement en entrée et en sortie du kaléidoscope (illustration [53])

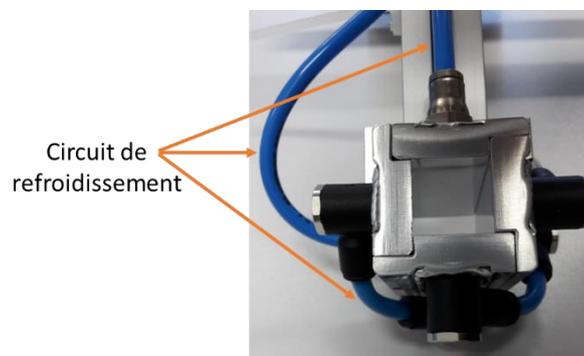


Figure III-8 : Photo du kaléidoscope et de son circuit de refroidissement à eau

### III.2.4. Porte-échantillon

Il permet de maintenir l'échantillon fixé sous le kaléidoscope à l'aide d'une bride en acier inoxydable et d'assurer son refroidissement par l'arrière. Un joint d'étanchéité est positionné entre l'échantillon et son support. Ainsi, on peut utiliser un refroidissement à air ou à eau. Un débit d'air variant entre 0 et  $6 \text{ g.s}^{-1}$  selon les échantillons, avec une pression comprise entre 0 et 2 bars, s'avère suffisant pour traiter les échantillons de la présente étude selon le protocole établi.

Suite aux chocs thermiques répétés subis lors du vieillissement accéléré, le porte-échantillon initialement en Macor a été endommagé, des fissures se sont formées. Un nouveau porte-échantillon a alors été réalisé en alumine.

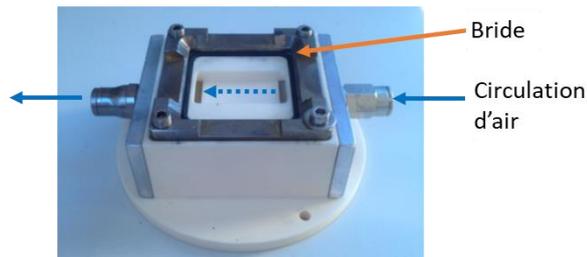


Figure III-9: Porte-échantillon

### III.2.5. Obturateur et régulation du flux

L'inclinaison des pales en carbone de l'obturateur situé sous le porte-échantillon permet de contrôler la quantité de flux solaire arrivant sur la parabole et donc, sur l'échantillon. L'ouverture et la fermeture peut se faire manuellement ou automatiquement suivant un profil de cycle programmé. Dans le cas d'un contrôle automatique, plusieurs informations sont nécessaires telles que le nombre de cycles de vieillissement et, dans le cas d'un profil en créneau, la durée et le flux des deux phases du cycle (seuils « bas » et « haut » du créneau). Le flux est à renseigner directement en  $\text{kW.m}^{-2}$ . Une campagne de calorimétrie, menée en amont des campagnes de vieillissement, a permis de déterminer l'équivalence entre le taux d'ouverture des pales et le rayonnement en sortie du kaléidoscope pour un DNI normalisé de  $1000 \text{ W.m}^{-2}$ . La courbe d'étalonnage ainsi obtenue (Figure III-10) est utilisée par le programme pour gérer l'ouverture de l'obturateur en fonction du flux souhaité.

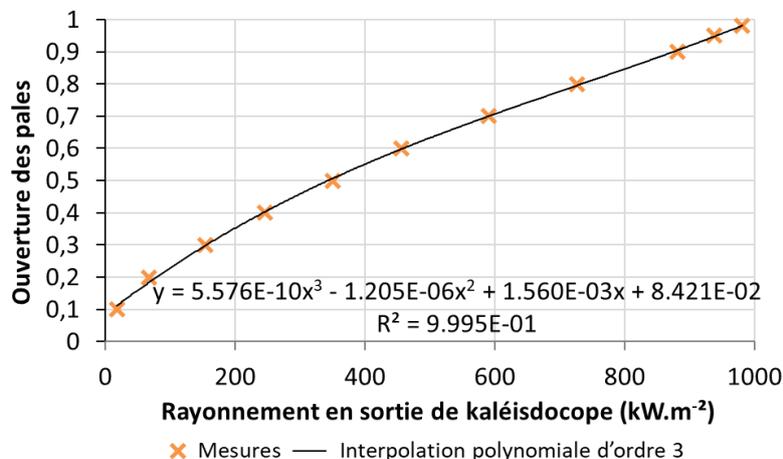


Figure III-10 : Courbe de l'ouverture des pales en fonction du flux en sortie de kaléidoscope

### III.2.6. Pyromètre

Le pyromètre Optris CT Laser G5H est utilisé afin de mesurer la température sur la face avant de l'échantillon. Il est suspendu à la parabole (voir Figure III-5) et est positionné de façon à viser l'échantillon sur une petite surface, c'est-à-dire à 450 mm de celle-ci (Figure III-11).

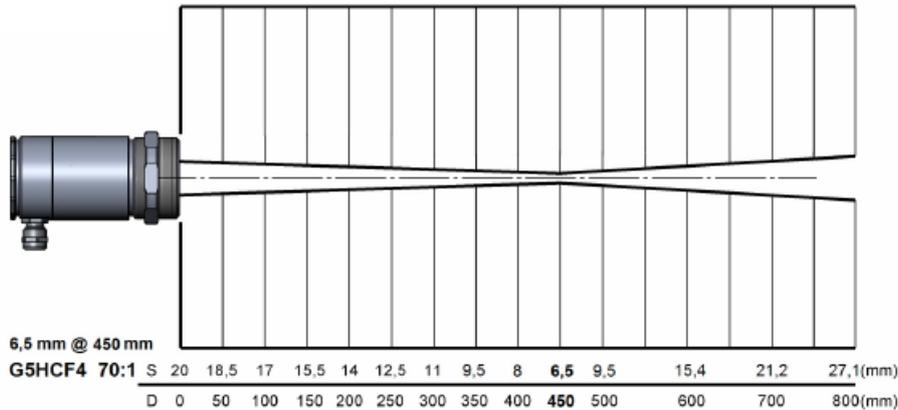


Figure III-11 : Longueurs caractéristiques du pyromètre

Il permet de mesurer des températures entre 250°C et 1650°C en captant le rayonnement infrarouge émis par le matériau autour de 5  $\mu\text{m}$ , avec une bande passante étroite (entre 4,6 et 5,4  $\mu\text{m}$ ). Cette bande passante permet de considérer que le pyromètre est « solarblind » : l'éclairement spectral solaire se situe essentiellement en dessous de 2,5  $\mu\text{m}$  donc cet appareil de mesure est quasiment insensible au rayonnement solaire potentiellement réfléchi par le matériau et qui pourrait fausser la mesure de la température recherchée.

### III.3. Cycles de vieillissement accéléré

Comme détaillé dans le chapitre II, les niveaux de flux et de température ainsi que les gradients thermiques appliqués sur les matériaux sont des facteurs agissant sur les principaux mécanismes de vieillissement. Le dispositif SAAF présenté ci-dessus permet de faire varier ces facteurs (à l'aide de l'obturateur pour la variation du flux et à l'aide du circuit de refroidissement pour la température). Cependant, les partenaires du programme RAISELIFE, en charge de la réalisation des échantillons, nous ont imposé une température maximale et nous ont conseillé un flux maximal. Afin de déterminer le profil des cycles de vieillissement, nous avons opté pour deux stratégies différentes lors de deux campagnes de vieillissement. La première a consisté à respecter la température maximale obligatoire et le flux maximal conseillé tout en maximisant le nombre de cycles réalisables pour chaque échantillon en commandant des cycles très courts. La deuxième stratégie a consisté à augmenter le flux maximal ainsi que la période d'un cycle. Quelques tests complémentaires permettant de vérifier l'influence du niveau de température ou de l'humidité ont également été réalisés.

### III.3.1. Première campagne de vieillissement

#### III.3.1.1. Caractéristiques des cycles

Dans le cadre de RAISELIFE, les températures et les flux maximaux à atteindre sont définis pour chaque type de substrat, en fonction du type de centrale destinée à accueillir ces matériaux dans la partie absorbeur. Lors de la première campagne de vieillissement, ces niveaux sont respectés (Figure III-12). La température et le flux les plus élevés sont appliqués aux revêtements déposés sur le substrat Inconel 617.

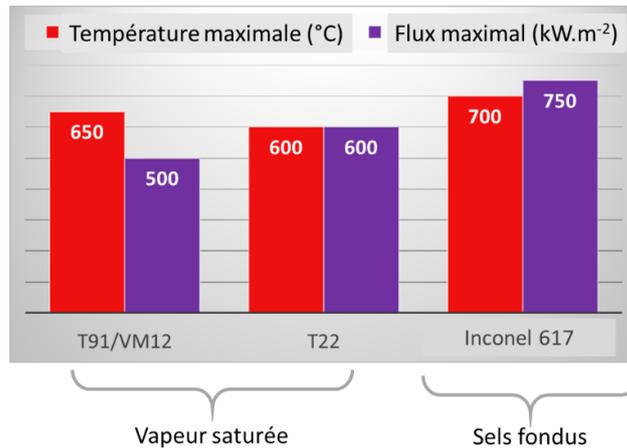


Figure III-12 : Niveaux de température et flux maximaux de la première campagne

Afin d'obtenir un vieillissement accéléré des matériaux, nous avons donc choisi d'imposer de fortes variations de flux (et par conséquent de température) aux échantillons. Pour cela, nous avons opté pour des cycles en créneau permettant de passer, en moins d'une seconde, d'un flux bas à un flux élevé. Ensuite, pour chaque substrat, nous avons déterminé expérimentalement la période du cycle la plus courte permettant à l'échantillon d'atteindre un régime permanent à la température souhaitée. Il y a donc un type de cycle par substrat. A chaque substrat correspond une température et un flux maximaux, ainsi qu'une durée de cycle. Pour chaque substrat et pour un refroidissement donné, la température maximale atteinte par l'échantillon dépend du revêtement déposé. Un exemple est représenté sur la Figure III-13, il s'agit d'un cycle appliqué à l'échantillon T91 avec le revêtement B. On remarque que le gradient thermique est très important dans les premières secondes de chaque phase du cycle, lorsqu'on augmente et lorsqu'on diminue le flux, de l'ordre de  $40^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$  pour la phase de chauffe.

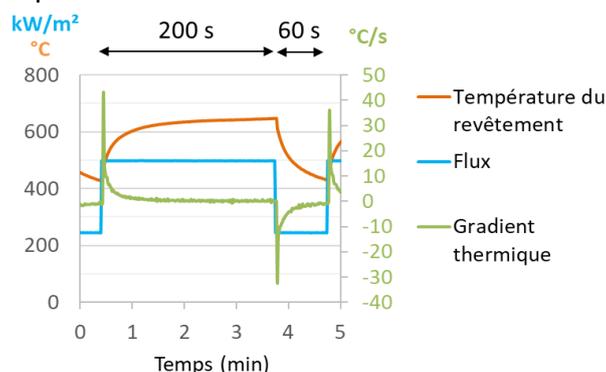


Figure III-13 : Exemple de cycle de la première campagne – Substrat T91 avec revêtement B

L'ensemble des caractéristiques de tous les cycles est détaillé dans le Tableau III-5 : les flux minimum et maximum utilisés pour les phases basse et haute des cycles, les durées correspondantes pour ces deux phases, les températures maximales en accord avec les consignes des fabricants, le débit d'air à l'arrière nécessaire pour maintenir cette température maximale (le débit dépend de l'épaisseur du substrat et de chaque revêtement) et, pour terminer, le gradient thermique subi par l'échantillon (qui dépend donc également du revêtement). Pour chacune des phases, le gradient thermique est maximal lors des premières secondes. Or, le pyromètre a un seuil bas de détection de la température de 250°C. Lorsque la température descend sous ce seuil lors du refroidissement, nous n'avons pas accès au gradient thermique initial de la phase de chauffe. C'est pourquoi, dans le Tableau III-5, seule la valeur maximale du gradient thermique atteinte lors du refroidissement est renseignée. Cependant, les deux gradients thermiques (chauffe et refroidissement) sont sensiblement similaires comme on peut le voir sur la Figure III-13.

On remarque tout d'abord que les cycles sont nettement plus courts pour les échantillons sur substrat Inconel (30 secondes à flux « bas » et 40 secondes à flux élevé). Ceci est simplement dû à la faible épaisseur des échantillons qui est de 1 mm seulement, contre 3 ou 6 mm pour les autres, ce qui permet à l'échantillon de monter plus rapidement en température. Ceci est également notable dans le gradient thermique atteint lors de la phase de refroidissement : il est de l'ordre de  $-100^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$  pour ces échantillons contre environ  $-40^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$  pour les autres. On remarque également que pour les échantillons revêtus du revêtement F sur les substrats T91, T22 et VM12, le débit de refroidissement à l'arrière est nettement inférieur au débit nécessaire aux autres revêtements. Ceci est dû à l'importante épaisseur de ces échantillons, de 6 mm.

		T91	T22	VM12	Inconel
Flux min/max ( $\text{kW}\cdot\text{m}^{-2}$ )		250/500	250/600	250/500	250/750
Durée des 2 phases : flux bas/élevé (s)		60/200	60/200	60/100	30/40
Durée pour 200 cycles (h)		14,4	14,4	8,9	3,9
Température max. ( $^{\circ}\text{C}$ )		650	600	650	700
Refroidissement : Flux d'air à l'arrière ( $\text{g}\cdot\text{s}^{-1}$ )	Revêt. B	0,8	2,1	1,3	6,8
	Revêt. I+B	0,7	2,5	1,1	X
	Revêt. F	0	1,7	0,8	6,7
	Revêt. D	0,5	1,6	0,2	7,1
Gradient thermique maximal de refroidissement en face arrière ( $^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ )	Revêt. B	-40	-50	-30	-90
	Revêt. I+B	-30	-50	-30	X
	Revêt. F	-20	-30	-20	-100
	Revêt. D	-30	-40	-20	-120

Tableau III-5 : Récapitulatif des caractéristiques des cycles de la première campagne

### III.3.1.2. Variations de flux en conditions réelles

L'accélération d'un vieillissement peut reposer sur l'intensification d'évènements se produisant dans les conditions réelles (comme les chocs thermiques) ainsi que sur la multiplication de tels évènements sur une courte période. Nous nous sommes donc

intéressés aux variations réelles de flux qui peuvent être subies par un récepteur dans une centrale CSP. Pour cela, nous avons observé une journée très nuageuse à l'aide de la station météorologique du laboratoire PROMES à Odeillo (Figure III-14). On remarque que le DNI ne suit pas une courbe en cloche mais est très variable au cours de la journée, passant ainsi de 0 à  $1000 \text{ W.m}^{-2}$  fréquemment. Lorsque l'on regarde en détail une minute de cette journée et que l'on prend en compte la vitesse de variation du DNI (en  $\text{W.m}^{-2}.\text{s}^{-1}$ ), on remarque que celle-ci atteint les  $300 \text{ W.m}^{-2}.\text{s}^{-1}$  et passe de 300 à  $-300 \text{ W.m}^{-2}.\text{s}^{-1}$  en moins d'une minute.

Dans une centrale solaire à tour, le facteur de concentration peut être de l'ordre de 1000. Dans ce cas, les mesures effectuées sur le site d'Odeillo correspondraient à une variation du flux solaire sur le récepteur de  $300 \text{ kW.m}^{-2}.\text{s}^{-1}$  environ. Dans le protocole de vieillissement proposé ci-dessus (Tableau III-5), les cycles comprennent des variations en créneau permettant de passer d'un flux bas de  $250 \text{ kW.m}^{-2}$  à un flux élevé entre 500 et  $750 \text{ kW.m}^{-2}$  en moins d'une seconde. L'ordre de grandeur de la variation de flux en conditions réelles est donc respecté.

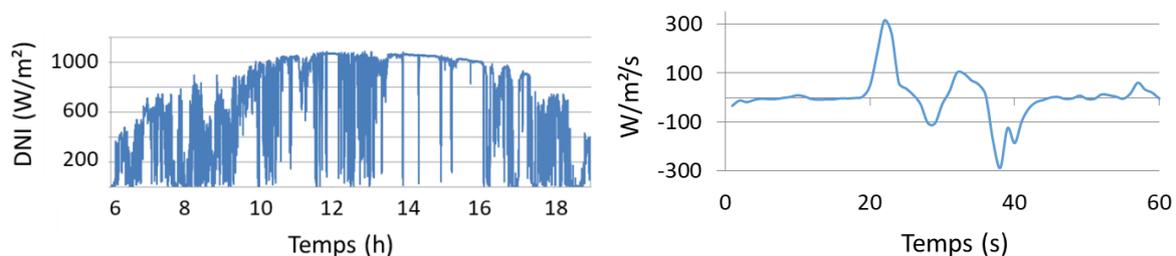


Figure III-14 : Journée nuageuse à Odeillo (2 avril 2017) – a) DNI sur toute la journée, b) vitesse de variation du DNI sur une minute

D'autre part, nous avons étudié les variations de flux sur une période de 30 jours consécutifs en hiver (entre janvier et février 2017), toujours sur le site d'Odeillo. En considérant le DNI mesuré et en supposant un facteur de concentration de 1000, un récepteur de centrale solaire à tour dans ces conditions aurait subi une variation de plus de  $250 \text{ kW.m}^{-2}.\text{s}^{-1}$  à six reprises dans cette période, dont l'une supérieure à  $420 \text{ kW.m}^{-2}.\text{s}^{-1}$ . Pour l'heure, il n'est pas possible de déterminer une corrélation de vieillissement entre le nombre de ce type d'évènement sur une période donnée calculé d'après les mesures d'une station météo et le nombre de cycles appliqués à un échantillon. Néanmoins, l'étude permet d'obtenir un ordre de grandeur de la variation de flux en conditions réelles.

### III.3.1.3. Déroulé de la première campagne de vieillissement

Lors de la première campagne de vieillissement, 200 cycles sont prévus pour chaque échantillon. Cela représente une durée de 4 heures (pour les revêtements déposés sur l'Inconel 617, plus fins) à 15 heures (pour les revêtements déposés sur les substrats T91 et T22). Compte tenu de la courte durée nécessaire au traitement des Inconel 617, nous avons prolongé le vieillissement jusqu'à 300 ou 500 cycles selon les revêtements.

Lors du vieillissement, afin de suivre l'évolution des propriétés radiatives, le vieillissement est interrompu après 60, 130 puis 200 cycles (puis tous les 100 cycles pour les échantillons Inconel 617) afin de procéder aux mesures (voir chapitre IV).

D'autre part, en utilisant le SAAF, environ 7 heures consécutives peuvent être exploitées lorsque la journée est continument ensoleillée, de 10 h à 17 h (horaires à respecter pour le suivi de l'héliostat, pour des raisons de sécurité). Il est donc possible de réaliser 60 ou 70 cycles en une seule journée. Cependant, il n'est pas rare d'interrompre l'expérience plus tôt que prévu lors d'un passage nuageux.

Une expérience menée lors d'une journée ensoleillée type est présentée dans la Figure III-15. On remarque que la température maximale atteinte augmente progressivement lors des dix premiers cycles, passant de 600 à 650°C, puis se stabilise ensuite à 650°C.

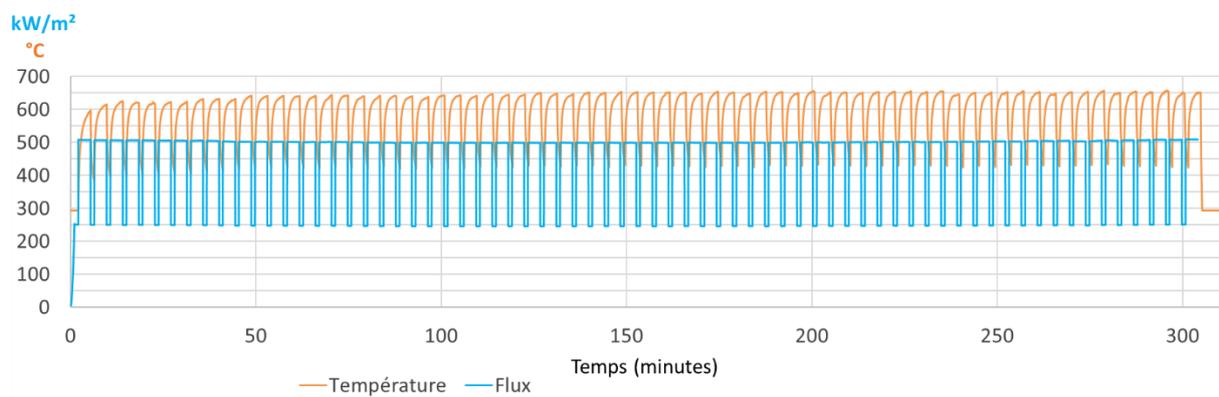


Figure III-15 : Vieillissement de l'échantillon T91 avec revêtement B, cycles 61 à 130

Une journée avec des passages nuageux est présentée dans la Figure III-16. Lors de légers changements de DNI (voile nuageux faible ou bien variation au cours de la journée), le programme d'automatisation de l'obturateur est en mesure de compenser cette variation par l'ouverture ou la fermeture des pales. Mais on remarque sur cette figure que, lors d'un passage nuageux trop intense, le flux arrivant sur l'échantillon chute brusquement jusqu'à être nul pendant quelques secondes. Dans ce cas, la température diminue très rapidement.

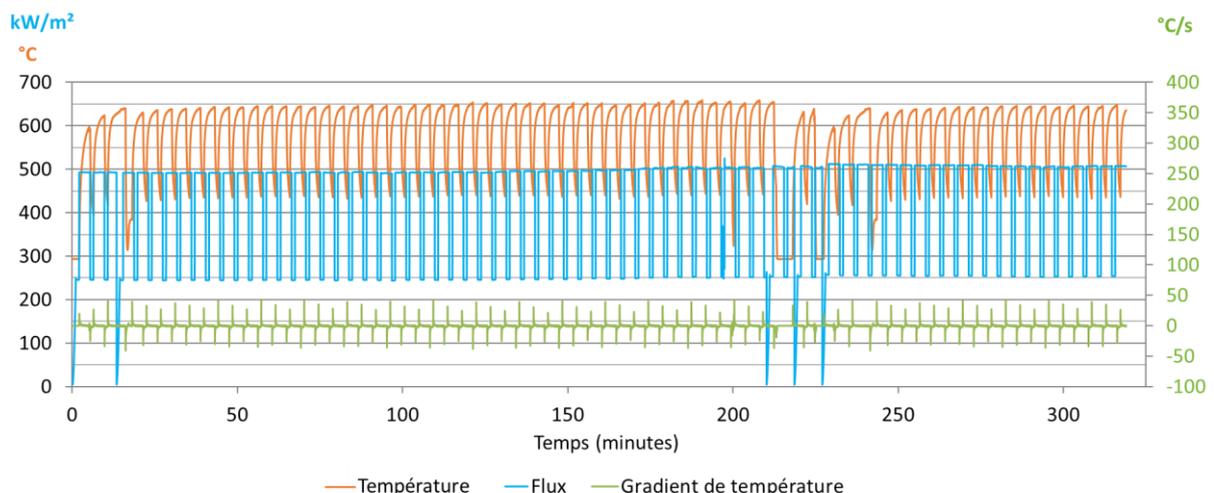


Figure III-16 : Vieillissement de l'échantillon T91 avec revêtement B, cycles 131 à 200

Le gradient thermique de refroidissement (à l'arrivée du passage nuageux) est sensiblement le même que le gradient thermique obtenu lorsqu'on passe de la phase haute à la phase basse du cycle de vieillissement. Le gradient thermique maximal de chauffe au départ du passage nuageux est a priori plus élevé puisque la température est descendue à un niveau plus bas que lors des cycles de vieillissement et que la différence de flux appliquée peut être plus élevée (de 0 jusqu'à la phase haute du cycle,  $500 \text{ kW.m}^{-2}$  dans l'exemple de la Figure III-16). Cependant, ce gradient thermique maximal de chauffe est obtenu dans les premières secondes de montée en température lorsque celle-ci est en dessous du seuil de détection du pyromètre. Nous ne pouvons donc pas mesurer cette valeur.

### III.3.2. Deuxième campagne de vieillissement

#### III.3.2.1. Caractéristiques des cycles

Pour la deuxième campagne de vieillissement, les échantillons sur substrat T22 ont été abandonnés compte tenu des défauts constatés sur l'ensemble des tests réalisés par les partenaires. Le substrat Haynes 230 a été ajouté. Les températures maximales indiquées par les fabricants ont été conservées ( $650^\circ\text{C}$  pour les échantillons T91 et VM12,  $700^\circ\text{C}$  pour les échantillons Inconel 617 et Haynes 230). Les niveaux de flux ont été augmentés par rapport à la première campagne à  $700$  et  $850 \text{ kW.m}^{-2}$  pour les échantillons sur les substrats T91/VM12 et Inconel/Haynes respectivement (Figure III-17).

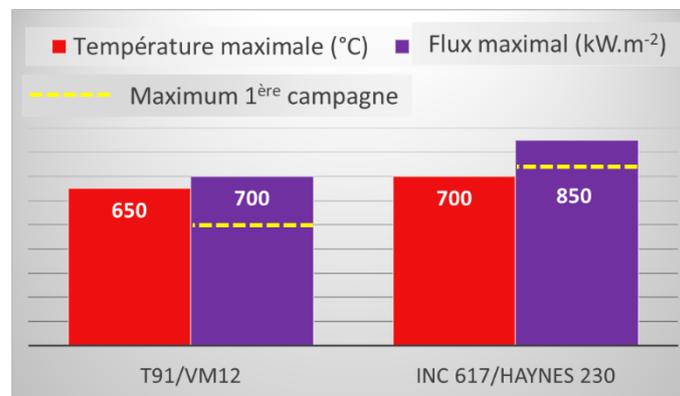


Figure III-17 : Niveaux de température et flux maximaux de la deuxième campagne

L'allure des cycles, en créneau, est conservée. La durée de la phase « basse » est également conservée (60 secondes), mais la durée d'exposition au flux le plus élevé est allongée à 1200 secondes, soit 20 minutes. Un exemple de cycle sur l'échantillon T91 avec revêtement B est représenté sur la Figure III-18. Il s'agit du même type d'échantillon que celui représenté dans le cadre de la campagne 1 (Figure III-13). On remarque que le gradient thermique, de  $40 \text{ }^\circ\text{C.s}^{-1}$  environ, est très similaire à celui obtenu lors de la première campagne malgré le fait que la différence de flux appliqué soit plus importante.

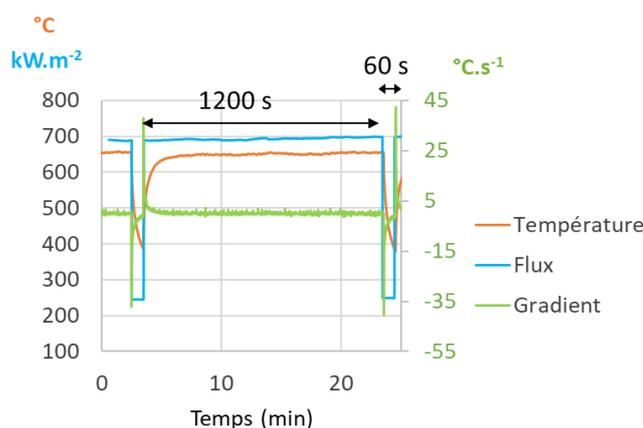


Figure III-18 : Exemple de cycle de la deuxième campagne – substrat T91 avec revêtement B

### III.3.2.2. Déroulé de la deuxième campagne de vieillissement

Lors de cette campagne, 40 cycles ont été appliqués à chaque échantillon. Ceci représente une durée de 14 heures, ce qui équivaut à la durée d'exposition de la première campagne pour les échantillons sur substrat T91 et T22. Nous avons réalisé une mesure avant vieillissement, puis une mesure intermédiaire après 20 cycles et une mesure finale après 40 cycles afin de suivre l'évolution des propriétés radiatives. Comme précédemment, certaines journées de vieillissement ont été interrompues pour cause de passages nuageux.

### III.3.3. Vieillissements additionnels

En complément des cycles de vieillissement de la première et deuxième campagne, respectant le niveau de température maximal indiqué par les fabricants, nous avons réalisé des tests supplémentaires. Deux d'entre eux ont consisté à appliquer les flux élevés proposés pour la deuxième campagne tout en augmentant la température. Un test différent a été réalisé pour ajouter un facteur de vieillissement, l'humidité.

#### III.3.3.1. Augmentation prolongée de la température

##### Cycles courts du type de la première campagne

Sur un échantillon de substrat T91 et de revêtement B, nous avons testé une augmentation de la température et du flux, tout en conservant les courtes durées de cycles de la première campagne. Nous avons donc appliqué à cet échantillon des cycles en créneau dont la température et le flux maximaux sont respectivement,  $800^{\circ}\text{C}$  et  $700 \text{ kW.m}^{-2}$ , au lieu de  $650^{\circ}\text{C}$  et  $500 \text{ kW.m}^{-2}$ , appliqués pendant 260 secondes (Figure III-19), pour un total de 200 cycles. Les mesures des propriétés radiatives ont été réalisées avant le vieillissement, après 41 cycles, puis après 200 cycles.

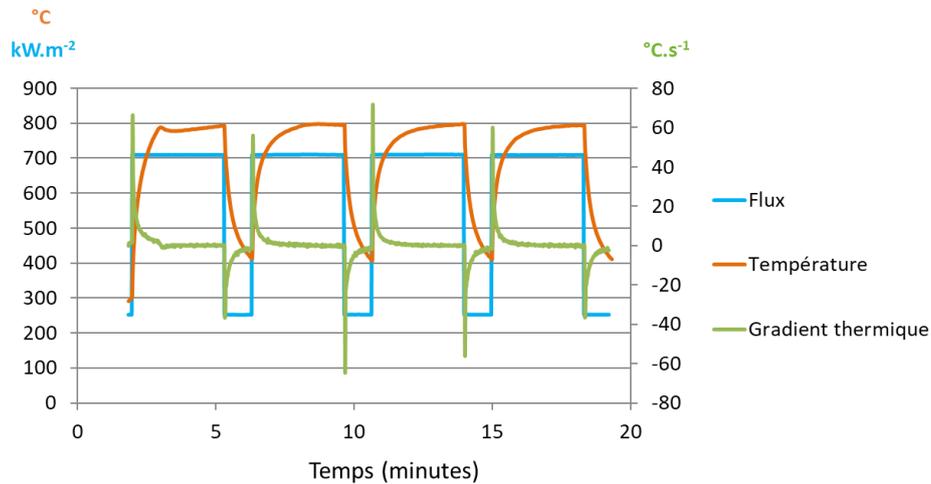


Figure III-19 : Extrait du vieillissement additionnel « Augmentation prolongée de la température, 1<sup>ère</sup> campagne » – substrat T91 avec revêtement B

### Cycles longs du type de la deuxième campagne

Sur la base des cycles de la deuxième campagne (flux et température élevés pendant 20 minutes), un échantillon de revêtement Pyromark<sup>®</sup> sur substrat T91 a été testé avec une température maximale plus élevée, jusqu'à 780°C, tout en gardant le flux élevé de la deuxième campagne, 700 kW.m<sup>-2</sup>. Huit cycles ont été réalisés. On remarque dans la Figure III-20 que, malgré une température plus élevée, le gradient de température maximal est toujours de l'ordre de 40°C.s<sup>-1</sup>. D'autre part, des variations accidentelles du flux ont eu lieu lors de la deuxième moitié de l'expérience (cycles 5, 7 et 8), sans que cela ait une influence notable sur la température mesurée.

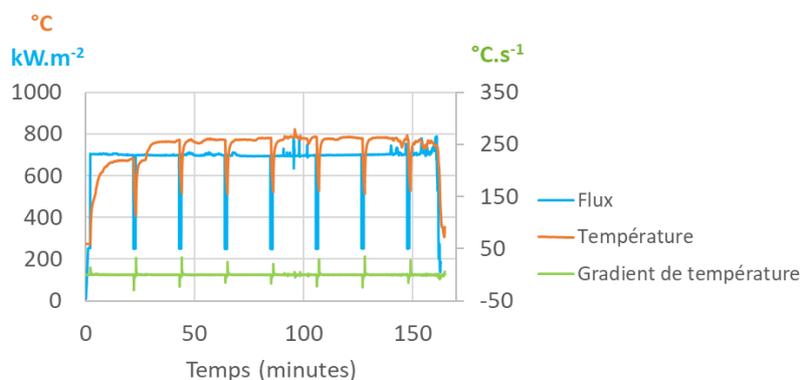


Figure III-20 : Vieillissement additionnel « Augmentation prolongée de la température, 2<sup>ème</sup> campagne » – substrat T91 avec revêtement P

### III.3.3.2. Augmentation brève de la température lors d'une surchauffe

Lors de la deuxième campagne, un échantillon sur substrat Haynes 230 avec revêtement B a subi un choc thermique imprévu. Au début de la deuxième série de 20 cycles, le refroidissement arrière par débit d'air n'a pas été enclenché. Le flux est correctement monté à 850 kW.m<sup>-2</sup>, ce qui a provoqué une montée en température très nettement supérieure à la température souhaitée : la surface de l'échantillon a atteint environ 950°C pendant une minute au lieu des 700°C souhaités. Ensuite, le débit d'air a été rétabli et les cycles suivants ont été réalisés conformément à la deuxième campagne. Cet

échantillon est donc exploité dans le cadre des tests additionnels. Un nouvel échantillon Haynes 230 a ensuite été vieilli en respectant cette fois-ci le protocole de la deuxième campagne.

### III.3.3.3. Ajout d'une étape d'humidité contrôlée au vieillissement

Lors de la première campagne, des tests d'humidité ont été réalisés sur deux types d'échantillon : substrat T91 avec revêtement I+B ainsi que substrat Inconel 617 avec revêtement B. Pour chaque type de matériau, un échantillon non vieilli ainsi qu'un échantillon ayant subi plusieurs cycles de vieillissement (60 pour l'Inconel et 200 pour le T91) ont été placés dans une chambre climatique pour tester l'effet de la condensation sur les propriétés radiatives. Pendant 100 heures, les échantillons sont restés dans une atmosphère à 40°C avec 100 % d'humidité relative. Dans chaque cas, la mesure des propriétés radiatives a été réalisée avant et après le test de condensation. De plus, pour l'échantillon Inconel avec revêtement B ayant subi 60 cycles au préalable, 60 cycles supplémentaires ont été réalisés après la chambre climatique. L'ensemble des tests effectués est listé dans le Tableau III-6 pour plus de clarté. N'ayant pas accès à une telle chambre climatique en interne, ces tests ont été réalisés par le laboratoire partenaire allemand DLR situé à Almeria. C'est pourquoi le nombre d'échantillons et de phases de test en condensation est restreint.

Echantillons	Etapes de vieillissement
T91 avec revêtement I+B, échantillon n°1	200 cycles ; 100 h de condensation
T91 avec revêtement I+B, échantillon n°2	100 h de condensation
Inc avec revêtement B, échantillon n°1	60 cycles ; 100 h de condensation ; 60 cycles
Inc avec revêtement B, échantillon n°2	100 h de condensation

Tableau III-6 : Récapitulatif des étapes de vieillissement de la campagne additionnelle « humidité »

### III.3.4. Vieillissements réalisés par les partenaires du programme

Cette étude s'intègre dans le programme européen RAISELIFE. C'est pourquoi les échantillons considérés sont également traités par ailleurs à l'aide de différents protocoles tels que des tests isothermes ou des tests en chambre humide décrits dans le chapitre II.2.1. Des tests cycliques, sous flux solaire concentré, complémentaires aux tests réalisés au laboratoire PROMES, sont également effectués au laboratoire PSA en Espagne. Bien que ceux-ci ne fassent pas partie des travaux de cette thèse, l'une de ces expériences est décrite ci-dessous afin d'apporter un complément d'information sur l'influence de la température dans le cadre du vieillissement accéléré de récepteurs solaires.

Le laboratoire PSA dispose d'une parabole permettant de réaliser, à son foyer, le vieillissement de plusieurs échantillons simultanément (voir descriptif dans la section II.2.2.). Les cycles de vieillissement réalisés comportent une montée progressive en flux et en température (de l'ordre de 30°C.min<sup>-1</sup>). Le flux maximal atteint est de l'ordre de 250 kW.m<sup>-2</sup>, nettement plus faible que celui atteint à l'aide du dispositif SAAF. Les températures

maximales visées sont toujours celles préconisées par les constructeurs. Les résultats des expériences conduites à ces températures ne présentant pas d'intérêt majeur par rapport aux expériences conduites à PROMES, elles ne sont pas présentées ici. Cependant, nous détaillons le cas d'une campagne ayant présenté une surchauffe. Les revêtements déposés sur le substrat T91 ont subi des températures de l'ordre de 800 à 850°C au lieu des 650°C visés pendant 60 cycles de vieillissement, comme l'indique la Figure III-21 représentant la température maximale atteinte lors de chaque cycle pour les échantillons avec les revêtements I+B, B, F et D.

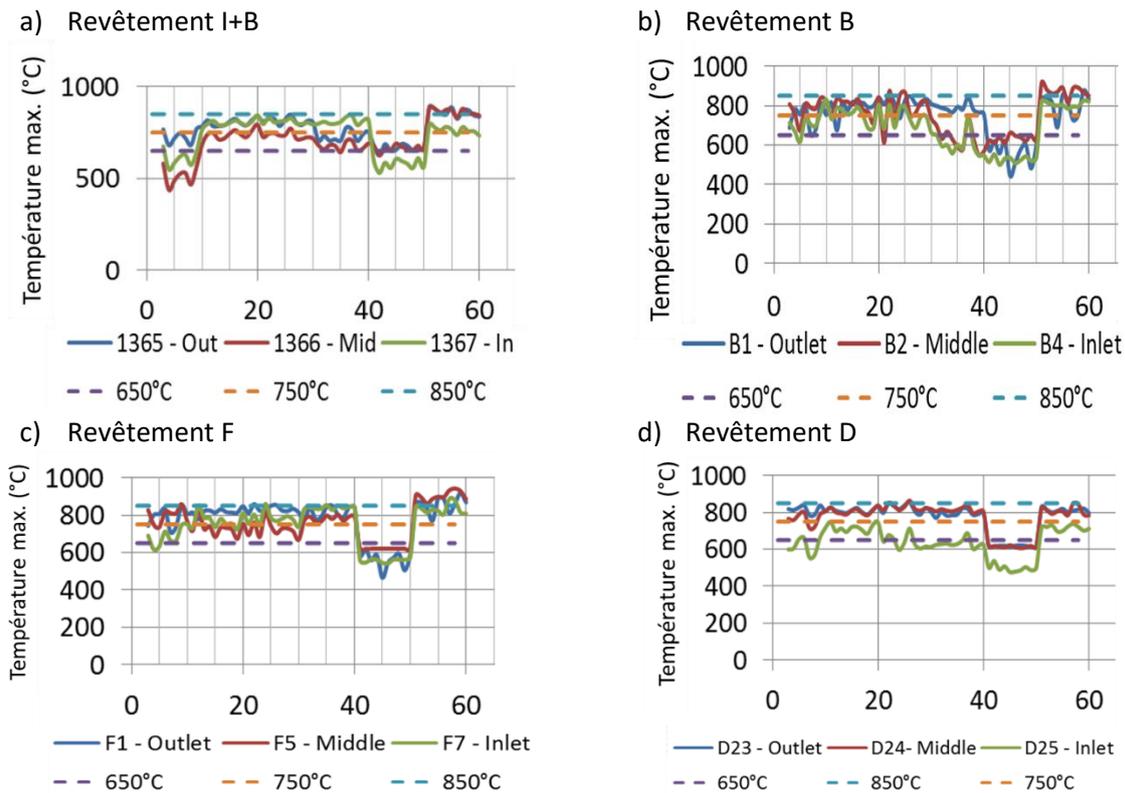


Figure III-21 : Evolution de la température maximale des échantillons lors de vieillissements réalisés par les partenaires du programme : a) T91 avec revêtement I+B – b) T91 avec revêtement B – c) T91 avec revêtement F – d) T91 avec revêtement D

### III.3.5. Campagne de vieillissement après recuit solaire

La campagne de vieillissement sur les échantillons ayant bénéficié du recuit solaire est identique à la première campagne en termes de flux et de températures atteints. Les échantillons concernés sont des revêtements déposés sur un substrat T91, donc le flux maximal est de 500 kW.m<sup>-2</sup> et la température maximale de 650°C. Pour chacun des quatre échantillons vieillis, 200 cycles sont réalisés. Un arrêt intermédiaire après 100 cycles permet d'obtenir un suivi du vieillissement des échantillons à l'aide des mesures de leurs propriétés radiatives. Cette campagne a essentiellement pour objectif la vérification de l'influence du protocole de recuit sur la tenue des propriétés radiatives au cours du vieillissement.

### III.4. Conclusion

Les facteurs de vieillissement sont multiples : température, flux solaire incident, humidité, qualité de l'air, présence de particules fines. A partir des possibilités offertes par le dispositif SAAF, nous avons réalisé plusieurs campagnes. La première respecte les limites en flux et température préconisées par les fabricants, tout en minimisant autant que possible la durée des cycles afin de réaliser un nombre maximal de cycles et, donc, de chocs thermiques, en un temps donné. Lors de la deuxième campagne, la température maximale est respectée, mais le flux solaire auquel les échantillons sont soumis est augmenté. La durée de chaque cycle est également augmentée, tout en conservant la durée totale consacrée à chaque échantillon. Afin de tester le facteur « température » avec une température plus élevée et le facteur « humidité », quelques tests additionnels sont réalisés, cette fois-ci sur des échantillons isolés et non pas sur un ensemble d'échantillons. Enfin, les cycles de la première campagne sont repris dans une dernière campagne visant à vieillir des échantillons dont l'étape de recuit a été effectuée à partir du flux solaire concentré.

Le prochain chapitre présente les résultats obtenus dans chacune des campagnes et tests de vieillissement en termes d'évolution des propriétés radiatives.

# Chapitre IV. CARACTERISATION DES PROPRIETES RADIATIVES DES MATERIAUX ET ANALYSE DU VIEILLISSEMENT

Les matériaux à notre disposition, composés d'un substrat et d'un revêtement, ont subi différents types de vieillissement conformément aux protocoles décrits dans le chapitre III. Afin de détecter une éventuelle usure des revêtements au cours de ces traitements, nous mesurons leurs propriétés radiatives (absorptivité, émissivité, efficacité radiative) avant vieillissement, puis au cours du vieillissement. Dans ce chapitre, les méthodes et le matériel employés sont tout d'abord présentés dans la première partie. Puis les résultats des différentes campagnes faisant intervenir plusieurs facteurs de vieillissement sont détaillés dans la deuxième partie. Ensuite, le vieillissement d'échantillons ayant subi un procédé de recuit solaire est présenté. Enfin, une analyse complémentaire à l'aide d'un microscope électronique à balayage vient clore ce chapitre.

## IV.1. Mesure des propriétés radiatives

### IV.1.1. Principe de la mesure de la réflectivité par spectrophotométrie

La capacité d'un matériau à réfléchir une source lumineuse peut être mesurée par spectrophotométrie (Figure IV-1). La mesure se fait en fonction de la longueur d'onde  $\lambda$ . Une lampe à spectre continu est positionnée en entrée. Puis, la lumière est diffractée à l'aide d'un monochromateur, on isole ainsi les longueurs d'onde pour lesquelles on souhaite étudier le matériau. Ensuite, le faisceau monochromatique est séparé en deux afin de comparer le signal réfléchi par l'échantillon et le signal direct.

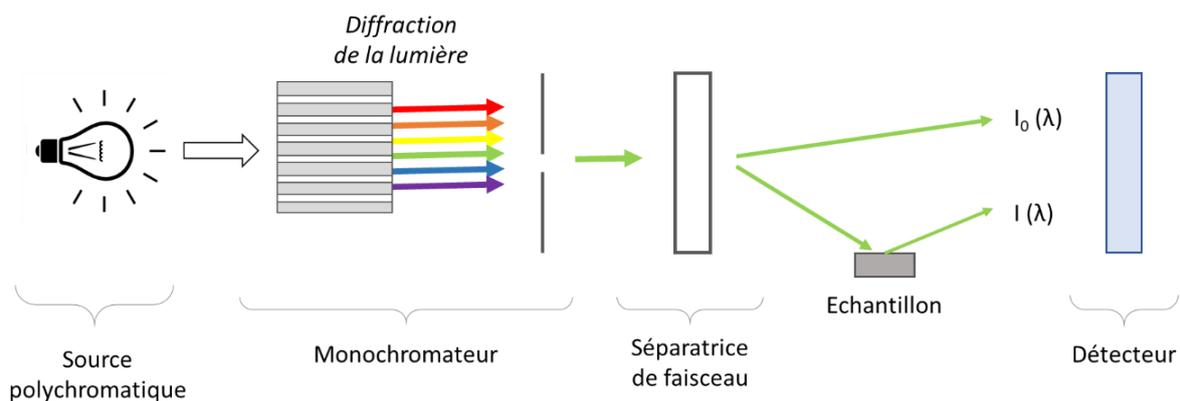


Figure IV-1: Schéma de principe de la spectrophotométrie

#### IV.1.1.1. Source polychromatique

La source polychromatique utilisée dépend de la gamme de longueurs d'onde que l'on souhaite étudier (Figure IV-2). Pour la détermination de la réflectivité dans le visible (et

donc pour le calcul de l'absorptivité), des lampes Tungstène halogène et Xénon peuvent être utilisées.

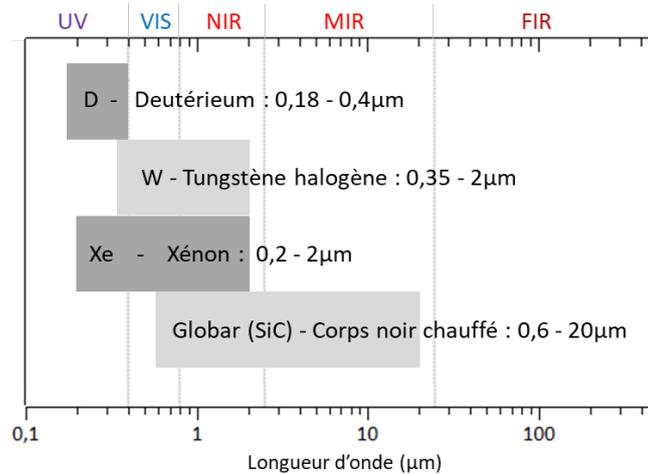


Figure IV-2: Quelques sources polychromatiques utilisées en spectrophotométrie

#### IV.1.1.2. Monochromateur

Le faisceau de la source polychromatique est dirigé vers le monochromateur afin d'utiliser, en sortie de celui-ci, une seule longueur d'onde avec une certaine résolution spectrale (Figure IV-3). Tout d'abord, le faisceau passe par un miroir collimateur (B). Ainsi, les rayons polychromatiques arrivent parallèles sur le réseau de diffraction (C) puis sont dirigés vers un deuxième miroir (D) pour que l'une des longueurs d'onde soit transmise en sortie (E). Le réseau de diffraction est orientable de façon à pouvoir sélectionner la longueur d'onde émergente.

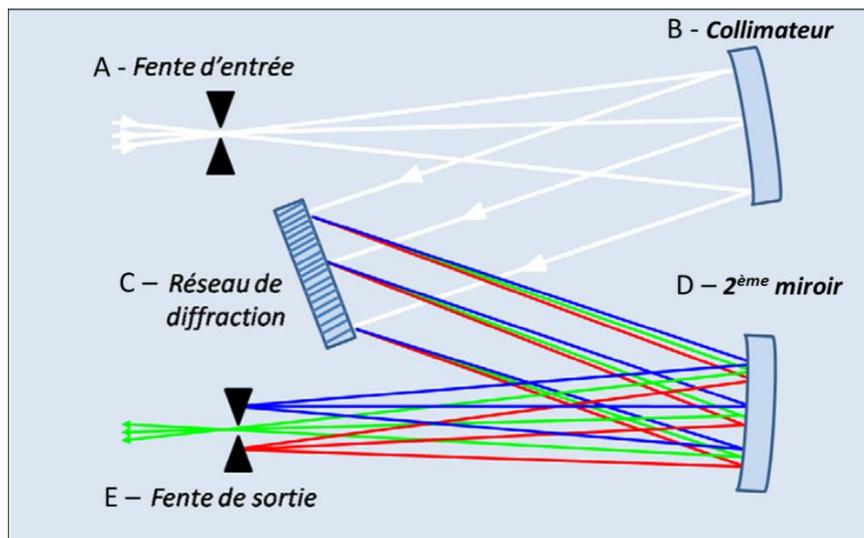


Figure IV-3: Schéma de principe du monochromateur [77]

Le réseau de diffraction peut être un réseau en réflexion à l'aide de rayures réfléchissantes (traits gravés sur une surface réfléchissante) ou bien en transmission à l'aide de fentes parallèles disposées périodiquement.

### IV.1.1.3. Séparatrice

Une lame séparatrice est un dispositif qui permet à partir d'un faisceau incident d'obtenir deux faisceaux : un par transmission au travers de la lame et un par réflexion sur la lame. Les deux faisceaux ainsi obtenus sont de même composition spectrale que le faisceau incident. Un des faisceaux est utilisé comme référence, le second est envoyé vers l'échantillon à étudier. La lame choisie dépend de la gamme de longueurs d'onde étudiée (Figure IV-4). Par exemple, une lame en Quartz peut être utilisée afin de travailler sur les longueurs d'onde dans le visible.

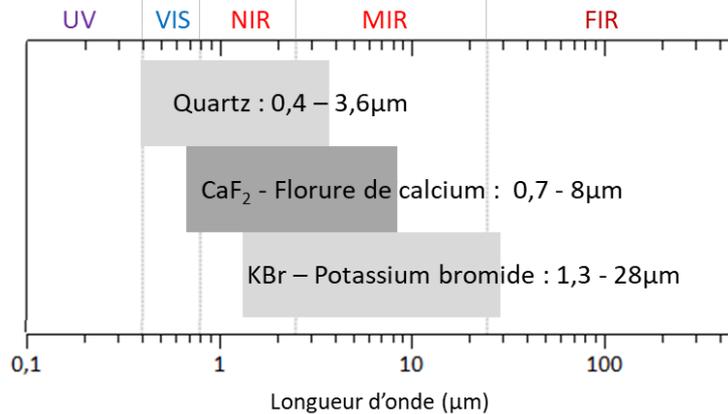


Figure IV-4: Quelques lames séparatrices utilisées en spectrophotométrie

### IV.1.1.4. Détecteur

Le signal de référence et le signal réfléchi par l'échantillon sont captés par un détecteur. Le choix de la technologie dépend, à nouveau, de la gamme de longueurs d'onde en jeu (Figure IV-5).

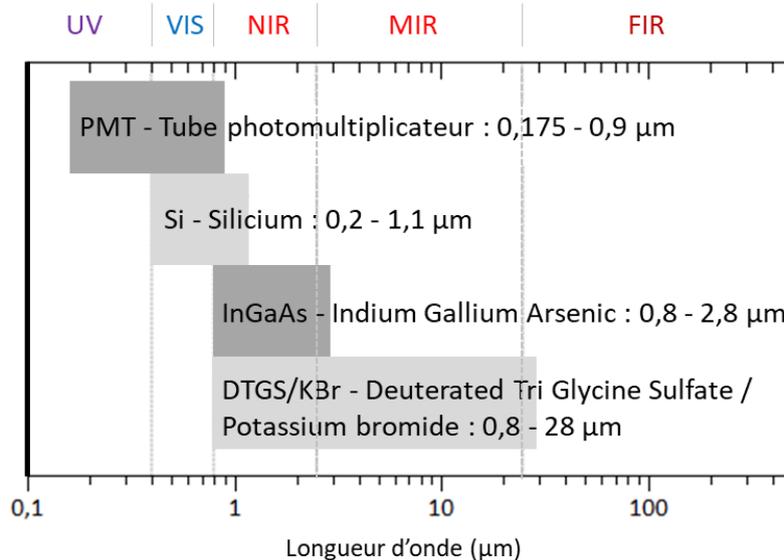


Figure IV-5 : Technologies des détecteurs utilisés en spectrophotométrie

## IV.1.2. Appareils de spectrophotométrie utilisés

### IV.1.2.1. Dans l'UV, visible et proche infrarouge

Nous mesurons la réflectivité spectrale  $R(\lambda)$  entre 250 nm et 2,5  $\mu\text{m}$ , avec un pas de 10 nm, à l'aide d'un spectrophotomètre Perkin Elmer UV-VIS-NIR Lambda 950 (Figure IV-6). Le dispositif comprend une sphère intégrante de diamètre 150 mm revêtue de Spectralon<sup>®</sup>, matériau ayant la plus grande réflexion diffuse sur la gamme spectrale du Perkin Elmer. L'angle d'incidence est de 8°, c'est pourquoi la mesure correspond à la réflectivité quasi-normale (8°) hémisphérique (mesure de la réflexion sur l'ensemble de la demi-sphère). Celle-ci est réalisée à température ambiante. L'appareil est équipé de lampes deutérium et tungstène et utilise des détecteurs PMT et InGaAs.



Figure IV-6 : Appareil de mesure Perkin Elmer UV-VIS-NIR Lambda

### IV.1.2.2. Dans le proche et moyen infrarouge

Nous mesurons la réflectivité spectrale  $R(\lambda)$  entre 1,5 et 25  $\mu\text{m}$  à l'aide d'un réflectomètre Soc 100 HDR associé à un spectromètre Thermo-Electron Nicolet FTIR 6700. Il permet la mesure de la réflectivité hémisphérique directionnelle pour plusieurs angles de réflexion (entre 8 et 80°) et pour une température de l'échantillon allant de la température ambiante jusqu'à 500°C. La source infrarouge est un corps noir chauffé à 700°C rayonnant dans la demi-sphère (Figure IV-7). Ce dispositif n'utilise pas de monochromateur. Le signal de la source passe par un interféromètre de Michelson à l'aide de séparatrices en Quartz et KBr, puis est capté par des détecteurs InGaAs et DTGS/KBr. Toutes les fréquences sont envoyées simultanément. Les données sont ensuite traitées à l'aide de transformées de Fourier afin de déterminer la réflectivité spectrale pour les longueurs d'ondes comprises entre 2 et 25  $\mu\text{m}$ .

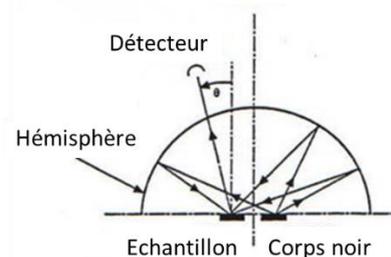


Figure IV-7 : Appareil de mesure Soc 100 HDR [78]

### IV.1.2.3. Mesures obtenues

La réflectivité spectrale obtenue avec chaque appareil de mesure est représentée pour un échantillon de substrat T91 avec revêtement B dans la Figure IV-8.

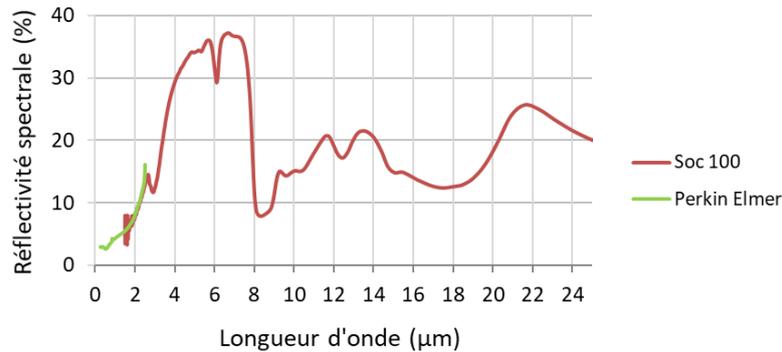


Figure IV-8 : Réflectivité spectrale d'un échantillon type obtenue à l'aide des deux spectrophotomètres

Entre 1,5 μm et 2,5 μm, la réflectivité est mesurée par les deux appareils de mesure. On remarque que le SOC 100 permettant de réaliser la mesure dans l'infrarouge donne un résultat bruité avant 2 μm. Dans le cadre du calcul de l'émissivité thermique (voir ci-dessous IV.1.3.), on considère donc plutôt la mesure réalisée par le Perkin Elmer en dessous de 2 μm, et celle réalisée par le SOC 100 au-dessus de cette longueur d'onde.

### IV.1.3. Calculs de l'absorptivité, de l'émissivité et de l'efficacité radiative

A partir de la mesure de la réflectivité spectrale, il est possible de calculer l'absorptivité globale, l'émissivité thermique ainsi que l'efficacité radiative.

#### IV.1.3.1. Absorptivité

L'absorptivité solaire considérée dans cette étude,  $\alpha_{sol}$ , est le ratio entre le rayonnement solaire absorbé et le rayonnement solaire incident provenant d'une direction quasi-normale (8°, angle minimal exploitable dans l'appareil de mesure utilisé présenté ci-dessus). Elle est calculée à partir de la réflectivité spectrale,  $R(\lambda)$ , mesurée sur une sphère intégrante, en considérant que l'échantillon est opaque sur toute la gamme de longueur d'onde étudiée, donc de transmittance nulle. Puis, l'absorptivité spectrale ainsi calculée ( $1-R(\lambda)$ ) est pondérée à l'aide de la référence ASTM G173-03 du spectre solaire pour un éclairage solaire normal direct  $G_{sol}(\lambda)$  à une masse d'air AM1,5, entre les longueurs d'onde  $\lambda_1 = 280$  nm et  $\lambda_2 = 2500$  nm.

$$\alpha_{sol} = \frac{\int_{\lambda_1}^{\lambda_2} [1 - R(\lambda)] \cdot G_{sol}(\lambda) \cdot d\lambda}{\int_{\lambda_1}^{\lambda_2} G_{sol}(\lambda) \cdot d\lambda} \quad \text{Eq. IV-1}$$

Dans les conditions réelles, le rayonnement solaire atteint le récepteur avec différents angles dépendant de la centrale, de la distance des héliostats, du moment de la

journée, etc. De plus, la température du récepteur avoisine les 600°C. En laboratoire, nous mesurons la réflectivité directionnelle hémisphérique à température ambiante, en considérant un angle d'incidence quasi-normal (8°). En effet, plusieurs tests [79] réalisés sur des échantillons en Inconel, SS304 (acier inoxydable) et acier laminé à froid, revêtus avec du Pyromark 2500® corroborent cette approximation. L'absorptivité solaire  $\alpha_{sol}$  d'un échantillon à 29°C et 600°C est égale à, respectivement 0,965 et 0,967. D'autre part, la variation de l'absorptivité solaire apparaît également négligeable pour une variation de l'angle d'incidence autour de la normale jusqu'à 40°.

#### IV.1.3.2. Emissivité

L'émissivité,  $\varepsilon_{th}$ , est calculée à partir de la réflectivité spectrale,  $R(\lambda)$ , en considérant la loi du rayonnement de Kirchhoff : l'émissivité spectrale directionnelle est prise égale à l'absorptivité spectrale directionnelle ( $1-R(\lambda)$  pour les matériaux opaques). Elle est calculée (Eq. IV-2), à la température souhaitée, en pondérant les mesures de réflectivité réalisées entre  $\lambda_1 = 280$  nm et  $\lambda_3 = 16000$  nm avec le spectre du corps noir correspondant  $L_{BB}(\lambda, T)$ , défini par la loi de Planck (Eq. IV-3).

$$\varepsilon_{th}(T) = \frac{\int_{\lambda_1}^{\lambda_3} [1 - R(\lambda)] \cdot L_{BB}(\lambda, T) \cdot d\lambda}{\int_{\lambda_1}^{\lambda_3} L_{BB}(\lambda, T) \cdot d\lambda} \quad \text{Eq. IV-2}$$

$$L_{BB}(\lambda, T) = \frac{2\pi hc^2}{\lambda^5 \cdot \left[ \exp\left(\frac{hc}{\lambda kT}\right) - 1 \right]} \quad \text{Eq. IV-3}$$

La gamme de longueurs d'onde disponibles à l'aide du Perkin Elmer Lambda 950 et du SOC 100 HDR est 250 nm – 25000 nm. Néanmoins, la gamme utilisée pour le calcul de l'émissivité est 280 nm – 16000 nm. Ces résultats étant une partie du programme européen RAISELIFE, faisant intervenir d'autres laboratoires, l'étendue spectrale a été harmonisée avec les différents laboratoires du consortium.

Tout comme pour l'absorptivité, la valeur de l'émissivité dépend notamment de l'angle du rayonnement incident, ainsi que de la température de l'échantillon. L'étude citée précédemment [79] décrit également l'influence de ces paramètres sur l'émissivité hémisphérique totale. Les calculs réalisés à partir de la mesure de la réflectivité spectrale normale, sur un échantillon revêtu de Pyromark®, sont similaires pour des températures très différentes : l'émissivité est environ 1 % supérieure à 600°C qu'à température ambiante. De plus, le ratio émissivité hémisphérique totale sur émissivité hémisphérique normale varie de 0,9 à 1,1 pour des échantillons dont l'émissivité hémisphérique normale est comprise entre 0,25 et 0,9, ce qui est le cas des matériaux de la présente étude. Afin de vérifier ces hypothèses dans notre cas, nous avons mesuré, pour plusieurs échantillons, la réflectivité hémisphérique directionnelle pour des angles de détection variant entre 8 et 80°. Il apparaît que les mesures sont très proches de 8° à 30°, puis augmentent légèrement de 40° à 60°.

### IV.1.3.3. Efficacité radiative

Comme indiqué dans le chapitre II, l'efficacité radiative du revêtement  $\eta_{\text{coating}}$  peut être calculée en tenant compte de son absorptivité  $\alpha_{\text{sol}}$ , du flux solaire auquel il est soumis  $Q_{\text{sol}}$  ( $\text{W}\cdot\text{m}^{-2}$ ) et des pertes thermiques radiatives via son émissivité  $\varepsilon_{\text{th}}$  et sa température  $T_{\text{abs}}$  (K) (Eq. IV-4). Les pertes par convection sont négligées ici.

$$\eta_{\text{coating}} = \frac{\alpha_{\text{sol}} \cdot Q_{\text{sol}} - \varepsilon_{\text{th}} \cdot \sigma \cdot T_{\text{abs}}^4}{Q_{\text{sol}}} \quad \text{Eq. IV-4}$$

### IV.1.4. Significativité des mesures

#### IV.1.4.1. Zone de mesure des propriétés

Les échantillons étudiés ont des dimensions de  $50 \times 50 \text{ mm}^2$  ou  $30 \times 30 \text{ mm}^2$ . Lors du vieillissement, ils sont positionnés sous le kaléidoscope de façon à ce que le centre de l'échantillon soit visé par le flux solaire concentré (voir zone orange dans la Figure IV-9).

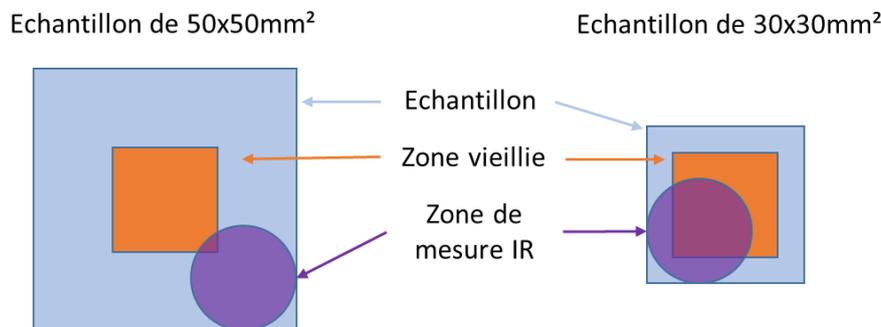


Figure IV-9 : Zones de vieillissement et de mesure IR des échantillons étudiés

Ensuite, les échantillons sont positionnés dans les deux appareils de mesure présentés ci-dessus afin de déterminer leur réflectivité spectrale. Le Perkin Elmer travaillant dans la zone UV, visible et proche infrarouge réalise la mesure sur un cercle de diamètre 2 cm environ et permet un positionnement libre de l'échantillon. Il est donc possible de viser la zone souhaitée. Le SOC 100 travaillant dans la zone infrarouge réalise également la mesure sur une zone de 2 cm de diamètre, mais le positionnement de l'échantillon n'est pas libre. Lorsqu'un échantillon dépasse la surface maximale de mesure, celui-ci est positionné en butée contre le support. Dans ce cas, seul un coin de l'échantillon est visible par l'appareil lors de la mesure. On remarque que la zone mesurée est tout à fait satisfaisante lorsqu'il s'agit d'échantillons de  $30 \times 30 \text{ mm}^2$ , ce qui est le cas pour les revêtements déposés sur le substrat VM12. Pour les autres échantillons, cette mesure n'est pas représentative de l'évolution de la zone vieillie par le flux solaire concentré. Néanmoins, la zone mesurée subit également des niveaux de température importants lors du vieillissement ainsi que de forts gradients de température. C'est pourquoi on remarquera tout de même des différences d'émissivité pour quelques échantillons selon le vieillissement (voir partie IV.2.).

#### IV.1.4.2. Sensibilité des appareils de mesure sur les propriétés calculées

Les appareils de mesure donnent la réflectivité avec une précision et une reproductibilité difficiles à évaluer dans un cadre général. Nous avons donc cherché à déterminer leur sensibilité dans le cadre des échantillons du projet. Pour cela, une étude a été menée sur 12 échantillons différents non vieillis ou en cours de vieillissement. Pour tous les échantillons, trois mesures consécutives ont été réalisées. Puis, pour les échantillons qui n'étaient pas destinés à subir des cycles de vieillissement, deux mesures supplémentaires ont été réalisées a posteriori sur différentes journées. Les résultats de l'efficacité radiative, donnée regroupant les propriétés d'absorptivité et d'émissivité, sont reportés sur la Figure IV-10. On remarque que la plupart du temps, les écarts de valeur pour cette propriété sont faibles, de l'ordre de 0,1 %. Il arrive néanmoins que l'écart entre la valeur la plus faible et la plus élevée atteigne 0,7 %. Afin d'interpréter les résultats du suivi des propriétés lors du vieillissement, nous avons estimé une erreur au-dessus de laquelle une variation de propriété est caractéristique. Pour cela, nous avons considéré la valeur correspondant au neuvième décile de la série des écarts maximaux sur l'ensemble des 12 échantillons testés. Les erreurs « seuil » obtenues sont de 0,45 pour l'absorptivité, 0,71 pour l'émissivité et 0,43 pour l'efficacité radiative. Par la suite, les barres d'erreurs affichées sur les graphiques représentent donc ces valeurs.

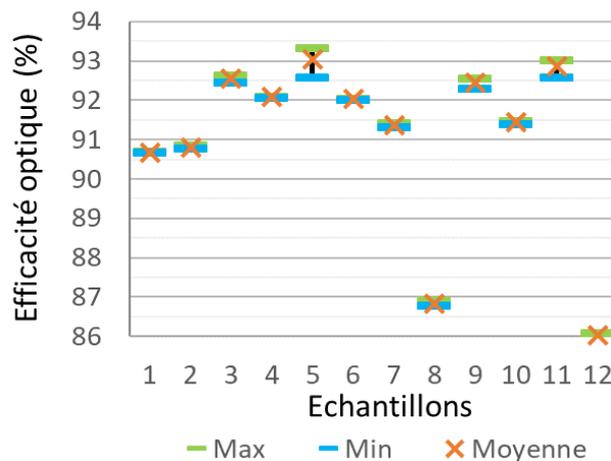


Figure IV-10 : Sensibilité des appareils de mesure de la réflectivité – résultats de l'efficacité radiative

## IV.2. Analyse du vieillissement avec variation des facteurs de vieillissement

Le suivi des propriétés radiatives est réalisé sur plusieurs échantillons ayant subi différents types de vieillissement au cours de plusieurs campagnes. La première campagne met en jeu des cycles très courts avec un flux et une température correspondant aux conditions maximales de fonctionnement du récepteur. La deuxième campagne met en avant l'influence de l'augmentation du flux et de la durée des cycles. Puis, des tests complémentaires sur des échantillons isolés permettent d'étudier l'influence de l'augmentation de température et de l'ajout du facteur humidité.

### IV.2.1. Suivi des propriétés radiatives suite à la première campagne

Cette première campagne est réalisée en respectant les conditions maximales de fonctionnement, en termes de flux et de température, d'après les fabricants. A minima, 200 cycles sont réalisés sur chaque échantillon. Les flux, températures et durées des cycles dépendent des substrats en jeu. Les résultats sont donc présentés pour chaque substrat indépendamment.

#### IV.2.1.1. Revêtements déposés sur le substrat T91

Sur le substrat T91, alliage métallique, cinq revêtements sont testés. Le revêtement P (Pyromark<sup>®</sup>) est considéré comme la référence puisqu'il s'agit de celui qui est actuellement utilisé très majoritairement dans les centrales CSP à tour. On remarque sur la Figure IV-11 que l'absorptivité reste stable au cours des 200 cycles pour tous les échantillons. L'émissivité augmente seulement pour le revêtement D, ce qui signifie que ses pertes radiatives augmentent. Ceci se répercute légèrement sur l'efficacité radiative où une faible tendance à la baisse est visible.

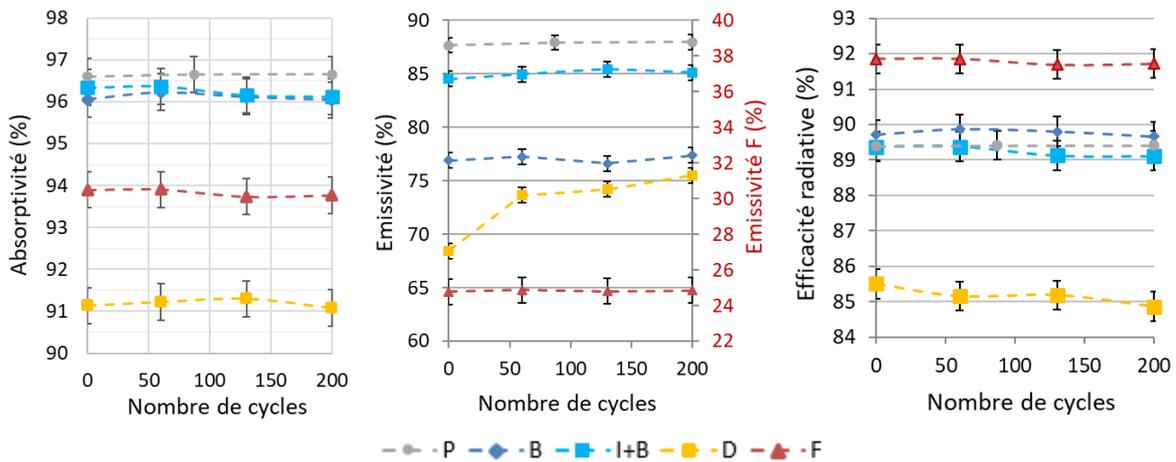


Figure IV-11 : Evolution des propriétés radiatives des revêtements sur substrat T91 lors de la première campagne

#### IV.2.1.2. Revêtements déposés sur le substrat VM12

Quatre revêtements sont déposés sur le substrat VM12. Seul le substrat I+B a une légère évolution pouvant être considérée comme caractéristique. L'absorptivité passe de 95,8 à 96,9 % (Figure IV-12 à gauche), l'émissivité passe de 84,9 à 86,1 % (Figure IV-12 au milieu). Ainsi, l'efficacité radiative, davantage influencée par l'augmentation de l'absorptivité que par l'augmentation des pertes radiatives, augmente de 88,8 à 89,8 % (Figure IV-12 à droite). Les trois autres échantillons restent stables vis-à-vis de ces propriétés.

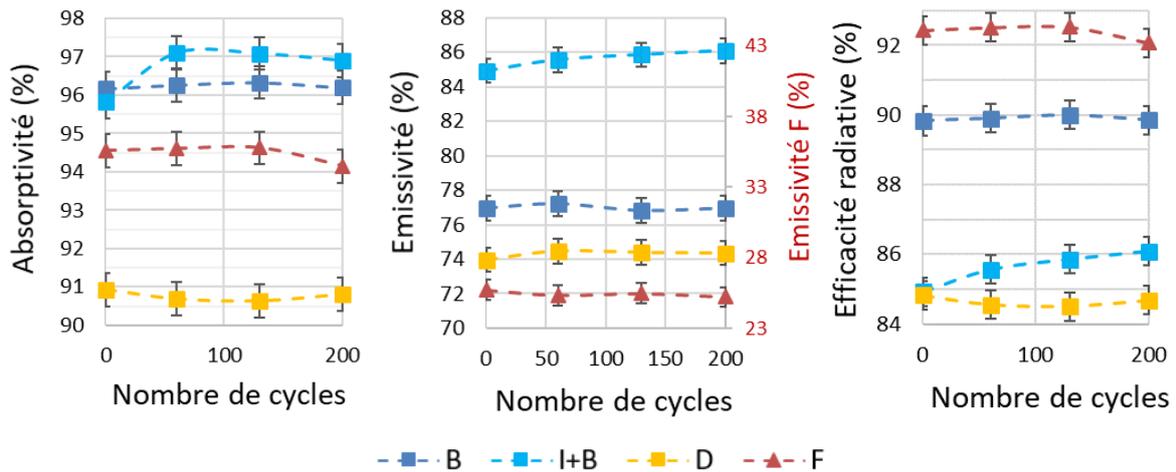


Figure IV-12 : Evolution des propriétés radiatives des revêtements sur substrat VM12 lors de la première campagne

#### IV.2.1.3. Revêtements déposés sur le substrat T22

Quatre revêtements ont été déposés sur le substrat T22. L'absorptivité et l'efficacité radiative du revêtement sélectif F augmentent respectivement de 1,4 % et 1,3 % (Figure IV-13) malgré l'application de cycles de vieillissement. L'émissivité des revêtements B et I+B diminuent respectivement de 2,4 et 2,3 %. Ceci implique une diminution des pertes radiatives et donc une légère augmentation de l'efficacité radiative. Cependant, celle-ci est trop faible pour être considérée comme caractéristique d'une réelle évolution de l'efficacité du revêtement.

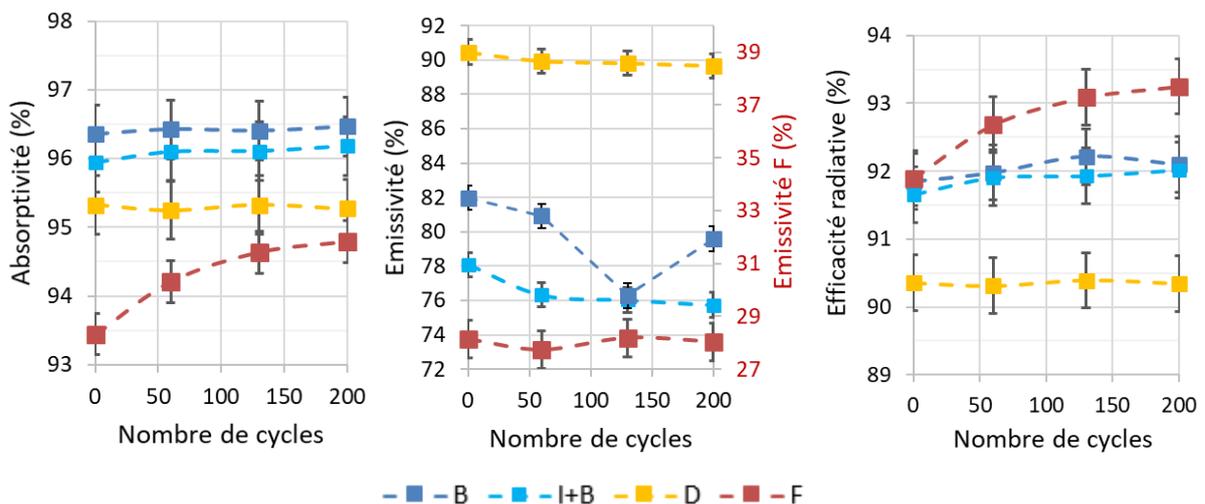


Figure IV-13 : Evolution des propriétés radiatives des revêtements sur substrat T22 lors de la première campagne

#### IV.2.1.4. Revêtement déposés sur le substrat Inconel 617

La couche protectrice I ayant tout d'abord été jugée incompatible avec le super alliage Inconel 617 par les fabricants, seuls trois revêtements sont déposés sur ce substrat. Pour rappel, celui-ci étant plus fin, la température à la surface de l'échantillon augmente rapidement ; c'est pourquoi la durée des cycles est beaucoup plus courte (30 secondes à flux bas, et 40 secondes à flux élevé). Ainsi, nous avons pu réaliser davantage de cycles, jusqu'à

500 cycles pour le revêtement B. Néanmoins, l'ensemble des propriétés restent stables tout au long du vieillissement, quel que soit le revêtement.

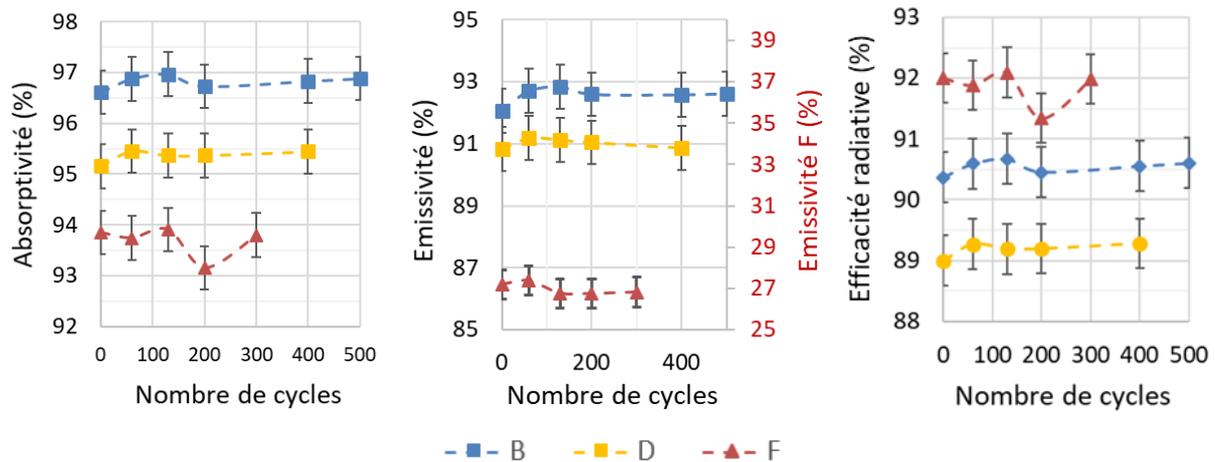


Figure IV-14: Evolution des propriétés radiatives des revêtements sur substrat Inconel 617 lors de la première campagne

## IV.2.2. Analyse du vieillissement suite à la deuxième campagne

Cette deuxième campagne est réalisée en respectant les conditions maximales de fonctionnement en termes de température tout en augmentant le flux maximal auquel les échantillons sont soumis. La durée des cycles est allongée à 20 minutes pour tous les échantillons. A minima, 40 cycles sont réalisés sur chaque échantillon. Comme précédemment, les résultats sont présentés pour chaque substrat indépendamment.

### IV.2.2.1. Revêtements déposés sur le substrat T91

Six revêtements sont testés sur le substrat T91 lors de la deuxième campagne, dont deux sélectifs (F et I+F). On remarque sur la Figure IV-15 que l'absorptivité du revêtement Pyromark® augmente tout d'abord, passant de 93,6 à 96,1 %. Le revêtement a été déposé en interne et il est possible que le recuit n'ait pas été achevé correctement. Ainsi, cette augmentation peut être due à la finalisation de ce traitement. Par la suite, pour cet échantillon, l'absorptivité et l'efficacité radiative oscillent avec une légère tendance à la baisse. Les propriétés des autres revêtements sont stables ou bien varient autour des valeurs initiales (Figure IV-15).

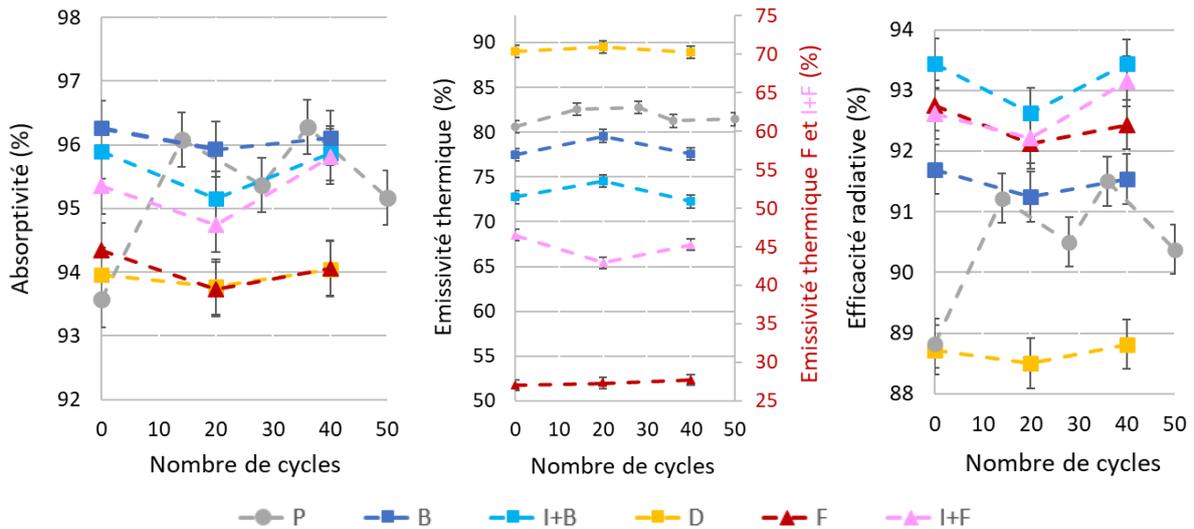


Figure IV-15 : Evolution des propriétés radiatives des revêtements sur substrat T91 lors de la deuxième campagne

#### IV.2.2.2. Revêtements déposés sur le substrat VM12

Trois revêtements ont été déposés sur le substrat VM12. Sur la Figure IV-16 à gauche, on remarque une légère tendance à la baisse de l'absorptivité pour les trois échantillons. L'émissivité de l'échantillon B+D (Figure IV-16, milieu) augmente fortement de 76,9 à 92,6 % lors de la première série de 20 cycles puis semble se stabiliser. L'ensemble de ces évolutions engendre une tendance à la baisse de l'efficacité radiative (Figure IV-16, à droite) pour les trois échantillons. Néanmoins, cette tendance est en limite de ce qui peut être considéré comme une évolution caractéristique compte tenu des erreurs de mesure. Il serait donc souhaitable de prolonger le vieillissement pour confirmer ou infirmer ce phénomène.

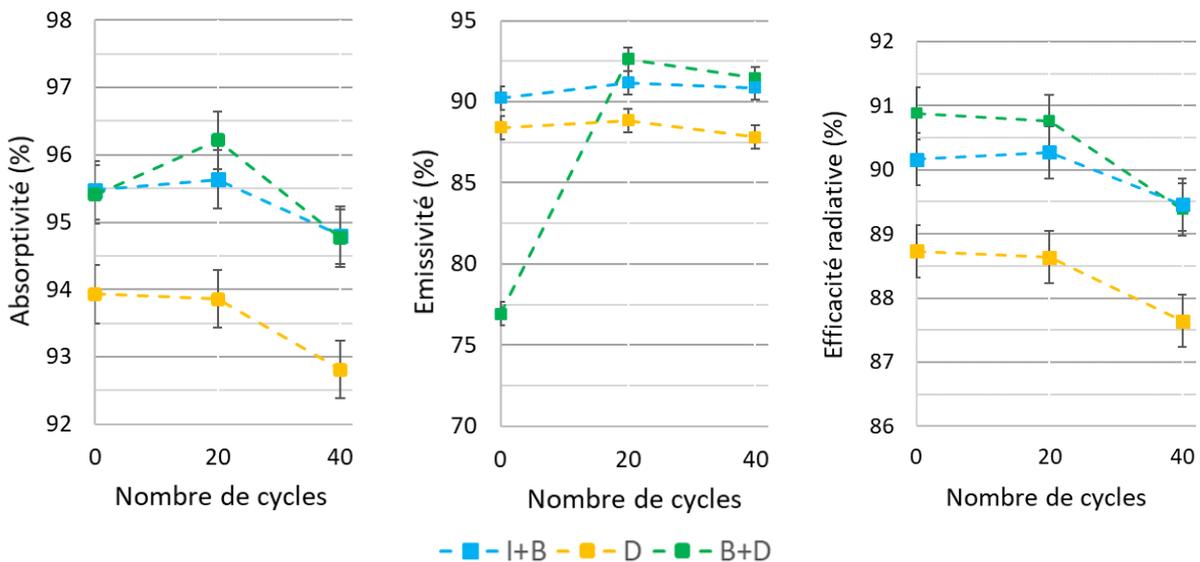


Figure IV-16 : Evolution des propriétés radiatives des revêtements sur substrat VM12 lors de la deuxième campagne

#### IV.2.2.3. Revêtements déposés sur le substrat Inconel 617 ou Haynes 230

Les substrats Inconel 617 et Haynes 230 sont très similaires de par leur composition et de par leur utilisation. Ils sont donc traités de la même manière et les résultats sont

regroupés dans cette section. Quatre revêtements sont déposés sur le substrat Inconel 617. L'un d'eux, le revêtement B, est également déposé sur le substrat Haynes 230.

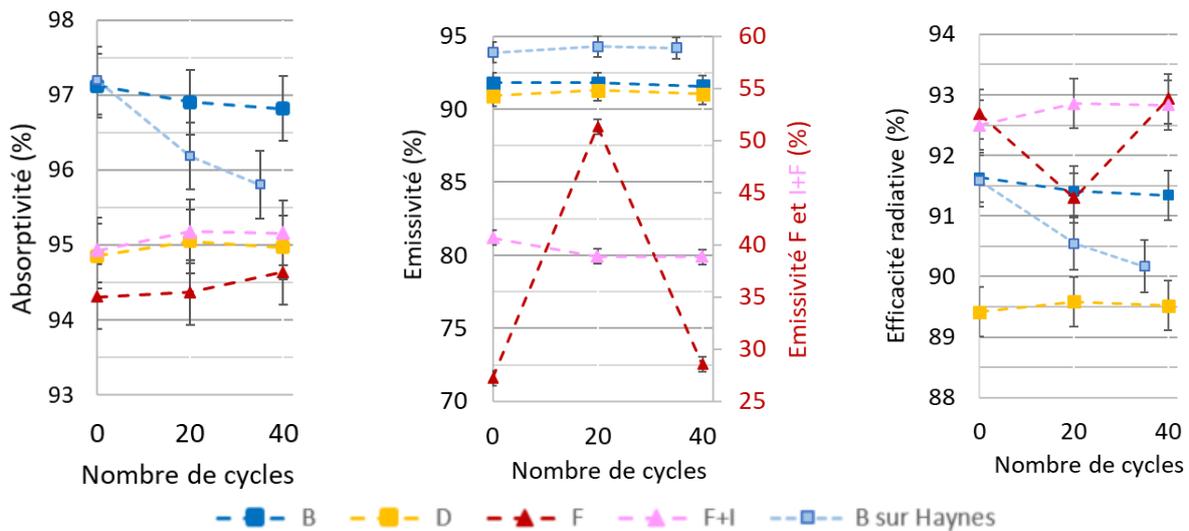


Figure IV-17 : Evolution des propriétés radiatives de quatre revêtements sur le substrat Inconel 617 et d'un revêtement sur le substrat Haynes 230 lors de la deuxième campagne

On remarque dans la Figure IV-17 que les propriétés de la plupart des échantillons restent stables au cours du vieillissement. On note néanmoins deux comportements différents. L'émissivité de l'échantillon de revêtement F, en rouge, a une augmentation très importante de plus de 15 % après 20 cycles puis une diminution au niveau initial après 40 cycles. Ce type d'évolution n'a pas d'explication physique a priori et ne se produit qu'une fois dans l'ensemble des expériences ; nous supposons donc qu'elle est due à une erreur d'expérimentation lors de la mesure de la réflectivité dans le spectre infrarouge. Enfin, l'absorptivité de l'échantillon de revêtement B déposé sur le substrat Haynes 230 connaît une tendance à la baisse significative, avec une baisse de 1,4 % au bout de 35 cycles. Ceci se répercute sur l'efficacité radiative qui diminue également de 1,4 %.

### IV.2.3. Analyse du vieillissement suite à l'augmentation du facteur « température »

L'augmentation de température est testée lors de la première et la deuxième campagne, sur deux échantillons. Ce facteur est également testé accidentellement lors de deux surchauffes survenues pendant les vieillissements, l'une pendant notre deuxième campagne, l'autre chez l'un des partenaires du projet.

#### IV.2.3.1. Cycles courts du type de ceux de la première campagne

Un échantillon T91 avec revêtement B est vieilli avec 200 cycles similaires à ceux réalisés lors de la première campagne, c'est-à-dire des cycles très courts. Néanmoins, le flux maximal est augmenté de 500 à 700 kW.m<sup>2</sup> et la température maximale est augmentée de 650°C à 800°C. La Figure IV-18 représente l'évolution des propriétés radiatives de cet échantillon (courbe noire) ainsi que celle d'un échantillon similaire vieilli lors de la première

campagne (courbe bleue). On remarque que l'absorptivité reste stable, mais que l'émissivité augmente de 73,6 à 78,4 % suite aux 40 premiers cycles ce qui signifie que les pertes radiatives augmentent. L'influence sur l'efficacité radiative est assez faible, celle-ci reste stable autour de 88 %. Lors d'un vieillissement classique mené lors de la première campagne, l'absorptivité ainsi que l'émissivité restent stables. Néanmoins, on remarque que l'état initial n'est pas identique pour les deux échantillons si l'on observe la valeur de l'émissivité avant le premier cycle. Ainsi, il est difficile de conclure sur l'influence des paramètres modifiés dans l'évolution de cette propriété au regard de cette seule expérience.

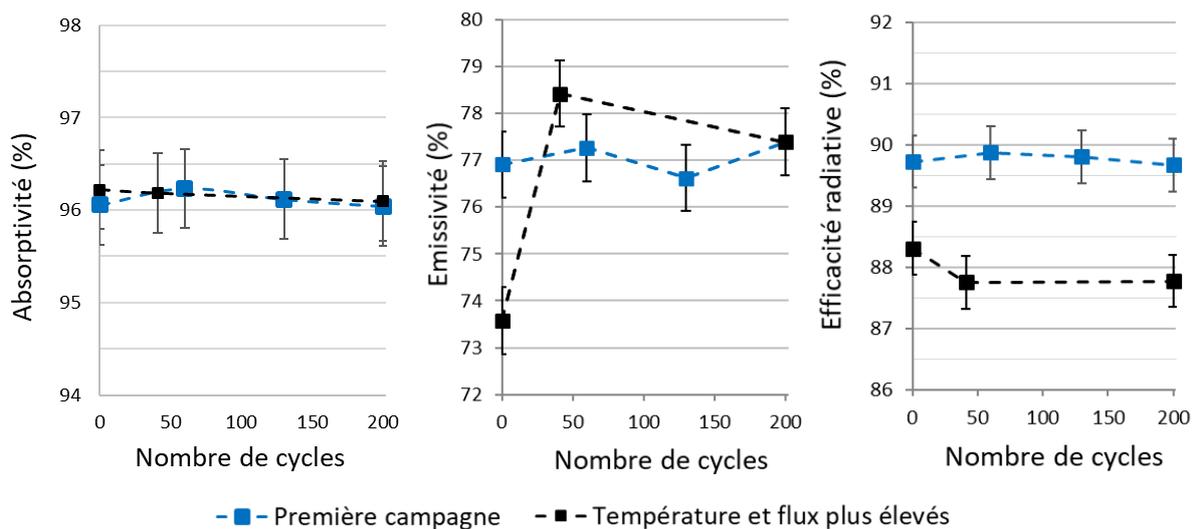


Figure IV-18 : Evolution des propriétés radiatives de deux échantillons T91 avec revêtement B – Comparaison de la première campagne et d'une augmentation de la température

#### IV.2.3.2. Cycles longs du type de ceux de la deuxième campagne

Avant de débuter la deuxième campagne, un essai avec une température plus élevée (780°C au lieu de 650°C) a été réalisé sur un échantillon T91 avec revêtement P. Celui-ci est comparé au vieillissement de la deuxième campagne sur un échantillon de même type à travers l'évolution des propriétés radiatives illustrées dans la Figure IV-19.

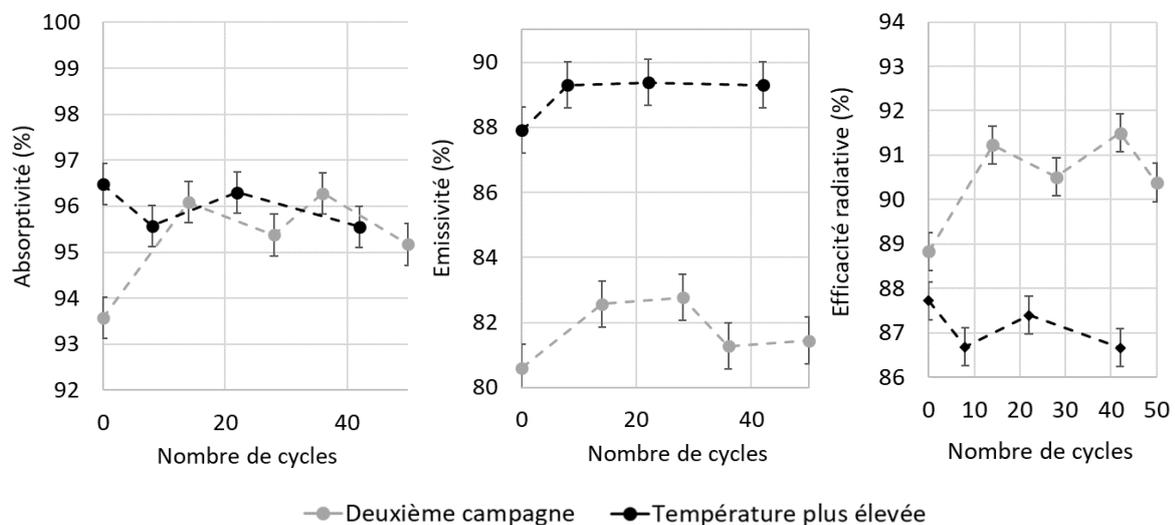


Figure IV-19 : Evolution des propriétés radiatives de deux échantillons T91 avec revêtement P – Comparaison de la deuxième campagne et d'un vieillissement à température plus élevée

On remarque que son absorptivité (courbe noire sur le graphique de gauche) varie légèrement autour de 96 % et que son émissivité augmente de 1,4 % lors des 8 premiers cycles puis se stabilise. L'échantillon similaire vieilli lors de la deuxième campagne (en gris) bénéficie d'un possible phénomène de recuit lors des 15 premiers cycles, visible via l'augmentation importante de l'absorptivité au début du vieillissement. Suite à cette amélioration du revêtement, son efficacité varie jusqu'à 50 cycles en oscillant autour de 91 %.

Bien que le vieillissement impliquant une température plus élevée ne donne pas de tendance nette dans le temps imparti, il semble tout de même plus approprié que celui utilisé lors de la deuxième campagne dans le cadre d'un vieillissement accéléré. Ce type de cycle, à température élevée, n'a pas été reproduit pour les autres échantillons par manque de temps. En effet, les vieillissements respectant les températures de consigne déterminées par les fabricants ont été privilégiés afin de répondre au cahier des charges du programme européen.

#### IV.2.3.3. Surchauffe momentanée lors de la deuxième campagne

Lors de la deuxième campagne, l'échantillon de substrat Haynes 230 avec revêtement B a subi une surchauffe de quelques minutes au début de la deuxième série de 20 cycles due à un retard de la mise en route du refroidissement par air à l'arrière de l'échantillon. La température à la surface de l'échantillon a atteint momentanément 950°C au lieu des 700°C visés. Les résultats des propriétés radiatives sont comparés à un échantillon de même type ayant subi les 40 cycles de la deuxième campagne sans aléa.

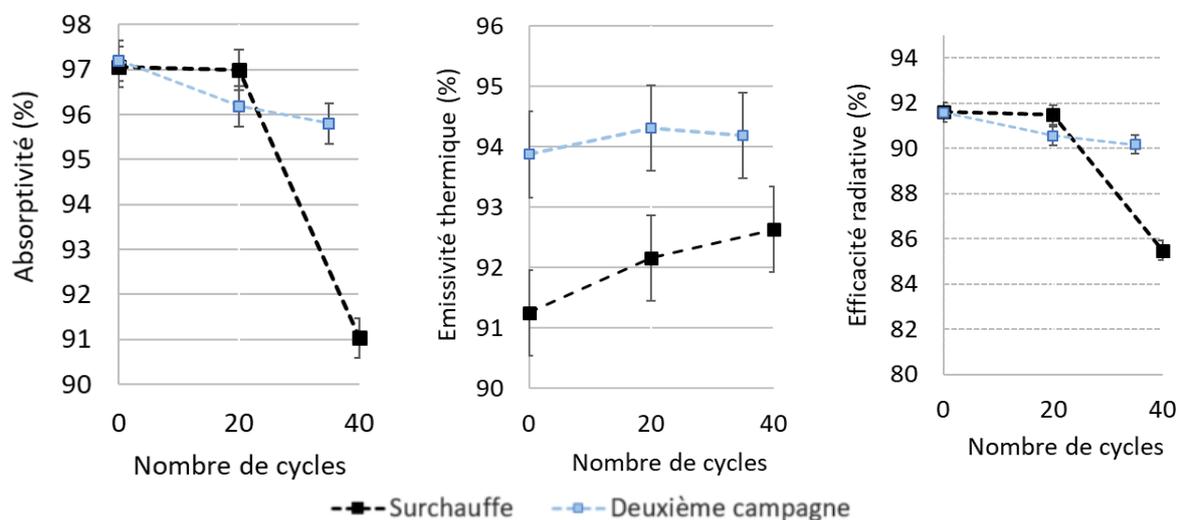


Figure IV-20 : Evolution des propriétés radiatives de deux échantillons Haynes 230 avec revêtement B – Comparaison de la deuxième campagne et d'un vieillissement identique avec une surchauffe momentanée

On remarque dans la Figure IV-20 que, lors des 20 premiers cycles identiques dans les deux cas, l'absorptivité de l'un des échantillons diminue significativement de 1,0 % alors que l'absorptivité de l'autre demeure stable. Ceci peut être dû à des revêtements déposés de façon non homogène sur l'ensemble des échantillons. En effet, des différences sont parfois remarquées sur les mesures réalisées avant vieillissement entre des revêtements identiques

déposés sur un même substrat. Puis, on remarque que l'absorptivité de l'échantillon ayant subi la surchauffe diminue brusquement de 97,0 à 91,0 %. L'émissivité a également une tendance à la hausse sur l'ensemble des 40 cycles. Globalement, l'efficacité radiative chute de 6 % suite à ce vieillissement. Il apparaît donc que l'augmentation importante de la température a modifié significativement et rapidement les propriétés de surface de l'échantillon.

#### IV.2.3.4. Surchauffe lors de la campagne expérimentale de l'un des partenaires

Une surchauffe s'est produite pendant les cycles de vieillissement réalisés par le laboratoire DLR sur les échantillons de substrat T91, atteignant les 850°C environ au lieu des 650°C visés. Pour chaque type d'échantillon, trois spécimens ont été vieillis simultanément. Les revêtements I+B, B, F, et D sont présentés dans la Figure IV-21 (respectivement a, b, c, d). On remarque que l'absorptivité du revêtement F (Figure IV-21c) décroît progressivement passant de 96 % à environ 86 % après 60 cycles, ce qui représente 60 heures. L'absorptivité du revêtement D (Figure IV-21d) décroît légèrement mais dans une bien moindre mesure, passant de 93,5 à 92,5 % environ. Ce revêtement se comporte donc mieux face à une surchauffe, mais ses propriétés initiales sont insatisfaisantes puisqu'une absorptivité de 96 % est souhaité par les constructeurs. L'absorptivité des revêtements B (Figure IV-21 b) et I+B (Figure IV-21 a) diminue également, bien que cette diminution soit inégale entre les trois échantillons vieillis.

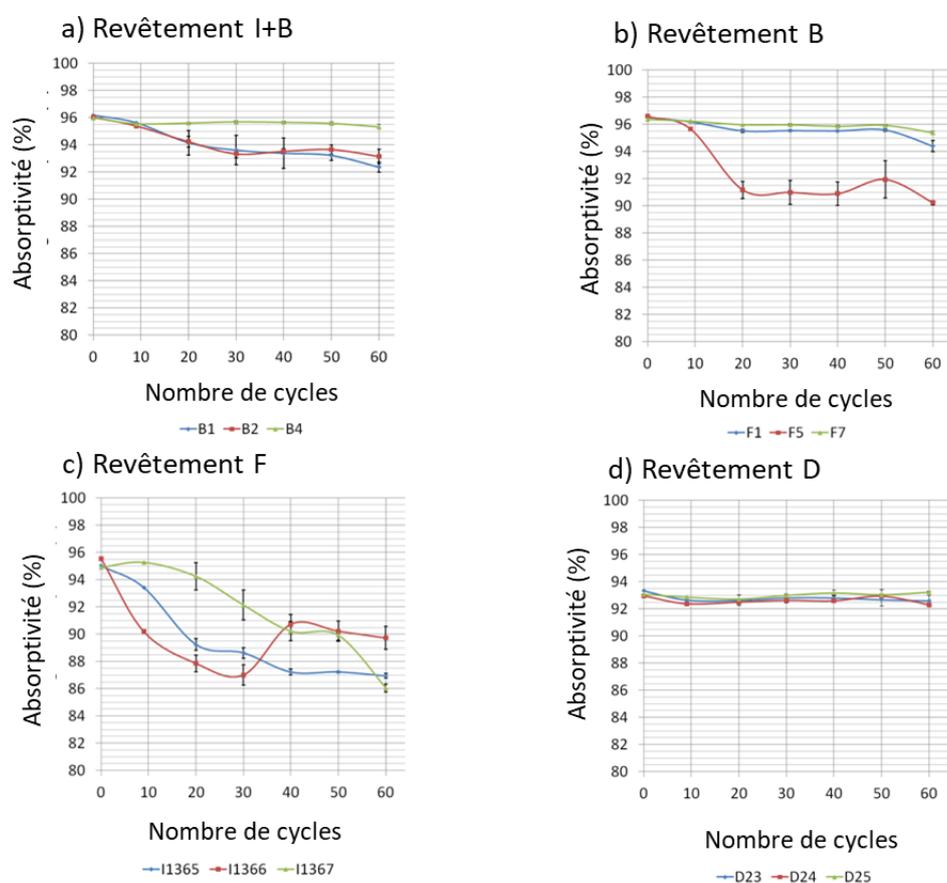


Figure IV-21 : Evolution de l'absorptivité de trois échantillons T91 avec revêtement F (a) et de trois échantillons avec revêtement D (b) pour une température maximale de 800°C

Dans cette expérience, on remarque à nouveau que l'augmentation de la température a une influence sur l'absorptivité, plus ou moins marquée selon le type de revêtement.

#### IV.2.4. Analyse du vieillissement suite à l'ajout du facteur « humidité »

Le dispositif SAAF permet de tester les facteurs de température, flux, gradient thermique. Afin d'étudier l'influence de l'humidité, quelques échantillons ont été mis dans une chambre humide pendant 100 heures à différentes étapes lors du vieillissement. Pour les deux types d'échantillon testés (T91 avec revêtement I+B sur la Figure IV-22 et Inconel 617 avec revêtement B sur la Figure IV-23), l'évolution de l'absorptivité, de l'émissivité et donc de l'efficacité radiative est stable.

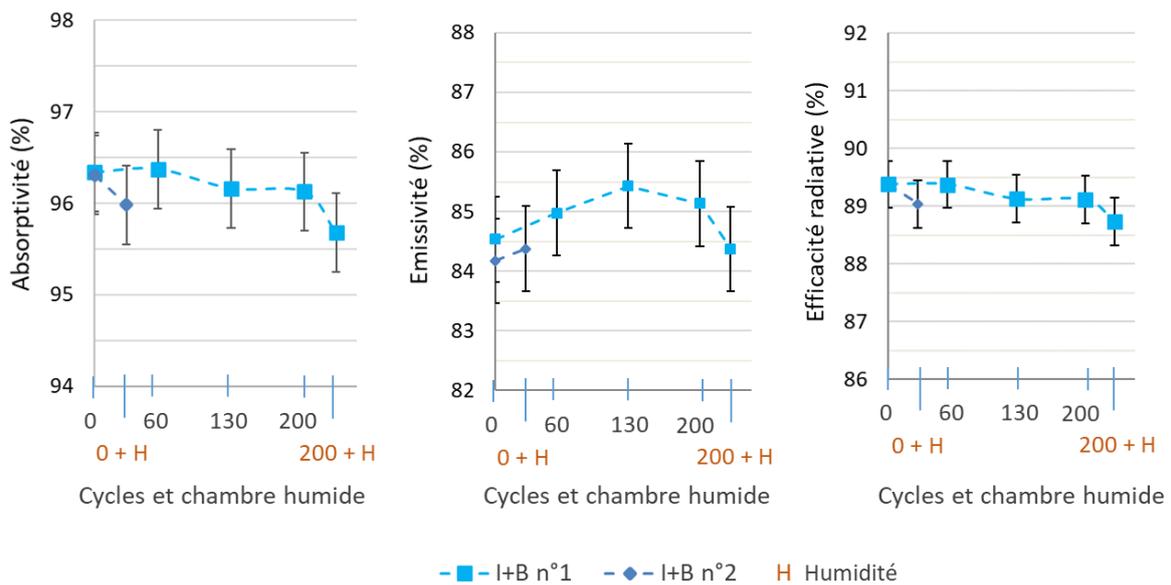


Figure IV-22 : Evolution des propriétés radiatives de deux échantillons T91 avec revêtement I+B – Ajout d'une étape en chambre humide lors du vieillissement

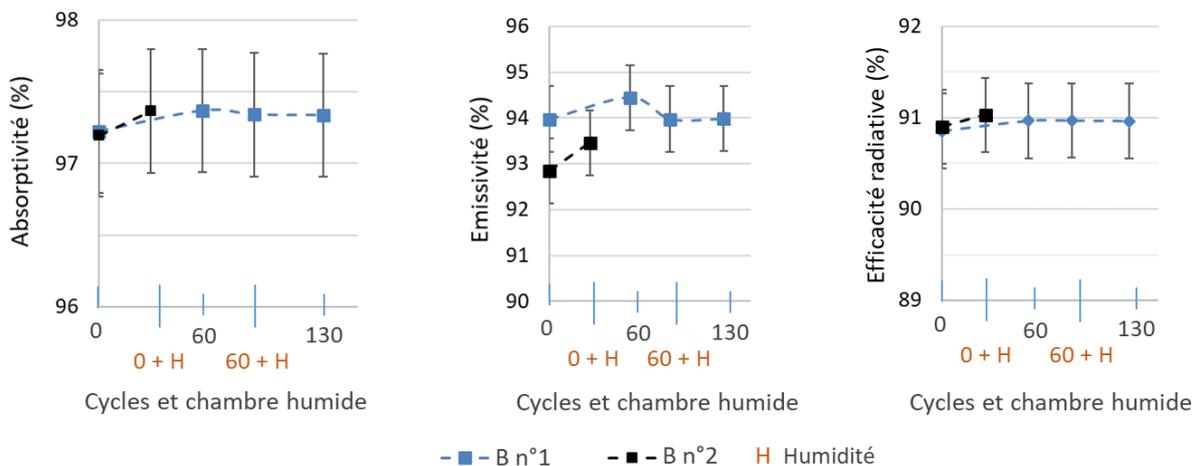


Figure IV-23 : Evolution des propriétés radiatives de deux échantillons Inconel 617 avec revêtement B – Ajout d'une étape en chambre humide lors du vieillissement

## IV.2.5. Bilan des effets des différents protocoles de vieillissement

L'influence des différents protocoles de vieillissement sur les propriétés radiatives des matériaux étudiés est récapitulée à l'aide des tableaux ci-dessous (Tableau IV-1). Sont donc présentés les résultats de la première campagne (a), de la deuxième campagne (b), des tests additionnels faisant intervenir une température supérieure à la température de consigne (c) ainsi que les résultats des tests relatifs à l'humidité (d).

a) 1ère campagne					b) 2ème campagne				
Substrat	Revêtement	$\Delta$ absorptivité (%)	$\Delta$ émissivité (%)	$\Delta$ efficacité radiative (%)	Substrat	Revêtement	$\Delta$ absorptivité (%)	$\Delta$ émissivité (%)	$\Delta$ efficacité radiative (%)
T91	B	-0,1	0,5	0,0	T91	B	-0,2	0,1	-0,2
T91	I+B	-0,2	0,6	-0,3	T91	I+B	0,0	-0,5	0,0
T91	F	-0,1	0,1	-0,2	T91	F	-0,3	0,7	-0,3
T91	D	0	7,1	-0,6	T91	I+F	0,5	-1,3	0,5
T91	P	0,1	0,3	0,0	T91	D	0,1	-0,1	0,1
VM12	B	0,0	0,0	0,0	T91	P	-0,9	-1,1	-0,8
VM12	I+B	1,1	1,2	1,0	VM12	I+B	-0,7	0,6	-0,7
VM12	F	-0,4	-0,5	-0,4	VM12	D	-1,1	-0,6	-1,1
VM12	D	-0,1	0,4	-0,2	VM12	D+B	-0,6	14,5	-1,5
T22	B	0,1	-2,4	0,2	Inconel	B	-0,3	-0,2	-0,3
T22	I+B	0,2	-2,3	0,4	Inconel	D	0,1	0,1	0,1
T22	F	1,3	-0,1	1,4	Inconel	F	0,3	1,3	0,3
T22	D	-0,1	-0,8	0,0	Inconel	I+F	0,2	-1,8	0,3
Inconel	B	0,3	0,5	0,2	Haynes	B	-1,4	0,3	-1,4
Inconel	F	0,0	-0,4	0,0					
Inconel	D	0,3	0,0	0,3					

c) Température augmentée				
Type de vieillissement	Substrat + Revêtement	$\Delta$ absorptivité (%)	$\Delta$ émissivité (%)	$\Delta$ efficacité radiative (%)
1ère campagne avec température et flux plus élevés	T91 + B	-0,1	3,8	-0,5
2ème campagne avec température plus élevée	T91 + P	-0,9	1,4	-1,1
2ème campagne avec une surchauffe momentanée	Hy + B	-6,0	1,38	-6,1
Tests partenaires avec surchauffe	T91 + F	-7,5	/	/
	T91 + (I+B)	-2,5	/	/
	T91 + B	-3,2	/	/
	T91 + B	-0,4	/	/

d) Humidité				
Substrat	Revêtement	$\Delta$ absorptivité (%)	$\Delta$ émissivité (%)	$\Delta$ efficacité radiative (%)
T91	I+B n°1	-0,7	-0,2	-0,6
T91	I+B n°2	-0,3	0,2	-0,3
Inconel	B n°1	0,1	0,0	0,1
Inconel	B n°2	0,2	0,6	0,1

Tableau IV-1 : Récapitulatif de l'évolution des propriétés radiatives suite aux différents protocoles de vieillissement

Pour chaque expérience, tous les matériaux testés sont présentés. Les tableaux récapitulent l'évolution de l'absorptivité, de l'émissivité et de l'efficacité radiative, c'est-à-dire la différence des propriétés mesurées après le vieillissement complet et avant le premier cycle. Compte tenu de la sensibilité des appareils de mesure, étudiée dans la section

IV.1.4.1., les résultats significatifs représentant une amélioration des propriétés sont écrits en vert et les résultats faisant état d'une dégradation sont écrits en rouge. Les données surlignées sont les résultats pour lesquels la différence dépasse au moins deux fois le seuil de significativité défini. Il s'agit donc de résultats considérés comme représentatif d'une évolution importante des propriétés.

Cette représentation permet de mettre en évidence les protocoles de vieillissement ayant le plus d'influence sur l'évolution des propriétés suivies. On remarque que la première campagne (Tableau IV-1 a) et les quatre tests mettant en jeu le facteur humidité (Tableau IV-1 d) sont les moins propices à l'accélération du vieillissement. Quelques dégradations sont observées lors de la deuxième campagne (Tableau IV-1 b), mais c'est bien l'augmentation de la température qui permet d'obtenir une évolution significative d'au moins une propriété pour tous les échantillons étudiés.

Afin de déterminer un protocole de vieillissement accéléré propice à l'étude des récepteurs solaires de centrales CSP, il serait donc judicieux d'étudier des cycles en créneaux, avec des périodes de 20 minutes environ et différentes températures. Celles-ci doivent être supérieures aux conditions maximales de fonctionnement pour obtenir un vieillissement accéléré, mais pas trop élevées pour ne pas dégrader l'échantillon subitement comme cela a été observé lors de l'une des surchauffes pour une température de 950°C.

### IV.3. Analyse du vieillissement suite à une modification de la procédure de recuit

Le recuit par voie solaire a été testé sur quatre échantillons de substrat Inconel 617 ou Haynes 230 et de revêtement B. Lors du recuit, le profil théorique n'a pu être entièrement complété suite à un problème de pilotage (voir chapitre III). Cependant, on remarque que l'absorptivité de tous les échantillons avant vieillissement dépasse bien les 96 % (Figure IV-24 à gauche). Ainsi, le traitement semble tout de même être satisfaisant dans un premier temps.

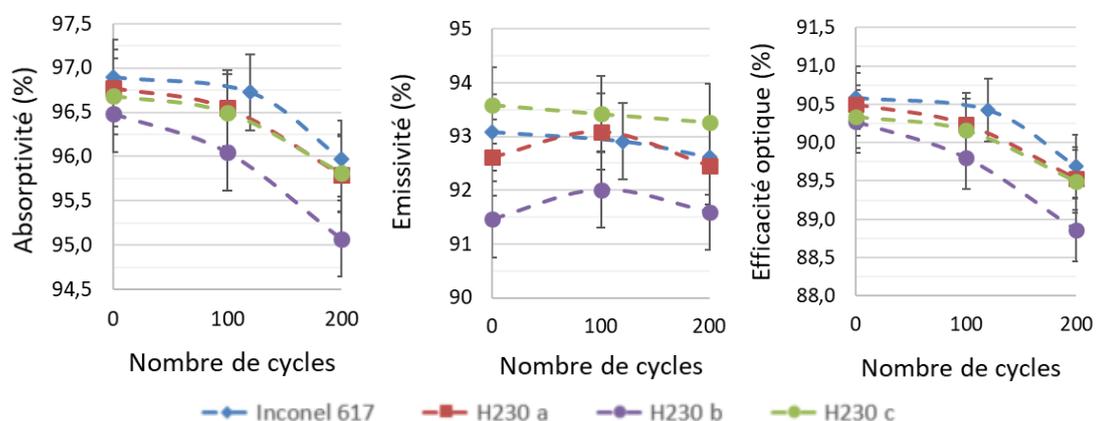


Figure IV-24 : Evolution des propriétés radiatives d'échantillons Inconel 617 ou Haynes 230 avec revêtement B ayant reçu un recuit solaire

Puis, un vieillissement du type de la première campagne est réalisé. On remarque que l'absorptivité diminue progressivement après 100 puis après 200 cycles. L'émissivité (Figure IV-24 au milieu) reste stable mais la diminution de l'absorptivité suffit à la dégradation de l'efficacité radiative pour laquelle une tendance à la baisse est observée sur les quatre échantillons (Figure IV-24 à droite).

Le respect du protocole de recuit semble donc avoir une importance cruciale dans le maintien des propriétés radiatives au cours du temps, y compris lorsque celles-ci atteignent les valeurs visées à la fin du traitement.

#### **IV.4. Observations visuelles et analyse microscopique complémentaire**

Les analyses des propriétés radiatives ne permettent pas de conclure sur l'efficacité des cycles appliqués dans le cadre d'un vieillissement accéléré et donc de comparer les différents revêtements entre eux. Dans cette partie, l'observation visuelle des altérations est brièvement présentée. Puis une analyse microscopique est réalisée sur un type d'échantillon ayant subi différents types de vieillissement.

##### **IV.4.1. Observations visuelles**

Les échantillons ont essentiellement deux types d'aspects : noir brillant pour les revêtements sélectifs F et noir mat pour les autres (Figure IV-25).



Figure IV-25 : Echantillons avant vieillissement - à gauche : revêtement de type B, à droite : revêtement sélectif de type F

Après vieillissement, généralement, aucune dégradation ne semble visible à l'œil nu, à part dans deux cas exposés ci-dessous (Figure IV-26). Il s'agit des échantillons Haynes 230 avec revêtement B et Inconel 617 avec revêtement F. Le vieillissement du premier échantillon correspond à la surchauffe présentée en IV.2.3. On a vu que, dans ce cas, l'absorptivité a effectivement diminué. Le deuxième échantillon a subi les cycles de la deuxième campagne. Malgré un aspect visuel endommagé, les résultats présentés plus haut montrent que l'on ne remarque pas de dégradation des propriétés radiatives étudiées à la fin des 40 cycles réalisés.

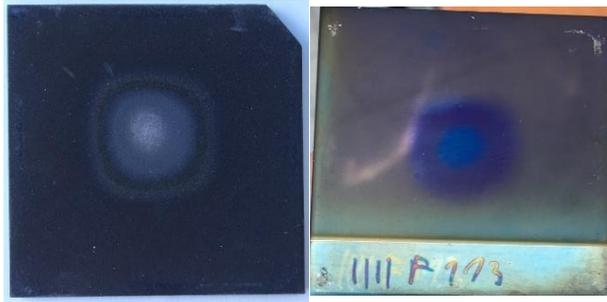


Figure IV-26 : Echantillons ayant subi des dommages visibles à la surface. A gauche : Haynes 230 avec revêtement B.  
A droite : Inconel 617 avec revêtement F.

#### IV.4.2. Analyse microscopique

L'analyse a été réalisée à l'aide d'un Microscope Electronique à Balayage (MEB) sur un même échantillon (substrat T91 et revêtement B) ayant subi différents types de vieillissement. Quelques images sont présentées dans le Tableau IV-2.

L'échantillon 0 n'a subi aucun vieillissement. L'échantillon n°1 n'a subi que quelques cycles lors de l'ajustement de la première campagne. L'échantillon n°2 a subi 200 cycles lors de la première campagne (cycles courts respectant les flux et températures maximales). Le n°3 a subi 200 cycles courts du type de la première campagne mais avec des températures et flux dépassant les conditions maximales de fonctionnement. Nous remarquons sur le Tableau IV-2 que les fissures semblent être plus grandes et en plus grande quantité au fur et à mesure de l'intensification des vieillissements. Néanmoins, seule une sélection d'images est représentée ici. En réalité, la zone vieillie n'est pas totalement homogène en termes de quantité et de taille de fissures. L'agrandissement étant situé entre x 150 et x 3000, il est donc difficile d'obtenir une image qui soit caractéristique de l'ensemble de l'échantillon. C'est pourquoi nous avons procédé à une analyse d'image à partir de plusieurs clichés captés avec un agrandissement de x 300. Un total de dix images a été retenu pour chaque échantillon. Compte tenu de l'agrandissement, ceci représente un échantillonnage de la surface de 3,0 x 4,1 mm<sup>2</sup>, soit environ 3 % de la surface vieillie. Chaque image a été post-traitée : le contraste a été amélioré et le seuil du niveau de gris ajusté afin d'obtenir le contour des fissures.

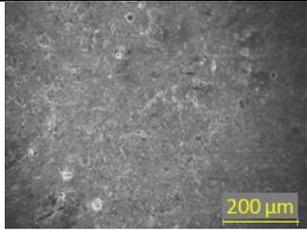
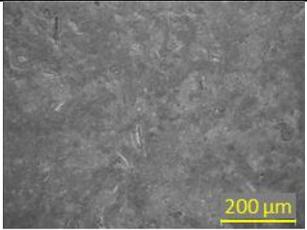
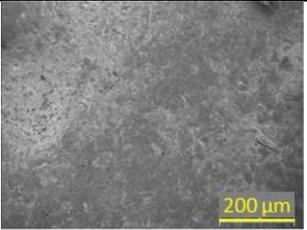
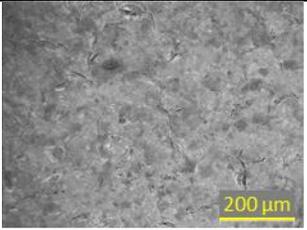
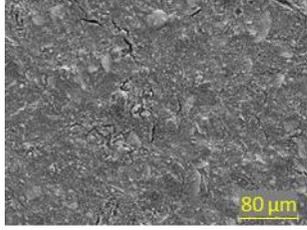
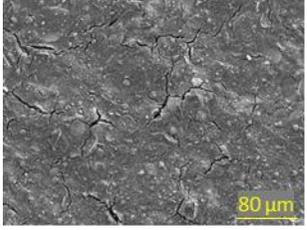
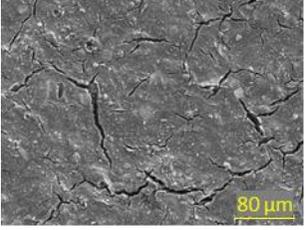
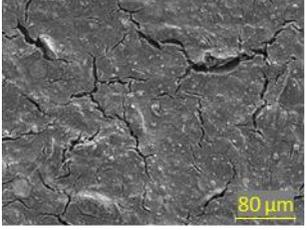
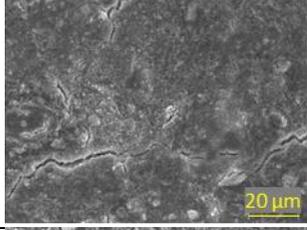
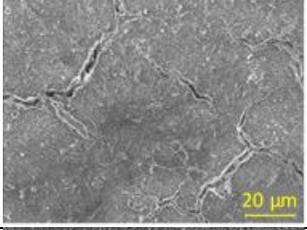
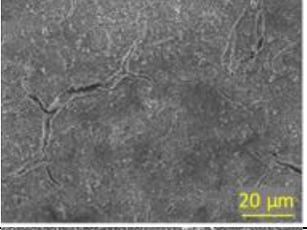
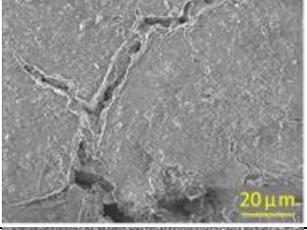
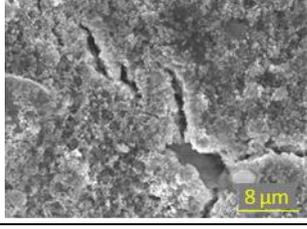
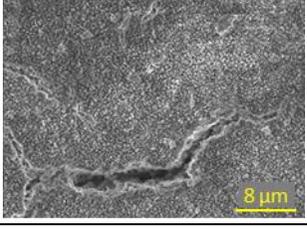
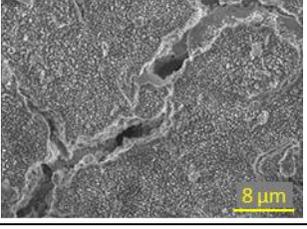
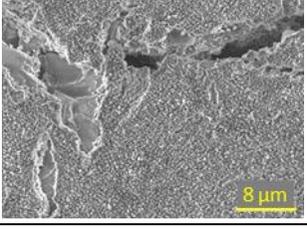
Zoom	Echantillon 0 – Non vieilli	Echantillon 1 – Tests préliminaires	Echantillon 2 – Campagne 1	Echantillon 3 – Campagne 1 agressive
x 150				
X 300				
x 1000				
x 3000				

Tableau IV-2 : Images microscopiques non traitées de trois échantillons ayant subi différents types de vieillissement

Sur la Figure IV-27, les quantités de fissures sur chaque échantillon sont classées par surface. Seules les fissures au-delà de  $20 \mu\text{m}^2$  sont considérées. On remarque tout d'abord que quelques fissures apparaissent sur l'échantillon non vieilli (n°0) mais que le nombre de fissures augmente nettement sur les échantillons suivants. Donc, dès les premiers chocs thermiques subis par l'échantillon n°1, de nouvelles fissures se créent. L'échantillon n°2 a subi un vieillissement complet : 200 cycles courts sur 15 heures environ. On remarque que la quantité et la taille des fissures augmentent avec la poursuite du vieillissement. L'échantillon n°3 a subi le même type de vieillissement que le n°2 mais avec un flux incident plus élevé. On observe que le nombre de fissures augmente encore légèrement. L'essentiel des fissures est donc créé suite au premier choc thermique, le nombre de fissures au-dessus de  $20 \mu\text{m}^2$  est alors multiplié par 3. Ensuite, cette quantité augmente de 40 % pour l'échantillon n°2 puis de 15 % pour l'échantillon n°3.

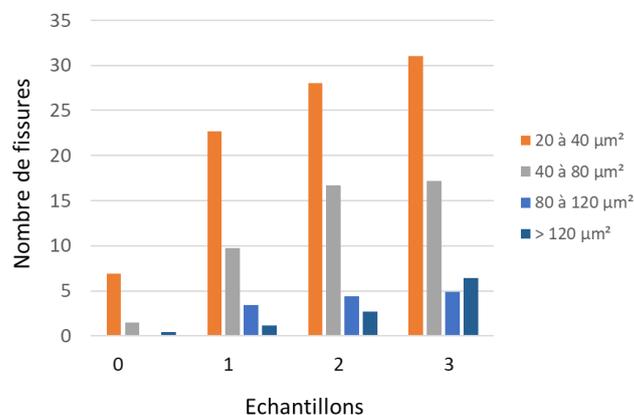


Figure IV-27 : Bilan des fissures observées sur différents échantillons

Compte tenu des analyses réalisées sur ces échantillons, il semble que le vieillissement réalisé altère la structure du revêtement à travers la création et l'amplification de fissures bien que les propriétés radiatives demeurent stables.

## IV.5. Conclusion

Le vieillissement accéléré des matériaux destinés aux récepteurs CSP n'est pas normalisé ; nous avons donc testé, dans ce travail exploratoire, plusieurs facteurs de vieillissement. Le nombre d'échantillons à vieillir étant élevé en regard du nombre de jours d'expérimentation possible, la durée du vieillissement a été limitée à 15 heures environ pour chaque échantillon. Les résultats présentés dans ce chapitre montrent que les seuils choisis pour les différents facteurs de vieillissement, tels que la température et le flux incident, ne sont pas suffisants pour observer un vieillissement accéléré dans le temps imparti. En effet, l'absorptivité, l'émissivité et l'efficacité radiative fluctuent souvent autour de la valeur initiale avant vieillissement de manière non significative. Les conditions étant tout de même agressives, avec des flux solaires élevés et de forts gradients de température, ces résultats soulignent tout de même la qualité des revêtements fournis par les partenaires du programme.

Les tests additionnels, impliquant une température supérieure à la température maximale de fonctionnement, sont les plus remarquables du point de vue du vieillissement accéléré. En effet, tous les échantillons ont au moins l'une des propriétés radiatives qui évolue de façon défavorable lorsque des températures très élevées, au-delà des températures maximales, sont en jeu. Néanmoins, ces protocoles n'ont pas pu être généralisés sur l'ensemble des échantillons par manque de temps.

D'autre part, l'analyse au microscope électronique à balayage a permis de mettre en évidence la création et l'amplification de fissures dès les premiers cycles. La durée du vieillissement ainsi que le flux et la température appliqués semblent également intensifier la présence des fissures sur le revêtement. Ce constat est réalisé sur des échantillons pour lesquels les propriétés radiatives demeurent stables.

Enfin, le vieillissement réalisé sur des échantillons ayant bénéficié d'un recuit solaire a progressivement détérioré les propriétés radiatives de ceux-ci. Le recuit n'ayant pas respecté toutes les phases du protocole déterminé par le fabricant, cette expérience met donc en avant la faculté du protocole de vieillissement à déceler une faiblesse dans le revêtement. D'autre part, elle souligne l'importance capitale de la phase de recuit dans la durabilité des propriétés du récepteur dans le temps.

Pour de futurs protocoles de vieillissement, il serait intéressant de procéder à des expériences similaires à celles testées dans ce chapitre, avec des variations du flux en créneau, une durée de cycle de 20 minutes environ et une température supérieure à la température maximale de fonctionnement. Toutefois, cette température, à établir empiriquement, ne doit pas être trop élevée pour ne pas causer une détérioration trop rapide des propriétés radiatives.

## **Chapitre V. CARACTERISATION THERMOPHYSIQUE A L'AIDE DE RESEAUX DE NEURONES ARTIFICIELS**

---

Les réseaux de neurones artificiels sont des outils mathématiques de traitement des connaissances utilisés dans le cadre de la résolution de problèmes de classification, de régression ou de commande. Ils sont utilisés dans les cas où l'établissement d'un modèle physique est impossible ou complexe. Dans le cas de la caractérisation de la conductivité et de la diffusivité, nous avons vu dans le chapitre II que des modèles associés à des bancs expérimentaux existent et sont couramment exploités. Néanmoins, l'estimation simultanée de ces deux propriétés n'est pas possible avec les dispositifs actuels, celles-ci étant corrélées. Il est donc nécessaire d'avoir recours à deux dispositifs distincts de mesure et d'estimation ou bien de déduire l'une des propriétés à partir de l'estimation de l'autre. Dans ce cas-là, l'erreur réalisée sur la première estimation est propagée. Pour éviter ces situations, nous avons opté pour l'utilisation de réseaux de neurones. Ceux-ci permettent l'exploitation de mesures expérimentales tout en s'affranchissant de la contrainte liée aux propriétés corrélées. En effet, l'établissement d'un réseau de neurones revient à déterminer des poids synaptiques et des biais qui, eux, ne sont pas corrélés puisqu'ils n'ont pas de sens physique.

Dans ce chapitre, nous présenterons tout d'abord le fonctionnement d'un réseau de neurones à propagation avant en détaillant sa topologie, le modèle du neurone artificiel ainsi que son mode d'apprentissage. Puis, nous exposerons les résultats d'une étude réalisée à partir de données simulées dans le but d'estimer la diffusivité de matériaux massifs. Dans la troisième partie, nous adapterons l'outil afin de pouvoir estimer simultanément deux propriétés thermophysiques, la diffusivité thermique et la conductivité thermique, tout en prenant en compte des données expérimentales. Pour terminer, nous testerons l'outil développé sur des matériaux avec revêtement destinés aux centrales solaires à concentration.

### **V.1. Fonctionnement des réseaux de neurones**

Les réseaux de neurones sont des structures connexionnistes qui relient des entrées choisies par l'opérateur à des sorties. Ces dernières peuvent être des propriétés que l'on souhaite estimer comme dans le cas présent ou bien une commande à effectuer ou encore une prédiction dans le cadre d'un traitement temporel de signal.

Différentes structures existent. Les réseaux peuvent être non bouclés (on parle de réseaux à propagation avant), comme c'est le cas pour le perceptron multicouche. Ceci signifie que les différentes couches de neurones sont sollicitées les unes après les autres sans retour sur les couches précédentes jusqu'à la sortie. A l'inverse, les réseaux peuvent également être récurrents. Ceci signifie qu'il existe des connexions bouclées au sein des différentes couches. Nous détaillons ici la structure d'un réseau non bouclé.

### V.1.1. Topologie d'un réseau de neurones à propagation avant

Le perceptron multicouche est un réseau de neurones non bouclé pouvant être utilisé dans le cas de cette étude, c'est-à-dire pour l'estimation de propriétés d'un matériau. Ce réseau est couramment représenté comme ci-dessous (Figure V-1).

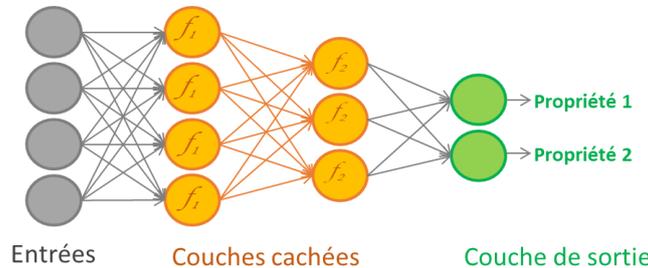


Figure V-1 : Représentation d'un réseau de neurones à propagation avant

Le nombre de neurones en entrée, en gris ci-avant, est défini par la dimension du vecteur d'entrée considéré. Le nombre de neurones de la couche de sortie, en vert, est égal au nombre de propriétés que l'on souhaite estimer. Il est nécessaire de choisir des entrées qui soient corrélées avec les sorties recherchées. Ceci est comparable à l'analyse des sensibilités réalisée dans le cadre des méthodes inverses.

Le nombre de couches cachées et le nombre de neurones sur chacune de celles-ci, en orange sur la figure, définissent la topologie du réseau. Celle-ci est à déterminer dans le cadre de l'optimisation du réseau de neurones. Généralement, une seule couche cachée suffit. Néanmoins, l'ajout de plusieurs couches cachées est possible ; on parle alors d'un apprentissage profond ou *deep learning*. L'ajout progressif de neurones (donc de paramètres ajustables) conduit au départ à une amélioration de la performance du réseau, c'est-à-dire à une meilleure estimation des sorties. Cependant, un nombre trop important de neurones conduit au phénomène de sur-apprentissage, c'est-à-dire à une dégradation des performances du réseau. Tout comme dans le cas d'une interpolation polynômiale de fonction où un polynôme d'ordre trop élevé n'est pas pertinent, l'ajout de paramètres superflus pénalise la capacité de généralisation.

Il n'existe pas, à ce jour, de méthode permettant de déterminer simplement la topologie optimale d'un réseau de neurones. L'enjeu est de rechercher une topologie satisfaisant les critères de performance déterminés par l'opérateur. Par exemple, une approche empirique consistera à augmenter progressivement le nombre de neurones jusqu'à la détection du phénomène de sur-apprentissage. Une autre méthode, fondée sur l'algorithme dit de « corrélation en cascade », permet, à partir d'une configuration initiale minimale (sans couche cachée), d'incrémenter le réseau progressivement, d'un neurone caché à chaque itération et d'optimiser les paramètres ajoutés à la structure (Figure V-2). Le neurone et les paramètres associés sont ensuite conservés en l'état.

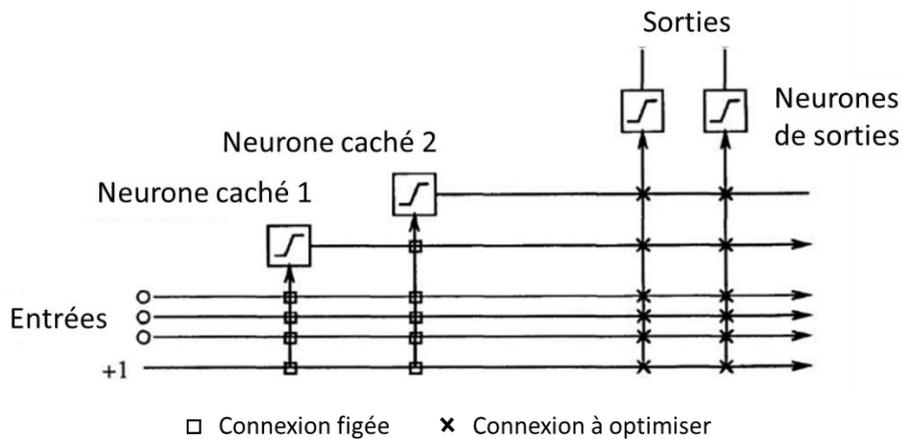


Figure V-2 : Apprentissage via l'algorithme de corrélation en cascade [80]

### V.1.2. Modèle du neurone artificiel

Chaque neurone collecte et traite les informations transmises par la couche précédente ( $x_i$ ) afin d'obtenir une valeur en sortie ( $y$ ) qui sera utilisée par la couche suivante. Pour cela, un poids synaptique ( $w_i$ ) est associé à chaque entrée. Le neurone réalise la somme de ses entrées pondérée par ces poids ( $\sum w_i \cdot x_i = z$ ), ceci est le niveau d'activation. Un biais ( $b$ ), ou seuil d'activation, est également associé à chaque neurone. Puis une fonction d'activation ( $f$ ) est appliquée pour déterminer la valeur de sortie du neurone. L'opération réalisée par chaque neurone est donc la suivante :

$$y = f \left( \sum_{i=1}^n w_i x_i - b \right) = f (z - b) \tag{Eq. V-1}$$

Le fonctionnement d'un neurone peut être représenté par la Figure V-3.

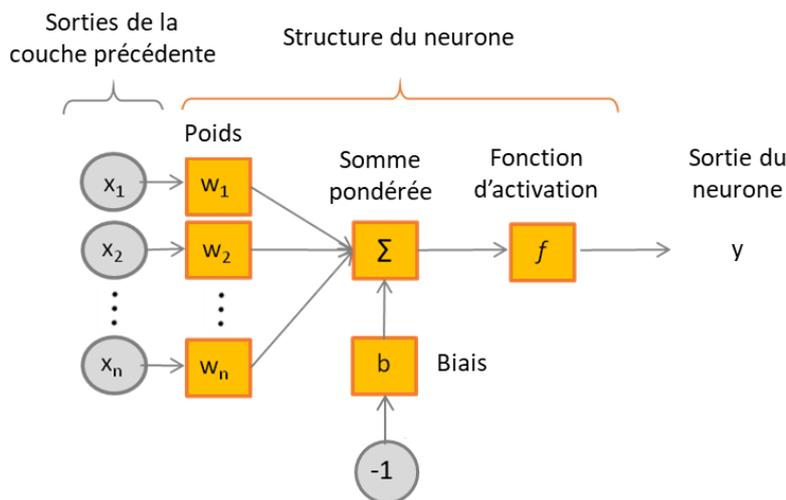


Figure V-3 : Le modèle du neurone artificiel

Une fonction d'activation, choisie par l'opérateur, est associée à chaque couche. La fonction est donc la même pour tous les neurones d'une même couche. Les neurones des couches cachées utilisent des fonctions d'activation non-linéaires, le plus souvent la tangente hyperbolique ou la sigmoïde (Figure V-4).

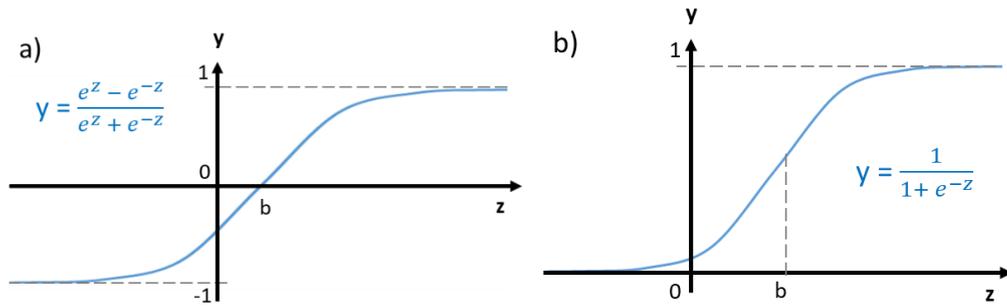


Figure V-4 : Fonctions d'activation non-linéaires d'une couche cachée a) tangente hyperbolique, b) sigmoïde

Pour les neurones de la couche de sortie, une fonction d'activation linéaire est généralement utilisée dans les problèmes de régression (Figure V-5 a). Mais il est possible d'utiliser d'autres fonctions selon les applications. Par exemple, lorsque le réseau est utilisé pour catégoriser les données d'entrée, la fonction softmax est appropriée. Celle-ci permet d'obtenir une sortie comprise entre 0 et 1 pour chaque classe potentielle ; la somme des sorties étant égale à 1. Il s'agit en fait d'une probabilité d'appartenance de l'exemple étudié aux différentes classes considérées.

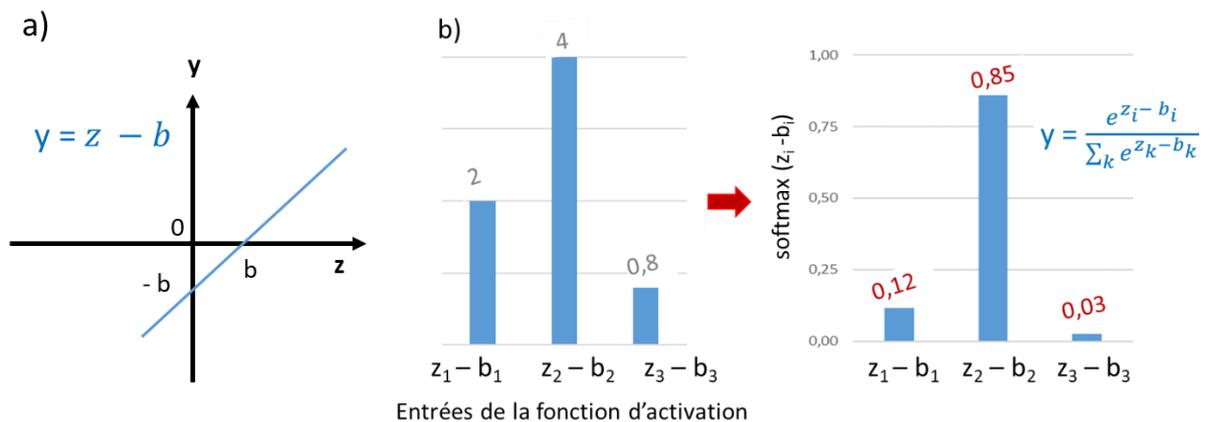


Figure V-5 : Fonctions d'activation de la couche de sortie a) la fonction linéaire, b) la fonction softmax appliquée à des données à titre d'exemple

### V.1.3. L'apprentissage

Afin de procéder à l'identification des paramètres ajustables de la structure, les biais et les poids synaptiques, les réseaux de neurones fonctionnent par l'apprentissage de cas d'espèce, les exemples. Initialisés par l'opérateur ou bien aléatoirement au sein d'un intervalle donné, des paramètres satisfaisants compte tenu de la précision recherchée sont déterminés à travers les itérations successives. C'est ce qu'on appelle la phase d'apprentissage. Le type d'apprentissage, la sélection judicieuse des exemples présentés et l'algorithme utilisé sont autant d'éléments à déterminer pour obtenir un apprentissage réussi.

#### V.1.3.1. Apprentissage supervisé et apprentissage non supervisé

Deux types d'apprentissage existent : l'apprentissage supervisé et l'apprentissage non supervisé. L'apprentissage supervisé consiste à présenter au réseau des couples

entrées-sorties connus. L'opérateur connaît la sortie cible pour une entrée donnée. Une fois l'apprentissage terminé, le réseau doit pouvoir formuler une sortie correcte lorsqu'il traite une entrée inconnue, lors d'une phase dite de généralisation ou de validation. A contrario, l'apprentissage non supervisé ne fait pas appel à des exemples connus. Seuls des « individus » sont présentés au réseau. Ce type d'apprentissage est utilisé à des fins de regroupement (ou *clustering*). Pour cela, une métrique est utilisée (par exemple, la distance euclidienne). Dans la présente étude, seul l'apprentissage supervisé est utilisé.

### V.1.3.2. Sélection des exemples

Les exemples choisis pour la phase d'apprentissage doivent être pertinents. Ceci signifie qu'ils doivent être représentatifs des cas de figure qui pourront être rencontrés par la suite. Il est également nécessaire de disposer d'un nombre suffisant d'exemples. L'utilisation d'un nombre d'exemples trop faible conduira à un apprentissage imparfait et donc à une mauvaise généralisation si les différents types d'entrées possibles n'ont pas été explorés lors de l'entraînement. A l'inverse, les exemples ne doivent pas être trop nombreux pour ne pas favoriser le phénomène de sur-apprentissage (conséquence d'un mauvais dimensionnement du réseau : trop de neurones cachés).

### V.1.3.3. Algorithme d'apprentissage supervisé

Lorsque l'on présente les exemples au réseau, ceux-ci sont traités par les neurones définis par leurs fonctions d'activation, leurs poids et leurs biais. Les sorties obtenues sont ensuite comparées aux sorties désirées. La somme des erreurs quadratiques,  $S_{se}$  (*sum square error*), est souvent utilisée comme signal d'erreur. La moyenne des erreurs quadratiques peut également être envisagée. Ensuite, un algorithme de minimisation de ce signal d'erreur, tel qu'une descente de gradient, Gauss-Newton ou Levenberg-Marquardt (LM), est utilisé afin de corriger les poids et les biais itérativement depuis la couche de sortie jusqu'à la première couche cachée (le signal d'erreur est rétropropagé au sein des couches du réseau). Les éléments en gras utilisés ci-après représentent des vecteurs ou des matrices. La méthode de la descente de gradient réalise le calcul du gradient de la fonction à minimiser,  $\nabla S_{se}$  (Eq. V-2) ; ce gradient est ensuite répercuté sur les poids et biais à l'aide du taux d'apprentissage  $\mu$  (comme indiqué dans l'Eq. V-3 pour les poids synaptiques).

$$\nabla S_{se} = \mathbf{J}^T \mathbf{e} \quad \text{Eq. V-2}$$

$$\mathbf{w}^{k+1} = \mathbf{w}^k - \mu \cdot \mathbf{J}^T \mathbf{e} \quad \text{Eq. V-3}$$

$\mathbf{J}^T$  est la matrice des dérivées partielles premières de la fonction à minimiser par rapport aux poids et aux biais recherchés, appelée matrice jacobienne,  $\mathbf{e}$  est le vecteur des erreurs,  $k$  est l'itération.

La méthode de Gauss-Newton utilise une approximation de la matrice Hessienne  $\mathbf{H}$  (Eq. V-4) afin de déterminer le pas d'itération pour le calcul des poids et des biais (Eq. V-5 pour le calcul des poids).

$$\mathbf{H} = \mathbf{J}^T \mathbf{J} \quad \text{Eq. V-4}$$

$$\mathbf{w}^{k+1} = \mathbf{w}^k - (\mathbf{J}^T \mathbf{J})^{-1} \cdot \mathbf{J}^T \mathbf{e} \quad \text{Eq. V-5}$$

La méthode de Levenberg-Marquardt combine les deux méthodes précédentes (Eq. V-6). Lorsque le taux d'apprentissage est élevé, elle se rapproche de la méthode de la descente de gradient, lorsqu'il est faible elle se rapproche de la méthode de Gauss-Newton.

$$\mathbf{w}^{k+1} = \mathbf{w}^k - (\mathbf{J}^T \mathbf{J} + \mu^k \mathbf{I})^{-1} \mathbf{J}^T \mathbf{e} \quad \text{Eq. V-6}$$

$\mathbf{I}$  est la matrice identité.

Le taux d'apprentissage,  $\mu$ , varie au fil des itérations. Une valeur élevée lors de l'initialisation de l'algorithme permet de tendre rapidement vers le minima recherché. Il augmente si on s'éloigne de la performance souhaitée. Il diminue lorsqu'on s'approche de celle-ci. Ceci permet d'éviter de trop grandes oscillations autour du minimum.

#### **V.1.3.4. Critères d'arrêt**

L'apprentissage consiste en la détermination, par un processus itératif, des biais et des poids permettant d'atteindre la performance souhaitée. Ceci signifie que les itérations s'arrêtent lorsque le critère de performance, par exemple la somme des erreurs quadratiques, passe sous un seuil défini au préalable. Parfois, l'algorithme peut être piégé dans un minimum local plus ou moins éloigné du niveau de performance souhaité ; c'est pourquoi un nombre maximal d'itération est également utilisé en tant que critère d'arrêt le cas échéant.

#### **V.1.3.5. Capacité de généralisation – Phase de validation**

Suite à la phase d'entraînement, de nouveaux exemples, connus de l'opérateur mais non utilisés lors de la phase d'apprentissage, sont présentés au réseau. Celui-ci sera considéré comme exploitable si l'erreur commise est suffisamment faible, selon les exigences de l'opérateur.

#### **V.1.4. Stabilité du réseau**

L'entraînement d'un réseau de neurones démarre avec l'initialisation des poids et des biais de chaque neurone de la structure. Ceux-ci peuvent être déterminés par l'opérateur ou bien choisis aléatoirement, dans un intervalle donné, par l'algorithme d'apprentissage. Ainsi, le réseau obtenu dépend de ces paramètres initiaux ; autrement dit, un même réseau entraîné deux fois avec des paramètres initiaux différents aura des paramètres finaux différents et donc des performances différentes. La performance du réseau peut être déterminée après la phase de validation grâce à l'erreur calculée entre les propriétés attendues et les propriétés obtenues sur des exemples inconnus du réseau. Lorsque cette erreur obtenue en phase de validation est similaire pour plusieurs entraînements consécutifs, on considère que le réseau est stable.

Afin d'évaluer cette stabilité, nous avons appliqué une procédure de vérification basée sur la répétition des entraînements (Figure V-6). Celle-ci est détaillée pour le problème présent, c'est-à-dire l'estimation de deux propriétés thermophysiques de matériaux, la conductivité thermique et la diffusivité thermique. Nous répétons les phases d'entraînement et de validation 50 fois. Lorsqu'un réseau est finalisé (suite à la phase

d'entraînement) et testé (suite à la phase de validation), il est possible, dans un premier temps, d'examiner sa cohérence indépendamment des autres réseaux obtenus. En effet, les propriétés thermophysiques sont des grandeurs positives. Ainsi, si au moins l'une des propriétés est négative pour l'un des matériaux, on considère que le réseau est incohérent. Lorsque le réseau est considéré comme cohérent, l'erreur moyenne est calculée pour chaque propriété. Après finalisation de 50 réseaux et après avoir écarté les réseaux incohérents, nous calculons les premier et troisième quartiles ( $Q_1$  et  $Q_3$ ) de chaque série d'erreur (conductivité et diffusivité). L'écart interquartile ( $Q_3 - Q_1$ ) est alors utilisé pour déterminer les erreurs dites « aberrantes » ( $\epsilon_{ab}$ , voir Eq. V-7), c'est-à-dire trop basses ou trop élevées compte tenu de l'ensemble des réseaux.

$$\epsilon_{ab} < Q_1 - 1,5(Q_3 - Q_1) \quad \text{ou} \quad \epsilon_{ab} > Q_3 + 1,5(Q_3 - Q_1) \quad \text{Eq. V-7}$$

Après cette procédure, deux données sont exploitables : le nombre de réseaux considérés comme incohérents ou ayant des erreurs aberrantes pour juger de la stabilité du réseau et les erreurs de conductivité et diffusivité moyennées sur l'ensemble des réseaux afin de juger de la pertinence de la méthode pour l'estimation des propriétés.

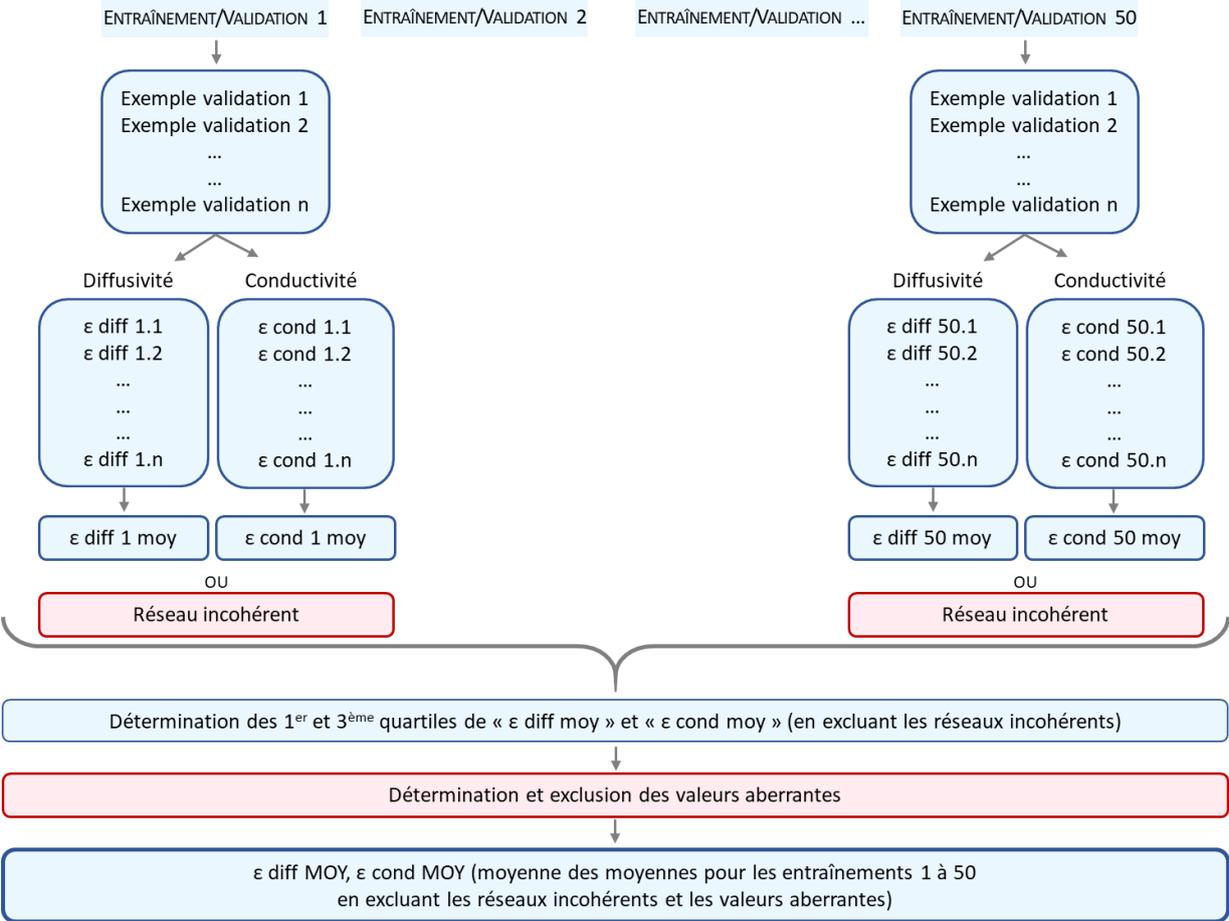


Figure V-6 : Stabilité d'un réseau de neurones – Méthode de détermination des réseaux incohérents et des valeurs de sortie aberrantes

## V.2. Réseau de neurones pour la caractérisation thermophysique de matériaux à partir de données simulées

Dans le chapitre II, plusieurs exemples de caractérisation thermophysique de matériaux à l'aide de réseaux de neurones ont été présentés : estimation de la conductivité thermique de matériaux poreux à l'aide de la conductivité de chaque composant du matériau poreux ainsi que sa répartition volumique et estimation de la conductivité thermique d'échantillons de matériaux cylindriques à l'aide de l'évolution de leur température en phase de refroidissement.

Dans le cadre de cette étude, nous poursuivons les travaux de S. Grieu et al [74]. Ceux-ci explorent la possibilité de relier la diffusivité et la conductivité d'un matériau à sa réponse en température à un signal PRBS (*Pseudo-Random Binary Signal*). Afin d'entraîner le réseau, des données simulées à l'aide d'un modèle ont été utilisées.

Nous présentons tout d'abord les exemples utilisés puis l'optimisation du réseau réalisée grâce à ces données simulées.

### V.2.1. Base de données simulées

La base de données utilisée au cours de cette étude préalable est composée de la réponse simulée de 192 matériaux suite à une excitation de type PRBS de longueur 1023 secondes. Les trente premières secondes du signal sont présentées sur la Figure V-7.

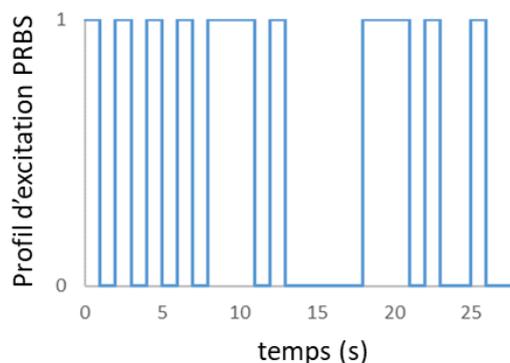


Figure V-7 : Les 30 premiers signaux de la séquence PRBS utilisée

Les matériaux sont fictifs, c'est-à-dire que tous les couples conductivité/diffusivité dans une certaine gamme de valeurs sont considérés pour construire la base de données, même si cela ne correspond pas à un matériau réel. La conductivité ( $K$ ) varie entre 0,5 et 110  $W.m^{-1}.K^{-1}$  et la diffusivité ( $a$ ) varie entre  $1.10^{-8}$  et  $5.10^{-5} m^2.s^{-1}$  et (Tableau V-1).

K / a	1E-08	5E-08	1E-07	5E-07	1E-06	5E-06	1E-05	5E-05
0,5	1	2	3	4	5	6	7	8
1	9	10	11	12	13	14	15	16
5	17	18	19	20	21	22	23	24
10	25	26	27	28	29	30	31	32
15	33	34	35	36	37	38	39	40
20	41	42	43	44	45	46	47	48
25	49	50	51	52	53	54	55	56
30	57	58	59	60	61	62	63	64
35	65	66	67	68	69	70	71	72
40	73	74	75	76	77	78	79	80
45	81	82	83	84	85	86	87	88
50	89	90	91	92	93	94	95	96
55	97	98	99	100	101	102	103	104
60	105	106	107	108	109	110	111	112
65	113	114	115	116	117	118	119	120
70	121	122	123	124	125	126	127	128
75	129	130	131	132	133	134	135	136
80	137	138	139	140	141	142	143	144
85	145	146	147	148	149	150	151	152
90	153	154	155	156	157	158	159	160
95	161	162	163	164	165	166	167	168
100	169	170	171	172	173	174	175	176
105	177	178	179	180	181	182	183	184
110	185	186	187	188	189	190	191	192

Tableau V-1 : Répartition des exemples issus de simulations

Pour le bon fonctionnement des réseaux, les exemples utilisés pour l'entraînement doivent être correctement répartis au sein de l'ensemble des 192 exemples disponibles. L'information apportée par les exemples influe sur la capacité de généralisation du réseau. Plusieurs sous-ensembles ont donc été définis, afin de pouvoir entraîner les réseaux à l'aide d'un nombre croissant d'exemples répartis comme suit :

- ensemble 1 de 24 exemples d'entraînement, en jaune dans le Tableau V-1 ;
- ensemble 2 de 48 exemples d'entraînement en jaune et vert ;
- ensemble 3 de 72 exemples d'entraînement en jaune, vert et bleu ;
- ensemble 4 de 97 exemples d'entraînement en jaune, vert, bleu et gris ;
- ensemble de 24 exemples pour la phase de validation, en rouge.

Les exemples en blanc n'ont pas été utilisés dans cette répartition.

Le début de la réponse des huit premiers matériaux de la base de données est présentée en guise d'exemple dans la Figure V-8. Ces matériaux ont la même conductivité mais une diffusivité croissante. On remarque que plus la diffusivité est élevée, plus la température croît rapidement.

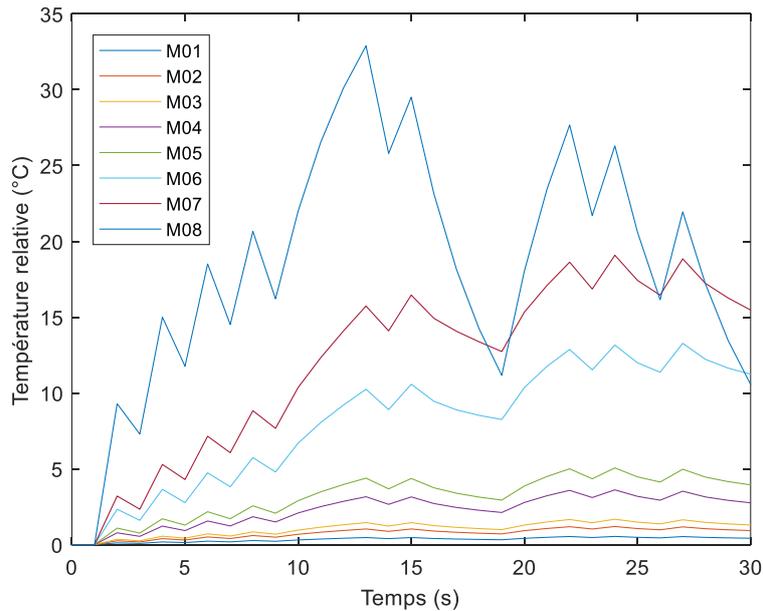


Figure V-8 : Exemples de réponses à l'expérience photothermique simulée pour huit matériaux

## V.2.2. Optimisation du réseau

Au cours de cette étude préalable, nous avons cherché à estimer la diffusivité des matériaux. Une attention toute particulière a été portée à la nature des exemples. Nous avons cherché à déterminer quel type de séquence en entrée permet d'obtenir une bonne estimation des sorties. Pour cela, nous avons testé la longueur des séquences (1024 au maximum, c'est-à-dire le signal PRBS au complet) ainsi que la nature de la séquence.

Chaque réseau de neurones a été entraîné dix fois afin de s'assurer de sa « stabilité » aux conditions initiales. Les valeurs représentées ci-après sont les moyennes sur les dix entraînements consécutifs de l'erreur moyenne en phase de validation, c'est-à-dire sur 24 exemples correspondant au sous-ensemble rouge du Tableau V-1. La phase de validation intervient après la phase d'entraînement. Il s'agit donc de l'erreur moyenne obtenue lors de l'étape qui permet de vérifier la capacité de généralisation du système à l'aide d'exemples inconnus du réseau entraîné.

### V.2.2.1. Longueur de la séquence des entrées

La réponse en température d'un matériau à un signal PRBS complet est un vecteur de 1024 valeurs. Afin de ne pas fournir au réseau des données inutiles ou redondantes et afin de minimiser le temps de calcul, l'influence de la longueur de la séquence des entrées a été évaluée. Les graphiques ci-dessous (Figure V-9) représentent l'évolution de l'erreur moyenne en fonction de la longueur de la séquence considérée. Deux cas de figure ont été testés : à gauche, une couche cachée de 25 neurones et 72 exemples d'entraînement utilisés (ensemble 3), à droite une couche cachée de seulement 10 neurones et 24 exemples (ensemble 1).

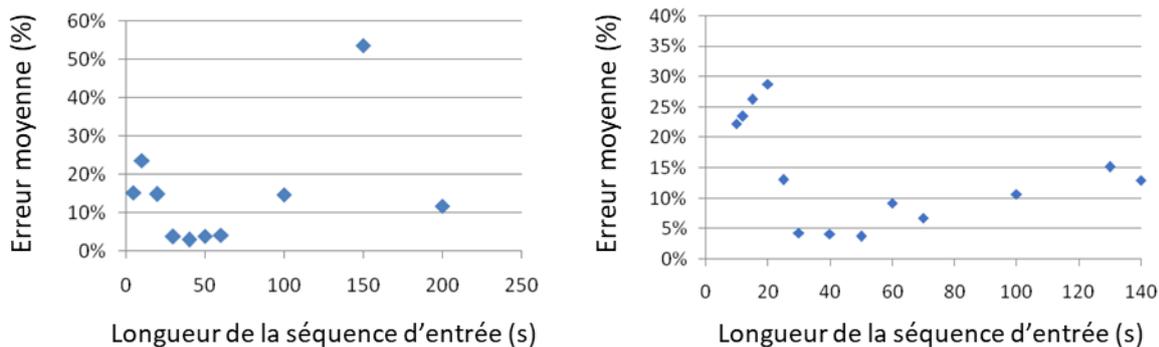


Figure V-9 : Erreur moyenne sur la diffusivité en phase de validation en fonction de la longueur de la séquence d'entrée pour 2 types de réseaux – a) à gauche, 25 neurones cachés et 72 exemples d'entraînement, b) à droite, 10 neurones cachés et 24 exemples d'entraînement

Pour les deux configurations, on remarque qu'une séquence trop courte (moins de 10 secondes), ou trop longue (plus de 100 secondes), produit une augmentation marquée de l'erreur moyenne. Ces deux types de réseaux présentent toutefois de bonnes performances puisqu'on obtient une erreur de 4 % environ pour une longueur de séquence comprise entre 30 et 60 secondes.

#### V.2.2.2. Nature des entrées

Les réseaux de neurones sont initialement entraînés à l'aide de l'évolution de la température en face avant des différents matériaux. Nous avons également testé des entrées différentes tout en conservant une configuration de réseau identique : une couche cachée de 25 neurones et l'utilisation de 72 exemples d'entraînement. Nous avons considéré l'amplitude  $A$  de la réponse du matériau pour chaque intervalle  $\Delta t$  caractéristique du PRBS, correspondant à une succession de 0 ou à une succession de 1 (Figure V-10), ainsi que la pente  $s$  des réponses pour les demi-intervalles du PRBS. Il s'agit de différents prétraitements possibles du signal avant de le soumettre au réseau de neurones.

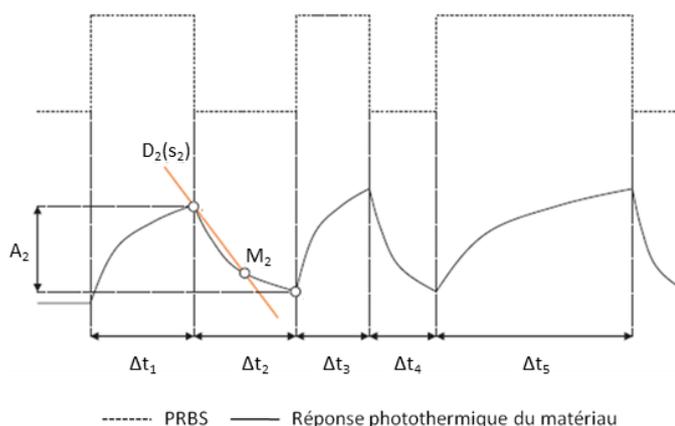


Figure V-10 : Entrées possibles du réseau de neurones,  $A$  – les amplitudes pour chaque intervalle caractéristique du PRBS,  $s$  – les pentes des demi-intervalles caractéristiques du PRBS [75]

Nature des entrées	Erreur moyenne en phase test
Réponse au signal PRBS	3 %

Pentes des réponses pour les demi-intervalles définissant le signal PRBS	64 %
Amplitudes des réponses pour les intervalles définissant le signal PRBS	63 %

**Tableau V-2 : Erreur moyenne en phase de validation en fonction de la nature du signal d'entrée**

Alors que la réponse au signal d'excitation (évolution de la température sans prétraitement) permet d'obtenir une erreur moyenne de 3 % sur la diffusivité, les données prétraitées induisent une erreur en sortie du réseau supérieure à 60 %. Ces mauvais résultats peuvent être la conséquence du fait que ces prétraitements privent le réseau d'une partie de l'information issue de l'expérience simulée. En effet, une succession de pentes ou d'amplitudes n'est pas vraiment représentative du signal si les durées des créneaux correspondants ne sont pas précisées.

Pour la suite de l'étude, seule l'évolution de la température est considérée.

### **V.3. Réseau de neurones pour la caractérisation thermophysique de matériaux à partir de données expérimentales**

#### **V.3.1. Banc expérimental**

L'entraînement puis la validation des réseaux de neurones à l'aide de données simulées permet d'obtenir des résultats tout à fait satisfaisants. L'enjeu des travaux de cette thèse est de proposer une validation expérimentale de cette approche afin d'estimer simultanément la conductivité thermique et la diffusivité thermique de matériaux réels. Pour cela, un banc photothermique a été développé (Figure V-11). Il est composé d'un laser excitant un échantillon à l'aide d'un boîtier de commande relié à un ordinateur. Le rayonnement émis par l'échantillon pendant l'expérience est capté par une caméra infrarouge qui mesure ainsi la variation de température. Le signal obtenu est alors enregistré sur l'ordinateur.

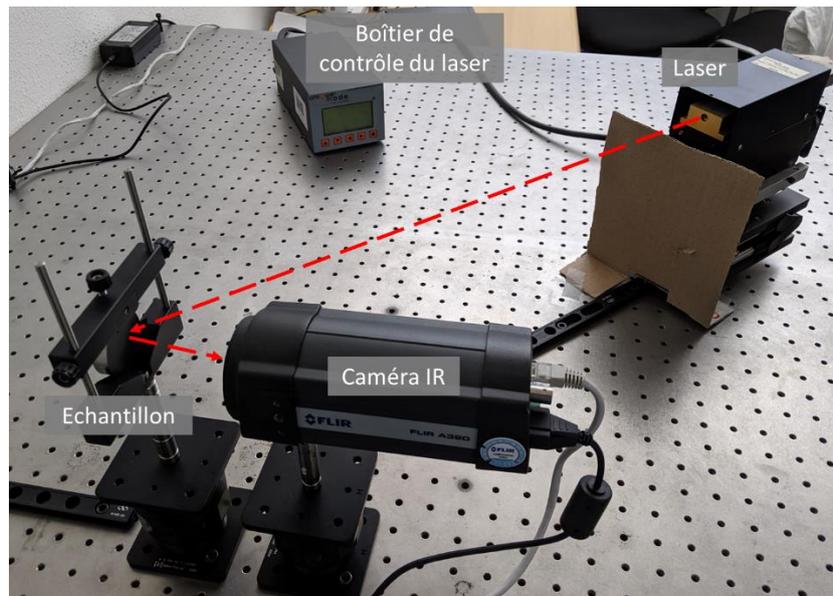


Figure V-11 : Banc photothermique

La diode laser Er-Yb émet un faisceau collimaté à 975 nm faiblement divergent (4 mrad). Elle est contrôlée par le boîtier « Unique Mode DiTec » qui permet de régler la fréquence, le courant et l'amplitude et de choisir le profil d'excitation (impulsion, sinusoïde, créneau, signal non périodique, etc.). Le laser atteint le milieu de l'échantillon qui est éloigné de 50 cm. L'expérience réalisée reproduit celle qui avait été simulée auparavant et dont les résultats ont été utilisés dans la section V.2 du présent document. Nous avons donc appliqué le même signal PRBS (Figure V-7) à l'aide de la diode laser réglée sur 3V-5A.

La caméra infrarouge FLIR A320 est sensible au spectre situé entre 7,5 et 13  $\mu\text{m}$ . Située à l'avant ou à l'arrière de l'échantillon, elle est utilisée pour détecter le rayonnement émis par celui-ci et transmettre l'évolution de sa température. Ce dispositif enregistre environ quatre données par seconde, mais avec une fréquence non constante. Compte tenu de l'échantillonnage des mesures (quatre par seconde environ) et du pas de temps minimal utilisé dans la définition du PRBS, une seconde, nous optons pour une simple interpolation linéaire en post-traitement afin d'obtenir l'évolution de la température avec un pas de temps d'une seconde. Pour la présente étude, nous enregistrons la température en face avant, au milieu de l'échantillon. Afin de limiter le bruit de mesure, nous prenons en compte la température moyenne sur un cercle de 7 mm de rayon.

Les échantillons utilisés ont tous une épaisseur de 8 mm. Leur diamètre est de 25, 40 ou 50 mm, selon les dimensions disponibles chez le fabricant.

### V.3.2. Base de données expérimentales

#### V.3.2.1. Ensemble des matériaux de la base de données

La base de données expérimentales comporte la réponse photothermique de trente matériaux ayant des couples conductivité thermique/diffusivité thermique différents (Tableau V-3). Les matériaux choisis balayent une gamme de diffusivités thermiques allant

de  $0,84 \cdot 10^{-7}$  à  $61 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  ainsi qu'une gamme de conductivités thermiques allant de 0,16 à  $17,5 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ . La base de données contient donc aussi bien des polymères tels que le PMMA (Polyméthacrylate de méthyle, échantillon n°6), des alliages métalliques tels que l'Inconel 625® (échantillon n°23) et un matériau céramique, le nitrure de Bore (échantillon n°30).

K	a $\times 10^{-7}$																									
	0,84	0,91	0,96	1,0	1,1	1,2	1,3	1,39	1,44	1,5	1,6	1,8	1,9	2,4	9,4	23	25	28	29	31	32	40	41	47	61	
0,16	1																									
0,17			5																							
0,18						7																				
0,19					6	4																				
0,21										13																
0,22		3																								
0,23				9			2																			
0,24					11																					
0,25							12		14																	
0,26													19													
0,27											15															
0,285								8																		
0,288							10						16													
0,44														17												
0,45														18												
1,46															20											
8,9																	22									
9,35																21										
9,82																		23								
11																			24	25						
12,28																					26					
14,85																						27				
16,3																							28			
17,1																								29		
17,5																										30

Tableau V-3 : Propriétés de la base de données expérimentales, a – diffusivité thermique ( $\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ ), K – conductivité thermique ( $\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ )

Les matériaux sont répartis en plusieurs ensembles (Figure V-12) qui sont ensuite utilisés pour optimiser le réseau de neurones.

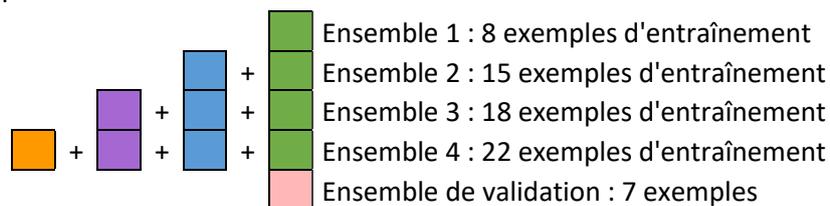


Figure V-12 : Répartition des données expérimentales en ensembles d'entraînement et de validation

L'ensemble utilisé pour la validation est composé de sept matériaux. Pour l'entraînement, on utilise tout d'abord les huit matériaux représentés en vert, puis on ajoute les matériaux en bleu dans l'ensemble 2, les matériaux en violet dans l'ensemble 3 et enfin les matériaux en orange dans l'ensemble 4. L'échantillon n°20, représenté en gris, est du quartz. Celui-ci étant transparent, le faisceau du laser passe au travers du matériau. Ainsi le signal enregistré par la caméra infrarouge n'est pas représentatif de son échauffement. Cet échantillon n'est donc pas utilisé pour le développement du réseau de neurones.

Afin d'exploiter ces matériaux dans un contexte de développement neuronal, il est nécessaire d'avoir, pour chaque réponse en température, les propriétés réelles recherchées du matériau correspondant. En effet, des données aussi précises que possibles sont nécessaires pour entraîner correctement le réseau ainsi que pour comparer les résultats de la phase de validation à des données fiables. Nous n'avons pas pu réaliser les mesures de ces propriétés pour l'ensemble de la base de données car les dimensions des échantillons ne correspondent pas aux standards des appareils de mesure. Nous avons alors choisi de recueillir des données issues de la littérature ou de fabricants (Annexe 2), dont les données fournisseur, puis nous avons retenu la moyenne de celles-ci. Les propriétés annotées dans le Tableau V-3 sont donc ces moyennes, utilisées ensuite avec les réseaux de neurones.

### V.3.2.2. Exemples de réponses

Dans un premier temps, la base de données expérimentales a été utilisée en association avec la base de données simulées : le réseau entraîné et optimisé dans la partie précédente avec les données simulées a été utilisé sur les données issues de l'expérience au cours d'une phase de validation. Cette approche a échoué, donnant des résultats très éloignés de l'ordre de grandeur attendu et parfois des propriétés négatives. Les résultats, loin des estimations escomptées, ne sont donc pas présentés dans ce rapport. Cependant, la cause probable de cet échec est exposée. Dans la Figure V-13 sont superposés les signaux normalisés obtenus expérimentalement pour le Delrin (a) et l'Inox (b) ainsi que les signaux simulés les plus proches de ces matériaux compte tenu des matériaux fictifs simulés (voir les propriétés respectives dans le Tableau V-4).

	K (W.m <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> )		a (m <sup>2</sup> .s <sup>-1</sup> )	
	Simulé	Réel	Simulé	Réel
Delrin	0,5	0,3	1.10 <sup>-7</sup>	1,2.10 <sup>-7</sup>
Inox	20	19	5.10 <sup>-6</sup>	4.10 <sup>-6</sup>

Tableau V-4 : Propriétés réelles du Delrin et de l'Inox et propriétés des matériaux fictifs les plus proches

On remarque dans les Figure V-13 a et b que, dans l'expérience comme dans la simulation, la réponse reflète toujours très bien le profil de l'excitation pour ces deux matériaux très différents, avec une montée en température pendant les pas de temps où le laser est actif et une descente dès que le laser s'arrête. Cependant, dans les deux cas, la réponse issue de l'expérience est plus brusque que la réponse simulée, avec des amplitudes de montée et descente en température beaucoup plus importantes. Ainsi, un matériau avec un couple de propriétés données n'est pas représenté de la même façon selon que l'on utilise la simulation ou l'expérience. Le réseau de neurones entraîné à l'aide des données simulées ne peut donc pas reconnaître correctement le comportement de matériaux dont la réponse est issue de l'expérience.

a)	b)
----	----

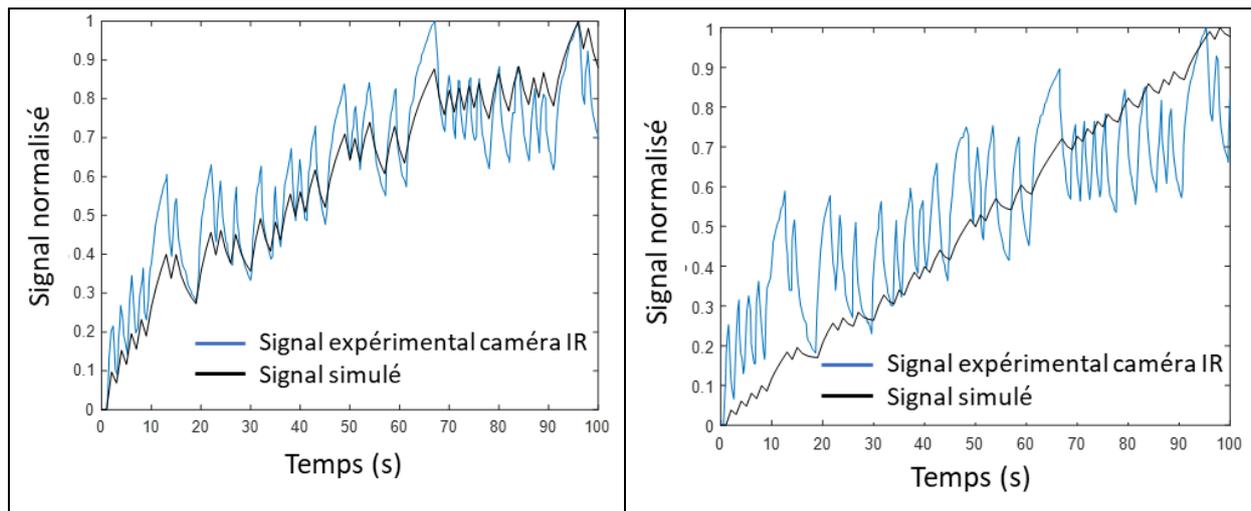


Figure V-13 : Comparaison d'un signal expérimental et d'un signal simulé pour deux matériaux, a) Delrin et b) Inox

Une solution pour pallier ce problème est d'ajuster au mieux la simulation de façon à ce qu'elle corresponde à la réalité expérimentale. Ceci n'a toutefois pas été possible car nous n'avons pas accès aux simulations, réalisées lors d'un projet précédent. Nous avons alors opté pour un réseau entraîné et validé uniquement avec les données expérimentales. Ceci réduit considérablement le nombre d'exemples à notre disposition mais présente l'avantage de ne pas mélanger des informations provenant de sources différentes.

La Figure V-14 montre la réponse expérimentale de quatre matériaux parmi les trente disponibles, deux polymères et deux alliages métalliques. On peut remarquer une distinction entre ces deux types. En effet, les courbes rouge et noire correspondant à des matériaux polymères - donc avec une conductivité thermique et une diffusivité thermique faibles - ont des amplitudes de montée et descente en température beaucoup moins importantes que les matériaux en alliage métallique (représentés par les courbes bleues).

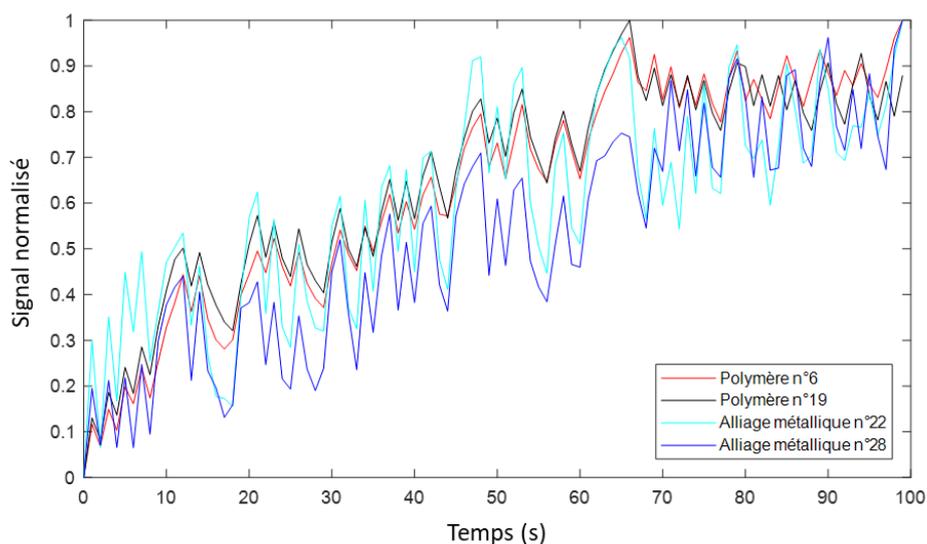


Figure V-14 : Exemples de réponses expérimentales

### V.3.3. Structure d'un réseau de neurones à deux niveaux

L'objectif est de déterminer simultanément la conductivité thermique et la diffusivité thermique de matériaux pour lesquels ces propriétés varient sur une gamme importante. Pour cela, on décide de développer un premier réseau visant à classifier les matériaux. En effet, en observant le Tableau V-3, on s'aperçoit que les matériaux peuvent être séparés en deux classes : l'une pour les matériaux de faible diffusivité (inférieure à  $1.10^{-6} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$ ) et de faible conductivité (inférieure à  $2 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ), l'autre pour les matériaux de diffusivité plus élevée (entre 2 et  $6,1.10^{-6} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$ ) et de conductivité plus élevée (entre 8 et  $20 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ). D'autre part, on remarque dans la Figure V-14 que cette distinction est a priori visible dans le thermogramme issu de l'expérience photothermique. Après classification, un réseau de neurones à propagation avant est créé pour chaque classe afin d'estimer les propriétés recherchées (Figure V-15).

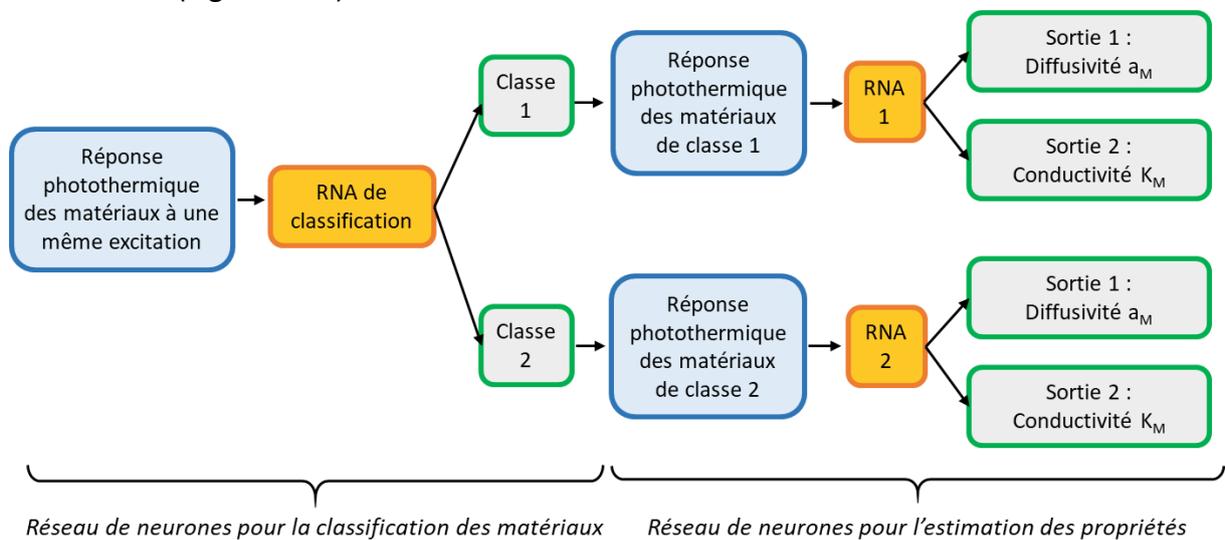


Figure V-15 : Structure globale du réseau de neurones

### V.3.4. Réseau de classification

#### V.3.4.1. Structure du réseau de classification

Le réseau de classification est basé sur un apprentissage supervisé en considérant les classes présentées ci-avant. Au maximum, vingt-deux exemples sont présentés en phase d'entraînement : quinze exemples appartiennent à la classe 1 et sept exemples appartiennent à la classe 2. En phase de validation, quatre exemples et trois exemples appartiennent respectivement aux classes 1 et 2.

La couche d'entrée du réseau de neurones contient, pour chacun des exemples, l'évolution de la température du matériau normalisée par rapport à sa valeur maximale sur la séquence considérée (comme représenté dans la Figure V-14). Les neurones de la couche de sortie emploient la fonction d'activation softmax afin de déterminer le degré d'appartenance de chaque exemple aux classes 1 et 2. Il y a donc deux sorties comprises entre 0 et 1 dont la somme est égale à 1. Enfin, une seule couche cachée est utilisée. Ses neurones emploient la fonction d'activation tangente hyperbolique.

L'entraînement visant à déterminer les poids et les biais appropriés est réalisé à l'aide de l'algorithme du gradient conjugué.

Dans cette étude, nous avons cherché à déterminer l'ensemble d'exemples conduisant à la meilleure performance parmi les ensembles présentés dans la Figure V-12. Nous avons également optimisé la longueur de la séquence d'entrée ainsi que le nombre de neurones de la couche cachée.

#### **V.3.4.2. Optimisation du réseau de classification**

Afin d'optimiser le réseau de classification, sa stabilité et sa performance sont testées. Pour cela, nous employons la méthode présentée dans la Figure V-6.

A la fin de chaque phase d'entraînement suivie d'une phase de validation, nous vérifions si le réseau a correctement classifié tous les exemples de validation (les sept matériaux présentés). Si tel est le cas, on considère que le réseau est efficace. Toutefois, les performances d'un réseau dépendent des valeurs initiales de ses poids et biais, modifiés au cours des itérations lors de la phase d'entraînement, c'est pourquoi les phases d'entraînement et de validation sont répétées cinquante fois. Ensuite, nous comptons combien de fois le réseau réussit parfaitement. Il s'agit de la stabilité, résumée dans le Tableau V-5. Ce « taux de réseaux efficaces » est représenté pour plusieurs séquences d'entrée de longueurs différentes, un nombre croissant de neurones cachés et les quatre ensembles d'exemples différents. Lorsqu'un taux est en vert pour une configuration donnée, ceci signifie que plus de 80 % des réseaux entraînés avec cette configuration sont considérés comme performants (tous les exemples sont correctement classifiés).

Tout d'abord, nous observons que l'utilisation de l'ensemble 1 n'est, la plupart du temps, pas suffisante pour obtenir une bonne classification. Ceci n'est pas étonnant puisque l'ensemble 1 ne compte que huit exemples d'entraînement, pour sept exemples de validation. Néanmoins, selon la longueur de la séquence d'entrée et le nombre de neurones cachés, cet ensemble peut s'avérer suffisant pour classier correctement les exemples de validation. C'est le cas pour une séquence d'entrée d'environ 30 secondes, ou supérieure à 60 secondes.

D'autre part, nous observons pour tous les ensembles que le paramètre le plus critique n'est pas le nombre de neurones cachés mais la longueur de la séquence d'entrée. En dessous de 10 secondes, quel que soit l'ensemble choisi et quel que soit le nombre de neurones cachés, le taux de réseaux efficaces est très faible. L'information est donc incomplète. On remarque également que lorsqu'on utilise les ensembles 3 et 4, le réseau classifie parfaitement les exemples pour une séquence de plus de 15 secondes, sauf pour une durée d'entrée précise (65 et 75 secondes respectivement) pour laquelle la performance diminue à nouveau. Cela peut être dû à une sorte de redondance ou à une similarité dans les réponses normalisées de certains matériaux pendant un laps de temps.

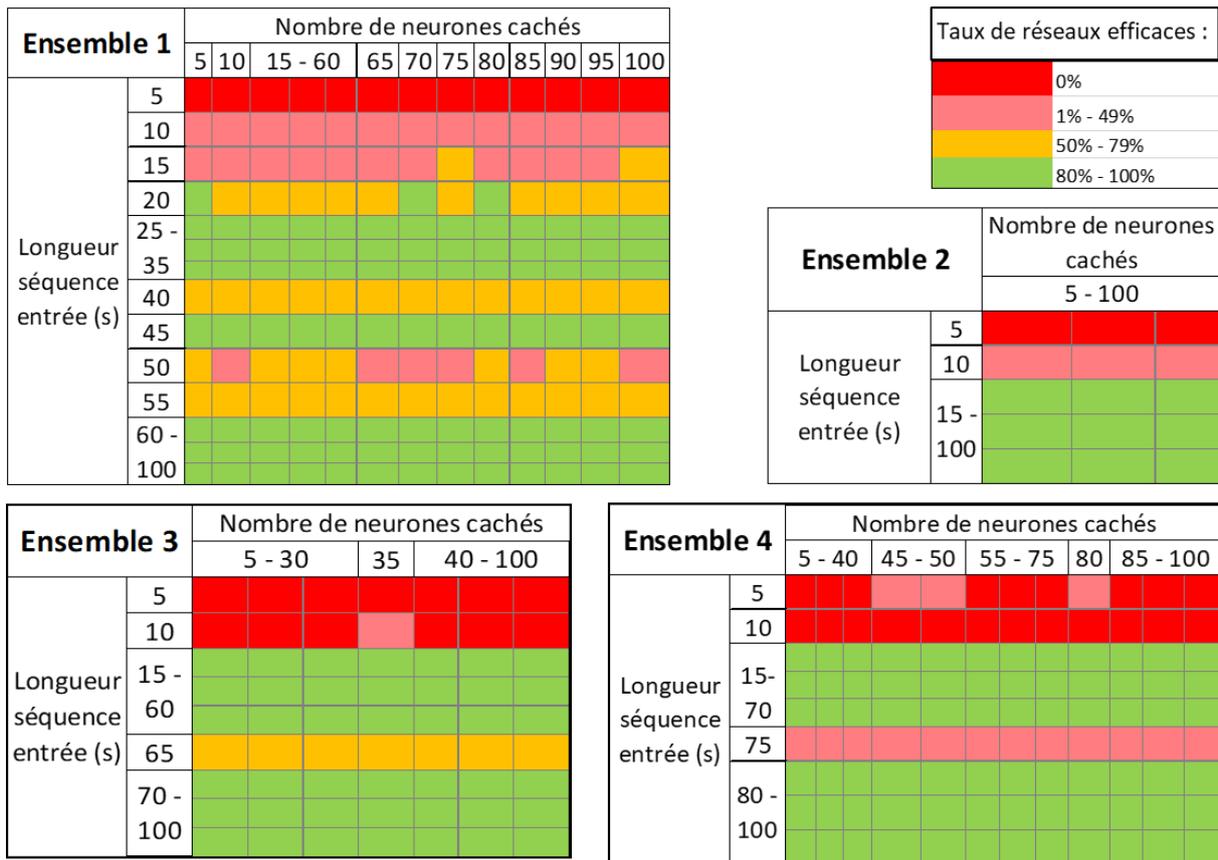


Tableau V-5 : Stabilité et performance du réseau de classification en fonction des exemples d'entraînement, de la longueur de la séquence d'entrée et du nombre de neurones cachés

### V.3.5. Réseau de neurones pour l'estimation des propriétés

#### V.3.5.1. Structure du réseau de neurones pour l'estimation

Nous avons développé deux réseaux de neurones à apprentissage supervisé, un pour chaque classe (matériaux 1 à 19 de faibles conductivités et diffusivités, échantillons 21 à 30 de conductivités et diffusivités plus élevées). Pour les deux réseaux, la couche d'entrée décrit l'évolution de la température normalisée sur la séquence considérée par rapport à la température la plus élevée parmi tous les matériaux présentés lors de l'entraînement. La couche de sortie est définie par les deux propriétés recherchées, la diffusivité thermique et la conductivité thermique ; ses neurones utilisent des fonctions d'activation linéaires. Enfin, une seule couche cachée est utilisée ; ses neurones utilisent des fonctions d'activation de type sigmoïde.

En ce qui concerne la phase d'entraînement, pour les deux réseaux, nous utilisons l'algorithme de Levenberg-Marquardt, souvent utilisé pour résoudre les problèmes d'optimisation. Afin de favoriser la convergence et le temps de calcul, le taux d'apprentissage  $\mu$  est variable au fil des itérations. Il est ici initialisé à 0,01. D'autres algorithmes (comme la descente de gradient ou le gradient conjugué) ont été testés sans succès : les performances des réseaux sont inférieures et/ou le nombre d'itérations nécessaires beaucoup plus important.

Comme pour le réseau de classification, nous avons cherché à déterminer l'ensemble d'exemples conduisant à la meilleure performance parmi les ensembles présentés dans la Figure V-12. Nous avons également optimisé la longueur de la séquence ainsi que le nombre de neurones de la couche cachée.

### V.3.5.2. Optimisation des réseaux de neurones pour l'estimation

Pour chacun des critères à optimiser, la méthode de vérification de la performance et de la stabilité présentée plus haut a été employée. Les figures ci-après présentent l'erreur moyenne au cours de la phase de validation (donc sur sept exemples) calculée après l'entraînement et la validation de 50 réseaux.

#### Ensemble d'exemples

Les différents ensembles d'exemples sont testés en gardant une structure commune : les séquences d'entrée ont une durée de 40 secondes, et chaque couche cachée (une pour chaque réseau) possède 20 neurones. Nous analysons séparément les résultats pour les classes 1 et 2 (Figure V-16). En effet, le nombre d'exemples disponibles est inégal pour ces deux classes. Pour la classe 1, constituée de polymères, de nouveaux exemples d'entraînement sont ajoutés à chaque nouvel ensemble (4, 8, 11 et 15 exemples pour les ensembles 1, 2, 3 et 4). Pour la classe 2, en raison du faible nombre d'exemples disponibles, nous ajoutons simplement quelques nouveaux exemples à l'ensemble 2. Nous avons au maximum sept exemples d'entraînement pour trois exemples en phase de validation. Ensuite, ces mêmes exemples sont conservés dans les ensembles 3 et 4.

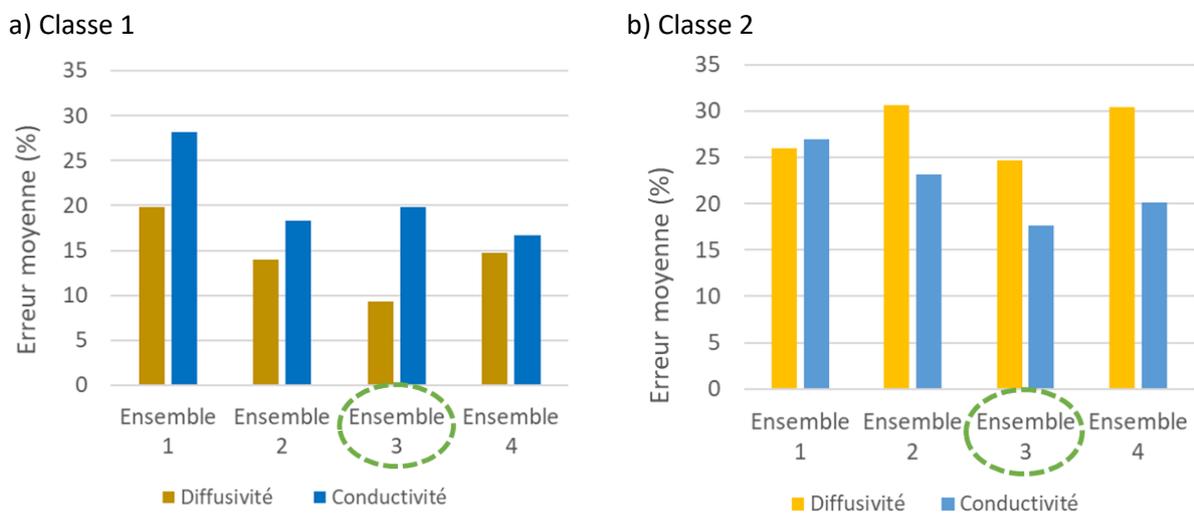


Figure V-16 : Performance en phase de validation en fonction des ensembles d'exemples présentés à l'entraînement

Dans la classe 1, nous observons que les performances sont globalement plus élevées au fur et à mesure que l'on ajoute des exemples d'entraînement, et ce jusqu'à l'ensemble 3. Pour la diffusivité, on obtient une erreur moyenne de 19,8 %, 14,0 % et 9,3 % pour les ensembles 1, 2 et 3 respectivement. En utilisant l'ensemble 4, c'est-à-dire à ajoutant de nouveaux exemples, l'erreur augmente à 14,7 %. Ceci peut signifier que les données supplémentaires contenues dans l'ensemble 4 ne sont pas pertinentes pour le

développement du réseau. L'erreur la plus élevée pour ce qui est de la conductivité est obtenue pour l'ensemble 1 (28,2 %) ; ensuite, les performances sont similaires pour les ensembles 2, 3 et 4 : 18,3 %, 19,8 % et 16,7 % respectivement.

Pour la classe 2, les ensembles 2, 3 et 4 contiennent les mêmes exemples, mais les résultats montrent quelques différences (erreur de 24,7 à 30,6 % pour la diffusivité et erreur de 17,6 à 23,2 % pour la conductivité). Ces différences sont dues à une certaine instabilité qui n'a pas été prise en compte dans la méthode de vérification (Figure V-6). Néanmoins, nous remarquons que l'ensemble 1 est encore insuffisant pour estimer correctement les propriétés de la classe 2 : ceci conduit à l'erreur de conductivité la plus élevée pour ce groupe (27 %).

Nous sélectionnons donc l'ensemble 3 pour la suite de l'étude.

### Longueur de la séquence d'entrée

Nous testons différentes longueurs de la séquence d'entrée, à partir de 15 secondes, puisque nous avons observé qu'une durée inférieure conduit à une mauvaise classification. Les tests sont réalisés avec l'ensemble d'exemples n°3 et 20 neurones présents sur la couche cachée de chaque réseau. Nous observons (Figure V-17) une diminution importante des erreurs moyennes de diffusivité et de conductivité, pour les deux classes, lorsque la séquence d'entrée augmente jusqu'à 30 secondes. Ensuite, les erreurs diminuent légèrement jusqu'à une séquence de 50 secondes. Au-delà de cette durée, les erreurs moyennes sont stables ou augmentent légèrement.

Une séquence de 50 secondes est donc considérée dans la suite de l'étude.

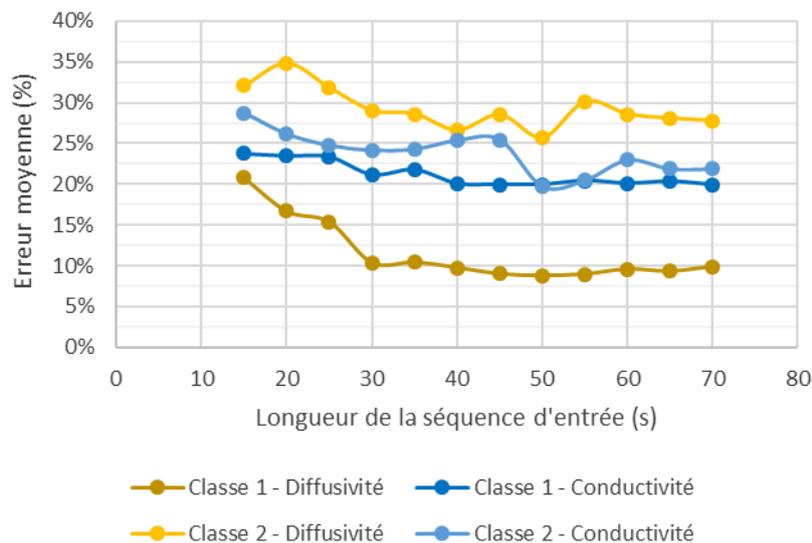


Figure V-17 : Performance en phase de validation en fonction de la longueur de la séquence d'entrée

### Nombre de neurones cachés

Le nombre de neurones cachés a été testé avec la configuration optimale trouvée ci-avant. Nous avons donc présenté l'ensemble d'exemples n°3 en phase d'entraînement avec une longueur des séquences d'entrée de 50 secondes. Pour les deux réseaux, on constate le phénomène de sur-apprentissage lorsque trop de neurones cachés sont ajoutés, mais cette

limite est propre à chaque réseau (voir Figure V-18). Pour le premier réseau (classe 1 contenant des polymères), ce phénomène est peu marqué et apparaît pour 60 neurones cachés environ. En deçà de ce nombre de neurones, la performance est stable avec une erreur d'environ 20 %. Pour le deuxième réseau (classe 2 contenant des alliages métalliques), on remarque ce phénomène à partir de 15 neurones cachés, d'une façon beaucoup plus marquée. De plus, pour plus de 50 neurones cachés, le deuxième réseau est non seulement moins efficace, mais il est également instable. En effet, parmi les 50 réseaux entraînés, environ 20 % d'entre eux sont considérés comme incohérents ou proposent des valeurs aberrantes.

La meilleure performance est atteinte avec 26 neurones cachés pour le réseau de la classe 1 : on obtient une erreur moyenne de 8,7 % pour la diffusivité et de 19,3 % pour la conductivité. Elle est atteinte avec 6 neurones cachés pour le réseau de la classe 2 : on obtient une erreur moyenne de 21,3 % pour la diffusivité et de 18,7 % pour la conductivité.

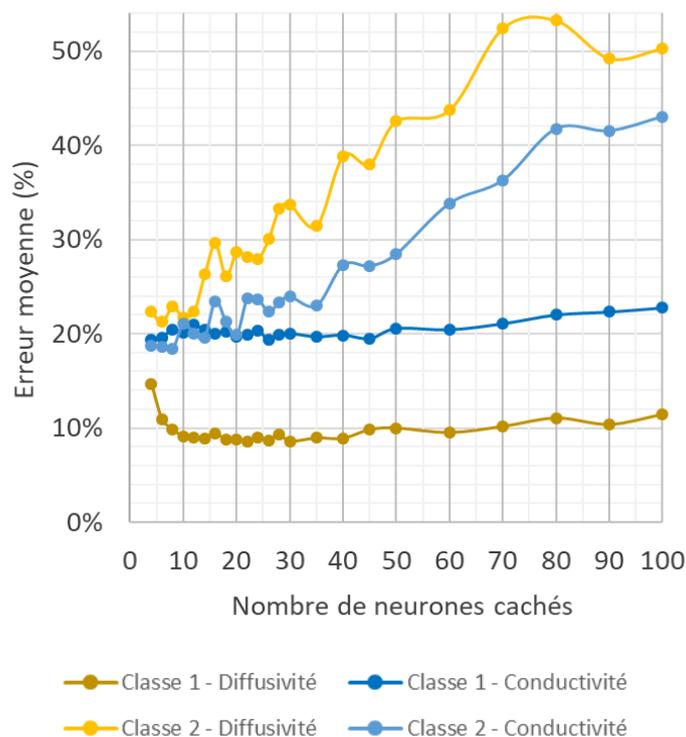


Figure V-18 : Performance en phase de validation en fonction du nombre de neurones cachés

### V.3.5.3. Analyse des estimations du réseau de neurones

Au-delà de l'erreur moyenne, il est bien entendu nécessaire d'observer l'erreur d'estimation commise pour chaque matériau. Dans la Figure V-19, nous avons rapporté les erreurs obtenues en phase de validation pour un réseau de neurones donné, pour chaque classe, au lieu de montrer la moyenne des erreurs pour 50 réseaux similaires. Ces figures comportent plusieurs informations. Tout d'abord, sont présentées les valeurs des propriétés issues de la recherche bibliographique sur lesquelles est basé le développement du réseau de neurones (données des fabricants ou issues de la littérature) : on retrouve la valeur moyenne utilisée pour l'entraînement et la validation (marqueur gris) mais aussi les valeurs

minimales et maximales trouvées (marqueurs bleus et verts respectivement). On trouve également les valeurs obtenues en sortie du réseau de neurones (étoile orange) pour pouvoir les comparer aux valeurs attendues. Enfin, l'erreur surlignée correspond à l'erreur entre la moyenne de la littérature et la sortie du réseau de neurones.

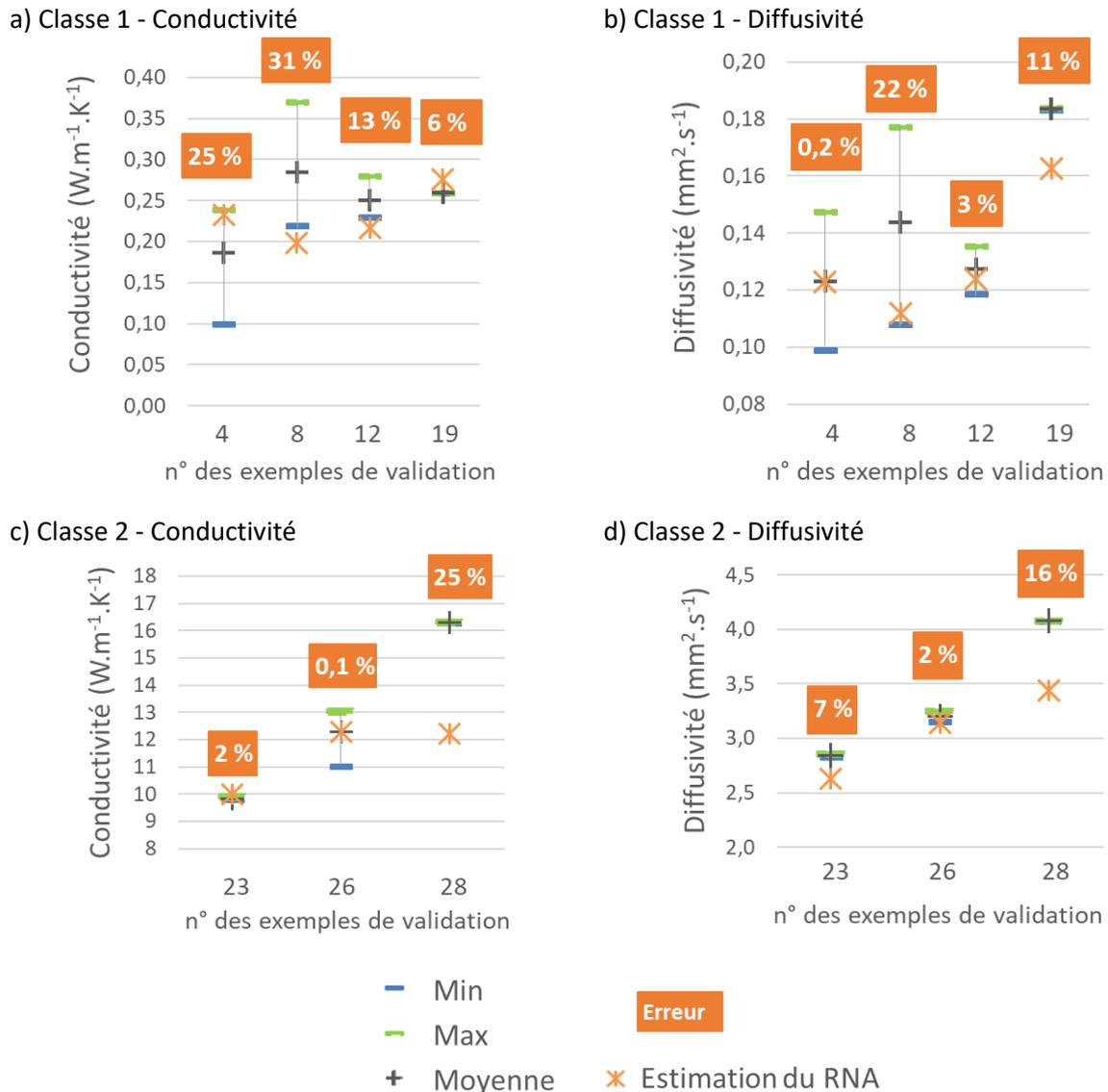


Figure V-19 : Estimation des propriétés recherchées pour les exemples de validation des classes 1 et 2

On constate que l'erreur est très différente pour les matériaux d'une même classe. Par exemple, dans la Figure V-19 c), la conductivité de l'échantillon n°26 est estimée avec une erreur de 0,1 % alors que celle de l'échantillon n°28 est estimée avec une erreur de 25 %. De plus, nous observons que les valeurs de référence utilisées pour l'élaboration du réseau varient selon les sources bibliographiques. C'est ce que montrent les valeurs minimale et maximale de chaque échantillon, parfois très éloignées. Par exemple, l'échantillon n°8 (Figure V-19 a) a une conductivité comprise entre 0,22 et 0,37 W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>. Pour cet échantillon, le réseau de neurones donne une estimation de 0,20 W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>, ce qui représente une erreur de 31 % avec la valeur moyenne de la littérature mais seulement de

9 % avec la valeur la plus faible. Ceci signifie que les valeurs considérées comme valeurs de référence ne sont pas suffisamment précises pour obtenir des performances correctes pour tous les exemples. Pour résoudre ce problème, il serait nécessaire de réaliser une mesure de la conductivité et de la diffusivité de tous les échantillons de matériaux utilisés. Ceci permettrait d'entraîner puis de valider le réseau à l'aide de propriétés précises et vérifiées.

#### V.4. Application du réseau de neurones optimisé à des matériaux multicouches pour récepteur de centrale CSP

La méthode présentée ci-dessus est développée à l'aide de matériaux massifs, c'est-à-dire qui comportent une seule couche sans aucun revêtement par-dessus. Dans le cadre du programme RAISELIFE, les matériaux étudiés sont des substrats en alliage métallique sur lesquels sont déposés différents substrats. Nous avons alors examiné la possibilité d'utiliser le réseau de neurones précédent sur ces matériaux avec revêtement.

Dans le Tableau V-6, nous détaillons les échantillons utilisés pour tester l'outil de caractérisation thermophysique. D'autres échantillons aux épaisseurs nettement inférieures, de l'ordre de 3 mm, étaient disponibles. Ceux-ci ont été écartés car nous les avons considérés comme trop éloignés de la forme des échantillons utilisés dans l'étude présentée ci-avant pour lesquels l'épaisseur était de 8 mm.

Echantillon	Substrat	Epaisseur substrat (mm)	Revêtement	Epaisseur revêtement ( $\mu\text{m}$ )
1	T91	6,3	I+F	60 + 0,5
2		6,4		
3		6,5	F	0,5
4				
5				

Tableau V-6 : Echantillons du programme RAISELIFE pour l'estimation des propriétés thermophysiques

La conductivité et la diffusivité de chacune des couches sont données à titre indicatif, lorsqu'elles sont connues, dans le Tableau V-7.

Couche	Conductivité ( $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ )	Diffusivité ( $\text{m}^2\cdot\text{s}^{-1}$ )
Substrat T91	33	$6,8\cdot 10^{-6}$
Couche protectrice I	inconnue	inconnue
Revêtement F	13	inconnue

Tableau V-7 : Ordre de grandeur des propriétés des couches composant les échantillons RAISELIFE testés

Les propriétés de la couche protectrice I seule ne sont pas connues. Des mesures de diffusivité ont été réalisées par G. Boissonnet et al. [81] sur des échantillons de P92 (alliage métallique à base de fer, chrome et molybdène similaire au T91) revêtus de cette couche protectrice aluminisée : on remarque dans cette étude que les échantillons revêtus n'ayant

pas subi de vieillissement ont, à température ambiante, une diffusivité inférieure de 20 % environ à celle du P92 non revêtu.

La conductivité du substrat est de l'ordre de  $33 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ . Cette valeur est supérieure à la conductivité la plus élevée des matériaux utilisés au cours de la phase d'entraînement, mais reste tout de même dans l'ordre de grandeur de la classe 2.

Nous considérons chaque échantillon dans son ensemble comme s'il s'agissait d'une couche unique équivalente. Comme pour les matériaux utilisés dans la section V.3., ces échantillons ont subi l'expérience photothermique impliquant le signal PRBS. Le thermogramme issu de cette expérience est utilisé en entrée du réseau de neurones entraîné au préalable. Le réseau de neurones doit permettre de déterminer l'appartenance de l'échantillon à l'une des deux classes présentées ci-avant puis d'estimer la diffusivité thermique et la conductivité thermique.

L'expérience photothermique a été menée sur les deux faces de l'échantillon. La face avant est revêtue par la couche F ou les couches I et F (voir Tableau V-6). La face arrière n'est pas revêtue, le substrat est donc apparent.

On remarque dans le Tableau V-8 (utilisation de la face non revêtue) et le Tableau V-9 (utilisation de la face revêtue) que tous les échantillons sont assimilés à une classe 2, c'est-à-dire à la classe des alliages métalliques. Compte tenu des propriétés du substrat et des revêtements, cette classification est correcte. De plus, le réseau de classification est stable car le résultat reste le même lorsque le réseau de neurones est entraîné plusieurs fois.

Le réseau testé sur la face non revêtue (Tableau V-8) propose une estimation de la conductivité du substrat de  $7,8 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$  environ et une estimation de la diffusivité de  $1,7.10^{-6} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$ . L'estimation est la même pour tous les échantillons, ceux-ci ayant effectivement le même substrat. Néanmoins, le réseau sous-estime grandement la valeur de ces deux propriétés, d'un facteur 4 environ.

Echantillon	Classe	Conductivité ( $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ )	Diffusivité x $10^6$ ( $\text{m}^2.\text{s}^{-1}$ )
1	2	7,8	1,7
2		7,7	1,7
3		7,8	1,7
4		7,8	1,7
5		7,8	1,7

Tableau V-8 : Estimation des propriétés des échantillons sur la face non revêtue obtenue à l'aide d'un réseau de neurones

Le réseau testé sur la face revêtue (Tableau V-9) donne, pour les échantillons n°1 et 2 revêtus des deux couches I et F, des résultats identiques à ceux décrits précédemment. Les échantillons n°3, 4 et 5, de revêtement F uniquement, ont des conductivités et diffusivités supérieures. Toutefois, contrairement au réseau de classification qui est stable, le réseau permettant l'estimation des propriétés donne des valeurs variant de 6 à  $15 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$  pour la

conductivité et de  $1,7$  à  $6.10^{-6} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$  pour la diffusivité. Il n'est donc pas possible d'interpréter correctement les propriétés estimées.

Echantillon	Classe	Conductivité ( $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ )	Diffusivité x $10^6$ ( $\text{m}^2.\text{s}^{-1}$ )
1	2	7,8	1,8
2		7,8	1,7
3		10,8	3,3
4		10,8	3,6
5		12,6	3,8

Tableau V-9 : Estimation des propriétés des échantillons sur la face revêtue obtenue à l'aide d'un réseau de neurones

## Conclusion

Une méthode basée sur les réseaux de neurones artificiels est proposée pour l'estimation des propriétés thermophysiques (diffusivité thermique et conductivité thermique) de différents matériaux. Contrairement aux méthodes actuelles, celle-ci ne nécessite pas le développement d'un modèle physique, permet le traitement d'une grande variété de matériaux (polymères, alliages métalliques, céramiques) et, surtout, estime simultanément les deux propriétés.

Comme observé au cours d'études précédentes, les résultats obtenus grâce à des réseaux basés sur des données simulées sont très satisfaisants, avec des erreurs moyennes de l'ordre de 3 %. L'enjeu principal de ces travaux de thèse était d'étendre cet outil à des données expérimentales. Pour cela, nous avons opté pour un premier réseau visant à classer les échantillons suivis d'un deuxième réseau, pour chaque classe, visant à estimer les propriétés. Les premiers résultats sont encourageants. Grâce à une classification performante, les résultats obtenus sont conformes aux ordres de grandeur recherchés. Les erreurs moyennes sont comprises entre 8 % (pour la diffusivité des polymères) et 20 % (pour la conductivité des polymères et les deux propriétés des alliages métalliques). Dans ce chapitre, nous avons souligné l'importance des exemples choisis. Un nombre réduit d'exemples tout comme un trop grand nombre d'exemples ou des exemples inappropriés peuvent nuire à la capacité de généralisation du réseau. De plus, la durée de la séquence d'entrée choisie est critique. D'après les tests réalisés, un minimum de 15 secondes est nécessaire pour obtenir des résultats exploitables. Cependant, tout en augmentant la durée de la séquence, il est possible de faire face à une portion de séquence inappropriée conduisant à une diminution de la performance du réseau ; par exemple, cela peut être le cas si une partie de la séquence est redondante avec le début ou bien si différents matériaux ont partiellement une réponse similaire. Il est donc nécessaire de tester différentes séquences pour choisir une entrée significative.

Enfin, le test, à l'aide du réseau de neurones, des échantillons revêtus nous permet d'extrapoler la méthode à des échantillons un peu plus fins (6 mm au lieu de 8 mm) et dont la conductivité et la diffusivité sont légèrement plus élevées que les matériaux d'entraînement. La classification est réussie sur l'ensemble des échantillons, mais le réseau

visant à estimer les propriétés des échantillons donne des résultats instables. Il ne semble donc pas possible de transposer directement le réseau optimisé au préalable aux échantillons revêtus pour ce qui est de l'estimation des propriétés.

Pour poursuivre ce travail, il serait intéressant d'enrichir la base d'exemples afin d'augmenter le nombre d'exemples d'entraînement dans la classe 2. Ceci permettrait également de répartir les exemples en catégories plus précises et éventuellement de prendre en compte des matériaux à conductivité plus élevée. D'autre part, afin de viser une amélioration majeure des estimations, il est nécessaire de remplacer les propriétés issues de la recherche bibliographique, utilisées lors du développement du réseau, par des données mesurées. Enfin, il serait intéressant de tester différentes entrées : l'évolution de la température sur la face arrière, au lieu de la face avant, ou bien la réponse à un signal différent mêlant différentes excitations telles que des sinusoïdes et des créneaux. Pour l'estimation des propriétés de matériaux multicouches, il serait intéressant de constituer une base de données à part entière afin de développer un réseau de neurones spécifique à ce type d'échantillons.

## CONCLUSION GENERALE

---

Le vieillissement des matériaux destinés aux récepteurs des centrales CSP n'est pas standardisé. Or, les contraintes auxquelles ils sont soumis sont très spécifiques et agressives. Dans ce travail de thèse, nous avons expérimenté plusieurs types de cycles de vieillissement afin de tester différents facteurs de vieillissement. Pour cela, nous avons utilisé le dispositif SAAF permettant d'exposer un échantillon de matériau à des conditions sévères de température mais également de flux solaire concentré, contrairement aux vieillissements plus conventionnels réalisés en four axés sur des cycles en température uniquement.

Dans ce travail de thèse, nous avons testé 6 protocoles de vieillissement cyclique sur 20 types d'échantillons différents, correspondant à divers couples substrat/revêtement, élaborés par les partenaires du programme européen finançant le projet. L'évolution du flux suit toujours une forme de créneau afin de maximiser le gradient thermique. Les périodes des cycles varient entre 70 secondes et 20 minutes, mais la durée totale de vieillissement est toujours de 15 heures environ par échantillon compte tenu du grand nombre de matériaux à traiter et de la disponibilité de la ressource solaire. Selon les substrats, les niveaux maximaux de flux recommandés par les laboratoires ou industriels en charge du dépôt varient entre 500 et 750 kW.m<sup>-2</sup> ; les températures en jeu s'échelonnent entre 600 et 750°C. Au cours du vieillissement, nous avons réalisé la mesure de la réflectivité spectrale, ce qui nous a permis de suivre l'évolution de l'absorptivité et de l'émissivité. Ces propriétés radiatives nous ont donc servi à juger de l'avancée du vieillissement. Dans la majorité des cas, nous constatons que ces propriétés sont très peu influencées par les campagnes de vieillissement ; elles fluctuent autour de la valeur initiale ou bien évoluent de façon non significative. Ceci témoigne en premier lieu de la robustesse des matériaux étudiés puisque les gradients thermiques temporels appliqués, de l'ordre de 30°C.s<sup>-1</sup>, sont particulièrement agressifs. Cependant, l'objectif est de réaliser un vieillissement accéléré et, à terme, déterminer la durée de vie de chacun des revêtements. C'est pourquoi les conditions ont été rendues encore plus sévères à travers l'ajout d'une étape à forte humidité, de l'augmentation du flux et de la température. L'augmentation de la température par rapport à la limite fixée par les partenaires en charge de l'élaboration des revêtements est, sans équivoque, le facteur influençant le plus l'évolution des propriétés radiatives. La plupart des expériences faisant intervenir une température élevée engendrent une dégradation progressive des propriétés. Cependant, une température trop élevée, comme dans le cas d'une surchauffe momentanée, fait diminuer brusquement l'absorptivité du matériau. Il est donc nécessaire de trouver, empiriquement, la température propice à un vieillissement accéléré qui n'endommagera pas immédiatement l'échantillon. Afin de poursuivre ces travaux, il serait donc judicieux de procéder à plusieurs séries de vieillissement sous différentes températures afin de déterminer une température propice à un vieillissement accéléré. D'autre part, il serait intéressant de poursuivre sur des durées plus longues les cycles amorcés dans cette étude. L'objectif serait de dégager une tendance relative à l'évolution des propriétés

radiatives et ainsi déterminer une durée de vie du récepteur ou un programme de maintenance sur toute la période de fonctionnement de la centrale.

Du point de vue de la structure, une analyse microscopique a permis de mettre en avant la formation de fissures dès les premiers cycles de vieillissement sur des échantillons pour lesquels les propriétés radiatives demeurent stables. Ceci nous questionne sur la possibilité de juger du vieillissement des échantillons à partir de caractéristiques différentes des propriétés radiatives. Comme cela a été détaillé dans le chapitre II, les propriétés mécaniques et thermophysiques des récepteurs solaires peuvent également être altérées lors du vieillissement. La deuxième partie de cette thèse a traité de la possibilité d'estimer les propriétés thermophysiques à l'aide d'une nouvelle méthode permettant de s'affranchir de certaines contraintes et limites des méthodes habituellement utilisées.

L'objectif de cette deuxième partie a été de développer une méthode permettant d'estimer simultanément la conductivité thermique et la diffusivité. Pour cela, les réseaux de neurones ont été utilisés. Ceux-ci permettent de s'affranchir de la mise en œuvre d'un modèle physique direct mais, en contrepartie, nécessitent des exemples pertinents, non redondants et en quantité suffisante afin de compléter correctement leur phase d'apprentissage. Les exemples choisis dans ces travaux sont la réponse en température de différents matériaux massifs à une expérience photothermique lors de laquelle un signal pseudo-aléatoire vient exciter la face avant des échantillons. Tout d'abord, un réseau de neurones basé sur des exemples simulés a été réalisé. Pour cela, nous avons utilisé une base de données fictives. Comme observé au cours d'études précédentes, les résultats issus de ce réseau sont très satisfaisants. Nous obtenons des erreurs moyennes de l'ordre de 3 % pour l'estimation de la diffusivité. L'originalité de ces travaux réside dans la validation de cette méthodologie sur des données expérimentales. Afin d'obtenir des résultats exploitables, la structure du réseau de neurones a été modifiée. Un premier réseau a été créé pour classifier les matériaux, puis un deuxième pour estimer leurs propriétés. Pour chaque réseau, une étude détaillée a été menée afin de déterminer les exemples les plus propices à l'entraînement ainsi que le nombre de neurones cachés et la longueur de la séquence d'entrée adéquats. Nous observons que le réseau de classification est très performant. Une fois optimisé et entraîné, celui-ci classe correctement l'ensemble des exemples présentés à l'étape de généralisation. Grâce à cette classification et à l'optimisation des réseaux employés pour estimer les propriétés, les ordres de grandeur de la conductivité thermique et diffusivité sont respectés en sortie de réseau. Néanmoins, les erreurs d'estimation sont très variables entre les différents matériaux, de 0,1 à 31 % pour la conductivité et de 0,2 à 22 % pour la diffusivité. Ceci s'explique en partie par l'incertitude sur les données employées en tant que référence. En effet, celles-ci sont issues de la littérature ou de données constructeur et non pas de mesures. Or, il est nécessaire de connaître précisément les propriétés réelles des matériaux étudiés afin d'obtenir les résultats les plus justes possibles. Pour terminer, nous avons transposé directement ce réseau à cinq échantillons revêtus issus

des campagnes de vieillissements de récepteurs CSP. Ceci a été réalisé sans phase d'apprentissage supplémentaire afin de déterminer la capacité d'adaptation du réseau à un nouveau type d'échantillon. Nous notons que le réseau de classification fonctionne correctement et de façon stable, permettant de positionner tous les échantillons dans la catégorie des alliages métalliques. Cependant, l'estimation des propriétés n'est pas satisfaisante. Des résultats instables, dépendant de l'initialisation des paramètres des réseaux de neurones, sont obtenus. Ceci s'explique par le fait que les échantillons diffèrent sur plusieurs points par rapports aux matériaux utilisés lors de l'entraînement : ils sont tout d'abord revêtus d'une couche absorbante, ils sont également un peu plus fins (6 mm au lieu de 8 mm) et leur conductivité et diffusivité sont légèrement plus élevées. Afin de traiter ce genre d'échantillons, il serait donc nécessaire de créer une nouvelle base de données spécifique afin de créer un nouveau réseau de neurones approprié.

Les résultats présentés pour la caractérisation de matériaux massifs à l'aide de réseaux de neurones sont encourageants mais révèlent une marge de progression importante. Afin d'améliorer les estimations, il serait possible, dans un premier temps, d'exploiter la base de données existante à l'aide d'outils différents des réseaux de neurones. Pour cela, les réseaux neuro-flous sont envisagés. En effet, ceux-ci permettraient de mettre davantage à profit la connaissance experte à travers l'énoncé de règles floues. Dans un deuxième temps, il serait nécessaire de travailler sur la fiabilité des données. L'idéal serait de mesurer en amont les propriétés de tous les matériaux afin d'utiliser des valeurs de diffusivité et conductivité vérifiées. Enfin, l'enrichissement de la base de données avec de nouveaux exemples apporterait des informations précieuses et des possibilités de traitement supplémentaires. Par exemple, il serait possible de répartir les matériaux en davantage de catégories afin d'affiner les estimations ; la gamme de matériaux pourrait être élargie afin de considérer des matériaux à la diffusivité et conductivité thermique plus élevées.

## ANNEXES

### Annexe 1. Programme européen RAISELIFE

La durée de vie des centrales solaires à concentration est étudiée dans le cadre du programme européen finançant cette thèse, RAISELIFE - *Raising the Lifetime of Functional Materials for Concentrated Solar Power Technology*. Celui-ci a débuté le 1<sup>er</sup> avril 2016 pour une durée de 4 ans. Il regroupe un consortium de 13 laboratoires et d'industriels répartis dans 7 pays en Europe et au sud de la Méditerranée (Figure A1-1).

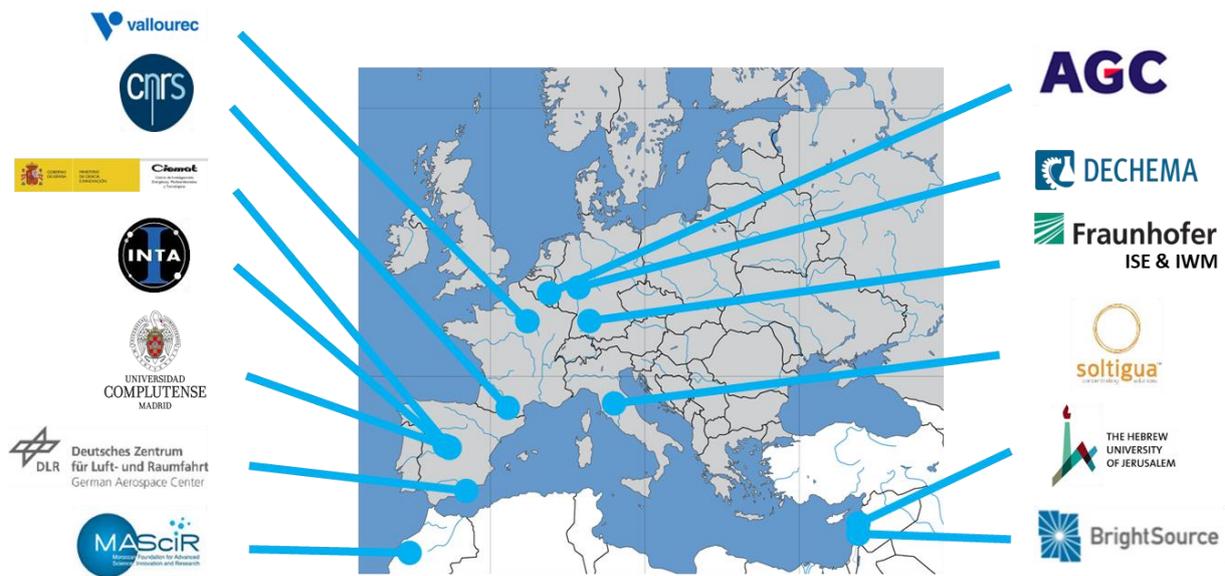


Figure A1-1 : Les partenaires du programme RAISELIFE

Le programme s'intéresse à différents composants d'une centrale (les miroirs primaires, les miroirs secondaires, le récepteur), à leur vieillissement ainsi qu'au fonctionnement global de la centrale.

De nouveaux miroirs primaires sont élaborés avec pour objectif d'améliorer la réflectivité et de réduire l'encrassement au fil du temps. Ceux-ci sont destinés à tout type de centrale solaire à concentration (parabolique, cylindro-parabolique, centrale à tour, Fresnel). Des tests de vieillissement réel en extérieur sont menés à bien. Pour cela, des miroirs ont été disposés au début du projet dans différents endroits aux conditions climatiques diverses (montagne, désert, proche de la mer etc.). En parallèle, des tests sont réalisés en chambre climatique afin d'établir des corrélations entre les dégradations observées en laboratoire et à l'extérieur pour différentes ambiances corrosives.

Les miroirs secondaires sont testés sous haut flux solaire concentré, à des températures élevées. Des vieillissements en laboratoire sont également effectués. Le but est de déterminer l'efficacité de plusieurs revêtements protecteurs réalisés dans le cadre du programme.

Le récepteur des centrales solaires à tour est également étudié. Du côté du rayonnement, plusieurs revêtements sont élaborés puis vieillis. C'est dans cette partie que s'inscrivent les travaux de cette thèse. Des revêtements sont également élaborés pour le récepteur du côté du fluide caloporteur. L'objectif est d'améliorer et de tester sa résistance à la corrosion lorsqu'il est en contact avec des sels fondus.

Enfin, la modélisation de l'ensemble de la centrale est réalisée afin de déterminer l'évolution de ses performances au cours du temps en tenant compte, notamment, de la perte de rendement des miroirs primaires, secondaires et du récepteur.

Ce programme fait l'objet de plusieurs livrables publics parus ou à paraître ([www.raiselife.eu](http://www.raiselife.eu)) tels que « Guideline for accelerated aging testing of silvered-glass mirrors », « Influence of impurity level on molten salts », « Best practice on accelerated aging testing ».

## Annexe 2. Propriétés thermophysiques des matériaux de la base de données expérimentales utilisée avec les réseaux de neurones

Cette annexe récapitule l'ensemble des sources considérées pour déterminer la conductivité et la diffusivité des matériaux utilisés dans l'étude traitant de l'utilisation des réseaux de neurones (Chapitre V).

n°	Types	Matériaux	Conductivité d'après plusieurs sources (W.m <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> )						Sources
1	Polymère	Polychlorotrifluoroéthylène (PCTFE )	0,13	0,19					[82,83]
2	Polymère	Polyétherimide (PEI)	0,22	0,24					[82,84]
3	Polymère	Copolymère d'Éthylène Propylène Fluoré	0,19	0,24					[82]
4	Polymère	Polypropylène (PP)	0,1	0,22	0,239				[82,85]
5	Polymère	Polyméthylpentène (TPX®)	0,17	0,167	0,17				[82,86,87]
6	Polymère	Polyméthacrylate de méthyle (PMMA, Acrylique)	0,17	0,19	0,208	0,18	0,19	0,18	[82,85,88–90]
7	Polymère	Polychlorure de Vinyle - non plastifié (UPVC)	0,2	0,17	0,16				[82,91,92]
8	Polymère	Polyoxyméthylène POMH - Homopolymère (Acetal)	0,22	0,24	0,31	0,37			[82,84,93]
9	Polymère	Polytétrafluoroéthylène (PTFE)	0,25	0,23	0,25	0,2			[82,90,94,95]
10	Polymère	Polyoxyméthylène POMC - Copolymère (Acetal)	0,23	0,30	0,31	0,31			[82,84,96]
11	Polymère	Polyamide - Nylon 6,6 (PA 6,6 )	0,25	0,23	0,23				[82,84,90]
12	Polymère	Polyamide - Nylon 6 (PA 6)	0,24	0,28	0,25	0,23			[82,84,90]
13	Polymère	Polycarbonate (PC)	0,19	0,22	0,234	0,21			[82,85,90]
14	Polymère	Polyétheréthercétone (PEEK)	0,25	0,25	0,25				[82–84]
15	Polymère	Polyéthylène téréphthalate (Polyester, PET, PETP)	0,15	0,40	0,28	0,216	0,29		[82,84,85,90]
16	Polymère	Polycarbonate - 30% fibre de verre (PC - 30% GFR )	0,26	0,32					[82,97]
17	Polymère	Polyéthylène - U.H.M.W. (UHMW PE)	0,42	0,51	0,4				[82,98]
18	Polymère	Polyéthylène - haute densité (PEHD)	0,45	0,52	0,4	0,43	0,43		[82,84,90,99]
19	Polymère	Polyamide/imide (PAI)	0,26	0,26					[82,100]
20	Céramique	Quartz - Fondu (SiO <sub>2</sub> )	1,46						[82]
21	Alliage	Hastelloy® X (Ni49.5/Cr22/Fe18/Mo 9/Co 1/W)	9,1	9,76	9,2				[82,85,101]
22	Alliage	Alliage Haynes® 230 (Ni62/Cr22/W 14/Mo 2)	8,9	8,9					[82,101]
23	Alliage	Inconel 625® (Ni61/Cr22/Mo 9/Fe 5)	9,8	9,9	9,8				[82,102,103]
24	Alliage	Hastelloy® C276 (Ni57/Mo17/Cr16/Fe/W/Mn)	10,1	12,5	10,5				[82,101]
25	Alliage	Inconel® alloy 718 (Ni53/Fe19/Cr19/Nb/Mo/Ti)	11,2	10,8	11				[82,102]
26	Alliage	Invar Alliage à dilatation contrôlée Fe64/Ni36	13	11	12,8				[82,102,104]
27	Alliage	Inconel® alloy 600 (Ni72/Cr16/Fe 8)	14,8	14,9	14,9				[82,102,103]
28	Alliage	Acier inoxydable - AISI 316 (Fe /Cr18 /Ni10 /Mo 3 )	16,3	16,3	16,3				[82,105,106]
29	Alliage	Alliage de scellage du verre (Fe54 /Ni29 /Co17)	17,3	16,7	17,3				[82,103,107]
30	Céramique	Nitride de Bore (BN)	17,5						[82]

Tableau A2-1 : Tableau récapitulatif de la recherche bibliographique sur la conductivité

n°	Type	Matériau	Diffusivité d'après plusieurs sources ( $10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-2}$ )					Sources
1	Polymère	Polychlorotrifluoroéthylène (PCTFE)	0,068	0,099				[82,83]
2	Polymère	Polyétherimide (PEI)	0,087	0,172				[82,84]
3	Polymère	Copolymère d'Éthylène Propylène Fluoré	0,091					[82]
4	Polymère	Polypropylène (PP)	0,099	0,148				[82,85]
5	Polymère	Polyméthylpentène (TPX®)	0,102	0,092	0,096			[82,86,87]
6	Polymère	Polyméthacrylate de méthyle (PMMA, Acrylique)	0,104	0,122	0,111	0,109	0,105	[82,85,88-90]
7	Polymère	Polychlorure de Vinyle - non plastifié (UPVC)	0,111	0,114	0,130			[82,91,92]
8	Polymère	Polyoxyméthylène POMH - Homopolymère (Acetal)	0,108	0,146	0,177			[82,84,93]
9	Polymère	Polytétrafluoroéthylène (PTFE)	0,114	0,104	0,110	0,092		[82,90,94,95]
10	Polymère	Polyoxyméthylène POMC - Copolymère (Acetal)	0,125	0,147	0,147			[82,84,96]
11	Polymère	Polyamide - Nylon 6,6 (PA 6,6)	0,131	0,118	0,119			[82,84,90]
12	Polymère	Polyamide - Nylon 6 (PA 6)	0,135	0,128	0,119			[82,84,90]
13	Polymère	Polycarbonate (PC)	0,142	0,163	0,146			[82,85,90]
14	Polymère	Polyétheréthercétone (PEEK)	0,145	0,143	0,141			[82-84]
15	Polymère	Polyéthylène téréphtalate (Polyester, PET, PETP)	0,160	0,184	0,133	0,178		[82,84,85,90]
16	Polymère	Polycarbonate - 30% fibre de verre (PC - 30% GFR)	0,168	0,205				[82,97]
17	Polymère	Polyéthylène - U.H.M.W. (UHMW PE)	0,260	0,225				[82,98]
18	Polymère	Polyéthylène - haute densité (PEHD)	0,269	0,223	0,239	0,239		[82,84,90,99]
19	Polymère	Polyamide/imide (PAI)	0,183	0,184				[82,100]
20	Céramique	Quartz - Fondu (SiO <sub>2</sub> )	0,941					[82]
21	Alliage	Hastelloy® X (Ni49.5/Cr22/Fe18/Mo 9/Co 1/W)	2,28	2,44	2,30			[82,85,101]
22	Alliage	Alliage Haynes® 230 (Ni62/Cr22/W 14/Mo 2)	2,50	2,50				[82,101]
23	Alliage	Inconel 625® (Ni61/Cr22/Mo 9/Fe 5)	2,83	2,85	2,83			[82,102,103]
24	Alliage	Hastelloy® C276 (Ni57/Mo17/Cr16/Fe/W/Mn)	2,96	2,77				[82,101]
25	Alliage	Inconel® alloy 718 (Ni53/Fe19/Cr19/Nb/Mo/Ti)	3,14	3,03	3,10			[82,102]
26	Alliage	Invar Alliage à dilatation contrôlée Fe64/Ni36	3,16	3,25				[82,102,104]
27	Alliage	Inconel® alloy 600 (Ni72/Cr16/Fe 8)	3,96	3,96				[82,102,103]
28	Alliage	Acier inoxydable - AISI 316 (Fe /Cr18 /Ni10 /Mo 3 )	4,08	4,08	4,08			[82,105,106]
29	Alliage	Alliage de scellage du verre (Fe54 /Ni29 /Co17)	4,67	4,57	4,74			[82,103,107]
30	Céramique	Nitride de Bore (BN)	6,10					[82]

Tableau A2-2 : Tableau récapitulatif de la recherche bibliographique sur la diffusivité

## BIBLIOGRAPHIE

---

- [1] M. Noori, O. Tatari, Development of an agent-based model for regional market penetration projections of electric vehicles in the United States, *Energy*. 96 (2016) 215–230. doi:10.1016/j.energy.2015.12.018.
- [2] R.J. Javid, A. Nejat, A comprehensive model of regional electric vehicle adoption and penetration, *Transp. Policy*. 54 (2017) 30–42. doi:10.1016/j.tranpol.2016.11.003.
- [3] REN21, Renewables 2019 Global Status Report, 2019. [https://www.ren21.net/wp-content/uploads/2019/05/gsr\\_2019\\_full\\_report\\_en.pdf](https://www.ren21.net/wp-content/uploads/2019/05/gsr_2019_full_report_en.pdf).
- [4] I.E.A. IEA, World Energy Outlook 2018, (2019). <https://www.iea.org/weo2018/> (accessed August 1, 2019).
- [5] T.N.R.E.L. NREL, Ashalim data, (n.d.). <https://solarpaces.nrel.gov/ashalim-negev> (accessed August 1, 2019).
- [6] Ministère de l'Énergie et des Ressources naturelles, Hydro-Québec, S. Canada, Electricité produite par source au Québec (2011), (2011). <https://mern.gouv.qc.ca/energie/statistiques/statistiques-production-electricite.jsp> (accessed October 21, 2019).
- [7] U.S.E.I.A. EIA, BP, Empresa de Pesquisa Energética, Analysis report on Brazil, (2017). [www.connaissancedesenergies.org/situation-energetique-du-bresil-190424](http://www.connaissancedesenergies.org/situation-energetique-du-bresil-190424) (accessed August 1, 2019).
- [8] R. de transport et d'électricité RTE, [www.rte-france.com](http://www.rte-france.com), Bilans Électriques Natx. (2017).
- [9] M.T. Islam, N. Huda, A.B. Abdullah, R. Saidur, A comprehensive review of state-of-the-art concentrating solar power (CSP) technologies: Current status and research trends, *Renew. Sustain. Energy Rev.* 91 (2018) 987–1018. doi:10.1016/j.rser.2018.04.097.
- [10] Solar resource map © 2019 Solargis, (n.d.). <https://solargis.com> (accessed August 1, 2019).
- [11] C.K. Ho, C.A. Sims, J.M. Christian, Evaluation of glare at the Ivanpah Solar Electric Generating System, 69 (2015) 1296–1305. doi:10.1016/j.egypro.2015.03.150.
- [12] Suncnim, eLlo Fresnel thermodynamic power plant, (2019). <https://www.suncnim.com/en/ello-worlds-first-fresnel-thermodynamic-power-plant-energy-storage-capacity> (accessed October 23, 2019).
- [13] SolarPACES, Bilan en puissance des centrales CSP construites, (n.d.). <https://www.solarpaces.org/csp-technologies/csp-projects-around-the-world/> (accessed August 1, 2019).
- [14] H.L. Zhang, J. Baeyens, J. Degève, G. Cacères, Concentrated solar power plants: Review and design methodology, *Renew. Sustain. Energy Rev.* 22 (2013) 466–481. doi:10.1016/j.rser.2013.01.032.
- [15] A. Fernandez-Garcia, E. Zarza, L. Valenzuela, M. Perez, Parabolic-trough solar collectors and their applications, 14 (2010) 1695–1721. doi:10.1016/j.rser.2010.03.012.
- [16] T. Mancini, P. Heller, B. Butler, B. Osborn, W. Schiel, V. Goldberg, R. Buck, R. Diver, C. Andraka, J. Moreno, Dish-stirling systems: An overview of development and status, *J. Sol. Energy Eng. Trans. ASME*. 125 (2003) 135–151. doi:10.1115/1.1562634.
- [17] D. Aidroos Baharoon, H. Abdul Rahman, W.Z. Wan Omar, S. Obaid Fadhl, Historical development of concentrating solar power technologies to generate clean electricity efficiently – A review, *Renew. Sustain. Energy Rev.* 41 (2015) 996–1027.

- doi:10.1016/j.rser.2014.09.008.
- [18] R. Buck, S. Giuliano, B. Gobereit, A. Pfahl, M. Puppe, P. Schwarzbözl, R. Uhlig, S. Wilbert, Solar Tower Systems - Status and perspective, 2018. doi:10.1016/B978-0-12-809597-3.00428-4.
  - [19] F. Sutter, A. Fernández-García, P. Heller, K. Anderson, G. Wilson, M. Schmücker, P. Marvig, Durability Testing of Silvered-Glass Mirrors, *Energy Procedia*. 69 (2015) 1568–1577. doi:10.1016/j.egypro.2015.03.110.
  - [20] S.R. Hunter, D.B. Smith, G. Polizos, D.A. Schaeffer, D.F. Lee, P.G. Datskos, Low cost anti-soiling coatings for CSP collector mirrors and heliostats, in: *High Low Conc. Syst. Sol. Energy Appl. IX*, 2014: p. 91750J. doi:10.1117/12.2061845.
  - [21] H. Ennaceri, H. El Alami, H. Brik, O. Mokssit, A. Khaldoun, Lotus effect and super-hydrophobic coatings for concentrated solar power systems (CSP), in: *2014 Int. Conf. Compos. Mater. Renew. Energy Appl. ICCMREA 2014*, 2014: pp. 2–5. doi:10.1109/ICCMREA.2014.6843785.
  - [22] M. Schmitz, P. Schwarzbözl, R. Buck, R. Pitz-Paal, Assessment of the potential improvement due to multiple apertures in central receiver systems with secondary concentrators, *Sol. Energy*. 80 (2006) 111–120. doi:10.1016/j.solener.2005.02.012.
  - [23] A. Fernández-García, M.E. Cantos-Soto, M. Röger, C. Wieckert, C. Hutter, L. Martínez-Arcos, Durability of solar reflector materials for secondary concentrators used in CSP systems, *Sol. Energy Mater. Sol. Cells*. 130 (2014) 51–63. doi:10.1016/j.solmat.2014.06.043.
  - [24] S. Suman, M. Khan, M. Pathak, Performance enhancement of solar collectors — A review, *Renew. Sustain. Energy Rev.* 49 (2015) 192–210. doi:10.1016/j.rser.2015.04.087.
  - [25] L.G. Radosevich, Final Report on the Power Production Phase of the 10MWe Solar Thermal Central Receiver Pilot Plant, Albuquerque, 1988.
  - [26] C.K. Ho, A.R. Mahoney, A. Ambrosini, M. Bencomo, A. Hall, T.N. Lambert, Characterization of Pyromark 2500 for high-temperature solar receivers, in: *ASME 2012 6th Int. Conf. Energy Sustain.*, San Diego, CA, USA, 2012: pp. 1–10.
  - [27] A. Ambrosini, A. Boubault, C.K. Ho, L. Banh, J.R. Lewis, Influence of Application Parameters on Stability of Pyromark<sup>®</sup> 2500 Receiver Coatings, in: *SolarPACES 2018*, 2018.
  - [28] A. Ambrosini, T.N. Lambert, M. Bencomo, A. Hall, K. VanEvery, N.P. Siegel, C.K. Ho, Improved high temperature solar absorbers for use in concentrating solar power central receiver applications, in: *ASME 2011 5th Int. Conf. Energy Sustain.*, 2011. doi:10.1115/ES2011-54241.
  - [29] A. Soum-glaude, A. Le, M. Bichotte, C. Escape, L. Dubost, Solar Energy Materials and Solar Cells Optical characterization of TiAlN<sub>x</sub> / TiAlN<sub>y</sub> / Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tandem solar selective absorber coatings, *Sol. Energy Mater. Sol. Cells*. 170 (2017) 254–262. doi:10.1016/j.solmat.2017.06.007.
  - [30] K. Zhang, L. Hao, M. Du, J. Mi, J. Wang, J. Meng, A review on thermal stability and high temperature induced ageing mechanisms of solar absorber coatings, *Renew. Sustain. Energy Rev.* 67 (2017) 1282–1299. doi:10.1016/j.rser.2016.09.083.
  - [31] K. Vignarooban, X. Xu, A. Arvay, K. Hsu, A.M. Kannan, Heat transfer fluids for concentrating solar power systems - A review, *Appl. Energy*. 146 (2015) 383–396. doi:10.1016/j.apenergy.2015.01.125.
  - [32] A. Dinker, M. Agarwal, G.D. Agarwal, Heat storage materials, geometry and applications: A review, *J. Energy Inst.* 90 (2017) 1–11. doi:10.1016/j.joei.2015.10.002.

- [33] U. Pelay, L. Luo, Y. Fan, D. Stitou, M. Rood, Thermal energy storage systems for concentrated solar power plants, *Renew. Sustain. Energy Rev.* 79 (2017) 82–100. doi:10.1016/j.rser.2017.03.139.
- [34] T. Bauer, N. Pflieger, N. Breidenbach, M. Eck, D. Laing, S. Kaesche, Material aspects of Solar Salt for sensible heat storage, *Appl. Energy.* 111 (2013) 1114–1119. doi:10.1016/j.apenergy.2013.04.072.
- [35] R. Tiskatine, R. Oaddi, R. Ait El Cadi, A. Bazgaou, L. Bouirden, A. Aharoune, A. Ihlal, Suitability and characteristics of rocks for sensible heat storage in CSP plants, *Sol. Energy Mater. Sol. Cells.* 169 (2017) 245–257. doi:10.1016/j.solmat.2017.05.033.
- [36] K. Nithyanandam, R. Pitchumani, Cost and performance analysis of concentrating solar power systems with integrated latent thermal energy storage, *Energy.* 64 (2014) 793–810. doi:10.1016/j.energy.2013.10.095.
- [37] E. Tapachès, D. Salas, M. Perier-Muzet, S. Mauran, D. Aussel, N. Mazet, The value of thermochemical storage for concentrated solar power plants: Economic and technical conditions of power plants profitability on spot markets, *Energy Convers. Manag.* (2019) 0–1. doi:10.1016/j.enconman.2018.11.082.
- [38] R.I. Dunn, P.J. Hearps, M.N. Wright, Molten-salt power towers: Newly commercial concentrating solar storage, *Proc. IEEE.* 100 (2012) 504–515. doi:10.1109/JPROC.2011.2163739.
- [39] S.M. Flueckiger, S. V. Garimella, Latent heat augmentation of thermocline energy storage for concentrating solar power - A system-level assessment, *Appl. Energy.* 116 (2014) 278–287. doi:10.1016/j.apenergy.2013.11.059.
- [40] J.B. Zhang, J.C. Valle-Marcos, B. El-Hefni, Z.F. Wang, G.F. Chen, G.C. Ma, X. Li, R. Soler, Dynamic simulation of a 1MWe concentrated solar power tower plant system with Dymola®, *Energy Procedia.* 49 (2014) 1592–1602. doi:10.1016/j.egypro.2014.03.168.
- [41] S.J. Liu, D. Faille, M. Fouquet, B. El-Hefni, Y. Wang, J.B. Zhang, Z.F. Wang, G.F. Chen, R. Soler, Dynamic Simulation of a 1MWe CSP Tower Plant with Two-level Thermal Storage Implemented with Control System, *Energy Procedia.* 69 (2015) 1335–1343. doi:10.1016/j.egypro.2015.03.139.
- [42] K. Wang, Y.L. He, Thermodynamic analysis and optimization of a molten salt solar power tower integrated with a recompression supercritical CO<sub>2</sub> Brayton cycle based on integrated modeling, *Energy Convers. Manag.* 135 (2017) 336–350. doi:10.1016/j.enconman.2016.12.085.
- [43] L. Noc, E. Sest, G. Kapun, F. Ruiz-Zepeda, Y. Binyamin, F. Merzel, I. Jerman, High-solar-absorptance CSP coating characterization and reliability testing with isothermal and cyclic loads for service-life prediction, *Energy Environ. Sci.* (2019). doi:10.1039/C8EE03536A.
- [44] A. Boubault, B. Claudet, O. Faugeroux, G. Olalde, J.-J. Serra, A numerical thermal approach to study the accelerated aging of a solar absorber material, *Sol. Energy.* 86 (2012) 3153–3167. doi:10.1016/j.solener.2012.08.007.
- [45] A. Boubault, B. Claudet, O. Faugeroux, G. Olalde, Aging of solar absorber materials under highly concentrated solar fluxes, *Sol. Energy Mater. Sol. Cells.* 123 (2014) 211–219. doi:10.1016/j.solmat.2014.01.010.
- [46] M. Kohl, M. Heck, S. Brunold, U. Frei, B. Carlsson, K. Moller, Advanced procedure for the assessment of the lifetime of solar absorber coatings, *Sol. Energy.* 84 (2004) 275–289. doi:10.1016/j.solmat.2004.01.041.
- [47] S. Brunold, U. Frei, B. Carlsson, K. Moller, M. Kohl, Accelerated life testing of solar

- absorber coatings : testing procedure and results, *Sol. Energy.* 68 (2000) 313–323. doi:10.1016/S0038-092X(00)00034-7.
- [48] A. Ambrosini, T.N. Lambert, A. Boubault, A. Hunt, D.J. Davis, D. Adams, A.C. Hall, Thermal stability of oxide-based solar selective coatings for CSP central receivers, in: *ASME 2015 9th Int. Conf. Energy Sustain.*, 2015: pp. 1–10.
- [49] O. Raccurt, A. Disdier, D. Bourdon, S. Donnola, A. Stollo, A. Gioconia, Study of the stability of a selective solar absorber coating under air and high temperature conditions, *Energy Procedia.* 69 (2015) 1551–1557. doi:10.1016/j.egypro.2015.03.107.
- [50] J.F. Torres, I. Ellis, K. Tsuda, J. Coventry, Effects of Cyclic Thermal Ageing on Coating Degradation, in: *SolarPACES*, 2018.
- [51] S. Caron, F. Sutter, N. Algnier, M. Esteller, Y. Binyamin, M. Baidossi, A. Kenigsberg, A. Agüero, D. Fähsing, C. Hildebrandt, Accelerated ageing of solar receiver coatings : Experimental results for T91 and VM12 steel substrates, *AIP Conf. Proc.* 2033 (2018). doi:10.1063/1.5067230.
- [52] F. Sutter, RAISELIFE project extends the lifetime of functional materials for Concentrated Power Technologies, *Eur. Energy Innov. Mag.* (2019).
- [53] A. Boubault, Etude du vieillissement de matériaux sous haut flux solaire concentré – Application aux récepteurs surfaciques des centrales solaires thermodynamiques, 2013.
- [54] A. Boubault, C.K. Ho, A. Hall, T.N. Lambert, A. Ambrosini, Durability of solar absorber coatings and their cost-effectiveness, *Sol. Energy Mater. Sol. Cells.* 166 (2017) 176–184. doi:10.1016/j.solmat.2017.03.010.
- [55] A. Degiovanni, Conductivité et diffusivité thermique des solides Conductivité et diffusivité thermique des solides, *Tech. l'Ingénieur.* (1994).
- [56] T. Kobari, J. Okajima, A. Komiya, S. Maruyama, Development of guarded hot plate apparatus utilizing Peltier module for precise thermal conductivity measurement of insulation materials, *Int. J. Heat Mass Transf.* 91 (2015) 1157–1166. doi:10.1016/j.ijheatmasstransfer.2015.08.044.
- [57] K.S. Reddy, S. Jayachandran, Investigations on design and construction of a square guarded hot plate (SGHP) apparatus for thermal conductivity measurement of insulation materials, *Int. J. Therm. Sci.* 120 (2017) 136–147. doi:10.1016/j.ijthermalsci.2017.06.001.
- [58] I. Yang, D. Kim, S. Lee, Construction and preliminary testing of a guarded hot plate apparatus for thermal conductivity measurements at high temperatures, *Int. J. Heat Mass Transf.* 122 (2018) 1343–1352. doi:10.1016/j.ijheatmasstransfer.2018.02.072.
- [59] D.R. Thompson, S.R. Rao, B.A. Cola, A stepped-bar apparatus for thermal resistance measurements, *J. Electron. Packag.* 135 (2013) 1–9. doi:10.1115/1.4025116.
- [60] M. Khandelwal, M.M. Mench, Direct measurement of through-plane thermal conductivity and contact resistance in fuel cell materials, *J. Power Sources.* 161 (2006) 1106–1115. doi:10.1016/j.jpowsour.2006.06.092.
- [61] W.N. dos Santos, Advances on the hot wire technique, *J. Eur. Ceram. Soc.* 28 (2007) 15–20. doi:10.1016/j.jeurceramsoc.2007.04.012.
- [62] B.M. Mihiretie, D. Cederkrantz, A. Rosén, H. Otterberg, M. Sundin, S.E. Gustafsson, M. Karlsteen, Finite element modeling of the Hot Disc method, *Int. J. Heat Mass Transf.* 115 (2017) 216–223. doi:10.1016/j.ijheatmasstransfer.2017.08.036.
- [63] S.E. Gustafsson, Transient plane source techniques for thermal conductivity and thermal diffusivity measurements of solid materials, *Rev. Sci. Instrum.* 62 (1991) 797–

804. doi:10.1063/1.1142087.
- [64] O. Faugeron, B. Claudet, S. Bénet, J.J. Serra, D. Boisson, Caractérisation thermophysique de revêtements par méthode photothermique impulsionnelle en face avant, *Int. J. Therm. Sci.* 43 (2004) 383–401. doi:10.1016/j.ijthermalsci.2003.09.001.
- [65] V. Plana, P. Reulet, Experimental characterization of the thermophysical properties of composite materials by an inverse heat conduction method, *J. Compos. Mater.* 40 (2005) 1247–1258. doi:10.1177/0021998305057433.
- [66] W.J. Parker, R.J. Jenkins, C.P. Butler, G.L. Abbott, Flash method of determining thermal diffusivity, heat capacity, and thermal conductivity, *J. Appl. Phys.* 32 (1961) 1679–1684. doi:10.1063/1.1728417.
- [67] O. Faugeron, Caractérisation thermophysique de revêtements de protection thermomécanique par méthode photothermique impulsionnelle, UPVD, 2001.
- [68] B. Czél, K.A. Woodbury, G. Gróf, Simultaneous estimation of temperature-dependent volumetric heat capacity and thermal conductivity functions via neural networks, *Int. J. Heat Mass Transf.* 68 (2014) 1–13. doi:10.1016/j.ijheatmasstransfer.2013.09.010.
- [69] R. Singh, R.S. Bhoopal, S. Kumar, Prediction of effective thermal conductivity of moist porous materials using artificial neural network approach, *Build. Environ.* 46 (2011) 2603–2608. doi:10.1016/j.buildenv.2011.06.019.
- [70] T.N. Singh, S. Sinha, V.K. Singh, Prediction of thermal conductivity of rock through physico-mechanical properties, *Build. Environ.* 42 (2007) 146–155. doi:10.1016/j.buildenv.2005.08.022.
- [71] M. Hajihassani, A. Marto, N. Khezri, R. Kalatehjari, Indirect measure of thermal conductivity of rocks through adaptive neuro-fuzzy inference system and multivariate regression analysis, *Meas. J. Int. Meas. Confed.* 67 (2015) 71–77. doi:10.1016/j.measurement.2015.02.009.
- [72] M. Mehrabi, M. Sharifpur, J.P. Meyer, Application of the FCM-based neuro-fuzzy inference system and genetic algorithm-polynomial neural network approaches to modelling the thermal conductivity of alumina-water nanofluids, *Int. Commun. Heat Mass Transf.* 39 (2012) 971–977. doi:10.1016/j.icheatmasstransfer.2012.05.017.
- [73] S. Grieu, O. Faugeron, A. Traoré, B. Claudet, J.L. Bodnar, Artificial intelligence tools and inverse methods for estimating the thermal diffusivity of building materials, *Energy Build.* 43 (2011) 543–554. doi:10.1016/j.enbuild.2010.10.020.
- [74] S. Grieu, O. Faugeron, A. Traoré, B. Claudet, J.-L. Bodnar, An “intelligent” approach based on side-by-side cascade-correlation neural networks for estimating thermophysical properties from photothermal responses, *Eur. Phys. J. Appl. Phys.* (2015). doi:10.1051/epjap/2014140254.
- [75] S. Grieu, O. Faugeron, A. Traoré, B. Claudet, J.-L. Bodnar, Side-by-side ANFIS as a useful tool for estimating correlated thermophysical properties, *Eur. Phys. J. Plus.* 130 (2015). doi:10.1140/epjp/i2015-15241-y.
- [76] Y. Lalau, Etude du comportement thermomécanique de matériaux céramiques sous irradiation solaire concentrée : développement expérimental et modélisation, 2017.
- [77] GNU Free Documentation License, Schéma d’un monochromateur Czerny-turner, (n.d.) Schéma modifié. [https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Czerny-turner\\_monochromator.png](https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Czerny-turner_monochromator.png) (accessed November 8, 2019).
- [78] L. Solstice, SOC 100 HDR, (n.d.). <https://www.equipex-socrate.fr/equipements/plate-forme-de-caracterisation-des-materiaux-pour-applications-solaires.html> (accessed

- November 8, 2019).
- [79] C.K. Ho, A.R. Mahoney, A. Ambrosini, M. Bencomo, A. Hall, T.N. Lambert, Characterization of Pyromark 2500 Paint for High-Temperature Solar Receivers, *J. Sol. Energy Eng.* 136 (2014) 2–5. doi:10.1115/1.4024031.
  - [80] S.E. Fahlman, C. Lebiere, The Cascade-Correlation Learning Architecture, *Adv. Neural Inf. Process. Syst.* (1990) 524–532. doi:10.1190/1.1821929.
  - [81] G. Boissonnet, C. Boulesteix, G. Bonnet, J. Balmain, F. Pedraza, Thermal Transport Properties of New Coatings on Steels for Supercritical Steam Power Plants, *Oxid. Met.* 88 (2017) 191–202. doi:10.1007/s11085-016-9682-4.
  - [82] GoodFellow, Catalogue et propriétés des matériaux, (n.d.). <http://www.goodfellow.com> (accessed September 9, 2019).
  - [83] Polyfluor, Matériaux - Fiches techniques, (n.d.). <https://www.polyfluor.nl/fr> (accessed September 9, 2019).
  - [84] IDM Composites, Matériaux - Fiches techniques, (n.d.). <http://www.idmcomposites.com> (accessed September 9, 2019).
  - [85] M. Laurent, P.-L. Vuillermoz, Conductivité thermique des solides, *Tech. l'ingénieur.* (1993).
  - [86] J.A. Brydson, *Plastics Materials - Seventh edition*, Butterworth, 1999.
  - [87] Professional Plastics Inc, Fiche technique, (n.d.). <http://www.professionalplastics.com/> (accessed September 9, 2019).
  - [88] S. Laroze, J.-J. Barreau, *Mécanique des structures*, Edition Ma, 1988.
  - [89] Evonik Industries, Products - Technical information, (n.d.). <https://www.plexiglas.de/product/plexiglas/en/products/plexiglas/pages/technical-information.aspx.html> (accessed February 3, 2017).
  - [90] MDS, Propriétés des matériaux, (n.d.). <http://www.metaux-detail.com> (accessed September 10, 2019).
  - [91] Castle MBA, Our product - MBA - UPVC, (n.d.). <http://www.castle-mba.com/upvc/> (accessed September 17, 2019).
  - [92] Makeitfrom, Material properties database, (n.d.). <https://www.makeitfrom.com/> (accessed September 10, 2019).
  - [93] HPC Europe, Fiches techniques, (n.d.). [www.hpceurope.com](http://www.hpceurope.com) (accessed September 10, 2019).
  - [94] J.-F. Bonnet, Polymères fluorés, *Tech. l'ingénieur.* (2004).
  - [95] Plastiques Élastomères, Fiche technique, (n.d.). [www.plastomere.com](http://www.plastomere.com) (accessed September 9, 2019).
  - [96] M. Chailly, Fiche technique, (n.d.). [www.michaud-chailly.fr](http://www.michaud-chailly.fr) (accessed October 30, 2017).
  - [97] Ensinger, Fiche technique, (2018). [www.ensingerplastics.com](http://www.ensingerplastics.com) (accessed September 9, 2019).
  - [98] Euro métal Sud Ouest, Fiche technique, (n.d.). <http://eurometalso.com/> (accessed September 9, 2019).
  - [99] Polytek, Propriétés du PEHD, (n.d.).
  - [100] P.S. Group, Fiche technique, (n.d.). [http://www.plastiservice.com/FR/catalogue\\_produits](http://www.plastiservice.com/FR/catalogue_produits) (accessed September 9, 2019).
  - [101] Haynes International, Technical datasheet, (n.d.). [www.haynesintl.com](http://www.haynesintl.com) (accessed September 9, 2019).
  - [102] NeoNickel, Technical datasheet, (n.d.). <https://www.neonickel.com/products/>

- (accessed September 9, 2019).
- [103] Special Metals, Technical datasheet, (n.d.).  
<http://www.specialmetals.com/assets/documents/alloys/inconel/inconel-alloy-625.pdf> (accessed September 9, 2019).
- [104] VDM Material international GmbH, VDM ® Alloy 36 technical datasheet, (2018).  
<https://www.vdm-metals.com/en/downloads/> (accessed September 9, 2019).
- [105] FineTubes, Aciers inoxydables - Alliage 316, (2012). <http://www.finetubes.fr/>.
- [106] L. Alloys, Alliage 316L, (n.d.). <https://www.langleyalloys.com/fr/products/alloy-316l/>  
(accessed September 9, 2019).
- [107] High Temp Metals, Kovar technical data, (n.d.).  
<http://www.hightempmetals.com/techdata/hitempInvar36data.php> (accessed September 9, 2019).

## LISTE DES FIGURES

---

Figure I-1 : Bilan de la consommation d'énergie finale sous différentes formes, en 2016 [3]	15
Figure I-2 : Evolution et prévisions de la production d'électricité par type d'énergie. A gauche : scénario avec les tendances actuelles. A droite : scénario avec des incitations politiques [4]	16
Figure I-3 : Répartition de la production d'électricité par source, en 2017. A gauche : au Brésil [7]. A droite : en France [8].	17
Figure I-4 : CSP – Evolution de la puissance mondiale installée, par région [9]	17
Figure I-5 : Planisphère de la ressource mondiale solaire : répartition du DNI (Direct Normal Irradiation) [10]	18
Figure I-6 : A gauche : centrale solaire à tours Ivanpah (Californie) – A droite : Centrale solaire à miroir de Fresnel eLlo (France)	18
Figure I-7: Bilan en puissance des centrales CSP construites, en construction et en développement, en 2019 [13]	19
Figure I-8 : Schéma d'une centrale solaire	19
Figure I-9 : Différents types de centrales solaires [14]	20
Figure I-10 : Centrales solaires à concentration linéaire. A gauche : modules cylindro-paraboliques au laboratoire Promes (Odeillo- France). A droite : miroirs linéaires de Fresnel et tube absorbeur	21
Figure I-11 : Centrales solaires à concentration ponctuelle. A gauche : centrale à récepteur parabolique Tooele Army Depot (Tooele, EEUU). A droite : centrale à tour Solar Two (Barstow, Californie)	21
Figure I-12: Système de suivi du Soleil selon deux axes [18]	22
Figure I-13 : Composition type de réflecteurs primaires [19]	22
Figure I-14 : Centrale solaire à tour – Positionnement des réflecteurs secondaires dans le dispositif REFOS [22]	23
Figure I-15 : Centrale solaire à récepteur ponctuel fixe en configuration « beam-down » [23]	23
Figure I-16 : Réflectivité d'un revêtement classique (Pyromark®) comparée à celle d'un absorbeur sélectif parfait, au rayonnement solaire et au rayonnement de corps noirs	25
Figure I-17 : Les principales catégories de matériaux sélectifs	26
Figure I-18 : Fluides caloporteurs en fonction de la gamme de température utile [31]	27
Figure I-19 : Stockage de chaleur à l'aide de deux cuves a) circuit direct – b) circuit indirect [33]	28
Figure I-20 : Photo de la centrale solaire Gemasolar. 1-Réservoir chaud ; 2-Réservoir froid ; 3-Echangeur ; 4-Turbine/Générateur d'électricité	29
Figure I-21: Stockage thermocline a) évolution de la température dans la cuve, b) schéma d'un réservoir thermocline [39]	29
Figure I-22 : Modélisation d'une centrale CSP à tour à l'aide la bibliothèque « ThermoSysPro » [41]	30

Figure II-1 : Dispositif de vieillissement à PSA [52] .....	40
Figure II-2 : Photo générale du dispositif SAAF .....	41
Figure II-3 : Premiers vieillissements accélérés à PROMES – Stratégie 1 .....	41
Figure II-4 : Premiers vieillissements accélérés à PROMES – Stratégie 2 .....	42
Figure II-5 : Installation de vieillissement au Sandia National Laboratory [54] .....	42
Figure II-6 : Plaque chaude gardée.....	44
Figure II-7 : Plaque chaude gardée, méthode des fluxmètres .....	44
Figure II-8 : Schéma du dispositif de mesure de la barre.....	45
Figure II-9 : Schéma du dispositif de mesure du fil chaud .....	45
Figure II-10 : Méthode du fil chaud, exemple de thermogramme [55].....	46
Figure II-11 : Schéma du dispositif de mesure Hot Disk.....	46
Figure II-12 : Schéma de la méthode flash face arrière .....	47
Figure II-13 : Logigramme d'un algorithme de minimisation [67] .....	48
Figure II-14 : Exemple d'identification de paramètres à l'aide des méthodes inverses.....	48
Figure II-15 : Dispositif BICOND de mesure de l'échantillon [68] : 1 - thermocouple intérieur, 2 - tube intérieur (core), 3 - échantillon, 4 - tube extérieur (shield), 5 - thermocouple extérieur .....	50
Figure III-1 : (de gauche à droite) revêtement B (BSI), I+B (Inta + BSI), F (Fraunhofer), D (Dechema), P (Pyromark®) .....	54
Figure III-2 : Structure du revêtement sélectif F .....	55
Figure III-3 : Recuit du revêtement B sur substrat Inconel 617 ou Haynes 230 - Profil théorique en four comparé au profil expérimental réalisé .....	56
Figure III-4 : Présentation des différentes campagnes réalisées .....	56
Figure III-5 : Principe du dispositif SAAF.....	58
Figure III-6 : Positionnement de l'héliostat dans le dispositif SAAF.....	59
Figure III-7 : Profils de l'éclairement en entrée et en sortie du kaléidoscope (illustration [53]) .....	60
Figure III-8 : Photo du kaléidoscope et de son circuit de refroidissement à eau .....	60
Figure III-9: Porte-échantillon .....	61
Figure III-10 : Courbe de l'ouverture des pales en fonction du flux en sortie de kaléidoscope .....	61
Figure III-11 : Longueurs caractéristiques du pyromètre.....	62
Figure III-12 : Niveaux de température et flux maximaux de la première campagne .....	63
Figure III-13 : Exemple de cycle de la première campagne – Substrat T91 avec revêtement B .....	63
Figure III-14 : Journée nuageuse à Odeillo (2 avril 2017) – a) DNI sur toute la journée, b) vitesse de variation du DNI sur une minute.....	65
Figure III-15 : Vieillissement de l'échantillon T91 avec revêtement B, cycles 61 à 130.....	66
Figure III-16 : Vieillissement de l'échantillon T91 avec revêtement B, cycles 131 à 200.....	66
Figure III-17 : Niveaux de température et flux maximaux de la deuxième campagne .....	67

Figure III-18 : Exemple de cycle de la deuxième campagne – substrat T91 avec revêtement B .....	68
Figure III-19 : Extrait du vieillissement additionnel « Augmentation prolongée de la température, 1 <sup>ère</sup> campagne » – substrat T91 avec revêtement B.....	69
Figure III-20 : Vieillissement additionnel « Augmentation prolongée de la température, 2 <sup>ème</sup> campagne » – substrat T91 avec revêtement P.....	69
Figure III-21 : Evolution de la température maximale des échantillons lors de vieillissements réalisés par les partenaires du programme : a) T91 avec revêtement I+B – b) T91 avec revêtement B – c) T91 avec revêtement F – d) T91 avec revêtement D .....	71
Figure IV-1: Schéma de principe de la spectrophotométrie .....	73
Figure IV-2: Quelques sources polychromatiques utilisées en spectrophotométrie .....	74
Figure IV-3: Schéma de principe du monochromateur [77] .....	74
Figure IV-4: Quelques lames séparatrices utilisées en spectrophotométrie.....	75
Figure IV-5 : Technologies des détecteurs utilisés en spectrophotométrie .....	75
Figure IV-6 : Appareil de mesure Perkin Elmer UV-VIS-NIR Lambda .....	76
Figure IV-7 : Appareil de mesure Soc 100 HDR [78].....	76
Figure IV-8 : Réflectivité spectrale d'un échantillon type obtenue à l'aide des deux spectrophotomètres .....	77
Figure IV-9 : Zones de vieillissement et de mesure IR des échantillons étudiés .....	79
Figure IV-10 : Sensibilité des appareils de mesure de la réflectivité – résultats de l'efficacité radiative.....	80
Figure IV-11 : Evolution des propriétés radiatives des revêtements sur substrat T91 lors de la première campagne .....	81
Figure IV-12 : Evolution des propriétés radiatives des revêtements sur substrat VM12 lors de la première campagne.....	82
Figure IV-13 : Evolution des propriétés radiatives des revêtements sur substrat T22 lors de la première campagne .....	82
Figure IV-14: Evolution des propriétés radiatives des revêtements sur substrat Inc617 lors de la première campagne.....	83
Figure IV-15 : Evolution des propriétés radiatives des revêtements sur substrat T91 lors de la deuxième campagne .....	84
Figure IV-16 : Evolution des propriétés radiatives des revêtements sur substrat VM12 lors de la deuxième campagne .....	84
Figure IV-17 : Evolution des propriétés radiatives de quatre revêtements sur le substrat Inconel 617 et d'un revêtement sur le Haynes 230 lors de la deuxième campagne.....	85
Figure IV-18 : Evolution des propriétés radiatives de deux échantillons T91 avec revêtement B – Comparaison de la première campagne et d'une augmentation de la température.....	86
Figure IV-19 : Evolution des propriétés radiatives de deux échantillons T91 avec revêtement P – Comparaison de la deuxième campagne et d'un vieillissement à température plus élevée .....	86

Figure IV-20 : Evolution des propriétés radiatives de deux échantillons Haynes 230 avec revêtement B – Comparaison de la deuxième campagne et d’un vieillissement identique avec une surchauffe momentanée.....	87
Figure IV-21 : Evolution de l’absorptivité de trois échantillons T91 avec revêtement F (a) et de trois échantillons avec revêtement D (b) pour une température maximale de 800°C .....	88
Figure IV-22 : Evolution des propriétés radiatives de deux échantillons T91 avec revêtement I+B – Ajout d’une étape en chambre humide lors du vieillissement .....	89
Figure IV-23 : Evolution des propriétés radiatives de deux échantillons Inconel 617 avec revêtement B – Ajout d’une étape en chambre humide lors du vieillissement .....	89
Figure IV-24 : Evolution des propriétés radiatives d’échantillons Inconel 617 ou Haynes 230 avec revêtement B ayant reçu un recuit solaire .....	91
Figure IV-25 : Echantillons avant vieillissement - à gauche : revêtement de type B, à droite : revêtement sélectif de type F .....	92
Figure IV-26 : Echantillons ayant subi des dommages visibles à la surface. A gauche : Haynes 230 avec revêtement B. A droite : Inconel 617 avec revêtement F.....	93
Figure IV-27 : Bilan des fissures observées sur différents échantillons.....	95
Figure V-1 : Représentation d’un réseau de neurones à propagation avant.....	98
Figure V-2 : Apprentissage via l’algorithme de corrélation en cascade [80] .....	99
Figure V-3 : Le modèle du neurone artificiel.....	99
Figure V-4 : Fonctions d’activation non-linéaires d’une couche cachée a) tangente hyperbolique, b) sigmoïde .....	100
Figure V-5 : Fonctions d’activation de la couche de sortie a) la fonction linéaire, b) la fonction softmax appliquée à des données à titre d’exemple .....	100
Figure V-6 : Stabilité d’un réseau de neurones – Méthode de détermination des réseaux incohérents et des valeurs de sortie aberrantes .....	103
Figure V-7 : Les 30 premiers signaux de la séquence PRBS utilisée.....	104
Figure V-8 : Exemples de réponses à l’expérience photothermique pour huit matériaux....	106
Figure V-9 : Erreur moyenne sur la diffusivité en phase de validation en fonction de la longueur de la séquence d’entrée pour 2 types de réseaux – a) à gauche, 25 neurones cachés et 72 exemples d’entraînement, b) à droite, 10 neurones cachés et 24 exemples d’entraînement .....	107
Figure V-10 : Entrées possibles du réseau de neurones, A – les amplitudes pour chaque intervalle caractéristique du PRBS, s – les pentes des demi-intervalles caractéristiques du PRBS [75] .....	107
Figure V-11 : Banc photothermique.....	109
Figure V-12 : Répartition des données expérimentales en ensembles d’entraînement et de validation.....	110
Figure V-13 : Comparaison d’un signal expérimental et d’un signal simulé pour deux matériaux, a) Delrin et b) Inox .....	112
Figure V-14 : Exemples de réponses expérimentales .....	112
Figure V-15 : Structure globale du réseau de neurones .....	113

Figure V-16 : Performance en phase de validation en fonction des ensembles d'exemples présentés à l'entraînement.....	116
Figure V-17 : Performance en phase de validation en fonction de la longueur de la séquence d'entrée.....	117
Figure V-18 : Performance en phase de validation en fonction du nombre de neurones cachés.....	118
Figure V-19 : Estimation des propriétés recherchées pour les exemples de validation des classes 1 et 2.....	119
Figure A1-1 : Les partenaires du programme RAISELIFE.....	127

## LISTE DES TABLEAUX

---

Tableau I-1 : Caractéristiques de quelques fluides caloporteurs envisageables (extrait de [31]) .....	27
Tableau III-1 : Composition des substrats et conditions d'utilisation.....	54
Tableau III-2 : Récapitulatif des échantillons testés lors des campagnes 1 et/ou 2.....	57
Tableau III-3 : Récapitulatif des échantillons recuits et vieillis lors de la campagne « post-recuit solaire ».....	57
Tableau III-4 : Récapitulatif des épaisseurs des échantillons de la première campagne .....	58
Tableau III-5 : Récapitulatif des caractéristiques des cycles de la première campagne ....	64
Tableau III-6 : Récapitulatif des étapes de vieillissement de la campagne additionnelle « humidité ».....	70
Tableau IV-1 : Récapitulatif de l'évolution des propriétés radiatives suite aux différents protocoles de vieillissement.....	90
Tableau IV-2 : Images microscopiques non traitées de trois échantillons ayant subi différents types de vieillissement .....	94
Tableau V-1 : Répartition des exemples issus de simulations .....	105
Tableau V-2 : Erreur moyenne en phase de validation en fonction de la nature du signal d'entrée.....	108
Tableau V-3 : Propriétés de la base de données expérimentales, $\alpha$ – diffusivité thermique ( $m^2.s^{-1}$ ), $K$ – conductivité thermique ( $W.m^{-1}.K^{-1}$ ).....	110
Tableau V-4 : Propriétés réelles du Delrin et de l'Inox et propriétés des matériaux fictifs les plus proches .....	111
Tableau V-5 : Stabilité du réseau de classification en fonction des exemples d'entraînement, de la longueur de la séquence d'entrée et du nombre de neurones cachés .....	115
Tableau V-6 : Echantillons du programme RAISELIFE pour l'estimation des propriétés thermophysiques.....	120
Tableau V-7 : Ordre de grandeur des propriétés des couches composant les échantillons RAISELIFE testés .....	120
Tableau V-8 : Estimation des propriétés des échantillons sur la face non revêtue obtenue à l'aide d'un réseau de neurones.....	121
Tableau V-9 : Estimation des propriétés des échantillons sur la face revêtue obtenue à l'aide d'un réseau de neurones .....	122

Ces travaux ont bénéficié du financement de l'Union Européenne à travers les programmes pour la recherche et l'innovation suivants :

Horizon 2020

RAISELIFE (agrément No 686008)



## **Résumé**

L'augmentation de la consommation énergétique et la prise de conscience du dérèglement climatique induit par l'augmentation des émissions de gaz à effet de serre engendrent un changement progressif du modèle énergétique. Les technologies faisant appel à des ressources renouvelables se développent depuis plusieurs décennies ; c'est notamment le cas des centrales solaires à concentration. La problématique de leur durabilité se pose donc. Cette thèse participe en premier lieu à la réflexion concernant la méthodologie de vieillissement accéléré des matériaux employés dans les récepteurs de ces centrales, partie soumise au rayonnement solaire concentré. Pour cela, plusieurs protocoles expérimentaux sont réalisés. Leur efficacité est principalement jugée au vue de l'évolution des propriétés radiatives des matériaux (absorptivité, émissivité). En parallèle, les propriétés thermophysiques que sont la conductivité thermique et la diffusivité sont étudiées sur un panel plus large de matériaux. Compte tenu des limites et des contraintes de caractérisation avec les méthodes actuelles, une nouvelle méthode d'estimation de ces propriétés est développée. Celle-ci est basée sur les réseaux de neurones artificiels et s'appuie sur des données expérimentales issues d'expériences photothermiques.

Mots clés : Vieillissement accéléré ; Propriétés radiatives ; Réseaux de neurones artificiels ; Caractérisation thermophysique.

---

## **Abstract**

The increasing energy consumption and the awareness of climate change induced by the increasing greenhouse gas emissions result in a progressive change of the energy model. Technologies based on renewable resources have been developing for several decades, such as concentrated solar power plants (CSP). So the issue of their sustainability is studied in many research programs. This thesis contributes to the development of a methodology for the accelerated ageing of the materials used in CSP receivers, which is the component submitted to concentrated solar radiation. For this purpose, several experimental protocols are carried out. Their efficiency is examined in light of the evolution of the radiative properties of the materials (absorptivity, emissivity). On another hand, the thermophysical properties such as the thermal conductivity and diffusivity are studied on a wider range of materials. Considering the limits of the current characterization methods, a new method for estimating these properties is developed. This is based on artificial neural networks and relies on photothermal experimental data.

Key words : Accelerated aging ; Radiative properties ; Artificial neural network ; Thermophysical characterization