



**HAL**  
open science

## Conception et réalisation, par fabrication additive, de matériaux cellulaires architecturés

Cyprien Heisel

► **To cite this version:**

Cyprien Heisel. Conception et réalisation, par fabrication additive, de matériaux cellulaires architecturés. Matériaux. Université de Limoges, 2019. Français. NNT : 2019LIMO0046 . tel-02347581

**HAL Id: tel-02347581**

**<https://theses.hal.science/tel-02347581v1>**

Submitted on 5 Nov 2019

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

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

**Université de Limoges**  
**ED 609 - Sciences et Ingénierie des Matériaux, Mécanique,  
Énergétique (SIMME)**  
**CEA Le Ripault**

Thèse pour obtenir le grade de  
Docteur de l'Université de Limoges

Présentée et soutenue par  
**Cyprien HEISEL**

Le 16 mai 2019

**Conception et réalisation, par fabrication additive, de  
matériaux cellulaires architecturés**

Thèse dirigée par Denis ROCHAIS et Thierry CHARTIER

JURY :

*Président du jury*

M. Gilles FLAMANT, Directeur de recherche CNRS, PROMES, Odeillo

*Rapporteurs*

M. Benoît ROUSSEAU, Directeur de recherche CNRS, LTEN, Nantes

M. Georges CHOLLON, Chargé de recherche CNRS, LCTS, Bordeaux

*Examineurs*

M. Gilles FLAMANT, Directeur de recherche CNRS, PROMES, Odeillo

M. Cyril CALIOT, Chargé de recherche CNRS, PROMES, Odeillo

M. Denis ROCHAIS Denis, Expert sénior CEA, CEA Le Ripault

M. Thierry CHARTIER, Directeur de recherche CNRS, IRCER, Limoges

*Invité*

M. Patrick DAVID, Expert sénior CEA, CEA Le Ripault





# Remerciements

---

L'aboutissement de cette thèse a pu être réalisé grâce à l'implication de différentes personnes, qu'elles soient liées à ce projet de manière professionnelle ou personnelle. Ce paragraphe permet de les remercier pour tout ce qu'elles ont pu faire pour moi.

En tout premier lieu, il me tient à cœur de remercier très profondément mes deux directeurs de thèses, Denis ROCHAIS et Thierry CHARTIER. Votre complémentarité sur ce sujet de thèse m'a permis d'acquérir les meilleures armes pour travailler le plus efficacement possible. Votre expertise dans les domaines scientifiques concernés est impressionnante, et vous avez su me la mettre à disposition au moment où j'en avais le plus besoin. Votre côté humain est tout autant à souligner, ce qui a rendu mon parcours doctoral très enrichissant. Je suis donc très reconnaissant de tout ce que vous avez fait pour moi et je ne l'oublierai jamais.

Je n'oublie pas également de citer Patrick DAVID et Sylvain CHUPIN pour l'encadrement officiel (ou non). Tout comme mes directeurs de thèses, vous avez été à l'écoute, de très bons formateurs, des référents techniques et des personnes très humaines. Merci pour tout le temps que vous avez pu me consacrer, et il est loin d'être négligeable.

Je tiens également à remercier les membres du jury pour avoir porté un regard critique sur ce travail. Merci à Benoît ROUSSEAU et Georges CHOLLON pour avoir accepté d'être rapporteur, ainsi qu'à Cyril CALIOT et Gilles FLAMANT pour avoir été examinateurs.

Ce travail de thèse a également pu être réalisé grâce à l'aide de nombreux acteurs scientifiques. A ce titre, je remercie Anthony BAUX (LCTS) pour avoir renforcé par CVI/CVD et caractérisé les structures poreuses lors de sa thèse, Gérard VIGNOLES (LCTS) pour avoir partagé son expérience et son code de calcul, Franck ENGUEHARD (PPRIME) pour ses éclaircissements sur THERMIVOX, Ludovic CHARPENTIER (PROMES) pour les caractérisations optiques, Cyril CALIOT (PROMES) pour les essais réalisés sur le banc OPTISOL et Marina SOUSTRE (IRCER) pour l'aide apportée sur les différentes caractérisations. Au CEA Le Ripault, je remercie Thierry PIQUERO pour sa disponibilité et son regard critique, Olivier RONDEAU pour m'avoir aidé sur l'attaque chimique des structures, Mikaël SEAUX et Julien FOUQUET pour les essais thermiques et solaires ainsi que Julien MARTEGOUTTE pour m'avoir transmis les compétences liées à l'imprimante 3D.

Lors de ma thèse, j'ai eu l'opportunité d'intégrer un laboratoire avec une ambiance de travail sereine, enrichissante, agréable et positive. Pour ces différentes raisons, je tiens à remercier Philippe, Christophe, Laurence, François G., François M., Guillaume, Anne-Marie, Jean-Philippe, Thierry, Julien, Patrick, Pascal, Christine, Isabelle, Tristan et Patricia. Un grand merci également aux personnes de la salle calcul, Yohan, Mikaël, Rémi, Emile, Vincent, Mathieu, Aurélien et Benjamin, où les moments à vos côtés ont été très plaisants. Je remercie également les personnes du même service, dont je n'ai pas cité les noms tellement la liste en serait longue. Je garde un excellent souvenir de vous tous.

Du point de vue personnel, je remercie grandement Coralie, ma conjointe, pour m'avoir épaulé durant ces trois années, et en particulier la dernière. Merci pour son soutien infaillible, sa patience et son courage. Je remercie également ma famille, pour qui, cette thèse a été une (petite) épreuve et qui m'ont tout de même soutenu jusqu'au bout : ma mère, mon père, Didier, Marie-France, Valentin, Angeline, Alexandra, Max et Laurence.

Enfin, je souhaite adresser un tout dernier remerciement. Il s'adresse à Jean-Luc BATTAGLIA, mon ex-professeur à l'université. Si je suis actuellement dans cette voie professionnelle, c'est en grande partie grâce à son soutien et son accompagnement. Son goût pour la recherche qu'il m'a transmis et toute l'aide qu'il a pu m'apporter jusqu'à la thèse ont été des facteurs déterminants dans le parcours que j'ai suivi. Merci pour tout.

# Résumé

---

La démarche « matériaux numériques », développée au CEA Le Ripaut, consiste à optimiser numériquement une structure, à l'aide de codes de calcul permettant de réaliser des expériences numériques, afin de répondre le plus précisément possible à un cahier des charges. La mise en oeuvre de ces structures optimisées, aux formes pouvant être complexes, n'est parfois pas réalisable avec les procédés de fabrication actuels. Cependant, la progression rapide de l'impression 3D semble maintenant pouvoir concrétiser cette démarche. Le but de cette thèse est d'étudier cette faisabilité de fabrication, à travers une application concrète : l'optimisation des récepteurs volumétriques des Centrales Solaires Thermodynamiques (CST).

Actuellement, la conception de ces récepteurs en Carbure de Silicium (SiC) est restreinte par les techniques existantes de fabrication, et leurs morphologies se limitent donc principalement à des mousses ou des canaux parallèles. Or, ce type de structure ne permet pas d'exploiter tout le caractère 3D proposé par les récepteurs, en raison notamment d'une absorption trop hétérogène du rayonnement solaire dans le volume. Dans ce travail de thèse, afin de rechercher la répartition de l'absorption la plus homogène possible dans l'ensemble du volume, de nombreuses structures aux formes variées sont générées virtuellement. Une simulation de l'éclairement solaire reçu est réalisée sur l'ensemble de ces structures, grâce à un code de calcul développé spécialement pour cette application, permettant ainsi d'en retenir trois répondants au mieux aux critères du cahier des charges. Ces structures potentiellement optimisées ont ensuite été fabriquées en SiC par impression 3D, par un procédé de projection de liant sur lit de poudre. Elles ont été ensuite testées sur un banc d'essai expérimental du laboratoire PROMES, reproduisant les conditions d'une CST. Les résultats ont montré que ces structures, aux formes totalement différentes de mousses ou de canaux parallèles, sont capables de produire au maximum de l'air à 860°C en sortie de récepteur, et avec des rendements énergétiques proches de 0,65. Enfin, un code de calcul thermique couplé conducto-radiatif, amélioré durant ce travail, a permis d'analyser ces résultats expérimentaux et servira pour les futurs travaux d'optimisation de la géométrie d'un récepteur.

**Mots-clés** : Récepteurs volumétriques, lancer de rayons, transferts thermiques, couplage conducto-radiatif, impression 3D, SiC.



# Abstract

---

The "numerical materials" approach, developed at CEA Le Ripaut, consists to numerically optimize a structure, by using calculation codes that allow to realize numerical experiments, in order to answer, as precisely as possible, to a set of specifications. The manufacturing of these optimized structures, whose shapes can be complex, is sometimes not feasible with current manufacturing processes. However, the rapid progress of 3D printing now seems to be able to concretize this approach. The aim of this thesis is to study this manufacturing feasibility, through a concrete application: the optimization of the volumetric receivers of Concentrated Solar Power Plants (CSP).

Currently, the design of these silicon carbide (SiC) receptors is restricted by the existing manufacturing techniques, and their morphologies are therefore mainly limited to foams or parallel channels. However, this type of structure does not allow to exploit all the 3D character proposed by the receivers, due in particular to a heterogeneous absorption of solar radiation in the volume. In this work, in order to find the distribution of the most homogeneous absorption possible in the whole volume, many structures with various shapes are generated virtually. A simulation of the solar irradiance received is carried out on all these structures, thanks to a calculation code developed especially for this application, thus allowing to choose three of them, respondents at best to the criteria of the specifications. These potentially optimized structures were then manufactured in SiC by 3D printing, by a binder jetting process. They were then tested on an experimental test bench of the PROMES laboratory, reproducing the conditions of a CSP. Results showed that these structures, where their shapes are totally different from foams or parallel channels, are able to produce a maximum air temperature of 860°C at the output of the receiver, and with efficiencies close to 0.65. Finally, a conducto-radiative coupled thermal computational code, improved during this work, made it possible to analyze these experimental results and will be used for the future work of optimization of the geometry of a receiver.

**Key words:** volumetric receivers, ray tracing, heat transfer, conducto-radiative coupling, 3D printing, SiC.



# Table des matières

---

|   |            |
|---|------------|
| <b>Remerciements</b> .....  | <b>iii</b> |
| <b>Table des matières</b> .....   | <b>ix</b>  |
| <b>Introduction générale</b> .....  | <b>1</b>   |
| <b>Chapitre 1 Étude bibliographique</b> .....                                   | <b>5</b>   |
| <b>Introduction</b> .....   | <b>7</b>   |
| <b>1.1 Les centrales solaires thermodynamiques</b> .....                        | <b>7</b>   |
| 1.1.1 Contexte .....  | 7          |
| 1.1.1.1 Énergie solaire .....   | 7          |
| 1.1.1.2 Histoire et géographie .....  | 8          |
| 1.1.2 Les différents types de CST .....   | 9          |
| 1.1.3 Les différents types de récepteurs .....                                  | 10         |
| 1.1.4 Les récepteurs volumétriques .....  | 12         |
| 1.1.4.1 Classement et études expérimentales .....                               | 12         |
| 1.1.4.2 Résultats expérimentaux – Recommandations pour la conception .....      | 14         |
| 1.1.5 Conclusion .....  | 18         |
| <b>1.2 Optimisation numérique</b> .....   | <b>20</b>  |
| 1.2.1 Études numériques des récepteurs volumétriques .....                      | 20         |
| 1.2.2 Le lancer de rayons .....   | 22         |
| 1.2.2.1 Les différents types de réflexion .....                                 | 23         |
| 1.2.2.2 Mesure des propriétés optiques .....                                    | 24         |
| 1.2.3 Le calcul du champ de température .....                                   | 26         |
| 1.2.3.1 L'Équation du Transfert Radiatif .....                                  | 26         |
| 1.2.3.2 Mesure des propriétés conductives et radiatives .....                   | 29         |
| 1.2.3.3 Étude du transfert conducto-radiatif dans des structures poreuses ..... | 32         |
| 1.2.4 Conclusion .....  | 33         |
| <b>1.3 Élaboration par fabrication additive</b> .....                           | <b>33</b>  |
| 1.3.1 Les céramiques alvéolaires conventionnelles .....                         | 34         |
| 1.3.2 La fabrication additive .....   | 34         |
| 1.3.2.1 Principe .....  | 34         |
| 1.3.2.2 La photopolymérisation associée aux céramiques prépolymères .....       | 36         |
| 1.3.2.3 La projection de liant .....  | 37         |
| 1.3.3 Le précurseur de SiC .....  | 38         |
| 1.3.4 Conclusion .....  | 42         |
| <b>Conclusion</b> .....   | <b>42</b>  |
| <b>Chapitre 2 Optimisation numérique de récepteurs volumétriques</b> .....      | <b>45</b>  |
| <b>Introduction</b> .....   | <b>47</b>  |
| <b>2.1 Démarche numérique</b> .....   | <b>48</b>  |
| 2.1.1 Boucle d'optimisation .....   | 48         |

|  |   |            |
|--|---|------------|
| 2.1.2  | Choix de la discrétisation spatiale .....                         | 49         |
| <b>2.2</b>   | <b>Génération de structures virtuelles.....</b>                   | <b>49</b>  |
| 2.2.1  | Matériaux à architecture aléatoire .....                          | 50         |
| 2.2.1.1  | Les milieux fibreux.....  | 51         |
| 2.2.1.2  | Les mousses à porosité ouverte .....                              | 51         |
| 2.2.2  | Matériaux à architecture organisée .....                          | 52         |
| 2.2.2.1  | Structures treillis .....   | 53         |
| 2.2.2.2  | Structures cristallines inversées .....                           | 55         |
| 2.2.2.3  | Structures TPMS.....  | 57         |
| 2.2.2.4  | Structures coniques.....  | 60         |
| 2.2.3  | Conclusion .....  | 60         |
| <b>2.3</b>   | <b>Lancer de rayons .....</b>                                     | <b>61</b>  |
| 2.3.1  | Hypothèses.....   | 61         |
| 2.3.2  | Description du code .....   | 61         |
| 2.3.3  | Validation numérique.....   | 65         |
| 2.3.3.1  | Cas de l'absorption d'un rayon par des sphères .....              | 66         |
| 2.3.3.2  | Cas de l'absorption dans des mousses .....                        | 71         |
| 2.3.4  | Domaine de validité .....   | 74         |
| <b>2.4</b>   | <b>Absorption numérique .....</b>                                 | <b>77</b>  |
| 2.4.1  | Hypothèses de simulation .....                                    | 77         |
| 2.4.2  | Résultats du lancer de rayons sur des structures virtuelles ..... | 79         |
| 2.4.2.1  | Indice de performance .....                                       | 79         |
| 2.4.2.2  | Porosité et surface volumique .....                               | 81         |
| 2.4.2.3  | Préconisations pour les structures à générer.....                 | 84         |
| 2.4.2.4  | Optimisation de structures numériques .....                       | 85         |
| <b>2.5</b>   | <b>Calculs thermiques couplés conducto-radiatifs.....</b>         | <b>99</b>  |
| 2.5.1  | Résolution numérique du champ de température .....                | 100        |
| 2.5.1.1  | Démarche analytique de résolution .....                           | 100        |
| 2.5.1.2  | L'équation du transfert radiatif .....                            | 101        |
| 2.5.1.3  | Le bilan de flux .....  | 104        |
| 2.5.1.4  | Conditions aux limites .....                                      | 104        |
| 2.5.1.5  | Implémentation et résolution numérique .....                      | 104        |
| 2.5.2  | Détermination des propriétés thermophysiques et radiatives .....  | 106        |
| 2.5.3  | Comparaisons avec d'autres travaux .....                          | 106        |
| 2.5.4  | Approximation des échanges convectifs .....                       | 110        |
| <b>Conclusion .....</b>  |   | <b>112</b> |
| <b>Chapitre 3 Elaboration par fabrication additive de pièces en SiC .....</b>  |   | <b>115</b> |
| <b>Introduction.....</b>   |   | <b>117</b> |
| <b>3.1 Description des moyens expérimentaux.....</b>                           |   | <b>118</b> |
| 3.1.1  | Imprimante 3D .....   | 118        |
| 3.1.2  | Banc de méthode flash.....  | 120        |
| 3.1.3  | Banc d'essai de photothermie.....                                 | 122        |
| <b>3.2 Procédé utilisé : de la mise en forme à la pièce finale dense .....</b> |   | <b>125</b> |
| 3.2.1  | Obtention de la pièce en cru .....                                | 126        |
| 3.2.2  | De la pièce en cru à la pièce finale dense.....                   | 127        |

|            |   |            |
|------------|---|------------|
| <b>3.3</b> | <b>Caractérisations des composés utilisés .....</b>                       | <b>128</b> |
| 3.3.1      | Poudres.....  | 128        |
| 3.3.1.1    | Granulométrie .....   | 128        |
| 3.3.1.2    | Caractérisations morphologiques.....                                      | 130        |
| 3.3.1.3    | ATG/ATD .....   | 130        |
| 3.3.2      | Précurseur de SiC.....  | 132        |
| <b>3.4</b> | <b>Caractérisations du matériau final.....</b>                            | <b>135</b> |
| 3.4.1      | Caractérisations microstructurales.....                                   | 135        |
| 3.4.2      | Propriétés optiques .....   | 136        |
| 3.4.2.1    | Bancs de caractérisations .....   | 137        |
| 3.4.2.2    | Absorptivité et émissivité à température ambiante.....                    | 139        |
| 3.4.2.3    | Variation de l'absorptivité et de l'émissivité avec l'oxydation .....     | 141        |
| 3.4.3      | Propriétés thermiques.....  | 142        |
| 3.4.3.1    | Diffusivité à température ambiante .....                                  | 143        |
| 3.4.3.2    | Diffusivité à haute température .....                                     | 147        |
| 3.4.4      | Propriétés mécaniques .....   | 150        |
| <b>3.5</b> | <b>Élaboration d'architectures .....</b>                                  | <b>152</b> |
| 3.5.1      | Structures treillis.....  | 152        |
| 3.5.2      | Structures retenues .....   | 153        |
| 3.5.2.1    | Cônes .....   | 154        |
| 3.5.2.2    | Gyroïde .....   | 154        |
| 3.5.2.3    | Mousse organisée.....   | 155        |
|            | <b>Conclusion.....</b>  | <b>155</b> |
|            | <b>Chapitre 4 Essais expérimentaux sur des structures imprimées .....</b> | <b>159</b> |
|            | <b>Introduction .....</b>   | <b>161</b> |
| <b>4.1</b> | <b>Simulateur solaire.....</b>  | <b>161</b> |
| 4.1.1      | Dispositif expérimental.....  | 162        |
| 4.1.2      | Caractérisation du flux lumineux.....                                     | 163        |
| 4.1.3      | Validation expérimentale du code de lancer de rayons .....                | 165        |
| <b>4.2</b> | <b>Performances des structures retenues.....</b>                          | <b>169</b> |
| 4.2.1      | Dispositif expérimental.....  | 170        |
| 4.2.1.1    | Banc d'essai OPTISOL.....   | 170        |
| 4.2.1.2    | Homogénéisation du flux solaire incident - Fluxmétrie.....                | 171        |
| 4.2.1.3    | Détermination de la valeur du flux solaire incident – Calorimétrie .....  | 172        |
| 4.2.2      | Essais sur le banc OPTISOL.....   | 173        |
| 4.2.2.1    | Résultats .....   | 173        |
| 4.2.2.2    | Analyse .....   | 175        |
| 4.2.3      | Comparaison avec d'autres travaux .....                                   | 176        |
| 4.2.4      | Champ de température numérique.....                                       | 178        |
|            | <b>Conclusion.....</b>  | <b>183</b> |
|            | <b>Conclusion générale.....</b>   | <b>185</b> |
|            | <b>Bibliographie .....</b>  | <b>189</b> |



# Introduction générale

---

Cette thèse s'inscrit dans la poursuite du développement d'une démarche « matériaux numériques » instaurée au CEA Le Ripault depuis une quinzaine d'années, qui s'appuie sur l'utilisation et le développement d'outils numériques et expérimentaux complémentaires. Le principe est de partir d'une structure numérique (issue de la numérisation d'une tomographie X ou d'une génération virtuelle) et, grâce à la connaissance des propriétés physiques des matériaux la constituant, prédire par calcul son comportement sous différentes contraintes, par exemple thermiques ou mécaniques. Au-delà de la recherche de propriétés, ces simulations permettent aussi de concevoir un milieu, sur la base d'un premier matériau issu d'un procédé d'élaboration donné, dont les performances physiques (thermiques, mécaniques, électriques...) peuvent être accrues en changeant la nature des constituants de base, l'architecture initiale... Reste à être capable d'élaborer ces nouveaux matériaux/architectures. C'est dans ce contexte que les dernières avancées de la fabrication additive ou impression 3D commencent à apporter une solution. D'une part, elle permet la réalisation d'échantillons de ces nouveaux milieux/architectures, dont leur caractérisation, pour valider les nouveaux concepts numériques, devient possible. D'autre part, elle autorise la réalisation in fine de ces nouveaux matériaux dans une mise en forme adaptée à leur utilisation finale.

Suite à l'acquisition récente de moyens d'impression au CEA Le Ripault, l'association de la fabrication additive à cette démarche « matériaux numériques » est évaluée afin de répondre à la question suivante :

*« Est-il possible de réaliser, en employant la fabrication additive, des structures sur mesure, optimisées, que l'on peut concevoir avec des outils de simulation ? »*

L'enjeu de cette thèse est d'apporter des éléments de réponse à cette question.

Pour évaluer cette faisabilité, nous avons choisi de travailler sur une application concrète : l'optimisation de la géométrie d'un récepteur volumétrique d'une centrale solaire thermodynamique à tour.

Le récepteur est l'élément fondamental de cette centrale : c'est une structure poreuse 3D, dont le rôle est d'absorber le rayonnement solaire concentré, de le convertir en chaleur et de la transmettre le plus efficacement possible au fluide caloporteur qui le traverse (huile, sels fondus, air...). Pour augmenter le rendement de production électrique, les développements en cours cherchent à utiliser des cycles thermodynamiques à haute efficacité nécessitant de travailler à des températures élevées (1000 K – 1500 K). Le matériau constitutif du récepteur doit donc résister à haute température (réfractarité), aux contraintes thermomécaniques, à l'oxydation, au vieillissement... Les matériaux céramiques peuvent répondre à ces besoins et seront donc privilégiés.

Afin de maximiser le rendement énergétique du récepteur, sa géométrie doit être optimisée par rapport aux formes actuellement usitées (mousses ou canaux parallèles),

difficilement modifiables pour augmenter leurs performances, du fait du procédé d'élaboration utilisé.

Cette thèse a ainsi comme objectif d'appliquer la démarche « matériaux numériques », à la conception d'une nouvelle génération de récepteur céramique, ce qui implique de lui associer le développement d'une technique d'impression 3D pour élaborer le récepteur.

Pour parvenir à cet objectif, deux études seront menées.

La première consiste à créer des structures virtuelles par l'utilisation d'outils numériques disponibles dans le laboratoire ou développés durant cette thèse. Celles-ci sont ensuite soumises à une simulation de lancer de rayons afin de modéliser la répartition énergétique induite par une irradiation solaire en face avant (comme les conditions réelles d'une centrale solaire). Les résultats nous renseignent alors sur leur capacité à gérer un flux solaire incident, ou autrement dit à déterminer quelles sont les parts du rayonnement réfléchi et transmis, et comment est absorbé le flux en leur sein. A partir de ces informations, les structures ayant les meilleures caractéristiques (peu de pertes énergétiques par réflexion et par transmission, absorption la plus uniforme possible suivant la profondeur) sont sélectionnées comme étant potentiellement candidates pour cette application. En effet, comme nous le verrons dans l'étude bibliographique, la répartition énergétique suite à l'irradiation solaire joue un rôle majeur dans les performances d'un récepteur.

La seconde consiste à évaluer la faisabilité de fabrication par impression 3D de ces nouvelles structures de géométrie complexe. La fabrication additive, encore peu développée pour les céramiques, doit être capable de produire un matériau dont les caractéristiques sont compatibles avec les conditions rencontrées au sein d'un récepteur d'une centrale solaire thermodynamique. Un procédé a été développé au laboratoire en amont de cette thèse pour imprimer des objets en carbure de silicium (SiC), matériau avec lequel nous souhaitons fabriquer nos récepteurs optimisés, comme nous le montrerons dans l'étude bibliographique. Le matériau nouvellement créé n'a ni été caractérisé, ni été expérimenté en conditions réelles. La deuxième étude porte donc sur ces deux aspects.

Ce document est divisé en quatre chapitres.

Le premier est un état de l'art visant à démontrer que les récepteurs que nous étudions et qui pourraient composer les centrales solaires à tour sont potentiellement les plus performants pour récupérer et transformer l'énergie solaire. Les résultats issus des études effectuées sur leurs formes actuelles (mousses ou canaux parallèles) et ainsi que des axes d'améliorations, seront donnés afin d'expliquer les directions que nous avons prises pour créer de nouvelles morphologies. Les choix des codes de calculs que nous avons utilisés ou développés, en termes de discrétisation et de modélisation, sont également précisés. De plus, après avoir argumenté notre choix du procédé additif retenu pour cette étude, nous justifierons les post-traitements utilisés pour obtenir la céramique désirée.

Le second chapitre décrit l'étude numérique que nous avons menée. Quelques exemples de structures architecturées étudiées seront donnés ainsi que la description du code de lancer de rayons écrit spécialement pour ce travail. L'utilisation de ce code a permis de retenir des

premières structures optimisées en termes d'absorption du flux solaire. Par ailleurs, une amélioration d'un code de calcul conducto-radiatif (THERMIVOX), développé en 2012 au laboratoire, sera aussi présentée. Ce code a permis d'analyser les résultats des tests réalisés sur ces structures, présentés au chapitre 4.

Le troisième chapitre décrit en détail le procédé additif employé durant cette thèse. Des caractérisations sur les composants de base seront tout d'abord présentées. A une échelle plus macroscopique, des caractérisations microstructurales, optiques, thermiques, et mécaniques sur le matériau final seront ensuite exposées. Elles nous ont notamment permis d'obtenir des valeurs pour « alimenter » les codes de calculs. Cette partie sera finalement conclue par la fabrication des structures retenues suite à l'étude numérique du chapitre 2.

. Nous allons donc présenter dans cette partie les caractéristiques utiles des poudres et du précurseur, les caractéristiques du renforcement étant étudiées au LCTS.

Le dernier chapitre présentera les deux types d'essais expérimentaux réalisés sur des structures imprimées avec le procédé additif. Le premier permet de valider expérimentalement le code de lancer de rayons développé, en éclairant une structure aux longueurs d'ondes du spectre solaire grâce à un simulateur solaire, et en comparant les résultats avec ceux issus de la démarche numérique. Le second type d'essai porte sur des tests représentatifs d'un éclairage réel obtenu en laboratoire sur les structures retenues numériquement et imprimées. Le banc d'essai utilisé permet de recréer, à une plus petite échelle, les conditions réelles des centrales solaires thermodynamiques. En plus de juger les performances de nos nouvelles structures en tant que récepteur solaire, les résultats de ces tests nous permettront de donner des éléments de réponse à la question scientifique posée en début de thèse, à savoir s'il a été possible de créer des structures « sur mesure », de les fabriquer et d'en obtenir des performances répondant à un cahier des charges.



# Chapitre 1

## Étude bibliographique

---

## Sommaire du chapitre

|   |           |
|---|-----------|
| <b>Introduction.....</b>  | <b>7</b>  |
| <b>1.1 Les centrales solaires thermodynamiques .....</b>                        | <b>7</b>  |
| 1.1.1 Contexte .....  | 7         |
| 1.1.1.1 Énergie solaire.....  | 7         |
| 1.1.1.2 Histoire et géographie.....   | 8         |
| 1.1.2 Les différents types de CST .....   | 9         |
| 1.1.3 Les différents types de récepteurs .....                                  | 10        |
| 1.1.4 Les récepteurs volumétriques .....  | 12        |
| 1.1.4.1 Classement et études expérimentales .....                               | 12        |
| 1.1.4.2 Résultats expérimentaux – Recommandations pour la conception .....      | 14        |
| 1.1.5 Conclusion .....  | 18        |
| <b>1.2 Optimisation numérique .....</b>   | <b>20</b> |
| 1.2.1 Études numériques des récepteurs volumétriques .....                      | 20        |
| 1.2.2 Le lancer de rayons.....  | 22        |
| 1.2.2.1 Les différents types de réflexion .....                                 | 23        |
| 1.2.2.2 Mesure des propriétés optiques .....                                    | 24        |
| 1.2.3 Le calcul du champ de température.....                                    | 26        |
| 1.2.3.1 L'Équation du Transfert Radiatif.....                                   | 26        |
| 1.2.3.2 Mesure des propriétés conductives et radiatives .....                   | 29        |
| 1.2.3.3 Étude du transfert conducto-radiatif dans des structures poreuses ..... | 32        |
| 1.2.4 Conclusion .....  | 33        |
| <b>1.3 Élaboration par fabrication additive.....</b>                            | <b>33</b> |
| 1.3.1 Les céramiques alvéolaires conventionnelles .....                         | 34        |
| 1.3.2 La fabrication additive .....   | 34        |
| 1.3.2.1 Principe.....   | 34        |
| 1.3.2.2 La photopolymérisation associée aux céramiques prépolymères .....       | 36        |
| 1.3.2.3 La projection de liant.....   | 37        |
| 1.3.3 Le précurseur de SiC.....   | 38        |
| 1.3.4 Conclusion .....  | 42        |
| <b>Conclusion .....</b>   | <b>42</b> |

## Introduction

Ce premier chapitre, en trois parties, décrit la contextualisation de ce travail de thèse dans son application sur les centrales solaires thermodynamiques, que ce soit du point de vue technologique ou scientifique.

Les récents accords internationaux liés à l'environnement, tels que ceux de Kyoto ou de Paris, témoignent d'une réelle volonté de s'orienter vers une transition écologique. Pour ce faire, il faut notamment s'éloigner de l'exploitation des énergies primaires dites « stocks » (pétrole, charbon, gaz naturel *etc.*) pour arriver à produire de l'énergie « verte », c'est-à-dire une énergie issue de ressources renouvelables (vent, marées, biomasse, géothermie, solaire *etc.*). Du fait de son abondance et de son caractère inépuisable, celle du soleil peut potentiellement répondre à cette demande.

Le premier sous-chapitre de cette étude bibliographique porte sur la description des différentes familles de Centrales Solaires Thermodynamiques (CST, ou CSP en Anglais) existantes. Quelques résultats généraux obtenus expérimentalement sont donnés afin de montrer que les CST à tour sont les plus performantes et les plus prometteuses. Les récepteurs solaires équipés dans ce type de centrale peuvent être de plusieurs natures et, sur la base d'une recherche bibliographique, nous montrons et rappelons l'intérêt d'étudier ceux de type volumétrique, à base de céramique.

Le deuxième sous-chapitre permet d'introduire les outils et méthodes numériques dont nous nous sommes inspirés pour concevoir virtuellement ces récepteurs et optimiser leur rendement.

Enfin, le troisième sous-chapitre porte sur la description des différentes techniques de fabrication additive en insistant sur les récentes avancées concernant la réalisation d'objets en carbure de silicium (SiC).

La conclusion de ce chapitre synthétise les axes de recherche et de développement les plus prometteurs que nous avons retenus de cette étude bibliographique.

## 1.1 Les centrales solaires thermodynamiques

### 1.1.1 Contexte

#### 1.1.1.1 Énergie solaire

En 2016, la production d'électricité par l'énergie solaire représentait seulement 1,45 % (5,91 % des 24,46 % de l'énergie renouvelable) de l'énergie électrique totale produite dans le monde (**Figure 1.1**). Cependant, il est prévu qu'en 2040, ce pourcentage atteigne environ 11,46 % [Engie 2017]. Ce nombre reste tout de même assez faible car l'énergie solaire reçue sur Terre permettrait de couvrir environ 10 000 fois les apports énergétiques dont les Hommes ont

besoin [Mey 2016]. La production d'énergie via le solaire est donc une voie d'avenir et qui peut encore être améliorée.

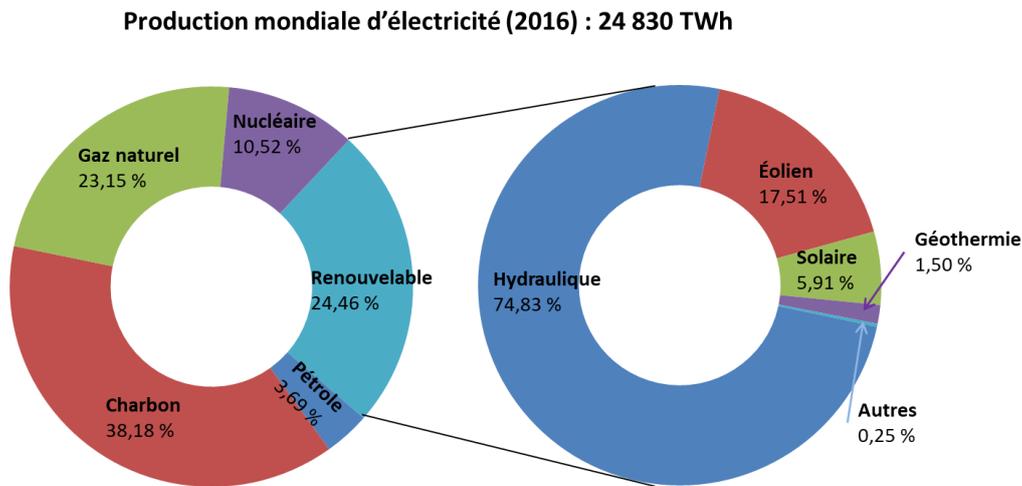


Figure 1.1 : Schéma représentant la répartition (en %) des énergies permettant la production d'électricité dans le monde, avec détail sur les énergies renouvelables et plus particulièrement sur celle du solaire [Engie 2017].

En termes d'émission de gaz à effets de serre, cette technologie reste une des voies les moins polluantes : elle admet un taux d'émission inférieur à  $20 \text{ kgCO}_2/\text{MWh}_e$  contre  $600 \text{ kgCO}_2/\text{MWh}_e$  pour la technologie utilisant le charbon, par exemple [Sabodannièrre 2006]. Concernant les aspects commerciaux, le coût de la production d'électricité via l'énergie solaire est du même ordre de grandeur que celui du nucléaire ou du charbon (**Tableau 1.1**).

| Énergie primaire | Taux d'émission ( $\text{kgCO}_2/\text{MWh}_e$ ) | Coût de production ( $\$/\text{MWh}_e$ ) |
|------------------|--|--|
| Solaire          | 20   | Entre 118 et 130                         |
| Nucléaire        | Non renseigné                                    | Entre 92 et 132                          |
| Charbon          | 600  | Entre 67 et 150                          |

Tableau 1.1 : Comparaison de la production d'électricité par le solaire, le nucléaire et le charbon, en termes d'émission de CO<sub>2</sub> et de coût de production [Mey 2016].

La voie de production d'électricité par le solaire s'inscrit donc comme étant celle émettant le moins de CO<sub>2</sub>, tout en ayant des coûts de production voisins de ceux du nucléaire ou du charbon et avec un potentiel énorme pour couvrir les besoins énergétiques à venir. Toutefois, l'ensoleillement sur Terre est très inégal et les besoins énergétiques sont variables suivant les saisons et la localisation. Il est donc nécessaire de stocker et de transporter l'énergie électrique produite, problèmes qui ne sont actuellement pas encore résolus.

### 1.1.1.2 Histoire et géographie

Les premières études sur les centrales solaires thermodynamiques se sont développées aux Etats-Unis à partir des années 1980, puis en Europe à partir de 1983 [Avila-Marín 2011; Behar 2013]. Seulement une dizaine de centrales a été construite afin de démontrer le potentiel et la faisabilité de cette technologie. En 2013, un total de plus de 2,5 GW électrique pouvait être produit par les CST existantes ou en cours de construction dans le monde. Les principales régions terrestres concernées par cette production sont les Etats-Unis, la Chine et l'Europe. Cependant,

nous pouvons observer depuis quelques années, une forte croissance du développement de CST dans des pays tels que l'Inde, le Maroc, l'Australie ou l'Afrique du Sud [Alexopoulos 2017].

### 1.1.2 Les différents types de CST

Il existe quatre grandes familles de CST (**Figure 1.2**). Pour chacune d'elle, le principe est identique. Un système optique permet de réfléchir et de concentrer les rayons solaires sur un récepteur, qui est traversé par un fluide caloporteur. Ce dernier récupère l'énergie sous forme thermique. Un système thermodynamique couplé avec une turbine électrique permet de transformer l'énergie calorifique de ce fluide en énergie électrique. Les quatre familles existantes sont :

- Les CST cylindro-paraboliques
- Les miroirs de Fresnel
- Les CST paraboliques
- Les CST à tour

| Technologie de la CST                          | Cylindro-parabolique | Fresnel  | Parabolique | Tour                       |
|--|----------------------|----------|-------------|----------------------------|
| Type de concentration                          | linéaire             | linéaire | ponctuelle  | ponctuelle                 |
| Mobilité du récepteur                          | mobile               | fixe     | mobile      | fixe                       |
| Cycle thermodynamique*                         | RC, CC               | RC       | RC, SC      | RC, BC, CC                 |
| Facteur de concentration**                     | 70-80                | >60      | >1300       | >1000                      |
| Température de l'air en sortie du récepteur    | entre 400 et 550°C   |          | 700°C       | <u>entre 600 et 1000°C</u> |
| Capacité typique (MW)***                       | 10-300               | 10-200   | 0,01-0,025  | <u>10-200</u>              |
| Rendement actuel (%)                           | 15-16                | 8-10     | 20-25       | 16-17                      |
| Rendement prévisionnel après améliorations (%) | 18                   | 12       | 30          | <u>25-28</u>               |

\* RC : Cycle de Rankine, BC : Cycle de Brayton, CC : Cycle Combiné et SC : Cycle de Stirling

\*\* Facteur de concentration : ratio entre flux solaire reçu (après concentration des rayons) et le flux solaire non concentré

\*\*\* Capacité typique : énergie solaire pouvant être captée par le récepteur composant la CST

Tableau 1.2 : Résumé des caractéristiques des quatre types de centrales solaires thermodynamiques [Behar 2013].

Selon les informations résumées dans le **Tableau 1.2**, les CST à tour semblent être les technologies les plus prometteuses pour la production d'électricité. La comparaison avec les CST cylindro-parabolique et de Fresnel montre qu'à capacités typiques équivalentes, les CST à tour ont un facteur de concentration 10 fois plus important, une température d'air en sortie supérieure (impliquant un rendement électrique plus élevé du cycle thermodynamique) et un meilleur rendement potentiel. Les caractéristiques des CST paraboliques et à tour sont équivalentes, sauf pour la capacité typique qui est très inférieure pour les paraboliques (0,01-0,02 MW contre 10-200 MW). Le flux solaire capté par cette les CST paraboliques est donc largement moins important, impliquant une plus basse production d'électricité.

Ces comparaisons montrent donc que la puissance électrique générée est plus importante pour les CST à tour que pour les trois autres technologies.

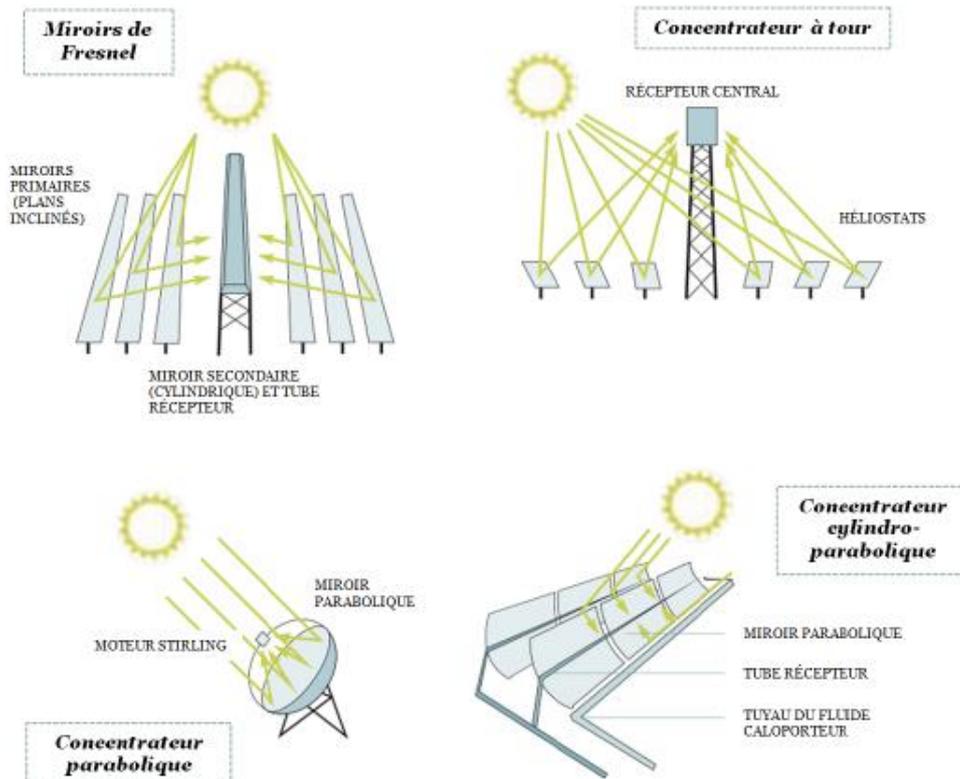


Figure 1.2 : Schéma représentant les 4 familles de centrale solaire thermodynamique [Teske 2016].

### 1.1.3 Les différents types de récepteurs

Dans les centrales à tour, le réseau de miroirs se nomme le champ d'héliostat. Ce champ concentre les rayons solaires, à l'aide de réflexions orientées, sur le récepteur (**Figure 1.3**). Ce dernier est l'élément principal de ce type de technologie. C'est un absorbeur solaire (solide) traversé par un fluide caloporteur, qui peut être de plusieurs natures : air, eau, huile, sel fondu... Des détails sur les avantages et les inconvénients de quelques fluides caloporteurs sont donnés dans le **Tableau 1.3**. Actuellement, on distingue 3 types de récepteurs : les surfaciques, ceux sous forme de particules solides et les volumétriques.

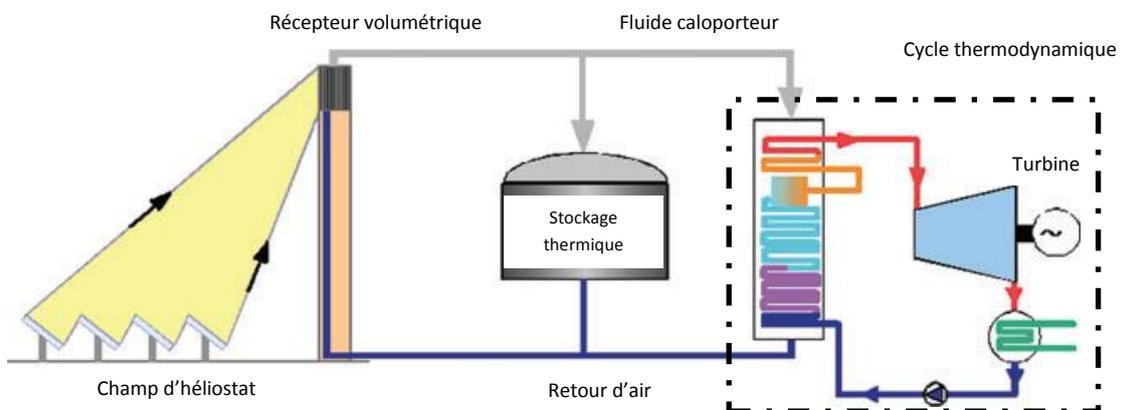


Figure 1.3 : Schéma d'une centrale solaire thermodynamique équipée d'un récepteur volumétrique [Fend 2004b]. Un stockage thermique, ainsi qu'un retour d'air dans le récepteur, sont également schématisés.

| HTF  | Pro   | Contra  |
|--|---|---|
| Sodium                                     | Good heat transfer  | High price<br>Safety requirements                         |
| Water/steam                                | Direct use of heat in steam turbine<br>Saving of heat exchanger and extra cycle | Difficult storage<br>Complex control and start-up process |
| Molten salt                                | Good storage<br>Good heat transfer  | Fault liability (freeze)                                  |
| Air  | Low price<br>No temperature limitation<br>Easy and secure handling              | Poor heat transfer<br>Poor storage properties             |
| Chemically reacting working fluids (CRWFs) | Higher energy density<br>Lower heat loss  | Not enough experience<br>Not commercial available         |
| Particles                                  | Easy storage  | Higher technology requirements                            |
| Carbon dioxide CO <sub>2</sub>             | High efficiency<br>No water necessary   | Not enough experience<br>Not commercial available         |

**Tableau 1.3 : Avantages et inconvénients du fluide caloporteur (HTF) utilisé dans les CST [Behar 2013].**

Concernant les récepteurs surfaciques, on distingue les tubulaires et ceux en cavités. Dans les deux cas, la technologie est la même : les rayons solaires viennent chauffer les parois externes. Le fluide, situé à l'intérieur, vient récupérer l'énergie par convection. L'inconvénient majeur de ce type de récepteur est la perte thermique. Les parois externes étant plus chaudes que celles internes (**Figure 1.4**, à gauche), les pertes par rayonnement infrarouge sont très importantes puisqu'elles sont dirigées vers l'extérieur du récepteur.

Les récepteurs utilisant des particules sont des technologies en cours de développement. Les particules solides sont en mouvement dans un circuit et font office à la fois d'absorbeur solaire mais également de fluide caloporteur [Zanganeh 2012]. L'inconvénient de ce type de récepteur est l'adaptation d'un système thermodynamique spécifique, ce qui implique donc que la CST soit compatible avec cette technologie.

Enfin, les récepteurs volumétriques, qui sont actuellement les plus étudiés, sont des structures macroporeuses (actuellement de types mousses ou canaux parallèles). C'est sur ce type de récepteurs que notre développement s'est orienté car ils sont susceptibles d'être les plus performants en raison de « l'effet volumique » [Romero-Alvarez 2007]. Ce phénomène s'explique par une température du matériau en sortie, d'une part supérieure à la température d'entrée (**Figure 1.4**, à droite, courbe rouge) et, d'autre part, égale à la température de l'air en sortie (**Figure 1.4**, à droite, courbe noire). Cependant, cet effet est très difficile à obtenir car il n'a seulement été retrouvé que dans deux essais expérimentaux [Menigault 1991 ; Pitz-Paal 1991] ou bien dans des simulations numériques [Du 2017b ; Wu 2011 ; Kribus 2014].

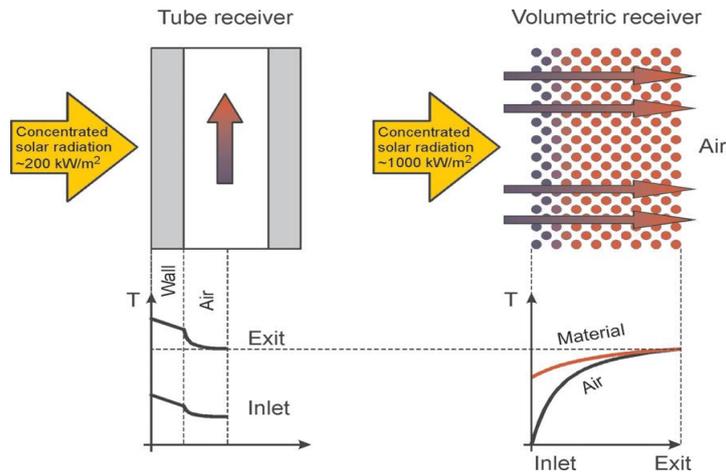


Figure 1.4 : Profils de température dans un récepteur tubulaire (à gauche). L'effet volumique est représenté à droite via le profil de température dans le récepteur volumétrique [Fend 2010].

## 1.1.4 Les récepteurs volumétriques

### 1.1.4.1 Classement et études expérimentales

Les récepteurs volumétriques ont été répertoriés pour la première fois par Hoffschmidt et al. [Hoffschmidt 2003b]. Ils se sont basés sur les récepteurs ayant déjà été testés expérimentalement et les ont classés en quatre familles suivant le matériau de l'absorbeur et la pressurisation du fluide caloporteur<sup>1</sup> :

- Les récepteurs avec absorbeur en métal et avec fluide sous pression,
- Les récepteurs avec absorbeur en métal et avec fluide à la pression atmosphérique,
- Les récepteurs avec absorbeur en céramique et avec fluide sous pression,
- Les récepteurs avec absorbeur en céramique et avec fluide à la pression atmosphérique.

Quelques années plus tard, Avila-Marin [Avila-Marin 2011] a repris ce classement en résumant les caractéristiques et les performances des récepteurs volumétriques principaux ayant été testés dans différentes CST (**Tableau 1.4**).

<sup>1</sup> Pour rappel, un récepteur volumétrique est composé d'un absorbeur macroporeux (matrice solide) et d'un fluide caloporteur (circulant dans cet absorbeur)

| Type                        | Nom                | Année | Matériau  | Profondeur (mm) | Diamètre (mm) | Flux solaire (kW/m <sup>2</sup> ) | T° air en sortie (°C) | T° max du matériau (°C) | Rendement (%) |
|-----------------------------|--------------------|-------|---|-----------------|---------------|-----------------------------------|-----------------------|-------------------------|---------------|
| Métal<br>Circuit ouvert     | Mk-1               | 1983  | AISI 310  |                 | 62            |                                   |                       |                         | 70-90         |
|                             | Sulzer 1           | 1987  | AISI 310  |                 | 875           | 960                               | 780                   |                         | 68            |
|                             | Sulzer 2           | 1988  | AISI 310  |                 | 875           | 757                               | 689                   |                         | 79            |
|                             | Catrec 1           | 1989  | X <sub>5</sub> CrAl <sub>2</sub> O <sub>5</sub> +Ce | 90              | 940           | 844                               | 570                   | 1070                    | 80            |
|                             | TSA                | 1992  | Inconel 601   | 50              | 280           | 800                               | 700                   |                         | 79            |
|                             | Bechtel 1          | 1993  | Nichrome 80/20                                      | 54              | 67            | 660                               | 820                   |                         | 69            |
|                             | Bechtel 2          | 1993  | Nichrome 80/20                                      |                 | 875           |                                   | 563                   |                         | 66            |
|                             | Catrec 2           | 1993  | X <sub>5</sub> CrAl <sub>2</sub> O <sub>5</sub> +Ce | 90              | 756           |                                   | 460                   | 1069                    | 70            |
|                             | SIREC              | 2001  | Alliage 230   | 190             | 875           |                                   | 710                   |                         | 48            |
| Céramique<br>Circuit ouvert | SANDIA             | 1987  | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>                      | 30              | 875           | 824                               | 550                   | 1350                    | 54            |
|                             | CeramTec           | 1989  | SiSiC   | 100             | 950           | 840                               | 500                   | 1320                    | 59            |
|                             | Conphoebus-Naples  | 1991  | SiSiC   | 150             | 706           | 917                               | 550                   | 1238                    | 60            |
|                             | Selective receiver | 1992  | SiSiC   | 92+80           | 835           | 750                               | 620                   | 1400                    | 62            |
|                             | HiTRec I           | 1995  | Re-SiC  |                 | 640           |                                   | 800                   |                         | 68            |
|                             | HiTRec II          | 1998  | Re-SiC  |                 | 640           | 900                               | 700                   | 1000                    | 72            |
|                             | SOLAIR 200         | 2002  | Re-SiC/SiSiC  |                 | 787           | 620                               | 700                   |                         | 75            |
|                             | SOLAIR 3000        | 2003  | Re-SiC  |                 | 787           | 800                               | 750                   |                         | 75            |
| Céramique<br>Circuit fermé  | PLVCR-5            | 1989  | Zircone   | 18              | 150           | 470                               |                       |                         | 71            |
|                             | PLVCR-500          | 1993  | Zircone   | 25              | 650           | 550                               | 625                   |                         | 57            |
|                             | DIAPR 30-50        | 1992  | Alumina-Silica                                      | 350             | 420           | 5300                              |                       | 1400                    | 71            |
|                             | DIAPR multistage   | 1996  | Alumina-Silica                                      | 350             | 420           | 4000                              | 900                   |                         |               |
|                             | SOLGATE            | 2001  | Inconel 601 et SiC                                  |                 |               | 800                               | 860                   |                         | 70            |
| Métal<br>Circuit fermé      | REFOS              | 1996  | Inconel 601   |                 |               | 600                               | 800                   |                         | 67            |

Tableau 1.4 : Principales caractéristiques des récepteurs volumétriques expérimentés [Avila-Marin 2011]. Les cases vides sont des données non précisées dans la référence.

Le **Tableau 1.4** montre l'évolution des récepteurs volumétriques pour chacune des quatre familles. Les plus anciens, datant des années 1980, sont les récepteurs où l'absorbeur est en métal et le circuit est ouvert. Très rapidement (un peu avant les années 1990), les trois autres familles de récepteurs ont vu le jour comme alternative. Actuellement, il est encore difficile de déterminer la meilleure famille, car chacune d'entre elle comporte des avantages et des inconvénients et leur développement n'est pas encore terminé. La performance d'un récepteur est très dépendante des conditions dans lesquelles il a été testé (en laboratoire ou en essai réel, flux incident homogène ou Gaussien, nature et conditions du fluide caloporteur...). Cependant, il est généralement rapporté que le choix de la famille du matériau va dépendre de la température de fonctionnement de l'absorbeur. En effet, lorsque les conditions entraînent une température inférieure à 800°C, les absorbeurs métalliques seront préférés car ils résistent mieux aux chocs thermiques. Au contraire, lorsque la température de fonctionnement est supérieure, les absorbeurs céramiques seront adoptés en raison de leur caractère réfractaire. Ces derniers seront cependant plus sensibles aux variations brutales de température (**Figure 1.5**). Dans cette étude, nous allons nous intéresser aux absorbeurs céramiques car, utilisés à haute température ils permettent potentiellement de produire plus d'énergie électrique que leurs homologues en métal. De plus, leur mise en œuvre dans un système permettant la circulation sous pression du fluide caloporteur permettrait en théorie d'obtenir un meilleur rendement énergétique de la centrale solaire [Kribus 1998 ; Price 1996]. Toutefois, le rendement actuel de ces récepteurs

céramiques à circuit fermé est équivalent à ceux utilisés en circuit ouvert car ils sont limités par le design très délicat de la fenêtre (laissant passer les rayons solaires et séparant le fluide sous pression de l'air ambiant) [Posnansky 1991 ; Pritzkow 1991]. Finalement, l'avantage des récepteurs ouverts est leur coût moins élevé du fait de leur moindre complexité de mise en œuvre. La famille des absorbeurs céramiques à pression atmosphérique sera donc préférée dans le cadre de cette recherche.

Note : Par la suite, seul le terme récepteur volumétrique sera utilisé au lieu de « récepteur volumétrique à pression ambiante ».

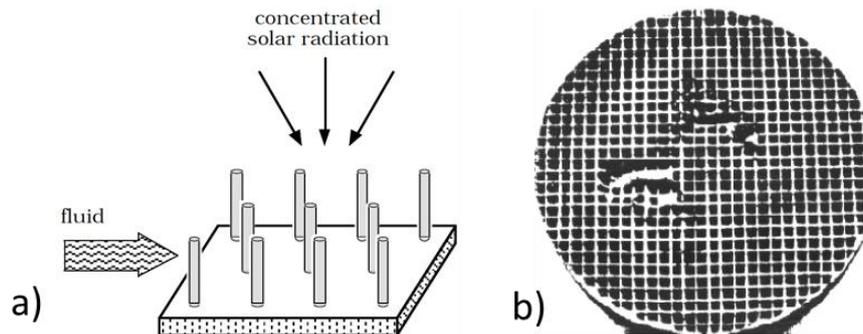


Figure 1.5 : Deux types de récepteurs en silico-alumineux, testés en parallèle sous les mêmes conditions [Karni 1998] : flux solaire incident Gaussien (centré au milieu de l'échantillon) où l'échantillon était dans une cloche permettant de séparer l'air ambiant et le fluide caloporteur (CO<sub>2</sub>). a) Récepteur « Porcupine » prévu pour résister aux chocs thermiques grâce à sa morphologie. Après les essais, aucune défaillance n'a été observée, b) Nid d'abeilles qui a fondu dans certaines zones suite aux gradients de température.

#### 1.1.4.2 Résultats expérimentaux – Recommandations pour la conception

Les résultats expérimentaux, issus d'expériences en laboratoire ou de conditions réelles, ont montré l'existence de plusieurs défaillances récurrentes sur les récepteurs volumétriques. La conception d'un nouveau récepteur doit donc prendre en considération ces résultats afin d'en améliorer les performances. Une liste des faiblesses recensées et des préconisations en découlant est détaillée ci-après.

##### Gradients thermiques et instabilités de flux d'air

Les instabilités de flux d'air sont très souvent remarquées dans l'analyse des résultats : elles sont à l'origine des performances limitées de certains récepteurs [Hoffschmidt 2003b ; Böhmer 1991]. Un flux incident non homogène ou une géométrie mal configurée peut engendrer une répartition énergétique hétérogène dans le récepteur et provoquer des gradients thermiques localisés. Le fluide caloporteur ne récupèrera donc pas la même quantité d'énergie suivant les zones d'échanges, entraînant des instabilités de flux d'air dues à la variation de la viscosité de l'air avec la température. La présence de points chauds va également engendrer de fortes contraintes thermomécaniques dans l'absorbeur et ainsi fragiliser la structure. Ce phénomène a d'ailleurs conduit à la fissuration de certains récepteurs comme le montre la **Figure 1.6**. Des études numériques se sont alors attachées à analyser et à proposer des

améliorations pour éviter ces instabilités de flux d'air [Wu 2013 ; Becker 2006 ; Du 2017b ; Pitz-Paal 1997 ; Colleoni 2014 ; Fend 2010].

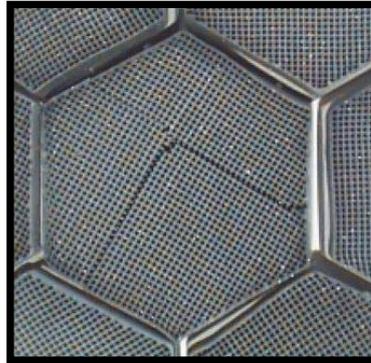


Figure 1.6 : Récepteur du HiTRec II, composé de multiples modules hexagonaux, avec un zoom sur un d'entre eux qui s'est détérioré suite aux gradients thermiques [Hoffschmidt 2003b].

### Matériau

Concernant le matériau à utiliser pour cette application solaire, plusieurs auteurs recommandent le Carbure de Silicium (SiC) pour deux raisons : sa tenue à haute température (environ 1500°C) et ses propriétés optiques (avec notamment une sélectivité remarquable, c'est-à-dire le rapport de l'absorptivité sur l'émissivité, dans la bande spectrale solaire élevée) [Böhmer 1991 ; Avila-Marin 2011]. Pour un récepteur volumétrique à circuit ouvert, le SiC s'oxyde sous air, typiquement à partir de 1200°C. La couche d'oxyde de surface (SiO<sub>2</sub>) va alors modifier les propriétés optiques avec l'inconvénient majeur d'une plus forte émissivité dans l'infrarouge de la silice et donc du SiC oxydé. Toutefois, le fait de rechercher l'effet volumique dans les récepteurs entraîne que les températures les plus élevées se situent au sein de la structure et donc limitent les pertes par infrarouge. Une étude récente menée par Mey [Mey 2016] compare les performances de deux récepteurs sous forme de mousse et fabriqués avec deux céramiques différentes : le SiC et le diborure de zirconium (ZrB<sub>2</sub>), d'absorptivité comprise entre 0,85 et 0,95 pour le premier et égale à 0,65 pour le second. La performance globale donnée par l'efficacité de conversion thermosolaire est identique. Cela s'explique par une absorptivité légèrement plus faible pour le ZrB<sub>2</sub> mais compensée par une réémission plus basse dans l'infrarouge. L'étude de vieillissement sur ce matériau reste à réaliser.

### Gradient de porosité

L'effet d'un gradient de porosité a été fréquemment étudié durant ces dernières années. Il peut être radial, comme le préconise Chavez et Chaza [Chavez 1991] avec une structure en toile d'araignée (**Figure 1.7**) afin de pallier le problème d'hétérogénéité du flux solaire incident, ou en profondeur pour à la fois limiter les pertes radiatives en face avant mais aussi pour mieux répartir l'énergie dans la structure. Ce gradient de porosité est à l'origine des travaux numériques menés par Roldan et al. [Roldan 2014]. L'étude, dont le but était de démontrer la pertinence des gradients géométriques, a été réalisée sur la base d'un absorbeur de type nid d'abeilles (**Figure 1.8**). Cinq calculs équivalents ont été lancés sur cinq structures différentes. Le premier portait sur la géométrie de base, sans aucun gradient. Le second et le troisième étaient basés sur ce nid d'abeilles, mais la taille des canaux variait suivant le rayon (taille croissante pour

un cas et décroissante pour l'autre). Le quatrième et le dernier portaient également sur un gradient de structure, mais cette fois-ci, la taille des canaux variait suivant la profondeur, soit en s'élargissant soit en se rétrécissant. Les résultats montrent que le rendement thermique pour le nid d'abeilles sans gradient de porosité est de 50 % tandis que ceux correspondant au gradient de porosité radial (taille des canaux croissant) et en profondeur (taille des canaux décroissant) sont respectivement de 72 % et 82 %. On note ainsi une amélioration des performances lorsque la structure admet des gradients géométriques et surtout lorsqu'ils sont orientés suivant la profondeur. Ceci s'explique par une meilleure homogénéisation du flux solaire et démontre alors l'importance d'absorber progressivement les rayons en profondeur.

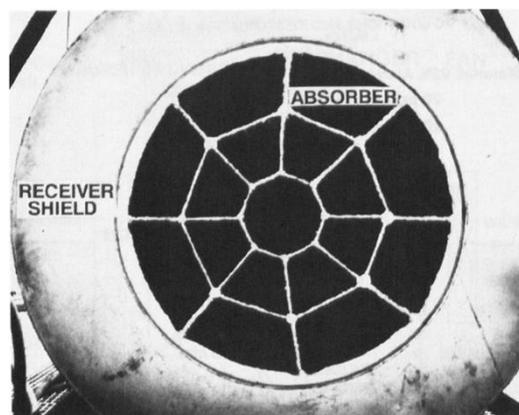


Figure 1.7 : Structure en toile d'araignée étudiée par Chavez et Chaza [Chavez 1991]. La partie grise notée « receiver shield » est du béton pour isoler le système.

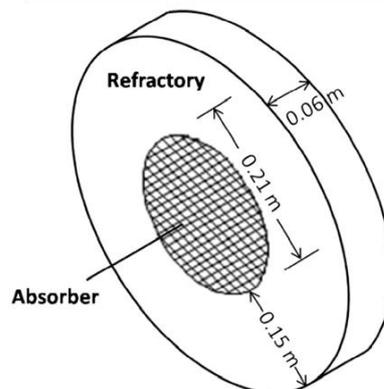
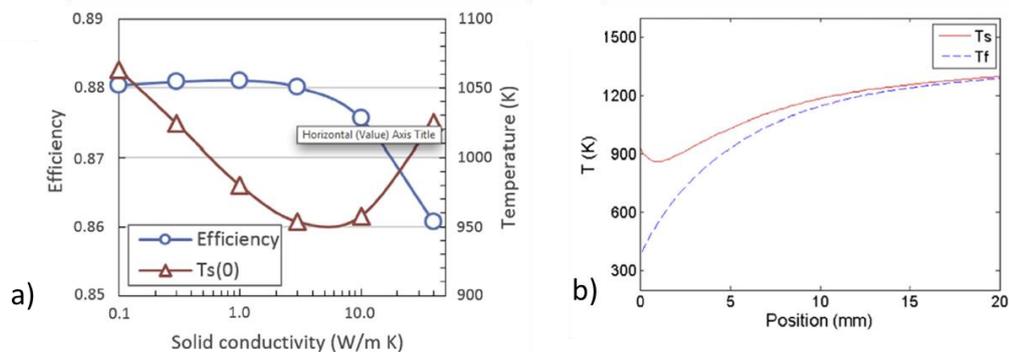


Figure 1.8 : Absorbeur en nid d'abeilles étudié par Roldan et al. [Roldan 2014] dans leur étude numérique. La taille des canaux est dépendante soit du rayon, soit de la profondeur (suivant le type de gradient de porosité étudié).

### Conductivité thermique

L'influence de la conductivité thermique du matériau constituant l'absorbeur est seulement évoquée dans quelques études numériques [Wu 2011 ; Becker 2006] et la conclusion récurrente est qu'il faut une valeur élevée pour favoriser les transferts de chaleur par conduction. Cependant, plus récemment, Kribus et al. [Kribus 2014] ont montré l'inverse : si elle est trop élevée, elle peut jouer un rôle néfaste dans la recherche de l'effet volumique car elle va équilibrer les températures entre les « froides » de la face avant et les « chaudes » de la face arrière. La **Figure 1.9 (a)** illustre cette remarque à travers l'évolution de la température en face

avant et l'évolution du rendement thermique du récepteur en fonction de la conductivité thermique de la partie solide. La structure étudiée est une mousse à 90 % de porosité pour un diamètre de pore égal à 4 mm. Dans les conditions de l'expérience numérique proposées par les auteurs, un optimum se situe lorsque la conductivité thermique est comprise entre 1 W/m/K et 3 W/m/K. En effet, la température du solide en face avant,  $T_s(0)$ , est plutôt faible (la température en face arrière étant aux alentours de 1300 K), impliquant la contribution de l'effet volumique (**Figure 1.9 (b)**). Par conséquent le rendement thermique est élevé (environ 88 %). Pour des valeurs plus faibles de la conductivité thermique, l'effet volumique est atteint mais des zones chaudes en face avant sont présentes car le transfert de chaleur par conduction ne permet pas d'évacuer suffisamment la chaleur. La mousse est alors plus sensible aux pertes thermiques. Lorsque la conductivité thermique du solide est supérieure à cet optimum, la température en face avant augmente et le rendement thermique diminue car l'effet volumique devient de moins en moins important.



**Figure 1.9 :** a) Température en face avant ( $T_s(0)$ , courbe rouge) et rendement thermique (« Efficiency », courbe bleue) du récepteur sous forme de mousse (porosité : 90 %, diamètre moyen de pores : 4 mm) en fonction de la conductivité thermique de la matrice solide. b) Profils de température du solide ( $T_s$ ) et du fluide ( $T_f$ ) dans cette même mousse pour une conductivité thermique de 1 W/m/K [Kribus 2014].

### Taux de porosité et tailles des pores

L'amélioration du rendement thermique du récepteur dépend également du taux de porosité et de la taille des pores. Certains auteurs [Liu 2017 ; Wu 2011] recommandent une géométrie avec un fort taux de porosité et une faible taille de pores afin de maximiser la surface volumique pour favoriser les échanges convectifs. D'autres auteurs [Kribus 2014 ; Mey 2016 ; Chavez 1991 ; Pabst 2017] préconisent quant à eux le contraire, c'est-à-dire une taille de pores élevée afin de laisser pénétrer les rayons en profondeur pour obtenir une absorption solaire uniforme en profondeur. La **Figure 1.10** met en évidence cette contradiction. Les figures **(a)** et **(b)** sont tirées de l'étude numérique de Wu et al. [Wu 2011] et montrent l'évolution des températures de l'air ( $T_f$ ) et du solide ( $T_s$ ) pour différentes porosités et différents diamètres moyens de pores. L'effet volumique est obtenu lorsque la porosité est supérieure à 80 % et lorsque le diamètre moyen des pores est inférieur à 1,5 mm. A l'inverse, la figure **(c)** montre que le meilleur rendement du récepteur est obtenu pour une porosité de 90 % associé à des tailles de pores deux à trois fois plus importantes (4 mm) [Kribus 2014]. L'effet volumique a également été obtenu (figure **(d)**). Il ressort de ces conclusions divergentes qu'il est important d'orienter la recherche de structures dans le but d'avoir le meilleur compromis entre, d'une part, une forte porosité à tailles de pores élevées (pour permettre une absorption uniforme des rayons solaires

dans la profondeur) et, d'autre part, la plus forte surface volumique possible (afin de maximiser les échanges convectifs).

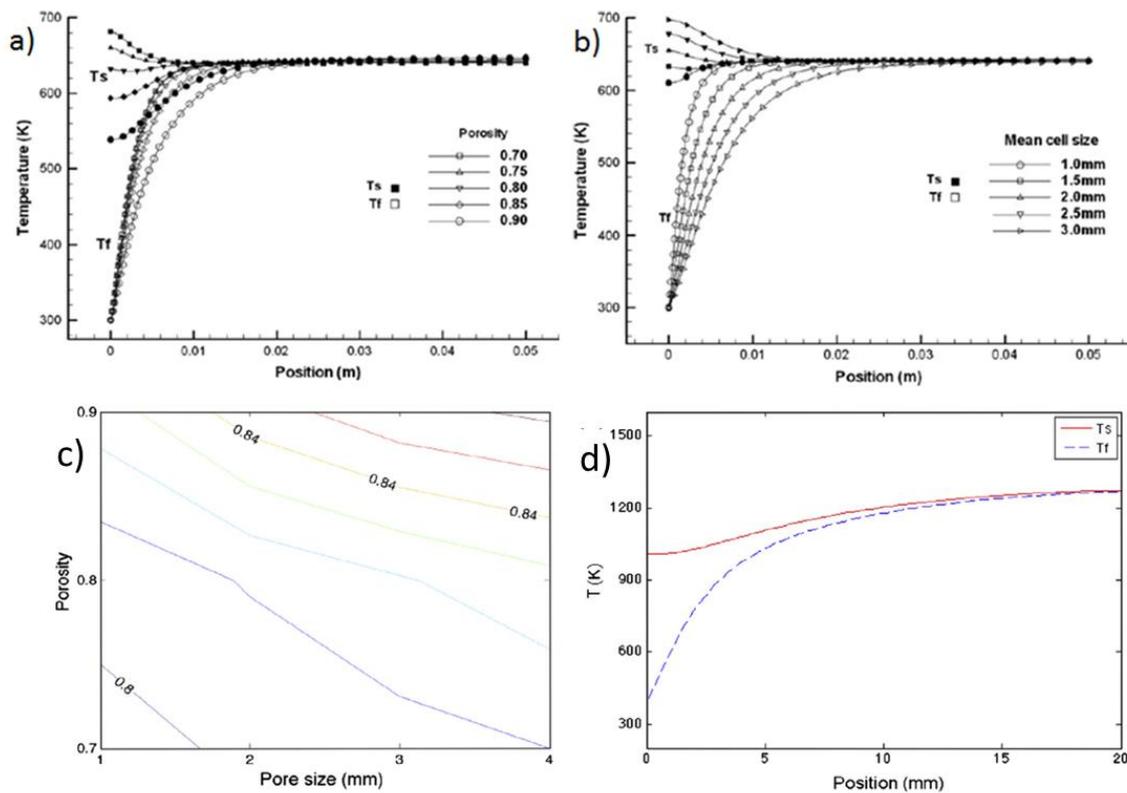


Figure 1.10 : a) Températures de l'air (Tf) et du solide (Ts) pour différentes porosités (tailles de pores = 1,5 mm). b) Températures de l'air (Tf) et du solide (Ts) pour différents diamètres moyens de pores (porosité = 80 %). c) Rendement numérique de mousses étudiées par Kribus et al. [Kribus 2014] en fonction de leur porosité et de leur taille moyenne de pores. d) Températures de l'air (Tf) et du solide (Ts) pour une porosité de 90 % et un diamètre de pores de 4 mm.

Finalement, pour que la conception du récepteur soit satisfaisante, en 2017, Alexopoulos et al. [Alexopoulos 2017] ont établis quatre critères à respecter :

- Un rendement de plus de 90%,
- Une température de fonctionnement supérieure à 650°C,
- Une forte résistance à de nombreux cycles thermiques,
- Un coût de production inférieur à 100 €/kW(thermique).

## 1.1.5 Conclusion

Dans le contexte de ce travail, le choix d'optimiser les récepteurs volumétriques à circuit ouvert en céramique, intégrés dans des centrales solaires thermodynamiques à tour, est motivé par le fait que :

- Les CST à tour sont les plus puissantes parmi les 4 technologies existantes (en comparaison avec les cylindro-paraboliques, les « Fresnel » et les paraboliques),

- Les récepteurs volumétriques, suivant leurs caractéristiques morphologiques et leur matériau, permettent d'obtenir l'effet volumique. Ce phénomène physique augmente significativement les performances par rapport aux récepteurs surfaciques ou à base de particules,
- Les récepteurs volumétriques en céramique et à circuit ouvert permettent de très bonnes performances et peuvent encore être améliorés, tout en gardant un coût de revient raisonnable.

L'optimisation des récepteurs volumétriques est néanmoins très complexe en raison de la forte dépendance de ses propriétés géométriques (porosité, diamètre des pores, épaisseur et organisation spatiale des ligaments/brins, surface d'échange) ainsi que par les propriétés physiques du fluide caloporteur (nature et pressurisation) et de l'absorbeur (conductivité thermique, absorptivité et émissivité aux longueurs d'ondes solaires, résistance en conditions opératoires - oxydation et chocs thermiques -). Nous avons pu constater, au travers des études menées ces trente dernières années, que les performances des récepteurs peuvent être améliorées ou dégradées suivant le respect du compromis entre l'ensemble de ces propriétés. Du fait d'avoir opté pour des récepteurs à circuits ouverts, l'air est imposé comme fluide caloporteur. Ces propriétés ne sont donc pas manipulables et l'optimisation des récepteurs devra nécessairement les prendre en considération. Dans notre étude, l'idée est de trouver des structures capables d'améliorer les performances actuelles obtenues par des mousses ou des nids d'abeilles. Ces dernières ont l'avantage d'absorber tout le flux solaire et d'échanger une grande partie de l'énergie avec le fluide grâce à leur surface d'échange élevée. Toutefois, leurs performances sont limitées par la formation de points chauds et par les pertes thermiques car la majorité des rayons solaires sont absorbés dans les premières cellules. Un moyen de contrer cette rapide absorption pourrait être d'utiliser un matériau à forte réflectivité afin de transporter l'énergie dans la profondeur par réflexions des rayons. Néanmoins, cette technique exposerait fortement la zone avant à des pertes optiques. Il est donc important de trouver des structures capables d'absorber uniformément le flux solaire dans la profondeur, via son architecture. Les avantages induits sont de limiter les pertes énergétiques en face avant, que ce soit par réflexion des rayons solaires ou par réémission, et de minimiser les gradients thermiques. Comme nous le verrons dans le chapitre 2, nous avons cherché à élaborer des structures (à gradient de porosité ou non) permettant d'absorber le flux solaire incident le plus uniformément possible suivant la profondeur du récepteur et en essayant de maximiser la surface d'échange et la porosité.

Concernant le matériau à adopter pour l'absorbeur, le SiC a été sélectionné. Il a l'avantage d'être résistant à haute température, d'avoir une très forte absorptivité dans le spectre solaire et d'avoir une bonne tenue thermomécanique permettant de résister aux chocs thermiques. Cependant, du fait de son oxydation au contact de l'air, tout du moins au-delà de 1200°C, sa durée de vie et ses performances peuvent être compromises au-delà de cette température.

Pour parvenir à une structure performante, il est nécessaire de s'appuyer sur une approche numérique, vu le nombre de paramètres physiques et géométriques influents. De nombreuses études ont déjà été menées dans ce sens comme nous allons le voir dans la revue synthétisée au paragraphe suivant.

## 1.2 Optimisation numérique

Dans le but d'optimiser la géométrie des récepteurs afin d'en améliorer les performances, une optimisation numérique est primordiale. Pour modéliser les phénomènes physiques présents au sein de ces récepteurs, des démarches ont déjà été décrites dans la littérature. Ce second sous-chapitre permettra de les rappeler et de définir le cadre de l'optimisation numérique retenue, avec les outils et méthodes numériques utilisées.

### 1.2.1 Études numériques des récepteurs volumétriques

Les études numériques concernant les récepteurs volumétriques sont nombreuses et se sont accrues ces dernières années avec l'augmentation de la puissance de calcul. Elles peuvent être répertoriées en deux catégories, suivant la manière dont le problème est traité : macroscopiquement ou microscopiquement. Dans les deux cas, le rendement thermique du récepteur est calculé comme étant le ratio entre l'énergie entrante via le flux solaire, et l'énergie sortante via le flux d'air chaud.

Lorsque l'approche est macroscopique, la thermodynamique globale du système est étudiée : la forme de l'absorbeur n'intervient pas dans les calculs. Le récepteur admet des propriétés matériaux effectives (diffusivité, coefficient d'absorption...) et des paramètres géométriques moyennés (porosité, taille moyenne de pores, surface volumique...). Le rendement énergétique et la température de l'air en sortie sont obtenus en utilisant des équations générales de type loi de Darcy ou loi de Forchheimer par exemple, ou en appliquant des équations de type Navier-Stokes, de la chaleur, Beer-Lambert... sur l'ensemble de la structure, grâce aux propriétés effectives des matériaux [Wu 2013 ; Wu 2011 ; Liu 2017 ; Becker 2006 ; Pitz-Paal 1997]. En général, le but de ces études est de déterminer l'influence d'un, ou de plusieurs paramètres (porosité, taille moyennes des pores, vitesse de l'air...). Cette approche a l'avantage d'implanter un modèle numérique simple afin d'obtenir des résultats rapides, mais ils restent imprécis car ils sont indépendants de la morphologie du récepteur.

A l'inverse, lorsque l'approche est microscopique, le récepteur est étudié comme étant une structure avec une morphologie définie. Cette approche permet d'être plus précis dans les résultats finaux liés aux performances du récepteur mais elle demande des temps de calculs beaucoup plus élevés. En effet, la structure est discrétisée par éléments finis, différences finis ou volume finis et les équations physiques (plus ou moins complexes ou couplées suivant les études) s'appliquent sur chacun des nœuds de la discrétisation. Le modèle numérique est donc plus complexe et plus long à implémenter.

Comme nous souhaitons améliorer les performances des récepteurs volumétriques en recherchant de nouvelles géométries, cette dernière approche est donc plus adaptée. Les premières études qui l'utilisent [Li 2018b ; He 2012] sont orientées sur les structures de type canaux parallèles (**Figure 1.11**). Cette géométrie est prévue à la fois pour pouvoir être fabriquée avec des procédés conventionnels, comme l'extrusion, mais également pour faire pénétrer les rayons solaires grâce à la réflectivité sur les parois. Ce mode de propagation, couplé avec un matériau très absorbant comme le SiC, implique néanmoins une absorption de type Beer-

Lambert du flux solaire en profondeur. Deux inconvénients en découlent : d'une part, les pertes en face avant sont importantes et, d'autre part, l'effet volumique (**Figure 1.4**) est plus difficile, voire impossible à obtenir (l'énergie solaire étant captée très rapidement dans la structure, la température de sa face arrière ne peut pas être supérieure à celle de la face avant).



**Figure 1.11** : Récepteur volumétrique monté dans HiTRec II. Structure en canaux parallèles [Fend 2004a].

Ainsi, dans la continuité de ce type de travaux, Gomez-Garcia et al. [Gomez-Garcia 2014] ont proposé une structure où la morphologie permet d'absorber plus en profondeur les rayons solaires. Celle-ci est composée de grilles successives décalées d'une demi-période entre elles (**Figure 1.12**, en haut). Ils ont calculé et tracé, en échelle logarithmique, la transmission du flux solaire pour plusieurs configurations de décalage de grilles  $d$  (**Figure 1.12**, en bas). Ils ont comparé leurs résultats avec deux références : un tube creux de largeur  $l$  (nommé « Réf\_1 ») s'apparentant à une structure en canaux parallèles et quatre tubes creux juxtaposés, de diamètre  $l/2$  (nommé « Réf\_2 »). Trois conclusions peuvent alors être émises à partir de ces courbes :

- 1) Les pertes en face avant n'ont pas été diminuées par rapport à une structure en canaux parallèles (car la réflectivité était de 0,1),
- 2) Des sauts d'absorption sont présents régulièrement dans la structure, entraînant des contraintes thermomécaniques locales,
- 3) Plus les grilles sont décalées, meilleur est l'absorption du flux en profondeur.

Cependant, malgré une amélioration de l'absorption par rapport à une structure en canaux parallèles, ils n'ont pas réussi à s'affranchir d'une absorption de type Beer-Lambert. En effet, la courbe est linéaire mais l'ordonnée de la figure est en échelle logarithmique.

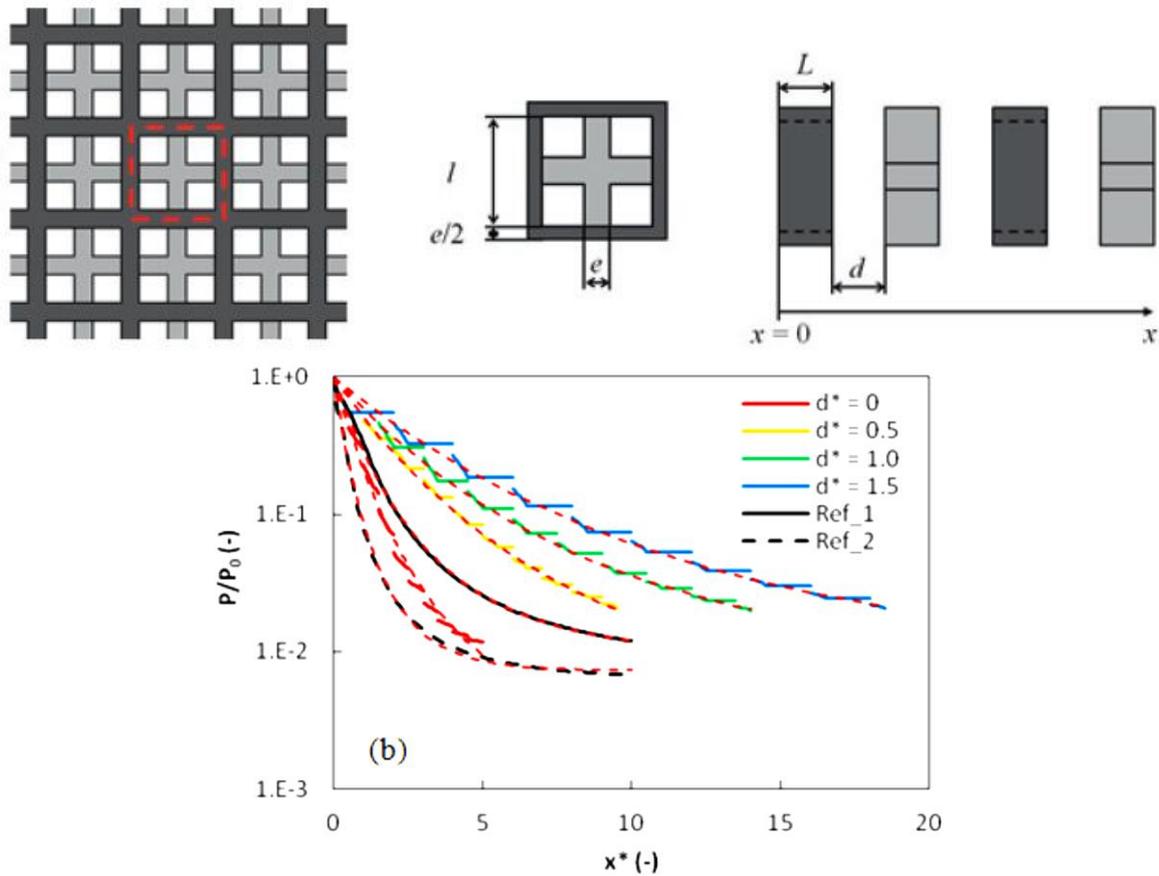


Figure 1.12 : Schéma de la structure en grilles successives décalées (en haut) et transmission en échelle logarithmique du flux pour différents décalages entre les grilles (en bas):  $d^*$  est l'adimensionnement de  $d$  par rapport à  $l$  (largeur de la fenêtre).  $P$  à la position  $x^*$  est la puissance du flux solaire en  $x^*$  et  $P_0$  est la valeur de la puissance solaire à l'entrée du récepteur. Les courbes en pointillés rouges sont une interpolation des courbes non continues.

Pour l'optimisation des récepteurs, nous allons donc favoriser une approche microscopique pour être plus précis dans nos résultats finaux. Pour cela, nous allons nous appuyer dans un premier temps sur la démarche engagée par Gomez-Garcia et al., c'est-à-dire rechercher une géométrie capable de faire pénétrer les rayons solaires via la forme et non la réflectivité (pertes limitées en face avant) puis nous irons un peu plus loin dans cette recherche en essayant d'avoir une absorption en profondeur de type non Bérienne, avec un minimum de sauts d'absorption. Nous utiliserons à cette fin un lancer de rayons pour simuler l'absorption dans la structure. Cette étape est très importante dans l'optimisation d'un récepteur solaire car, comme énoncé plus haut, la recherche d'une absorption uniforme en profondeur est primordiale [Avila-Marin 2011 ; (Mey, Absorbeur solaire volumique haute température à propriétés optiques contrôlées, 2016)].

## 1.2.2 Le lancer de rayons

Pour notre étude, le lancer de rayons est un outil numérique qui va nous permettre de modéliser la trajectoire des rayons solaires au sein des structures virtuelles. Ce code de calcul a pour objectif de donner la répartition énergétique, suite à une irradiation solaire de type CST à tour. Pour cela, plusieurs rayons sont envoyés sur une face de la structure où chacun d'eux correspond à un photon. Le nombre de rayons générés fera l'objet d'une étude, exposée au

chapitre 2, dont le but est de trouver une valeur minimum pour laquelle le code a convergé vers des résultats stables. Tous les rayons suivent une trajectoire linéaire dans la structure, définie par un angle, une direction et un point de départ. Lorsqu'ils rencontrent une paroi, une partie de l'énergie des photons est déposée localement, dépendante de l'absorptivité du matériau. L'autre partie est réfléchi (aucune part n'est transmise, comme cela sera expliqué au chapitre 2).

### 1.2.2.1 Les différents types de réflexion

Dans la réalité, la réflexion peut être de trois types différents et dépend uniquement de la rugosité optique de la surface du matériau. La rugosité optique est l'état de surface à l'échelle de la longueur d'onde du rayonnement. Pour notre application solaire, les longueurs d'ondes du rayonnement sont comprises entre 200 nm et 2  $\mu$ m. Les trois types de réflexion sont :

- Spéculaire, si la surface est optiquement lisse
- Diffuse, si la surface est optiquement très rugueuse
- Mixte, si la surface est optiquement peu rugueuse

La réflexion spéculaire peut s'apparenter à la loi de Snell-Descartes : lorsqu'un rayon lumineux rencontre une surface avec un angle  $\theta_i$  par rapport à la normale à cette surface, une partie de l'énergie de ce rayon lumineux est réfléchi avec le même angle  $\theta_i$  (par rapport à cette même normale) et l'autre partie est absorbée par la structure, avec un angle  $\theta_r$  (**Figure 1.13**).

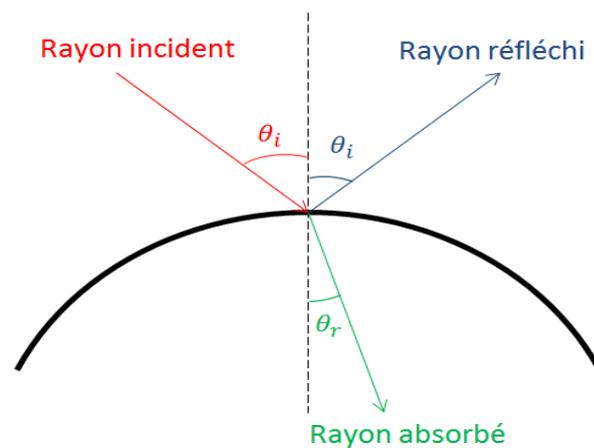


Figure 1.13 : Schéma de la réflexion spéculaire.

La réflexion diffuse est quant à elle définie comme étant une réflexion et une absorption du rayon lumineux incident dans toutes les directions de l'espace (**Figure 1.14**).

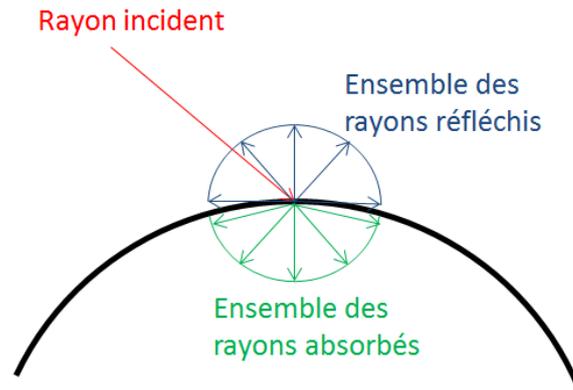


Figure 1.14 : Schéma de la réflexion diffuse.

Le troisième type de réflexion, la réflexion mixte est une combinaison de la réflexion spéculaire et de la réflexion diffuse. La réflexion a pour direction principale le rayon lumineux de la réflexion spéculaire et il est de plus réfléchi tout autour de cette direction principale avec un certain angle  $\theta$  (Figure 1.15).

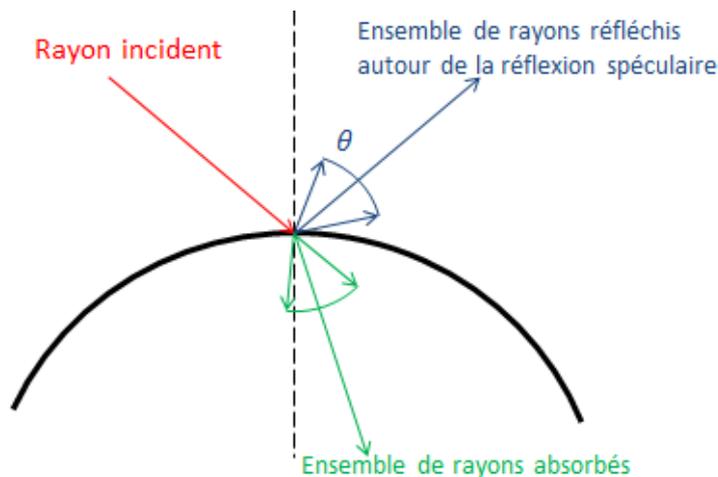


Figure 1.15 : Schéma de la réflexion mixte.

Parmi ces trois types de réflexion, nous avons choisi la première (spéculaire) car, comme nous le verrons dans le chapitre 4, cette réflexion est suffisante pour modéliser correctement la répartition énergétique du flux solaire dans les structures. Afin de connaître les parts de l'énergie absorbée et réfléchi, il faut mesurer expérimentalement les propriétés optiques du matériau étudié.

### 1.2.2.2 Mesure des propriétés optiques

Les propriétés optiques des matériaux sont dépendantes de la température et de la longueur d'onde du rayonnement. Lorsqu'elles sont intégrées sur l'ensemble d'un spectre, nous parlerons de propriétés totales ou grises.

Lorsqu'un rayonnement incident, de longueur d'onde  $\lambda$  et d'intensité  $I_0$ , irradie un milieu, la répartition de cette intensité suit le schéma de la Figure 1.16. Une partie de l'énergie est

réfléchi ( $I_R$ ), une autre est absorbée ( $I_A$ ) et une dernière est transmise ( $I_T$ ). Le rapport de ces énergies sur l'intensité incidente définit les trois propriétés matériaux pour ce rayonnement à la longueur d'onde  $\lambda$ , c'est-à-dire respectivement la réflectivité  $\rho_\lambda$ , l'absorptivité  $\alpha_\lambda$  et la transmissivité  $\tau_\lambda$  :

$$\rho_\lambda = \frac{I_R}{I_0}; \quad \alpha_\lambda = \frac{I_A}{I_0}; \quad \tau_\lambda = \frac{I_T}{I_0} \quad (1.1)$$

La loi de Kirchhoff énonce que la somme de ces trois valeurs est égale à 1 :

$$\rho_\lambda + \alpha_\lambda + \tau_\lambda = 1 \quad (1.2)$$

Ces deux formules se généralisent lorsque les propriétés sont totales.

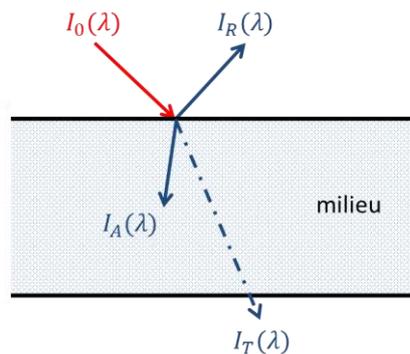


Figure 1.16 : Schéma de la réflexion, de l'absorption et de la transmission d'une onde incidente à un milieu.

Il existe de multiples dispositifs expérimentaux permettant de mesurer ces propriétés optiques. Dans le cas le plus général, le principe repose sur l'irradiation d'un échantillon par une onde d'intensité et de longueur d'onde contrôlées. Deux capteurs, situés en face avant et arrière de l'échantillon, relèvent une valeur de l'intensité. Celle obtenue par le capteur de la face avant est la réflectivité, et celle obtenue par le capteur de la face arrière est la transmissivité. Grâce à la loi de Kirchhoff, l'absorptivité est ensuite déterminée. Finalement, grâce à cette dernière mesure, il est possible d'en déduire une émissivité  $\varepsilon$  du milieu. Cette dernière traduit la réémission d'une onde par le milieu avec une intensité proportionnelle à cette émissivité. Dans le cas où le milieu est supposé opaque, l'émissivité est égale à l'absorptivité.

Pour obtenir des propriétés optiques totales, cette caractérisation est effectuée pour plusieurs longueurs d'onde du spectre. L'intégration de toutes les valeurs obtenues permet alors d'en déduire les propriétés souhaitées. Pour des mesures en température, l'échantillon est chauffé dans le dispositif expérimental.

La connaissance des propriétés optiques du matériau permet alors de réaliser des simulations avec le code de lancer de rayons. Ensuite, à partir du résultat fourni par ce code, le champ de température interne à la structure peut être calculé. La partie suivante présente une étude bibliographique relative à cette modélisation appliquée aux récepteurs volumétriques.

### 1.2.3 Le calcul du champ de température

Pour calculer le champ de température dans nos structures soumises à de hautes températures, il est primordial de travailler sur un code de calcul thermique où les transferts sont couplés conducto-radiatif. L'équation de la chaleur devant être résolue est donc la suivante :

$$-div(\vec{\varphi}_c + \vec{\varphi}_r) = \rho Cp \frac{\delta T}{\delta t} \quad (1.3)$$

où :

- $\vec{\varphi}_c$  est le flux conductif donné par la loi de Fourier  $\vec{\varphi}_c = -\lambda \overrightarrow{grad}T$ , avec  $\lambda$  la conductivité thermique (W/m/K) et  $T$  la température,
- $\rho$  est la masse volumique (kg/m<sup>3</sup>),
- $Cp$  est la chaleur spécifique (J/kg/K),
- $\frac{\delta T}{\delta t}$  est la dérivée de la température par rapport au temps.

$\vec{\varphi}_r$  est le flux radiatif. Son expression fait intervenir la luminance  $I_\lambda$  par la formule :

$$\varphi_r = \int_{4\pi} I_\lambda dS \quad (1.4)$$

avec  $dS$  un infime élément de la surface  $S$  où est définie la luminance. L'indice  $\lambda$  représente la longueur d'onde. Dans le cas d'un milieu non diffusif, le flux radiatif s'écrit :

$$\varphi_r = \pi I_\lambda \quad (1.5)$$

L'expression de la luminance est donnée par la résolution de l'Equation du Transfert Radiatif (ETR), présentée dans le paragraphe suivant. La résolution complète de l'équation de la chaleur (1.3) peut donc être effectuée uniquement si les propriétés matériaux sont connues. Les méthodes pour leur caractérisation seront données à la suite.

#### 1.2.3.1 L'Équation du Transfert Radiatif

L'équation du transfert radiatif provient de l'astrophysique et a été introduite en 1950 par Chandrasekhar [Chandrasekhar 2013]. Sa résolution traduit le comportement d'une onde électromagnétique au sein d'un volume. Pour une application thermique, cette onde est la luminance, notée  $I$ . Dans son écriture la plus générale, c'est-à-dire pour un milieu non gris, absorbant, diffusant et émettant, elle se présente sous cette forme [Modest 2013] :

$$\frac{\delta I_\lambda(x, s, t)}{c \delta t} + \frac{dI_\lambda(x, s, t)}{ds} = -\beta_\lambda I_\lambda(x, s, t) + \kappa_\lambda I_{b,\lambda}(x, T) + \sigma_{s,\lambda} \oint_S \Phi_\lambda(s'.s) I_\lambda(x, s', t) d\Omega(s') \quad (1.6)$$

où  $I_\lambda(x, s, t)$  est la luminance au point  $x$  dans la direction  $s$ ,  $\kappa_\lambda$  est le coefficient d'absorption,  $\sigma_{s,\lambda}$  est le coefficient de diffusion,  $\beta_\lambda = \kappa_\lambda + \sigma_{s,\lambda}$  est le coefficient d'extinction et  $\Phi_\lambda(s' \cdot s)$  est la fonction de phase. Cette dernière représente la probabilité que la propagation de la radiation dans la direction  $s'$  et confinée dans  $d\Omega(s')$  se diffuse dans la direction  $s$ . Elle peut-être, par exemple, approchée par les polynômes de Legendre ou par la fonction d'Henyey-Greenstein. Les grandeurs qui sont indicées par  $\lambda$  indiquent qu'elles sont dépendantes de la longueur d'onde (milieu non gris).

Généralement, l'ETR ne peut se résoudre analytiquement. Plusieurs méthodes numériques ont été mises en place depuis sa découverte afin d'approcher de manière précise et rapide la solution exacte. Il en existe de nombreuses mais seules les plus utilisées seront citées et brièvement décrites ci-dessous (se référer également au **Tableau 1.5**). Mis à part les méthodes statistiques de Monte-Carlo, toutes les méthodes présentées s'appuient sur une discrétisation soit spatiale ou soit angulaire. Pour résoudre l'ETR, il faudra alors combiner une méthode de chaque catégorie.

### **Méthodes de Monte-Carlo**

Ces méthodes sont basées sur des lois statistiques. Des photons sont générés dans la structure et se propagent en suivant une direction aléatoire, tout en respectant des lois de probabilités en accord avec les équations de conservation d'énergie et de transfert radiatif. Les méthodes de Monte-Carlo sont souvent considérées comme des références car elles permettent de résoudre l'ETR dans des milieux à géométries complexes, non gris et avec des propriétés radiatives anisotropes. Cependant, pour ce type de problèmes, afin d'obtenir une solution statistiquement correcte, le nombre de photons générés est important. Les coûts en calcul sont donc très élevés.

Les trois prochaines méthodes présentées, les harmoniques sphériques, deux-flux et les ordonnées discrètes permettent de discrétiser l'ETR angulairement. Un résumé des avantages et des inconvénients pour chacune de ces méthodes est donné **Tableau 1.5**.

### **Méthode des harmoniques sphériques $P_N$**

Cette méthode, introduite par Jeans [Jeans 1917], transforme l'ETR en une combinaison de plusieurs équations à dérivées partielles. L'espace des directions angulaires est décomposé dans une base d'harmoniques sphériques et suivant la troncature en  $n$  termes, la méthode se nomme  $P_n$ . Les méthodes  $P_1$  et  $P_3$  sont les plus utilisées [Wu 2013 ; Mey 2014], même si cette dernière reste moins courante que la  $P_1$  car elle est très complexe mathématiquement. Le principal avantage de la méthode  $P_1$  est qu'elle admet des solutions raisonnables très rapidement. Cependant, elle est plus adaptée aux milieux optiquement épais, diffusant de manière isotrope et dont les émissions des parois ne sont pas dominantes [Modest 2013].

### **Méthode deux-flux**

Cette méthode [Lockwood 1981] sépare la direction de la luminance en deux espaces hémisphériques homogènes : l'un traduisant la propagation de la luminance vers l'avant et l'autre vers l'arrière du point d'étude. L'ETR est alors décomposée en deux équations à deux inconnues et la résolution est relativement rapide. Cette méthode est très adaptée pour la

résolution des problèmes de transfert 1D en raison du faible nombre d'équations. Par ailleurs, elle est applicable uniquement si le milieu est soit non diffusif ( $\sigma_{s,\lambda} = 0$ ), soit diffusif de manière isotrope.

### **Méthode des ordonnées discrètes**

La méthode des ordonnées discrètes [Carlson 1968 ; Fiveland 1984] discrétise l'espace angulaire en N directions et l'ETR est décomposée en N équations correspondant à chaque point d'étude. Un poids est associé sur chacune des directions permettant de lui donner plus ou moins d'importance afin de modéliser la direction réelle de la luminance dans le milieu. Cette méthode peut être très précise lorsque les discrétisations spatiales et angulaires sont raffinées (sinon des effets de diffusion numérique peuvent intervenir) mais cela implique donc des temps de calculs élevés [Le Hardy 2017].

| Méthode                       | Avantages         | Inconvénients   |
|-------------------------------|-------------------|---|
| <b>Harmoniques sphériques</b> | Solutions rapides | Milieu optiquement épais, diffusion isotrope, faibles émissions des parois. |
| <b>Deux-flux</b>              | Solutions rapides | Adapter pour le 1D, effets de diffusion possibles                           |
| <b>Ordonnées discrètes</b>    | Très précise      | Temps de calculs coûteux  |

Tableau 1.5 : Résumé des avantages et inconvénients pour les principales méthodes de discrétisations angulaires de l'ETR.

L'importance du choix de la méthode de discrétisation angulaire a été notamment investigué par Mey et al. [Mey 2014], qui ont comparé, grâce à un modèle 1D, les méthodes deux-flux et les harmoniques sphériques  $P_1$  sur des mousses céramiques. Les résultats ont été comparés avec les méthodes de Monte-Carlo et ils en ont conclu que la méthode deux-flux est la plus précise.

Les méthodes présentées ci-dessous permettent de discrétiser l'ETR spatialement.

### **Méthodes des éléments finis, volumes finis et différences finies**

Les éléments finis (ou Galerkin) consistent à créer des bases de fonctions polynomiales par maille. Les éléments finis sont dits « continus » lorsque la solution continue est approchée par une fonction générée par cette base ou « discontinus » lorsque des bilans de flux sont effectués entre chaque maille. L'avantage de ces méthodes est principalement la bonne adaptation aux géométries complexes. Toutefois, elles imposent des temps de calcul extrêmement coûteux et leur implémentation est difficile.

Les volumes finis, généralement couplés avec la méthode des ordonnées discrètes, consistent à intégrer l'ETR sur chaque maille, tandis que la méthode des différences finies approche les opérateurs différentiels de l'ETR par des différences divisées entre chaque maille. Pour ces deux méthodes, le principal avantage est l'implémentation facile pour des géométries complexes mais elles nécessitent cependant des temps de calculs très élevés car le pas d'espace doit être très petit pour avoir une influence minimale sur la précision des résultats.

D'autres méthodes ont été développées ces dernières années, mais elles ne sont utilisées que dans des cas précis. On retrouve par exemple la méthode de zone [Hottel 1967], souvent

utilisée dans les applications de fours industriels, ou encore des variantes des éléments finis comme la méthode éléments finis discontinus ou la méthode éléments finis moindre carré qui sont utilisées pour le couplage avec des codes de fluidiques.

Pour notre étude, la méthode deux-flux couplée avec les différences finies sera utilisée. Ce choix de méthode est la conséquence d'une étude déjà menée au laboratoire [Niezgoda 2012], dont l'objectif était de développer un code de calcul 3D couplé conducto-radiatif sur des milieux hétérogènes, non diffusifs et voxelisés suite à la numérisation par microtomographies X.

Les voxels sont l'équivalent en 3D des pixels et ils sont considérés comme suffisamment petits par rapport au volume entier de l'étude pour qu'ils aient des propriétés homogènes et une température uniforme. Leurs propriétés doivent être connues pour alimenter le code de calcul. Le paragraphe suivant présente ces différentes propriétés et la manière de les obtenir expérimentalement.

### 1.2.3.2 Mesure des propriétés conductives et radiatives

L'équation de la chaleur (1.3) fait intervenir différentes propriétés matériaux. Elles se distinguent en deux catégories. Soit elles sont conductives, et elles permettent alors de définir le comportement du transfert de chaleur par conduction dans le milieu, soit radiatives. Dans ce dernier cas, elles définissent le comportement du transfert radiatif dans le milieu.

#### Propriétés conductives

L'étude du transfert de chaleur par conduction est régie par la résolution de l'équation de la chaleur simplifiée, sous la forme suivante (pas de dépendance des transferts radiatifs) :

$$-div(\vec{\varphi}_c) = \rho C_p \frac{\delta T}{\delta t} \quad (1.7)$$

Pour résoudre cette équation, les propriétés matériaux  $(\lambda, \rho, C_p)$ , dépendantes de la température, doivent être connues. Lorsque l'étude est en régime stationnaire, la température ne varie plus en fonction du temps et par conséquent le terme  $\rho C_p \frac{\delta T}{\delta t}$  devient nul. Dans cette condition, seule la conductivité thermique du matériau doit être connue pour résoudre cette forme de l'équation de la chaleur.

Par ailleurs, la diffusivité thermique  $\alpha$  ( $m^2/s$ ), dépendante des trois autres, peut être introduite :

$$\alpha = \frac{\lambda}{\rho C_p} \quad (1.8)$$

Cette propriété matériau est caractérisable par des techniques expérimentales et offre donc l'avantage de remonter à la conductivité thermique, si le produit  $\rho C_p$  est connu. Parmi ces techniques, il existe la méthode flash ou la photothermie.

La méthode flash, décrite initialement par Parker et al. [Parker 1961] puis reprise et améliorée par la suite [Andre 1995 ; Lazard 2007 ; Coquard 2011a ; Niezgoda 2012 *etc.*], permet de mesurer la diffusivité thermique à une échelle macroscopique d'un milieu supposé gris par bande<sup>2</sup>. Pour cela, une identification est effectuée par méthode inverse entre la courbe expérimentale et un modèle théorique. Cette méthode à l'avantage de prendre en considération les effets du transfert radiatif pour des mesures à très haute température.

La photothermie estime la diffusivité thermique à une échelle microscopique, via une technique d'identification par moindres carrés, suite à une mesure de l'échauffement induit par l'absorption d'un faisceau laser modulé en intensité par le matériau [Jumel 2003]. L'avantage de cette méthode est de pouvoir déterminer, du fait de sa caractérisation locale, une diffusivité thermique d'un matériau compris dans un milieu multi-constituant.

Lorsque le milieu est hétérogène, comme les milieux poreux par exemple, une conductivité thermique (ou diffusivité thermique) effective  $\lambda_{eff}$  (ou  $\alpha_{eff}$ ) peut être introduite. Elle permet de considérer ce milieu comme un milieu homogène équivalent. La densité de flux de chaleur par conduction dans ce milieu équivalent s'écrit :

$$\vec{\varphi}_c = -\lambda_{eff} \overrightarrow{grad} T \quad (1.9)$$

Cette définition de conductivité thermique effective n'a de sens que dans un volume élémentaire représentatif (VER) du matériau hétérogène car il s'agit du volume au-dessus duquel la valeur de la conductivité thermique effective n'est plus soumise à des fluctuations dues à des hétérogénéités. Il s'agit donc du volume minimal représentatif pour considérer le matériau pris dans son ensemble comme équivalent à un milieu homogène. Sa taille varie selon les matériaux. La conductivité thermique effective dépend de la porosité, de la microstructure du matériau et des propriétés de ses constituants. Elle est d'autant plus difficile à estimer que la géométrie de la structure est complexe et que les conductivités thermiques des constituants sont différentes. Elle peut soit être mesurée expérimentalement, par exemple avec la méthode flash, soit déterminée par calcul. Des corrélations ont été établies pour différents types de matériaux (mousses métalliques ou céramiques), mais elles ne restent valables que lorsque les températures du milieu poreux sont proches de l'ambiante où seul le transfert conductif influe [Bauer 1993 ; Glicksmann 1994 ; Ahern 2005 par exemple].

Dans les cas où les milieux sont soumis à des températures bien plus élevées, la part du transfert radiatif n'est plus négligeable et la conductivité effective calculée est une combinaison entre conductivité phonique (conductivité thermique liée au transfert conductif) et conductivité radiative. C'est notamment le cas du code de calcul développé par Vignoles et al. [Vignoles 2016] où la diffusivité effective d'un milieu poreux est obtenue numériquement à travers un couplage fort entre la conduction et le rayonnement, sous conditions que le solide soit totalement opaque et la phase fluide transparente (vide). On retrouve également cette approche dans les études menées au CEA Le Ripault [Niezgoda 2012 ; Vivet 2011 ; Coquard 2011b ; Coquard 2012] où la

---

<sup>2</sup> Un milieu gris par bande est un milieu dont les propriétés thermo-optiques sont constantes sur plusieurs bandes de longueur d'onde.

conductivité thermique effective est calculée suite à l'obtention du champ de température couplé conducto-radiatif soumis à une plaque chaude gardée numérique.

La caractérisation expérimentale des propriétés conductives des constituants des milieux étudiés lors de la thèse se basera sur les techniques de la photothermie et de la méthode flash. Nous utiliserons ces méthodes pour, non seulement tenir compte de l'anisotropie éventuelle de nos structures, mais également pour les caractériser à hautes températures.

### **Propriétés radiatives**

Les propriétés radiatives des matériaux interviennent lorsque l'étude doit inclure les transferts radiatifs. Tout comme les propriétés optiques, elles sont dépendantes de la température et de la longueur d'onde du rayonnement. Elles sont dites totales lorsqu'elles sont intégrées sur tout le spectre et elles peuvent être effectives dans le cas où le milieu est hétérogène et où le volume est supérieur au VER.

Lorsque le milieu est gris, que l'épaisseur optique est largement supérieure à l'unité et que la luminance est isotrope, l'approximation de Rosseland peut s'appliquer. Elle n'est cependant pas valable au niveau des bords du domaine d'étude. Cette approximation consiste à approcher le transfert radiatif par une équivalence avec la loi de Fourier et d'introduire une conductivité radiative, qui est dépendante de la température, de la constante de Stefan-Boltzmann  $\sigma$  et du coefficient d'extinction  $\kappa$  effectif :

$$\lambda_R = \frac{16\sigma T^3}{3\kappa} \quad (1.10)$$

Le flux radiatif est donc analogue à un flux conductif dans ce cas précis :

$$\vec{\varphi}_r = -\lambda_R \overrightarrow{\text{grad}} T \quad (1.11)$$

L'hypothèse sous-jacente à cette démarche est que le couplage conducto-radiatif reste faible ; permettant d'écrire l'équation de la chaleur sous la forme d'une équation de diffusion.

Pour les autres cas, le flux radiatif est déterminé par la résolution de l'ETR. Trois propriétés radiatives caractérisent alors un milieu : le coefficient d'absorption  $\kappa$ , le coefficient de diffusion  $\sigma$  et le coefficient d'extinction  $\beta$ . La première traduit l'amortissement de l'intensité de l'onde dans le milieu. La seconde traduit la direction de propagation de l'onde et la troisième, qui est égale à la somme des deux premières, caractérise la distance nécessaire pour que l'onde soit totalement éteinte :

$$\beta = \kappa + \sigma \quad (1.12)$$

Grâce à cette formule, la connaissance de deux des propriétés permet de remonter à la troisième.

Beaucoup d'études caractérisent numériquement les propriétés radiatives, que ce soit à haute température ou non, sur des mousses céramiques, à l'aide d'un code de lancer de rayons par Monte Carlo [Petrasch 2007 ; Rousseau 2011 ; Rousseau 2013 ; Guevelou 2015 ; Guevelou 2016b ; Zhao 2016 ; Du 2017a], de la théorie de Mie [Tseng 2012], de l'approche « blocked-off

region » [Patel 2016 ; Patel 2018] ou bien à partir de l'approche de la « limite de l'optique géométrique » [Mital 1996]. Des relations peuvent être établies afin de relier les propriétés radiatives aux propriétés géométriques de ces mousses. La revue de Cunsolo et al. [Cunsolo 2016] recense en outre les différentes méthodes et analyses numériques permettant de déterminer les propriétés radiatives sur différents matériaux.

Quelques études caractérisent ces propriétés radiatives expérimentalement grâce à des mesures au spectromètre infrarouge [Guevelou 2016a ; Meng 2011]. Pour les matériaux classiques, il existe également des ouvrages où les propriétés radiatives sont recensées [Palik 1998].

### **1.2.3.3 Étude du transfert conducto-radiatif dans des structures poreuses**

Avant les premières études sur le couplage conducto-radiatif, les transferts de chaleur dans les milieux poreux étaient approchés soit en conduction pure, à l'aide de la conductivité thermique effective et de simplifications de géométrie [Bhattacharya 2002 ; Wang 2008 ; Boomsma 2001], soit en radiatif pur avec des hypothèses simplificatrices sur les propriétés radiatives et/ou du milieu [Vicente 2006 ; Brun 2007 ; Coquard 2012]. La raison principale était le temps de calcul lié au fait qu'il n'existe pas de solution analytique pour la résolution du transfert couplé.

Lorsque les puissances de calculs se sont développées, les codes de thermiques couplés conducto-radiatif ont commencé à émerger. Les premiers à se distinguer sont ceux proposant un couplage faible entre l'équation de Fourier et l'ETR [Le Dez 2000 ; Varady 2002 ; Cheheb 2008]. Une méthode itérative est utilisée pour résoudre successivement l'une et l'autre équation ; la solution d'une équation est injectée dans l'autre équation, qui pourra alors être résolue et dont la solution sera réinjectée dans la première équation et ainsi de suite jusqu'à atteindre la convergence du code. Ce type de résolution a l'avantage de pouvoir traiter de grands volumes de données mais son inconvénient majeur réside dans le fait qu'il ne converge pas forcément vers la bonne solution pour des milieux à propriétés et géométries complexes. C'est dans cette volonté d'obtenir la solution réelle que les codes avec un couplage fort entre la conduction et le rayonnement ont vu le jour. Tout d'abord, les études ont débuté sur des cas 1D [Asllanaj 2007 ; Bianco 2001 ; Krishnaprakas 2001 ; Tan 2002] puis se sont développées en 3D [Wellele 2006 ; Zhao 2007 ; Trovalet 2011] mais elles restent peu nombreuses, malgré les hypothèses simplificatrices prises, car le fait de passer de une à trois dimensions augmente énormément le temps de calcul et les besoins en capacité mémoire.

Le récepteur étant un milieu hétérogène et poreux soumis à de très hautes températures, le code de calcul qui sera utilisé pour cette étude thermique sera basé sur un couplage conducto-radiatif fort dans un milieu hétérogène 3D supposé gris et non diffusif [Niezgoda 2012]. Cela n'a pas encore été effectué pour une application sur les récepteurs solaires, ce qui rend cette étude novatrice.

## 1.2.4 Conclusion

Les simulations, jusqu'à ce jour effectuées sur les récepteurs volumétriques, sont de deux types :

- Soit elles sont globales. Le récepteur est vu comme étant un milieu poreux défini par des propriétés géométriques, thermodynamiques et fluidiques effectives. Les études sont alors tournées vers l'optimisation de ces propriétés afin de donner des éléments clés pour une optimisation numérique,
- Soit elles sont locales. Le récepteur est alors assimilé à une structure ayant une géométrie particulière et dont les performances en sont directement liées.

Jusqu'à présent, les études concernant les approches locales sont majoritairement orientées vers les récepteurs de type mousse ou canaux parallèles et sont très peu développées sur d'autres structures. Nous allons donc chercher à optimiser les récepteurs à partir de cette approche, mais en tentant de modéliser tout le processus, depuis l'irradiation jusqu'au calcul de la température d'air en sortie. Après génération d'une structure virtuelle, l'absorption des rayons solaires et leur répartition énergétique seront modélisées à l'aide d'un code de lancer de rayons où la réflexion aux parois sera de type spéculaire. Les propriétés optiques seront déterminées afin de pouvoir effectuer des simulations réalistes. Le code de calcul thermique développé en amont de cette thèse au laboratoire, avec un couplage fort entre les transferts conductifs et radiatifs, sera repris et amélioré afin de réaliser des simulations sur des structures 3D poreuses. Les premiers résultats de l'application de ce code seront donnés, après avoir caractérisé les propriétés conductives et radiatives.

Suite à l'application de cette démarche numérique, les géométries obtenues admettant les meilleures performances vis-à-vis du cahier des charges énoncé dans la première partie de cette étude bibliographique (**1.1.4.2 Résultats expérimentaux – Recommandations pour la conception**) seront très certainement de formes complexes, et non réalisables par des méthodes d'élaboration conventionnelles. La fabrication additive, quant à elle, semble avoir le potentiel pour y parvenir et un des objectifs principaux de cette thèse est de l'évaluer et de le démontrer. Nous allons dans cette dernière partie présenter les avancées actuelles sur la fabrication additive et plus particulièrement sur les pièces imprimées en SiC.

## 1.3 **Élaboration par fabrication additive**

Les procédés de fabrication additive connaissent un fort engouement depuis environ 5 ans. Ces technologies offrent de nouvelles possibilités, notamment la fabrication d'objets de formes complexes. Les caractéristiques de l'objet (forme, densité, état de surface, résolution dimensionnelle...) dépendent du type de procédé, du matériau et des post-traitements appliqués.

Après avoir listé les différentes techniques additives existantes permettant d'imprimer des pièces en SiC, matériau retenu pour le récepteur volumétrique, quelques exemples de réalisations avec ce matériau seront donnés.

L'étude bibliographique sera ensuite orientée vers la technique d'impression retenue pour cette thèse (projection de liant sur lit de poudre). Nous finirons par une revue sur les précurseurs de SiC qui nous servons dans les post-traitements associés.

### **1.3.1 Les céramiques alvéolaires conventionnelles**

Les premières céramiques alvéolaires datent des années 1960 et étaient sous forme de mousses ou de structures fibreuses. Elles n'ont connu que relativement peu d'évolution jusqu'à la fin des années 90, car elles convenaient bien pour leur principal usage qui était l'isolation thermique à haute température. Depuis une quinzaine d'années, ces matériaux ont connu une transformation d'architecture en raison de l'évolution des besoins industriels (supports de catalyseurs, échangeurs thermiques, réacteurs, électrodes, absorbeurs de chocs, amortisseurs acoustiques *etc.*). Cependant, la modification possible de leur morphologie est restée limitée par les procédés de fabrication. Les matériaux poreux sont fabriqués soit par réplique (imprégnation d'une mousse organique par une suspension céramique, puis pyrolyse du support organique pour conduire à la réplique céramique), soit par moussage, soit par mélange de constituants céramiques (avec des précurseurs et/ou des porogènes ou non) ou soit par extrusion de pâtes céramiques, couplée aux méthodes précédentes [Studart 2006]. Même si ces techniques conduisent à des structures avec des performances intéressantes, les architectures, les dimensions et les formes des alvéoles ou les distributions aléatoires des ligaments, restent des contraintes liées à ces procédés. La fabrication additive devrait permettre d'aller plus loin dans le contrôle des géométries et dans la réalisation de structures complexes.

### **1.3.2 La fabrication additive**

#### **1.3.2.1 Principe**

Quel que soit le procédé employé pour fabriquer un objet par impression 3D, le principe reste le même. À partir d'un fichier numérique décrivant la géométrie (CAO, tomographie *etc.*), la pièce est imprimée verticalement par couches successives, de faible épaisseur, et cohésives entre elles.

Les principaux avantages de la réalisation de pièces par fabrication additive sont :

- Coût bas de production,
- Temps de production total de la pièce finale réduit par rapport aux procédés conventionnels,
- Grande liberté de modifications de la pièce pour une optimisation de propriétés,
- Réalisation en un seul bloc de structures à géométries complexes,
- Hautes résolutions dimensionnelles,
- Quantité de matière réduite au strict minimum.

Les procédés additifs se différencient à travers deux caractéristiques :

- L'aspect du matériau de base (poudre, suspension, pâte, feuille ou filament)
- La manière dont ce matériau est mis en œuvre pour construire la pièce (fusion, extrusion, découpe, projection ou photopolymérisation)

Le choix d'une technologie pour l'impression 3D va dépendre des caractéristiques souhaitées de la pièce qui va être réalisée (forme, état de surface, résolution dimensionnelle, densité). Les principaux procédés additifs utilisés pour la fabrication de pièces céramiques sont présentés dans le **Tableau 1.6**.

Par ailleurs, la fabrication de pièces céramiques peut également se faire par une méthode indirecte, par exemple par coulage (naturel, coagulation, gélification) dans un moule organique imprimé par fabrication additive [Ortona 2015 ; Bianchi 2017 ; Baux 2018].

| Procédé                                  | Résolution ( $\mu\text{m}$ ) | Avantages   | Limites  |
|--|------------------------------|---|--|
| Stéréolithographie (photopolymérisation) | 10 à 100                     | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Formes complexes</li> <li>• Etat de surface</li> <li>• Résolution</li> </ul> | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Utilisation d'organiques</li> <li>• Post-traitements</li> </ul>                       |
| Jet-d'encre                              | 50                           | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Finition de surface</li> <li>• Haute résolution</li> </ul>                   | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Couches minces (méthode 2,5D)</li> <li>• Poudres submicroniques</li> </ul>            |
| SLS (frittage laser)                     | 100 à 500                    | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Formes complexes</li> <li>• Peu coûteux</li> </ul>                           | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Faible densité</li> <li>• Texture rugueuse</li> </ul>                                 |
| Projection de liant                      | 50 à 100                     | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Multi-matériau</li> <li>• Formes complexes</li> <li>• Simple</li> </ul>      | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Fragilité des pièces imprimées</li> <li>• Texture rugueuse, faible densité</li> </ul> |
| Extrusion 3D                             | 400 à 1000                   | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Multi-matériau</li> <li>• Peu coûteux</li> </ul>                             | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Etat de surface</li> <li>• Faible résolution dimensionnelle</li> </ul>                |

**Tableau 1.6 : Principaux procédés additifs utilisés pour la fabrication de céramiques, avec les avantages et inconvénients associés [Chartier 2018].**

La plupart des procédés d'élaboration de pièces céramiques par fabrication additive nécessitent un post-traitement comme un déliantage (élimination des organiques) et un frittage.

Le procédé jet-d'encre n'est pas adapté à la construction de pièces de grandes dimensions. A notre connaissance, aucun article ne fait état du frittage laser de SiC et on peut penser que celui-ci est difficile à maîtriser, notamment en raison de la sublimation du SiC à haute températures. La stéréolithographie (SLA), basée sur la polymérisation d'une suspension réactive de poudre de SiC, connaît également des limites en raison de la forte absorption du matériau SiC dans le domaine de l'UV. La fabrication de pièces SiC par extrusion 3D (*robocasting*) est réalisable mais avec une résolution dimensionnelle, tributaire du diamètre du filament extrudé (typiquement  $<400\mu\text{m}$ ), qui reste faible. Les deux voies potentiellement intéressante pour la fabrication de structures 3D complexes en SiC sont 1) la photopolymérisation, mais appliquée à des polymères précéramiques pour contourner le problème d'absorption du SiC dans l'UV et, 2) la projection de liant sur lit de poudre. Ce dernier procédé est plus simple à mettre en œuvre en termes de matières premières (poudre SiC + liant), de conditions opératoires (air) et de coût (les précurseurs précéramiques sont chers). Ces deux procédés additifs sont détaillés successivement dans les deux prochains paragraphes.

### 1.3.2.2 La photopolymérisation associée aux céramiques prépolymères

La stéréolithographie a vu le jour en 1986 via l'entreprise 3D Systems aux USA. Le principe de cette technique repose sur la photopolymérisation par un laser UV d'un système réactif consistant en une dispersion de particules céramiques dans une résine (monomère/oligomère) en présence d'un photo-initiateur UV. L'objet est fabriqué couche par couche. Une couche est déposée sur un plateau de construction, puis le laser UV, défléchi par une tête galvanométrique (X/Y), vient polymériser les zones de la couche formant la future pièce à réaliser. Une fois la polymérisation de la couche terminée, le support descend d'une épaisseur de couche, une nouvelle couche est déposée puis le motif de cette couche est polymérisé. Cette polymérisation permet également de poursuivre la polymérisation de la couche sous-jacente et ainsi de les lier, la profondeur de polymérisation étant supérieure à une épaisseur de couche [Chartier 2017 ; Dufaud 2003]. Après impression de la pièce, elle est déliantée (élimination des organiques) puis frittée [Bianchi 2017 ; Mitteramskogler 2014 ; Wu 2017]. Ce procédé est très avantageux en termes de précision, d'état de surface, de densité et de complexité des formes et de gamme de tailles de pièces. Le procédé utilisant un DLP (ou DMD) suit le même principe avec un mode d'insolation différent : ce n'est pas un laser UV qui polymérise la résine mais un système dynamique comme dans un rétroprojecteur. La couche est alors entièrement insolée en une seule fois, directement à partir du motif projeté. La rapidité de ce type d'imprimante est donc augmentée par rapport à la stéréolithographie, mais la résolution est moindre.

Les domaines d'applications sont nombreux, comme par exemple la dentisterie [Dehurtevent 2017], le biomédical [Singh 2017 ; Melchels 2010], l'aéronautique, l'énergie, le luxe ou encore les matériaux alvéolaires [Sandra 2016 ; Hammel 2014; Chartier 2015].

Comme il a déjà été dit plus haut, une suspension de SiC dans une résine photopolymérisable est très peu réactive aux UV en raison de la forte absorption du SiC dans cette gamme de longueurs d'onde, rendant impossible la construction de pièces SiC par stéréolithographie à partir d'une suspension. En revanche, on commence à voir des travaux sur la fabrication de pièces SiOC, SiBCN et SiC à partir de polymères précéramiques (PDC, pour Polymer Derived Ceramics). Ces précurseurs sont généralement mélangés avec des monomères acrylates, un photo-initiateur UV et éventuellement des inhibiteurs de polymérisation. Lorsque l'impression est terminée, une étape de pyrolyse est nécessaire pour éliminer les organiques et « céramiser » le PDC. Le rendement de céramisation est défini comme étant le rapport entre les masses après et avant pyrolyse (donc après impression). Un rendement élevé est visé. Une limitation est un retrait dimensionnel élevé entre la pièce imprimée et la pièce finale céramique pour ces systèmes contenant une quantité importante d'organiques.

Le **Tableau 1.7** résume quelques travaux récents portant sur la polymérisation de systèmes à base de PDC. Eckel et al. [Eckel 2015], Zanchetta et al [Zanchetta 2015] et de Hazan et Penner [De Hazan 2017] ont réalisé des objets en SiC et en SiOC par stéréolithographie. Li et al. [Li 2018a] et Schmidt et Colombo [Schmidt 2017] ont également fabriqués des pièces à partir de PDC (en SiBCN et en SiOC) en utilisant le procédé DLP. À chaque fois, les pyrolyses ont été effectuées sous gaz neutre, et à des températures comprises entre 900°C et 1500°C. Les meilleures rendement de céramisation sont aux alentours de 60 %, et peuvent être très bas dans

certains cas (20 %). Les retraits sont au minimum à 25 % et au maximum à 70,1 %. Dans toutes ces études, les pièces finales présentent un bon état de surface, ne comportent pas de fissures (en surface ou au cœur) et sont denses. En comparaison avec des céramiques de mêmes matériaux fabriquées par des méthodes conventionnelles, les propriétés thermiques et mécaniques sont similaires.

| Auteurs            | Procédé | Matériau    | Conditions de la pyrolyse      | Rendement de céramisation (%) | Retrait (%) |
|--------------------|---------|-------------|--------------------------------|-------------------------------|-------------|
| Eckel et al.       | SLA     | SiOC        | 1000°C, Argon                  | 58                            | 30          |
| Zanchetta et al.   | SLA     | SiOC        | 1000°C, Azote                  | 51,4                          | 25          |
| Li et al.          | DLP     | SiBCN       | 900°C, 1200°C et 1500°C, Azote | 58                            | 28,5 à 32,1 |
| De Hazan et Penner | SLA     | SiC et SiOC | 1300°C, Argon                  | 20 à 37                       | 35 à 50     |
| Schmidt et Colombo | DLP     | SiOC        | 1000°C, Azote                  | 7,4 à 60,2                    | 42,4 à 70,1 |

**Tableau 1.7 : Résultats d'études récentes sur la photopolymérisation associée aux polymères précéramiques.**

La photopolymérisation de résines comprenant des polymères précéramiques a montré qu'il était possible d'obtenir des pièces céramiques denses avec de bonnes propriétés thermiques et mécaniques. Cependant, même dans le meilleur des cas, le rendement de céramisation et les retraits restent importants. Ces deux aspects sont limitants pour obtenir des pièces dont l'architecture a été optimisée numériquement, comme c'est le cas pour notre démarche. Nous nous sommes donc tournés vers la projection de liant sur lit de poudre, dont quelques réalisations à base de SiC sont décrites dans le prochain paragraphe.

### 1.3.2.3 La projection de liant

La projection de liant est considérée comme une méthode de fabrication en deux étapes : la première consiste à obtenir une pièce en cru par agglomération de particules céramiques par un liant. La seconde porte sur l'application des différents post-traitements afin d'obtenir une céramique dense. Le principal avantage de la projection de liant est la non utilisation de supports quelle que soit la morphologie de l'objet. Le lit de poudre permet de supporter la pièce lors de sa construction. Ses inconvénients sont un mauvais état de surface et une porosité élevée associée à la fragilité des pièces. Ces points seront toutefois amoindris par les post-traitements que nous appliquerons sur les pièces, comme nous le verrons dans le chapitre 3. Les détails du principe de fonctionnement de ce procédé seront également donnés dans le troisième chapitre de cette thèse.

Le procédé de projection de liant sur lit de poudre est un des plus utilisés en fabrication additive. Cependant, malgré ses nombreuses applications, il n'est pas très développé pour les objets à base de SiC.

En 2013, Fu et al. [Fu 2013] ont réalisé plusieurs matériaux architecturés en SiSiC, à partir d'un mélange de poudre de SiC, de Si et de dextrine. L'étude portait sur la variation des propriétés mécaniques lorsque la proportion volumique initiale du mélange de poudre Si/SiC

variait de 10/90 vol% à 100/0 vol% (taux de dextrine égal à 18 vol% par rapport à la composition totale du mélange de poudre). Lorsque la proportion de Si est la plus faible (10 %), les retraits sont les moins importants (environ 1 %). Au contraire, lorsque la proportion de Si est égale à 80 %, les retraits sont les plus importants (environ 4 %), mais restent néanmoins très faibles. La porosité des pièces crues imprimées est supérieure à 40 %.

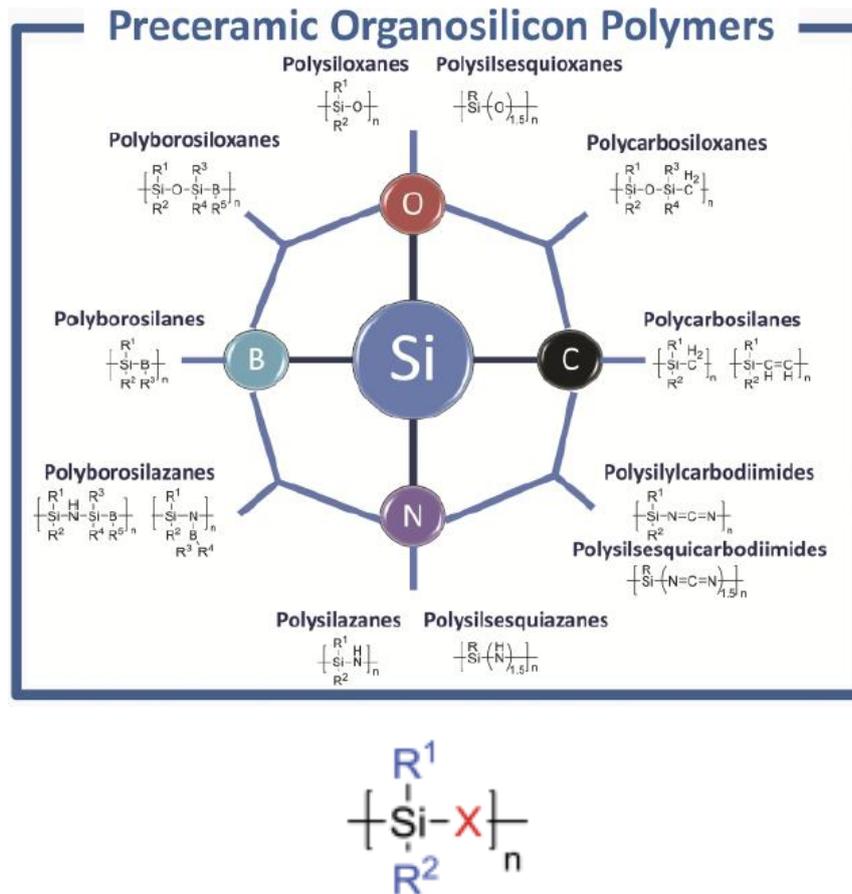
Toujours en 2013, Zocca et al. [Zocca 2013] ont réalisé des structures alvéolaires en SiOC à partir d'un polymère précéramique. Le liant, contenant un catalyseur de polymérisation, est injecté sur le lit de poudre de précurseur pour former la pièce. Celle-ci est ensuite chauffée à 130°C pour la polymériser, puis elle est céramisée à 1200°C sous gaz neutre. La pièce obtenue en SiOC présente des retraits dimensionnels pouvant aller de 19 % jusqu'à 30 % (dépendant des paramètres d'impressions).

Polzin et al. [Polzin 2015] ont élaboré des structures en SiC via un mélange de poudre et de polymère précéramique soluble. La cohésion de la pièce est obtenue grâce à la dissolution partielle du polymère par le liant, agglomérant ainsi les particules de SiC. Un frittage à 2200°C est ensuite réalisé sous argon. Les retraits dimensionnels observés sur les structures sont d'environ 1 %, pour une porosité d'environ 55 %.

Ces quelques études démontrent qu'il est possible de réaliser des objets en SiC ou à base de SiC avec la projection de liant sur lit de poudre. Deux d'entre elles montrent que les retraits dimensionnels peuvent être très faibles, mais avec une porosité élevée. Ces faibles retraits sont la raison pour laquelle nous avons choisi de travailler avec ce procédé additif. Le paragraphe suivant reprend des études sur le précurseur céramique dont nous nous sommes inspirés pour densifier/consolider les pièces céramiques en SiC poreuses et peu cohésives obtenues par le procédé jet de liant.

### 1.3.3 Le précurseur de SiC

Les polymères précéramiques sont des précurseurs qui se transforment en céramique grâce à un traitement thermique qui est réalisé à une température minimale de 800°C ; température qui dépend de la structure et de la composition des polymères. Leur utilisation est très étudiée depuis les 40 dernières années, principalement les polymères dont l'unité monomère contient du silicium lié de façon covalente à l'oxygène (polysiloxane), à l'azote (polysilazane), au bore (polyborosilane) ou encore au carbone (polycarbosilane). Leur formule générale est présentée **Figure 1.17**. Deux paramètres sont importants pour la composition d'un précurseur : le premier est le paramètre X et le second est le groupement composé de R<sup>1</sup> et de R<sup>2</sup>. La composition de la céramique sera déterminée par X (par exemple lorsque X = O, le précurseur sera du polysiloxane et la céramique sera de l'oxycarbure de silicium après traitements thermiques). Les groupes périphériques R<sup>1</sup> et R<sup>2</sup>, apportent de la fonctionnalité au polymère (possibilité de le mettre en forme) et induisent des compositions de phases variées dans la céramique finale [Colombo 2010].



**Figure 1.17 :** Différentes configurations possibles pour un précurseur précéramique organosilicié (haut). Représentation simplifiée de la structure moléculaire d'un précurseur céramique organosilicié (bas) [Colombo 2010].

En vue de notre application, nous allons nous intéresser plus précisément au PolyCarboSilane (PCS) car il permet de former du SiC après céramisation. Il en existe plusieurs types ; la différence entre chacun d'eux réside dans la composition des groupes  $R^1$  et  $R^2$ . Les premiers à avoir synthétisé une céramique SiC à partir d'un polymère précéramique sont simultanément Fritz & Raabe [Fritz 1956] et Yajima et al. [Yajima 1975]. Le procédé utilisé par Yajima et al. est décrit **Figure 1.18** : la réaction chimique d'une molécule  $\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{Cl}_2$  avec du Na permet de recréer une molécule sans atomes de Cl (élimination sous forme de NaCl). Après traitement thermique à  $400^\circ\text{C}$ , la molécule se réarrange et un polymère filable est obtenu. Un dernier traitement thermique sous argon à  $1100^\circ\text{C}$  permet d'obtenir le SiC. Par la suite, différents procédés de synthèse ont permis de préparer des précurseurs polycarbosilanes avec des propriétés physiques finales différentes [Kotani 2003 ; Wang 2012].

Pour notre étude, nous allons utiliser un dérivé du PCS : l'allylhydridopolycarbosilane (AHPCS) (SMP 10, StarFire (USA)) pour les raisons suivantes [Sreeja 2010 ; Yin 2015 ; Zunjarrao 2013] :

- il est liquide à température ambiante, ce qui permet de le manipuler plus aisément,
- en comparaison avec les autres PCS, il possède un meilleur rendement céramique et de densification, un module d'Young plus élevé, une meilleure résistance à

l'oxydation et une plus faible viscosité, il comprend moins de 2% de carbone libre. L'excès de carbone libre entraîne une moins bonne résistance à l'oxydation, une plus faible cristallinité et de moins bonnes propriétés mécaniques par rapport à un matériau sans carbone libre [Sreeja 2010].

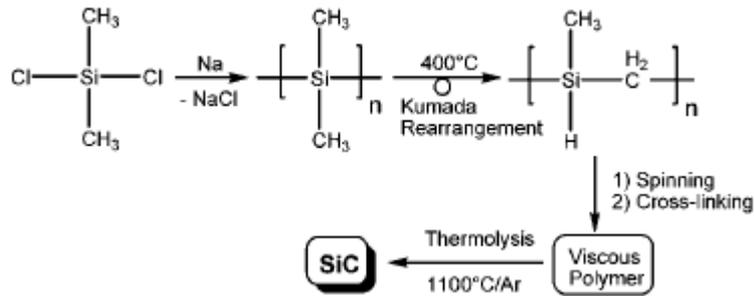


Figure 1.18: Procédé de Yajima [Riedel 2006].

Le SMP-10 a un rapport atomique Si/C très proche de 1, une masse volumique proche de 1 g/cm<sup>3</sup> et a pour formule chimique : [Si(CH<sub>2</sub>CH=CH<sub>2</sub>)HCH<sub>2</sub>]<sub>0,1</sub>[SiH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>]<sub>0,9</sub> (Figure 1.19). Un traitement à 900°C sous atmosphère neutre permet sa transformation en SiC. La Figure 1.20 montre la perte de masse en fonction de la température (ATG) de l'AHPCS sous azote. La perte de masse intervient en trois étapes. De 0°C à 200°C, la perte des oligomères à faible poids moléculaire entraîne une perte de masse de 16%. De 250°C à 375°C, 4% de la perte de masse est due à l'auto-réticulation (hydrosilylation puis déshydrocouplage) liée à la perte du H<sub>2</sub>. Enfin, entre 400°C et 500°C, la perte de 3% est attribuée à la perte du CH<sub>4</sub> [Interrante 1994]. La cristallisation du SiC intervient à partir de 1000°C [Colombo 2010].

Ensuite, l'échantillon traité sous azote a subi une nouvelle pyrolyse sous air afin d'évaluer le taux de carbone libre. Jusqu'à 800°C, la perte de masse enregistrée correspond au taux de carbone libre éliminé par oxydation. Par ailleurs, le gain de masse enregistré à partir de 800°C correspond probablement à l'oxydation du SiC [Sreeja 2010].

Le retrait volumique et le dégagement gazeux du H<sub>2</sub> lors de la pyrolyse sous azote entraînent des fissures et de la porosité (Figure 1.21a). Quatre cycles PIP (Polymer Infiltration and Pyrolysis), où un cycle est défini comme une imprégnation suivi d'une pyrolyse, sont nécessaires pour combler ces défauts (Figure 1.21b).

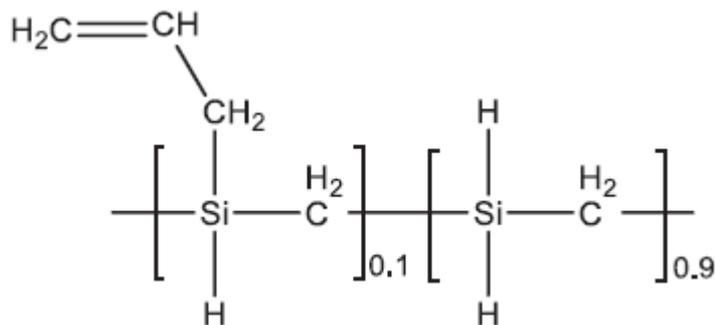


Figure 1.19: Formule chimique du SMP-10 à l'état liquide et à température ambiante [Zunjarrao 2013].

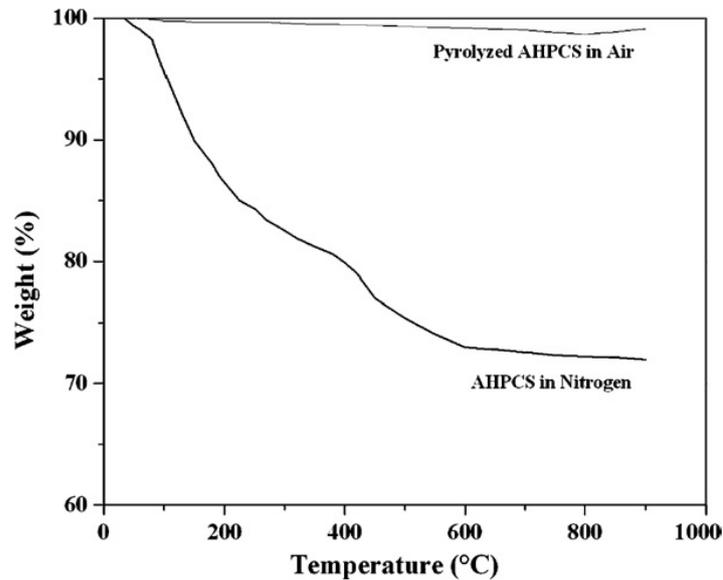


Figure 1.20: Courbe ATG de l’AHPCS sous azote et du même échantillon pyrolysé sous air [Sreeja 2010].

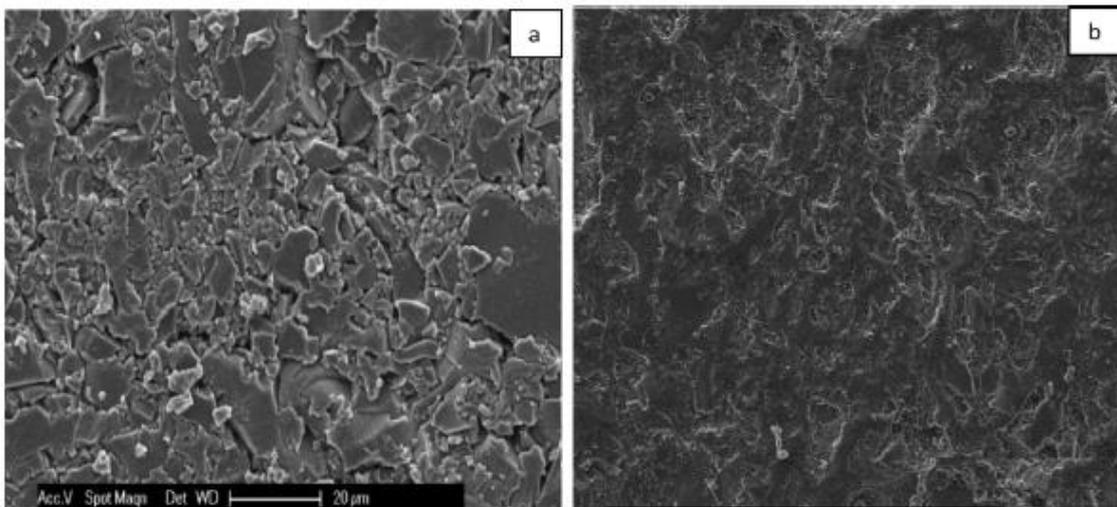


Figure 1.21 : Clichés MEB sur du précurseur de SiC traité sous gaz neutre à 1050°C(a) et sur ce même SiC réinfiltré avec 4 cycles PIP, toujours à 1050°C (b) [Kaur 2014].

Les études concernant l’AHPCS sont principalement orientées vers l’analyse et l’optimisation du procédé, suivi de caractérisations des propriétés thermiques et mécaniques de la pièce obtenue [Zunjarrao 2013 ; Yin 2015 ; Jana 2017 ; Berbon 2001]. Cette dernière peut être un massif ou une mousse, réplique d’une mousse organique imprégnée par ce précurseur et décomposée après pyrolyse [Jana 2016]. Les études sont réalisées avec plusieurs cycles PIP et des températures différentes, afin d’obtenir une pièce dense.

Finalement, pour renforcer des pièces poreuses obtenues par projection de liant avec du SiC, le précurseur céramique AHPCS (ou SMP-10) correspond à nos attentes : son rendement céramique est un des meilleurs du marché et il est de plus, liquide à température ambiante. Ce dernier avantage est extrêmement utile car il simplifie sa manipulation et son infiltration dans une pièce poreuse. Les études montrent que ce précurseur permet, d’une part, d’obtenir après

plusieurs cycles PIP un SiC dont la densité se rapproche d'un SiC massif [Zunjarrao 2013] et, d'autre part, des propriétés matériaux adaptables suivant les températures de traitement.

### 1.3.4 Conclusion

La fabrication additive offre l'avantage, par rapport aux procédés conventionnels, de permettre la fabrication de pièces céramiques de géométries complexes et apporte une grande flexibilité sur les architectures issues par exemple de l'optimisation de propriétés ou de poids.

Il existe différents procédés additifs qui permettent d'imprimer des pièces céramiques, comme la stéréolithographie ou la projection de liant, associées à des post-traitements. Concernant la réalisation d'objets en SiC par impression 3D, le choix est limité par les caractéristiques du matériau (oxydation, décomposition, volatilisation d'espèces (e.g. SiO), absorption dans l'UV). Considérant ces paramètres, le procédé de dépôt de liant sur un lit de poudre SiC a été retenu pour ces travaux de thèse. La pièce en cru, poreuse, est ensuite imprégnée par un précurseur de SiC, le SMP-10, qui offre plusieurs avantages par rapport à nos besoins.

## Conclusion

La production d'électricité à partir d'énergies renouvelables devient un enjeu de plus en plus important pour la sauvegarde de la planète. Actuellement, le taux de production d'énergie « propre » est très faible par rapport au potentiel de production. Mais, ce sujet est porteur et suscite de nombreuses études ainsi que le développement de technologies innovantes. Parmi elles, on peut retrouver les centrales solaires thermodynamiques à tour. Elles sont basées sur la récupération de l'énergie solaire et ont pour principal avantage de présenter un fort rendement par rapport aux autres technologies utilisant la même énergie primaire. Ceci s'explique par leur élément principal, le récepteur solaire 3D, qui permet potentiellement d'obtenir l'effet volumique. Sa structure est alvéolaire, la matrice solide pouvant être en métal ou en céramique. Cette dernière est préférée pour les centrales fonctionnant à haute température (supérieure à 800°C) car sa réfractivité permet une plus forte récupération d'énergie solaire. Un fluide caloporteur traverse le récepteur pour récupérer cette énergie captée par la partie solide. Il peut être de plusieurs types mais pour des raisons liées aux coûts, l'air est utilisé à pression ambiante.

Cette thèse s'inscrit dans le développement de ce type de récepteurs afin de les optimiser en termes de rendement. Cette optimisation prend en considération les orientations issues des résultats expérimentaux obtenus sur des récepteurs déjà conçus et testés. Actuellement, ces derniers sont de type mousse ou canaux parallèles (nid d'abeilles). Leur rendement est limité par leur géométrie :

- Les rayons solaires sont absorbés très rapidement dans la structure et le caractère 3D (effet volumique) du récepteur n'est pas complètement exploité,
- Des points chauds se forment provoquant de fortes contraintes thermomécaniques et par la suite des dégradations importantes (fissures ou zones fondues par exemple),
- De fortes pertes thermiques en face avant sont présentes dues à l'émission par infrarouge.

La recherche de nouvelles structures est donc un enjeu important pour pallier ces limitations. Des outils et modèles numériques doivent être utilisés ou développés pour, d'une part, générer virtuellement des structures et, d'autre part, prédire leur comportement en tant que récepteur d'une centrale solaire à tour. Les résultats vont nous permettre de déterminer quelles sont les meilleures architectures pour améliorer le rendement des récepteurs actuels. Ces architectures seront très certainement de formes complexes et la fabrication additive devient le seul moyen pour les réaliser. Le fait de vouloir fabriquer des pièces en SiC nous limite sur deux choix parmi tous les procédés additifs existants, adaptés aux céramiques. Le premier est la photopolymérisation associée aux polymères précéramiques. Il peut être avantageux en termes de précision mais le rendement céramique est faible et le retrait des pièces après post-traitements est très important. Le second choix, celui que l'on a retenu, est la projection de liant sur lit de poudre. Ce procédé est moins précis, mais il permet de réaliser les pièces que l'on a optimisées numériquement avec une bonne équivalence.



# Chapitre 2

## Optimisation numérique de récepteurs volumétriques

---

## Sommaire du chapitre

|   |            |
|---|------------|
| <b>Introduction.....</b>  | <b>47</b>  |
| <b>2.1 Démarche numérique.....</b>                                      | <b>48</b>  |
| 2.1.1 Boucle d'optimisation .....                                       | 48         |
| 2.1.2 Choix de la discrétisation spatiale .....                         | 49         |
| <b>2.2 Génération de structures virtuelles.....</b>                     | <b>49</b>  |
| 2.2.1 Matériaux à architecture aléatoire .....                          | 50         |
| 2.2.1.1 Les milieux fibreux.....  | 51         |
| 2.2.1.2 Les mousses à porosité ouverte .....                            | 51         |
| 2.2.2 Matériaux à architecture organisée .....                          | 52         |
| 2.2.2.1 Structures treillis .....                                       | 53         |
| 2.2.2.2 Structures cristallines inversées .....                         | 55         |
| 2.2.2.3 Structures TPMS.....  | 57         |
| 2.2.2.4 Structures coniques.....  | 60         |
| 2.2.3 Conclusion .....  | 60         |
| <b>2.3 Lancer de rayons .....</b>                                       | <b>61</b>  |
| 2.3.1 Hypothèses.....   | 61         |
| 2.3.2 Description du code .....   | 61         |
| 2.3.3 Validation numérique.....   | 65         |
| 2.3.3.1 Cas de l'absorption d'un rayon par des sphères .....            | 66         |
| 2.3.3.2 Cas de l'absorption dans des mousses.....                       | 71         |
| 2.3.4 Domaine de validité .....   | 74         |
| <b>2.4 Absorption numérique .....</b>                                   | <b>77</b>  |
| 2.4.1 Hypothèses de simulation .....                                    | 77         |
| 2.4.2 Résultats du lancer de rayons sur des structures virtuelles ..... | 79         |
| 2.4.2.1 Indice de performance .....                                     | 79         |
| 2.4.2.2 Porosité et surface volumique .....                             | 81         |
| 2.4.2.3 Préconisations pour les structures à générer.....               | 84         |
| 2.4.2.4 Optimisation de structures numériques .....                     | 85         |
| <b>2.5 Calculs thermiques couplés conducto-radiatifs.....</b>           | <b>99</b>  |
| 2.5.1 Résolution numérique du champ de température .....                | 100        |
| 2.5.1.1 Démarche analytique de résolution .....                         | 100        |
| 2.5.1.2 L'équation du transfert radiatif .....                          | 101        |
| 2.5.1.3 Le bilan de flux .....  | 104        |
| 2.5.1.4 Conditions aux limites .....                                    | 104        |
| 2.5.1.5 Implémentation et résolution numérique .....                    | 104        |
| 2.5.2 Détermination des propriétés thermophysiques et radiatives .....  | 106        |
| 2.5.3 Comparaisons avec d'autres travaux .....                          | 106        |
| 2.5.4 Approximation des échanges convectifs .....                       | 110        |
| <b>Conclusion .....</b>   | <b>112</b> |

## Introduction

Différents phénomènes physiques interviennent dans les récepteurs volumétriques. L'interaction rayonnement solaire/absorbeur va porter le squelette solide à de très hautes températures induisant un transfert de chaleur couplé conducto-radiatif. À cela, vont s'ajouter des échanges convectifs entre le fluide caloporteur, circulant dans le récepteur, et l'absorbeur. Afin d'appréhender et d'optimiser les performances d'un récepteur, le passage par une démarche numérique peut se révéler très utile. Néanmoins, la complexité de cette dernière peut s'avérer très élevée du fait des couplages existant entre les différents phénomènes physiques.

Dans beaucoup d'études portant sur l'optimisation morphologique de récepteurs, l'approche est dite macroscopique : la morphologie du récepteur est caractérisée par des paramètres globaux (porosité, diamètre moyen des pores, nombre de ppi *etc.*). Cette manière d'aborder les phénomènes permet de simplifier la complexité du problème mais également de réduire le temps de calcul grâce à des relations générales. Les résultats obtenus sont alors liés à l'optimisation de ces paramètres. Ce type d'approche est tout à fait adapté à des récepteurs en forme de mousse, mais elle ne permet cependant pas d'optimiser la géométrie d'autres formes.

L'approche dite microscopique est, quant à elle, plus difficile à mettre en œuvre car la géométrie est discrétisée spatialement (par éléments finis, différences finies, volumes finis *etc.*) et les calculs qui en découlent sont directement liés à cette discrétisation. L'implémentation des modèles physiques et les calculs sont très coûteux en temps, mais cela permet de travailler sur des structures ayant une morphologie quelconque. C'est donc pour cette dernière raison que nous avons choisi d'utiliser une approche de type microscopique pour notre étude. Cela nous permet de ne pas nous limiter aux mousses mais d'étudier toutes autres structures, plus ou moins complexes, permettant d'améliorer les performances d'un récepteur volumétrique. Ne perdons pas de vue que la réalisation de tels objets peut être un frein que le potentiel de l'impression 3D doit nous permettre d'éviter.

Ce chapitre va décrire la démarche numérique qui a été employée pour l'amélioration d'un récepteur volumétrique. Elle se décline essentiellement en deux étapes : une génération virtuelle de structures et une évaluation des performances d'absorption par un calcul de lancer de rayons. La réponse thermique des structures a fait l'objet d'une première étude partielle. Elle s'est ainsi appuyée sur le code de thermique couplé conducto-radiatif, THERMIVOX (développé au laboratoire) et amélioré durant cette thèse. Ce code, présenté dans ce chapitre, a permis d'investiguer la répartition énergétique dans les structures pour commencer à évaluer les conséquences de gradients thermiques plus ou moins importants d'une structure à l'autre. Les aspects fluidiques au sein des structures ont été pris en considération à travers une approche macroscopique et non microscopique, grâce à la connaissance de la surface volumique et de la porosité. Pour des raisons de temps, il n'a pas été possible de coupler THERMIVOX à un autre code de calcul. Au vu des résultats très encourageants obtenus sur les structures finalement réalisées, il apparaît souhaitable de compléter ce travail par une approche numérique incluant le couplage convecto-conducto-radiatif pour poursuivre l'optimisation des structures envisagées.

## 2.1 Démarche numérique

Le but final recherché par la mise en place de cette démarche est d'obtenir une température de fluide en sortie la plus haute possible, dans une ou plusieurs géométries générées virtuellement.

Rappelons que nous ne considérerons que le cas où le récepteur a atteint son régime permanent, c'est-à-dire lorsque le récepteur est à l'équilibre thermodynamique. C'est pour cette raison que la démarche numérique d'optimisation a pu être basée sur un découplage partiel des phénomènes physiques présents dans le récepteur. Grâce à cette simplification, une boucle générale d'optimisation a été mise en place ainsi que des sous-boucles permettant d'effectuer, à certaines étapes, des tris par rapport aux premiers résultats obtenus.

### 2.1.1 Boucle d'optimisation

La boucle d'optimisation générale est composée de trois grandes étapes (**Figure 2.1**). La première consiste à créer une structure alvéolaire virtuelle. Dès lors, des valeurs de la surface volumique (exprimée en  $\text{m}^2/\text{m}^3$  et définie comme étant le rapport de la surface de la structure sur le volume qu'elle occupe) et de la porosité sont obtenues. Ces deux données permettent déjà de rendre compte du compromis évoqué dans l'étude bibliographique vis-à-vis de la recherche d'une forte porosité et d'une surface d'échange élevée. Ensuite, dans une seconde étape, une simulation par un code de lancer de rayons est menée afin de modéliser l'absorption des rayons solaires dans la structure. Un indice de performance, détaillé dans la suite de ce mémoire, est alors calculé à partir de ce résultat. Il est représentatif des caractéristiques de l'absorption dans la structure (pertes en face avant, absorption uniforme et progressive en profondeur, etc.). La troisième étape est la fabrication de la structure par impression 3D, dont la mise en forme et les post-traitements doivent être possibles (épaisseur de ligaments fine, retrait de la pièce de son environnement, tenue mécanique suffisante, accessibilité pour l'infiltration, etc.). Ces trois étapes sont répétées autant de fois que nécessaire afin de trouver des structures optimisées et réalisables pour notre application solaire.

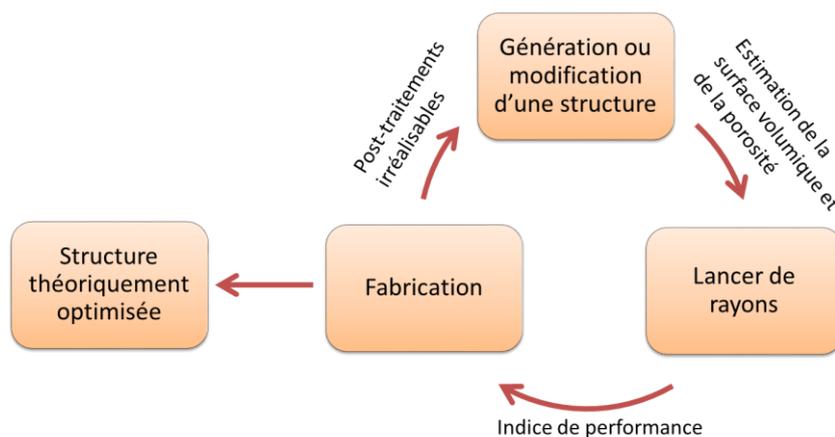


Figure 2.1 : Boucle d'optimisation illustrant la démarche engagée dans ce travail

Cependant, l'ensemble de la procédure n'est pas obligatoirement appliqué à toutes les structures générées. En effet, au cours des différentes étapes, si certains critères ne sont pas satisfaits (surface volumique limitée, faible porosité ou mauvais indice de performance), la procédure s'arrête et la morphologie de la structure est retravaillée ou une nouvelle est créée. Cette approche, sous forme de « sous-boucle », est avantageuse du point de vue du gain de temps.

### 2.1.2 Choix de la discrétisation spatiale

Pour mener ce travail d'optimisation numérique, différents codes de calculs et logiciels ont dû être écrits ou utilisés. Il a donc fallu choisir une discrétisation spatiale cohérente entre eux afin de pouvoir enchaîner les résultats, et tout cela sans devoir changer de type de discrétisation entre deux simulations et en subir les contraintes. Du fait de la complexité morphologique des géométries qui seront traitées, la discrétisation par voxels a été adoptée. En effet, lorsque de telles géométries avec de nombreuses singularités doivent être discrétisées, la création d'un maillage est très contraignante et délicate.

La discrétisation par voxels, quant à elle, a l'avantage de s'implanter facilement. C'est une technique par différences finies où le domaine est composé d'une multitude de cubes juxtaposés, tous de la même taille. Ces cubes se nomment les voxels (par analogie aux pixels en 2D) et chacun d'entre eux est de très petite dimension avec des propriétés matériaux, des propriétés physiques, une température, une absorption *etc.* homogènes. L'hétérogénéité du champ de température ou du champ d'absorption n'est donc pas perceptible à l'échelle du voxel mais à l'échelle de plusieurs voxels ou voire de la structure entière.

## 2.2 Génération de structures virtuelles

Les structures virtuelles voxelisées peuvent être obtenues de deux manières différentes. La première méthode consiste à reconstruire numériquement une géométrie déjà existante, via une tomographie par rayons X. Cette technique est par exemple très utile lorsque des expériences numériques doivent être effectuées sur un matériau déjà fabriqué. Elle ne permet cependant pas de générer des structures innovantes dans le but d'optimiser les performances d'un système. La seconde méthode est quant à elle très adaptée pour ce type de problème : les structures virtuelles sont générées par des outils numériques permettant de créer tous types de géométries aux formes variées. Cette deuxième technique sera donc utilisée pour optimiser les récepteurs volumétriques. Les structures générées seront alors classées en deux grandes catégories :

- Celles à architecture aléatoire,
- Celles à architecture organisée.

Des structures appartenant à ces deux familles seront présentées dans la suite de ce mémoire. En raison de la circulation du fluide dans le récepteur, seules les structures à porosité ouverte seront décrites. Dans la réalité, pour accumuler un maximum de puissance énergétique, les récepteurs volumétriques ont une taille très élevée. En effet, la surface de la face avant est de l'ordre de quelques mètres carrés (généralement la longueur d'un côté se situe entre deux et

trois mètres), tandis que la profondeur est de l'ordre de quelques centimètres, voire dizaines de centimètres. Pour faciliter leur fabrication, ils sont actuellement organisés en modules. Ces derniers ont la même profondeur que le récepteur sur lequel ils vont être installés, mais leur hauteur et leur largeur sont généralement compris entre dix et vingt centimètres. Le récepteur final sera construit par l'assemblage de tous ces modules (**Figure 2.2 (a)**, **Figure 1.6**). Comme nous l'avons vu dans le chapitre 1, la structure des modules d'un récepteur actuel peut être de deux natures différentes : soit c'est une mousse ou soit elle est constituée de canaux parallèles (nid d'abeilles). Dans ces derniers, il peut ressortir un motif élémentaire : le tube à section carré (**Figure 2.2 (b)**). Nous définissons ici un motif élémentaire comme étant une structure périodique qui, par assemblage, reconstituera la structure finale. Les structures que nous allons générer vont s'appuyer sur ce dernier point. Elles seront périodiques suivant la largeur et la longueur d'un plan, et leur profondeur sera celle du récepteur final. Ces structures peuvent donc avoir une architecture ordonnée ou aléatoire, tant que la périodicité sur les deux dimensions du plan est respectée. Cette méthode a l'avantage de générer de petites structures, permettant ainsi la réalisation de calculs précis et réalistes par rapport au récepteur tout entier. Toutefois, elle ne permet pas de prendre en considération les effets de bords et cela implique que les propriétés du flux solaire incident sur toute la face avant du récepteur soient identiques à celles choisies pour l'étude sur un motif.

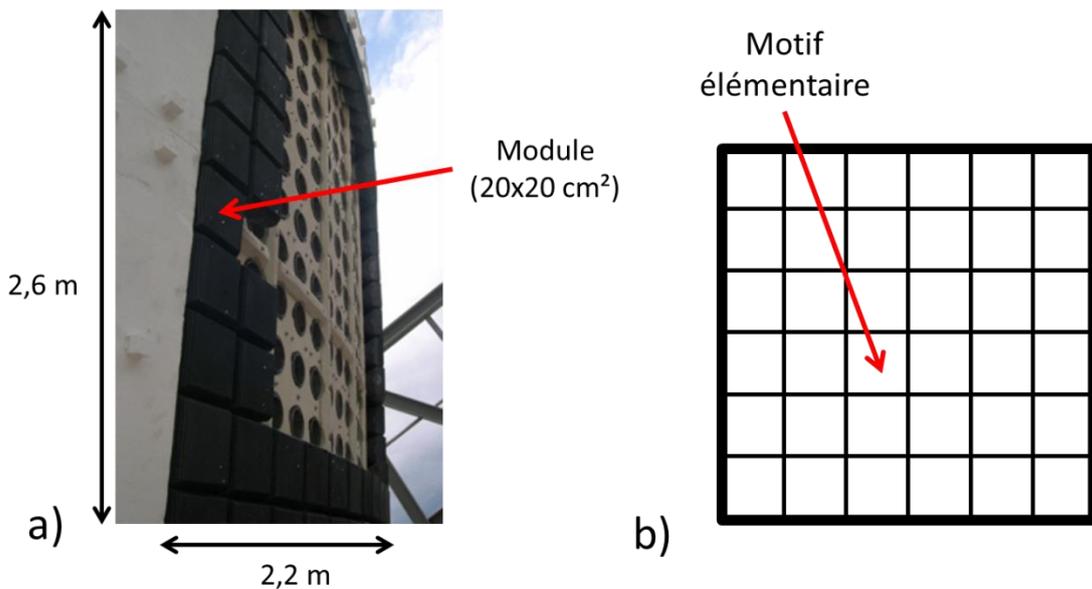


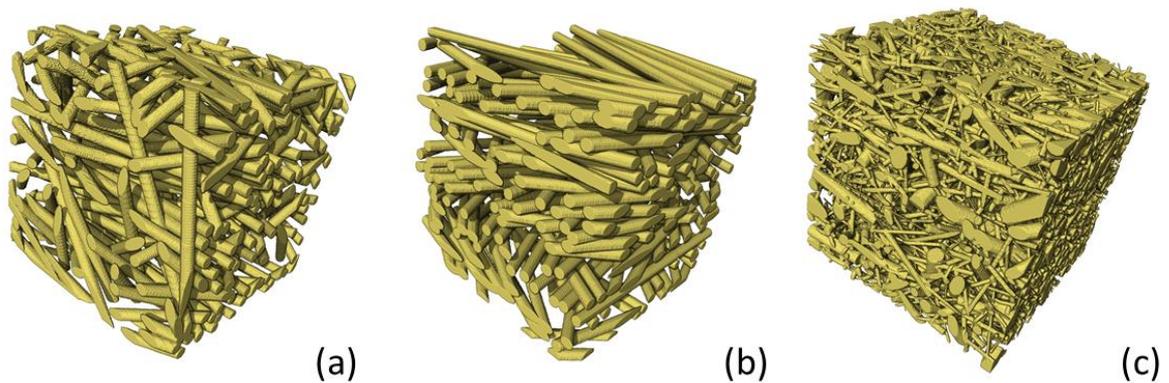
Figure 2.2 : a) Récepteur en cours de construction par assemblage de modules [Hoffschmidt 2003a]. b) Schéma d'un module constituant le récepteur. La structure est de type canaux parallèles, et le motif élémentaire est un tube à section carré.

### 2.2.1 Matériaux à architecture aléatoire

Plusieurs types de matériaux virtuels à architecture aléatoire peuvent très bien représenter les matériaux fabriqués avec les méthodes conventionnelles (milieux granulaires, milieux fibreux ou mousses). Ces milieux virtuels sont créés par dispersions aléatoires d'objets (sphères, fibres *etc.*).

### 2.2.1.1 Les milieux fibreux

Ce type de milieu est créé grâce à la dispersion de cylindres pleins (représentant les fibres) dont le rayon, la position et la courbure sont contrôlés de manière totalement aléatoire, semi-aléatoire ou suivant une loi normale. Le nombre de fibres générées est déterminé par la porosité souhaitée dans le volume dans lequel les fibres sont dispersées. L'interpénétration ou non des fibres est laissée au choix de l'utilisateur. Dans le cas d'une interpénétration, seule la fabrication additive pourra restituer ce milieu. La **Figure 2.3** illustre différents types de milieux réalisés. Ceux-ci peuvent présenter un intérêt important quand il s'agit d'avoir des propriétés fortement anisotropes.



**Figure 2.3** : Exemples de milieux fibreux virtuels. (a) Dispersion aléatoire de fibres de même rayon et sans courbures. (b) Orientation préférentielle des fibres dans un plan. (c) Fibres dont les rayons, les positions et les orientations suivent des lois normales.

### 2.2.1.2 Les mousses à porosité ouverte

Certaines mousses correspondent à une distribution de pores sphériques dans un milieu, comme dans le cas des mousses de polyuréthane. Pour créer ce genre de milieu, des sphères creuses (dont la position et le rayon peuvent suivre une loi normale, uniforme ou complètement aléatoire) sont introduites au fur et à mesure dans le milieu. Le code s'arrête lorsque la porosité souhaitée est atteinte.

La **Figure 2.4** illustre deux milieux de densité équivalentes mais présentant des distributions de tailles de pores différentes.

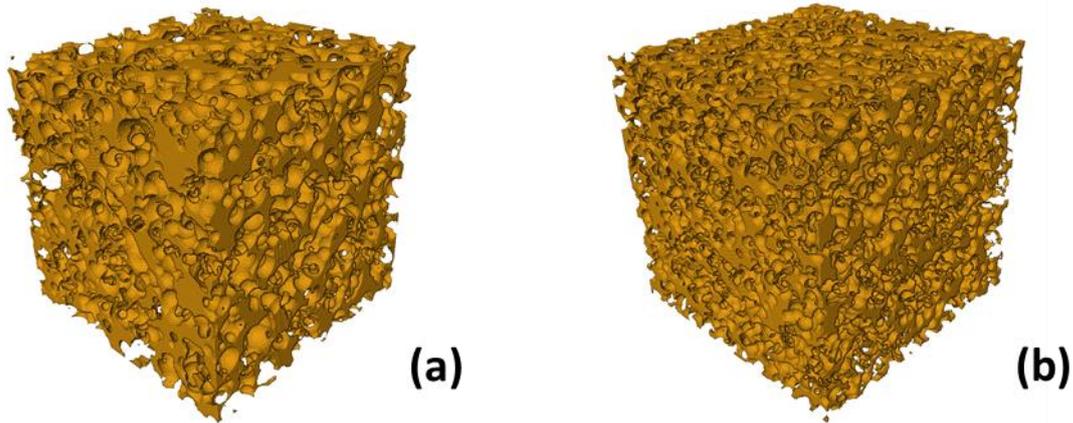


Figure 2.4 : Mousse à pores sphériques. (a) dispersion de sphères dont les rayons suivent une loi normale. (b) dispersion de sphères de même rayon. Les deux mousses ont une fraction volumique de 25%.

Un autre type de mousse peut être créé. Elles sont dites ligamentaires et sont de type mousse de carbone ou mousse métallique. Elles sont générées numériquement par croissance de grains. Ces derniers sont placés aléatoirement dans un milieu et leur rayon grossit jusqu'à rencontrer les rayons des autres grains. À cette étape, un milieu granulaire, correspondant à des cellules de Voronoï, est obtenu (**Figure 2.5 (a)**). La ligne de contact entre trois grains permet alors de réaliser des mousses ligamentaires (**Figure 2.5 (b)**). La porosité finale de la mousse et sa surface volumique sont alors contrôlées par le diamètre des ligaments.

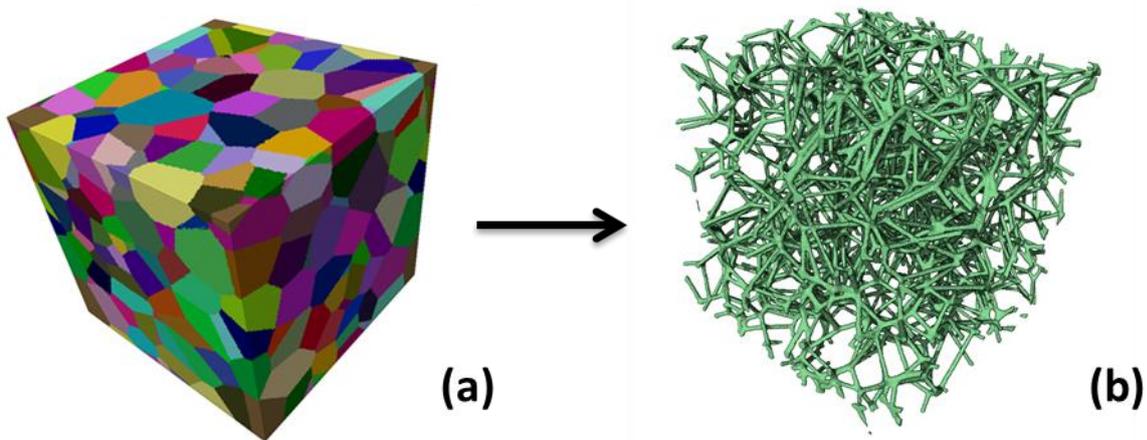


Figure 2.5 : (b) Mousse ligamentaire obtenue après avoir généré un milieu granulaire (a)

## 2.2.2 Matériaux à architecture organisée

Les matériaux à architecture organisée sont tous les milieux dont les composants primaires sont organisés : dans un volume donné, des formes simples (cubes, cylindres, sphères etc.) sont positionnées de manière ordonnées afin de réaliser un motif de base. Celui-ci est alors répété autant de fois que nécessaire dans chaque dimension de l'espace pour réaliser un volume de matière représentatif.

Chacune des formes simples constituant le motif de base est géométriquement paramétrable (rayon, longueur etc.), permettant ainsi de piloter les propriétés microstructurales (porosité, tailles des pores etc.).

Il est aussi important de noter que la liste des milieux ici présentés, bien qu'importante, n'est pas exhaustive. Quasiment n'importe quelle structure est réalisable en théorie.

### 2.2.2.1 Structures treillis

Un outil numérique, développé au sein du CEA Le Ripault, permet de créer des structures treillis virtuelles. Ces dernières se basent sur l'assemblage de barres cylindriques, dont les dispositions peuvent avoir un fort impact sur les propriétés physiques de la structure. Elles sont généralement utilisées pour les applications mécaniques. Toutefois, suivant leur configuration géométrique, elles admettent des surfaces volumiques et des porosités élevées et peuvent donc présenter un intérêt pour notre application.

Il existe plusieurs sous-familles dans les structures treillis. La plus courante est celle basée sur un motif cubique. Ce terme signifie que les barres cylindriques débutent ou finissent sur un des coins du cube. La **Figure 2.6** est une illustration de quelques possibilités de réalisation. Il est possible de créer des barres sur les arêtes du cube (a) ou sur ses faces (d). Afin de renforcer les coins ou de créer des singularités, l'ajout de boules (b) ou de cubes (c) est envisageable. Des barreaux reliant les coins et passant par le centre du motif (f) peuvent aussi ajouter de la rigidité à la structure. Les barres peuvent être rectilignes ou non ((e) et (g)) selon la réponse attendue.

Comme pour les mousses ligamentaires, la fraction volumique du milieu ainsi que la surface volumique vont directement dépendre du rayon des barres (et aussi de celui des sphères ou de l'arête des cubes en coin, s'ils existent), de leur nombre et de leurs positions.

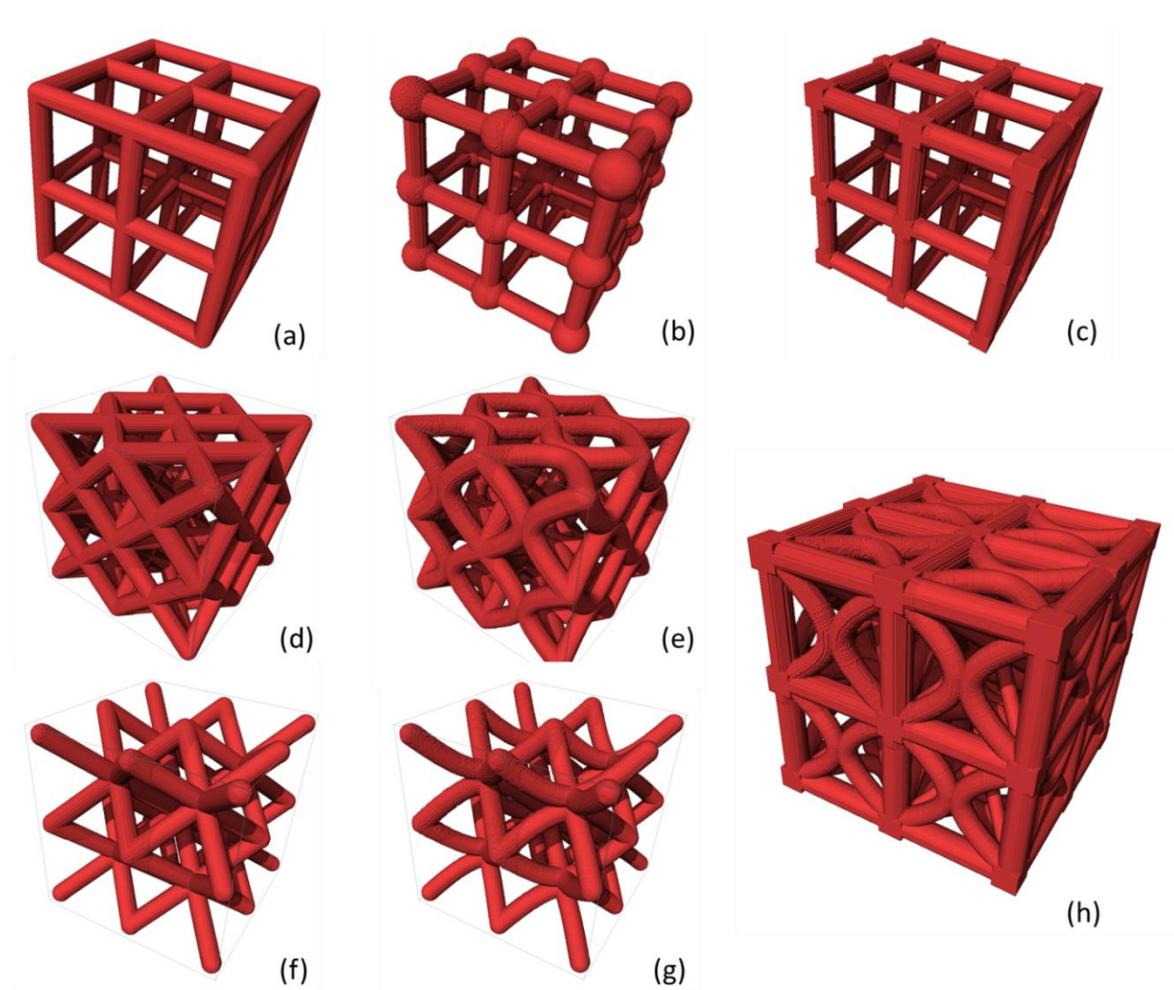


Figure 2.6 : Structures treillis à base cubique. (a) Barres latérales sur le réseau cubique. (b) Ajout de boules aux coins du réseau. (c) Ajout de cubes aux coins du réseau. (d) Barres croisées sur les faces du réseau cubique. (e) Barres courbées sur les faces du réseau cubique. (f) Barres croisées au centre du réseau cubique. (g) Barres courbées vers le centre du réseau cubique. (h) Exemple d'assemblage des barres possible.

Une autre sous-famille de structures treillis est celle des cubiques tronqués. Les barres cylindriques sont positionnées de telle sorte qu'un octogone soit formé sur une face et que le coin du cube soit tronqué pour obtenir un triangle. Ce motif de base est donc composé de six octogones et de huit triangles, comme illustré sur la **Figure 2.7**. Le taux de troncature, exprimé en pourcentage, permet alors de générer des formes différentes. La porosité et la surface volumique de la structure sont encore dépendantes du rayon des barres cylindriques.

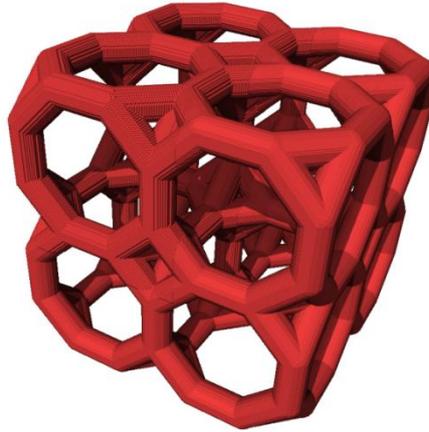


Figure 2.7 : Structure treillis basée sur un assemblage de huit cubes tronqués. Taux de troncature : 60 %.

La dernière sous-famille de structures treillis présentée est celle des octaèdres tronqués. Le motif de base est composé de barres cylindriques, dont leurs positions sont telles qu'un carré soit formé sur les faces du cube et que la troncature des coins forme un hexagone (Figure 2.8). Il est intéressant de noter que lorsque la troncature est à 50 %, le motif correspond à une cellule de Kelvin.

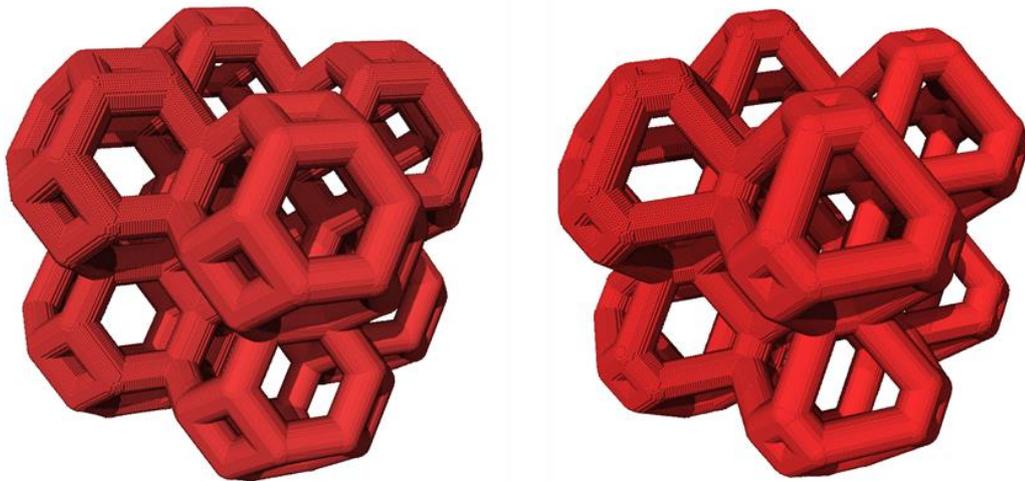


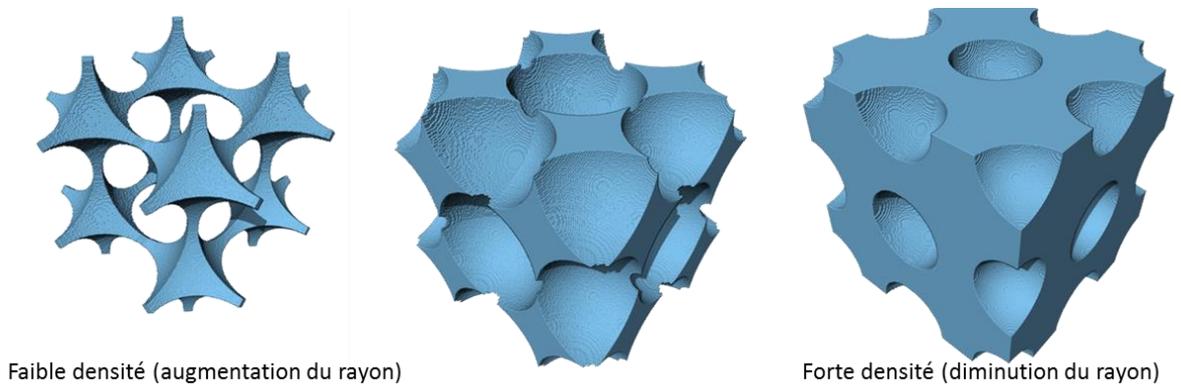
Figure 2.8 : Structure treillis basée sur un assemblage de huit octaèdres tronqués. À gauche, le taux de troncature est de 50 % (cellule de Kelvin) et à droite il est de 70 %.

### 2.2.2.2 Structures cristallines inversées

Les structures cristallines inversées sont issues de réseaux cristallins. Le négatif du réseau est ici considéré : les « atomes » correspondent donc à des pores. La porosité de ces structures est contrôlée par la taille du rayon donnée aux atomes. Toute cette famille peut s'apparenter aux mousses à porosité sphérique. La différence se situe dans le placement initial des sphères représentant la porosité : dans tous les cas, elles sont placées de manière contrôlée. Dans cette sous-partie, quatre exemples de structures de ce type sont présentés. Il en existe évidemment d'autres mais la démarche reste la même pour tous les autres réseaux cristallins possibles.

### Cubique

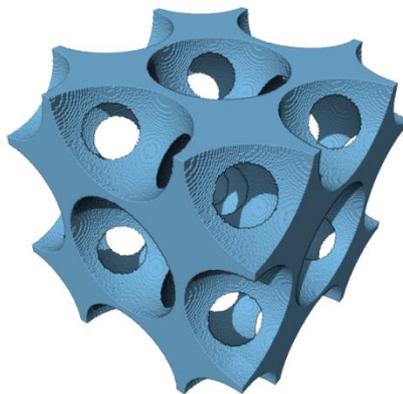
La **Figure 2.9** représente des structures basées sur un « cristal cubique » : chacune des porosités est placée au sommet d'un cube. Pour obtenir une structure poreuse, la taille du rayon doit être suffisamment grande.



**Figure 2.9** : Structures basées sur une répétition de huit cristaux cubiques. Illustration de la variation de densité possible.

### Cubique centrée

Cette structure est quasiment la même que la cubique : les porosités se situent également aux sommets du cube mais une neuvième porosité est inscrite au centre du cube (**Figure 2.10**). Cette dernière permet d'avoir une connectivité inter-pores bien plus importante qu'une microstructure cubique.



**Figure 2.10** : Structure basée sur une répétition de huit cristaux cubiques centrés.

### Cubique faces centrées

Les structures cubiques faces centrées sont issues du cristal portant le même nom : les porosités sont placées aux huit coins du cube et au milieu de ses six faces (**Figure 2.11**).

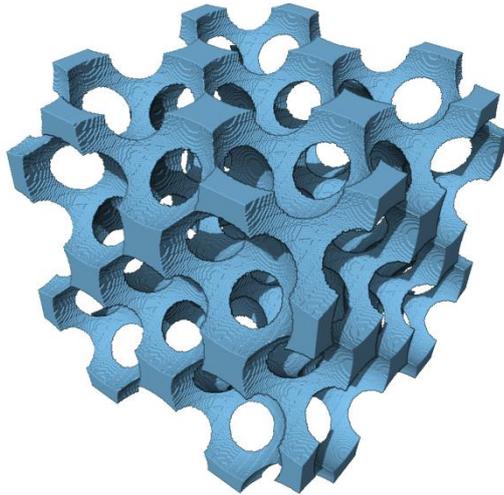


Figure 2.11 : Structure basée sur une répétition de huit cristaux cubiques faces centrées.

### Hexagonale compacte

La **Figure 2.12** montre la réalisation d'une structure basée sur un réseau « hexagonal compact » : les porosités sont placées aux sommets d'un hexagone et deux porosités sont placées dans la hauteur du motif.

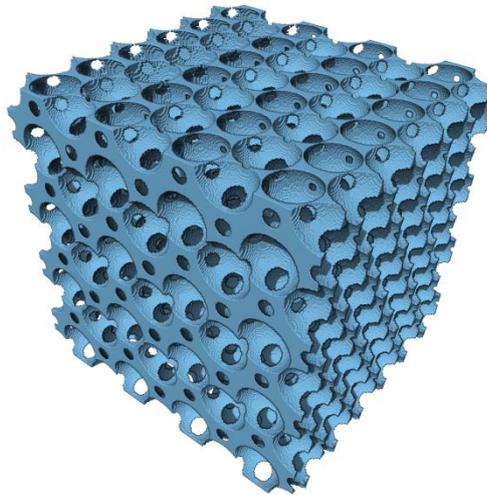


Figure 2.12 : Structure basée sur une répétition de huit cristaux hexagonaux compacts.

### 2.2.2.3 Structures TPMS

Les structures TPMS (acronyme anglais signifiant « Triply Periodic Minimal Surface ») découlent de l'étude mathématique portant sur l'analyse des surfaces minimales. Ces surfaces sont définies comme ayant une courbure moyenne nulle. Cette dernière notion s'explique par la formule suivante :

$$H = \nabla \cdot \vec{n} = 0$$

où  $H$  est la courbure moyenne et  $\nabla \cdot \vec{n}$  est la divergence des normales.

Elle signifie que la surface minimale comprise entre deux éléments et dans un environnement sous contraintes, est la surface, parmi toutes celles possibles, dont l'aire est la plus petite. Par exemple, la surface minimale comprise entre deux cercles et dans un milieu composé d'air est la caténoïde (**Figure 2.13**, réalisable physiquement avec une bulle de savon). Il existe donc une infinité de surfaces minimales (dépendantes des deux éléments et de leur environnement). Cependant, elles ne sont pas forcément périodiques dans les trois dimensions de l'espace.

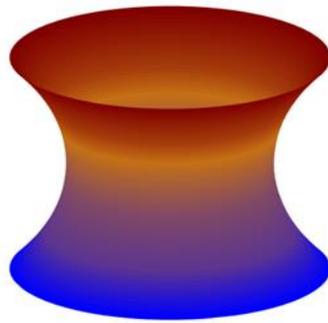


Figure 2.13 : Caténoïde

C'est en 1960 que Schoen, par un raisonnement mathématique, découvrit pour la première fois une TPMS, c'est-à-dire une surface minimale triplement périodique, qu'il a nommé la Gyroïde. Ensuite, d'autres TPMS ont vu le jour, toujours par une approche mathématique et il en existe actuellement une centaine. Il est intéressant de noter, qu'entre temps, la présence de certaines de ces structures a été découverte dans la nature [Hyde 1997], comme par exemple sur les épines d'oursin [Nissen 1969].

Notamment grâce aux travaux de Schnering et Nesper [Schnering 1991], la surface de certaines TPMS a pu être approximée par des équations simples à partir desquelles nous avons pu générer des structures virtuelles. Le **Tableau 2.1** résume le nom de la TPMS et son équation approximée. La **Figure 2.14** illustre les réalisations des TPMS mentionnées dans le tableau. Pour générer une TPMS, la constante  $C$  doit être égale à 0.

| Nom              | Équation approximée  |
|------------------|--|
| <i>D-surface</i> | $\cos(X) \cos(Y) \cos(Z) - \sin(X) \sin(Y) \sin(Z) = C$  |
| <i>Gyroïde</i>   | $\sin(X) \cos(Y) + \sin(Y) \cos(Z) + \cos(X) \sin(Z) = C$  |
| <i>I-WP</i>      | $2(\cos(X) \cos(Y) + \cos(X) \cos(Z) + \cos(Y) \cos(Z)) - (\cos(2X) + \cos(2Y) + \cos(2Z)) = C$  |
| <i>Lidinoïde</i> | $\sin(2X) \cos(Y) \sin(Z) + \sin(2Y) \cos(Z) \sin(X) + \sin(2Z) \cos(X) \sin(Y) - \cos(2X) \cos(2Y) - \cos(2Y) \cos(2Z) - \cos(2Z) \cos(2X) = C$ |
| <i>Neovius</i>   | $3(\cos(X) + \cos(Y) + \cos(Z)) + 4 \cos(X) \cos(Y) \cos(Z) = C$   |
| <i>P-surface</i> | $\cos(X) + \cos(Y) + \cos(Z) = C$  |

Tableau 2.1 : Nom de la TPMS et son équation d'approche associée.  $X = 2\pi x; Y = 2\pi y; Z = 2\pi z$  et  $C$  est une constante.

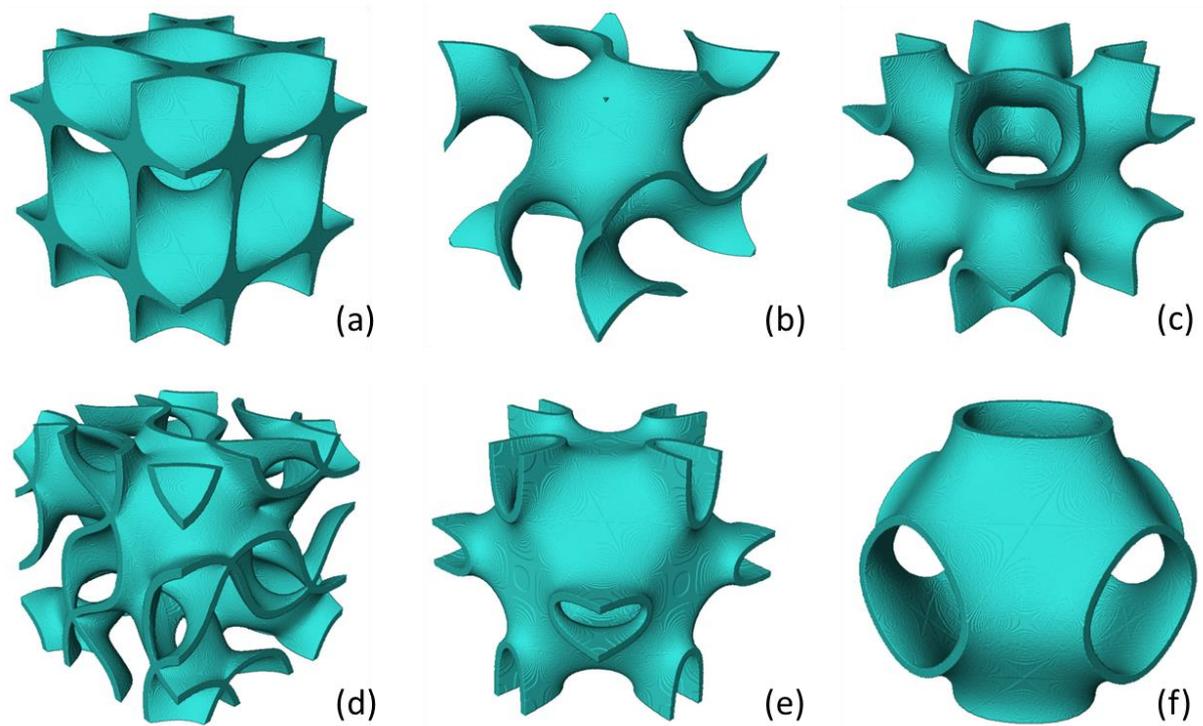


Figure 2.14 : Illustration des six TPMS présentées dans le Tableau 2.1. (a) D-surface. (b) Gyroïde. (c) I-WP. (d) Lidinoïde. (e) Neovius. (f) P-surface.

Lorsque la constante  $C$  n'est pas égale à 0, d'autres formes peuvent être créées. La **Figure 2.15 (a)** représente le cas de la gyroïde pour  $C = 1.2$ . La morphologie devient plus ligamentaire. De plus, la mise au carré de l'équation permet d'obtenir une structure avec deux formes distinctes (**Figure 2.15 (b)**). La première est la même que lorsque l'équation n'est pas au carré et la seconde est complémentaire : elle a la même forme et elle vient s'emboîter dans les porosités.

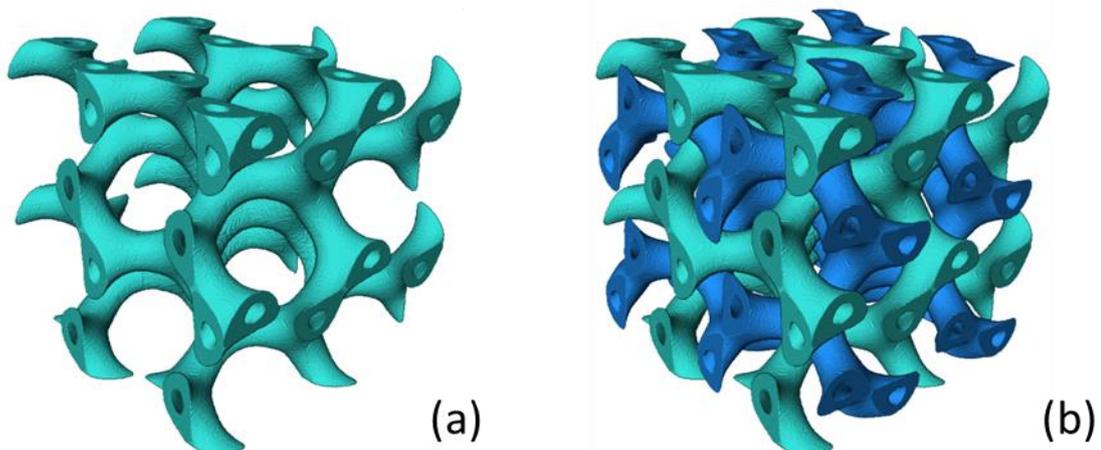


Figure 2.15 : Gyroïdes générées avec une constante  $C = 1.2$  (a) à partir de l'équation décrite dans le Tableau 2.1 et (b) à partir de l'équation au carré.

Pour ce type de structure, l'épaisseur des ligaments est gérée par création de sphères autour des voxels appartenant à la paroi. La porosité est donc très facilement contrôlable grâce au rayon donné à ces sphères.

### 2.2.2.4 Structures coniques

Les structures coniques sont basées sur une dispersion et une orientation organisée de cônes dans l'espace. Pour l'étude des récepteurs volumétriques, ce type de morphologie présente un fort intérêt en raison du gradient de porosité lié à la forme des cônes [Olalde 1985]. La **Figure 2.16** illustre deux exemples de structures coniques possibles et réalisables. Dans les deux cas, les cônes sont reliés par des barres. Cependant, la structure (a) comporte des cônes fins sur un seul étage tandis que la structure (b) admet des cônes beaucoup plus épais mais agencés sur deux niveaux.

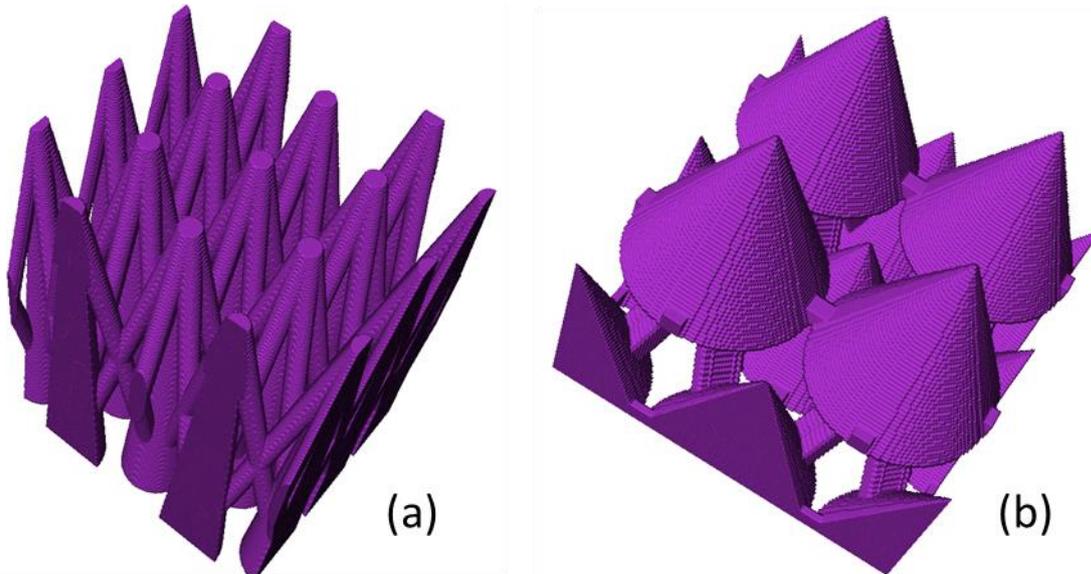


Figure 2.16 : Exemples de structures coniques. (a) un seul niveau de cône dans l'épaisseur et (b) deux étages (la base des cônes du premier étage sont à la même hauteur que les sommets des cônes du second étage).

### 2.2.3 Conclusion

De nombreux outils numériques permettent de générer des structures virtuelles. Parmi celles pouvant répondre à nos besoins, c'est-à-dire les alvéolaires (macroporosité ouverte), on distingue deux familles : celles à architecture aléatoire et celles à architecture organisée.

La première famille, dont les mousses font partie, est présente dans les récepteurs des centrales solaires actuellement en fonctionnement et est donc très étudiée. Leur performance d'absorption du flux solaire n'est pas optimale car celui-ci se produit généralement sur une faible profondeur (de quelques PPI) et leur caractère aléatoire peut engendrer des points chauds. La volonté d'améliorer ces deux points amène à la génération de structures appartenant à la seconde famille. Différentes géométries ont été imaginées et présentées. Toutes les possibilités n'ont pas été exposées car il en existe un nombre très important : le placement, la taille et la nature des formes géométriques de base les composant sont des paramètres qui peuvent varier sur de très grandes plages. Les performances de ces structures, du point de vue de l'absorption du flux solaire, vont être analysées grâce à une simulation par un code de lancer de rayons. Les résultats vont nous permettre de retenir les structures admettant les meilleures performances.

La prochaine partie présente le code de lancer de rayon qui a été développé et dont le but est de nous permettre par la suite de faire le tri des meilleures structures.

## 2.3 Lancer de rayons

La simulation de la trajectoire des rayons est une étape très importante dans l'optimisation des récepteurs volumétriques. Elle permet en effet d'obtenir la répartition de l'énergie solaire absorbée dans la structure. Pour réaliser une telle expérience numérique, un code de lancer de rayons a été développé.

Les paragraphes suivants vont décrire, (i) les hypothèses sur lesquelles le développement du code a été mené, (ii) la description du code et, (iii) les étapes de validation.

### 2.3.1 Hypothèses

Le matériau sur lequel nous avons choisi de travailler (SiC) présente une forte absorptivité dans les longueurs d'ondes du rayonnement solaire et un fort coefficient d'extinction (milieu très opaque). De ce fait, lorsqu'un rayon touche une paroi, la part de l'énergie transmise est négligeable : seules les parts de l'énergie absorbée et de l'énergie réfléchie sont importantes à considérer. Sur cette base, le code de lancer de rayons développé ne prend pas en considération l'énergie transmise. Cette hypothèse, adaptée aux matériaux opaques, à l'avantage de diminuer les temps de calculs et de simplifier le problème.

Comme annoncé dans l'étude bibliographique de ce manuscrit, le matériau est considéré comme optiquement lisse et cette affirmation sera démontrée dans le chapitre 4. De ce fait, les rayons sont réfléchis de manière spéculaire dans le code de calcul. Les rayons respectent donc les lois de l'optique géométrique. Pour cette étude, cette hypothèse est valable puisque la matière en contact avec les rayons lumineux est très grande devant la longueur d'onde de ces rayons. L'angle de réflexion est calculé grâce à la loi de Snell-Descartes.

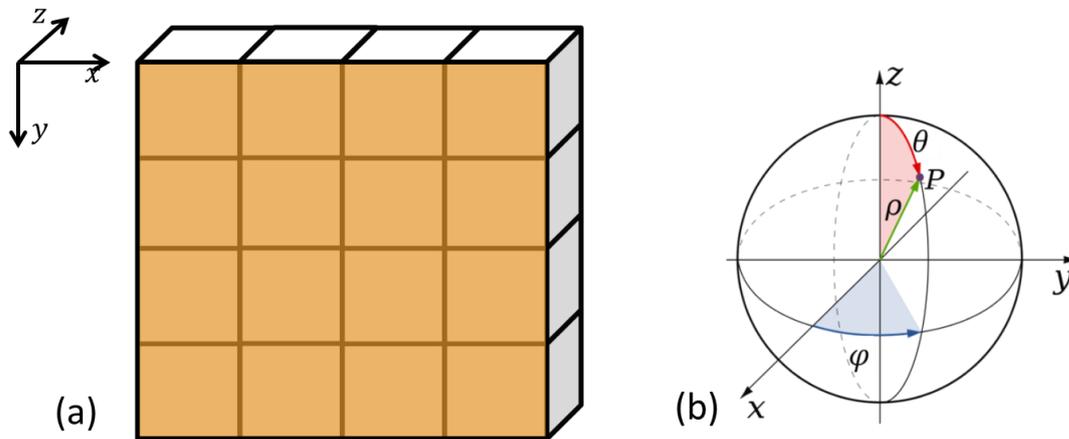
L'air compris dans la structure sera traité comme étant du vide, signifiant ainsi que l'énergie des rayons ne sera pas absorbée lorsqu'ils traverseront les voxels d'air. Cette hypothèse peut se justifier par le fait que l'absorptivité de l'air est faible, même à haute température.

Le récepteur reçoit le flux solaire concentré par le champ d'héliostat, dont l'étendue implique que les rayons solaires peuvent arriver avec plusieurs angles d'incidences possibles. Cette réalité sera prise en considération dans le code de lancer de rayons.

### 2.3.2 Description du code

Le code de lancer de rayons est écrit dans le langage C/C++. Il permet de modéliser la répartition énergétique dans une structure voxelisée suite à une irradiation solaire sur une de ses faces. Pour cela, plusieurs milliers, voire millions, de rayons numériques sont générés. Leurs points de départ initiaux sont tous situés sur la face avant du récepteur (face orangée sur la **Figure 2.17 (a)**), et leurs directions sont déterminées grâce aux deux angles définissant un repère

sphérique (**Figure 2.17 (b)**). Ces deux angles sont choisis en fonction des caractéristiques angulaires de la source lumineuse (éclairage incident de type héliostat, conique, normal...). Pour obtenir une répartition énergétique finale dans la structure, chaque rayon transporte une quantité d'énergie. Si la source lumineuse est homogène, l'énergie de chaque rayon sera identique, mais si ce n'est pas le cas, sa valeur énergétique sera déterminée en fonction de sa position initiale dans la distribution énergétique spatiale de la source.



**Figure 2.17 :** (a) 1<sup>ère</sup> tranche<sup>3</sup> de voxels suivant la profondeur z du récepteur. La face orangée représente la face avant du récepteur et l'ensemble des points de départ initiaux des rayons. (b) Description des angles utilisés pour orienter les rayons.

La **Figure 2.18** est le schéma de principe du code de lancer de rayons. L'étape « génération d'un rayon » est la définition de son point de départ  $(x_0, y_0, z_0)$ , sur la face orangée de la **Figure 2.17 (a)**, et de ses angles initiaux de propagation  $(\theta, \varphi)$ . Le rayon se déplace ensuite rectilignement et sa position dans le repère cartésien est déduite grâce au système d'équations suivant (dans le cas où la face éclairée est perpendiculaire à l'axe Z) :

$$\begin{cases} x = x_0 + r * \sin(\theta) * \cos(\varphi) \\ y = y_0 + r * \sin(\theta) * \sin(\varphi) \\ z = z_0 + r * \cos(\theta) \end{cases} \quad (2.1)$$

où  $r$  est la longueur du vecteur entre le point de départ  $(x_0, y_0, z_0)$  et le point d'arrivée  $(x, y, z)$ .

<sup>3</sup> Dans ce mémoire, une tranche est composée de tous les voxels ayant la même coordonnée suivant la profondeur z.

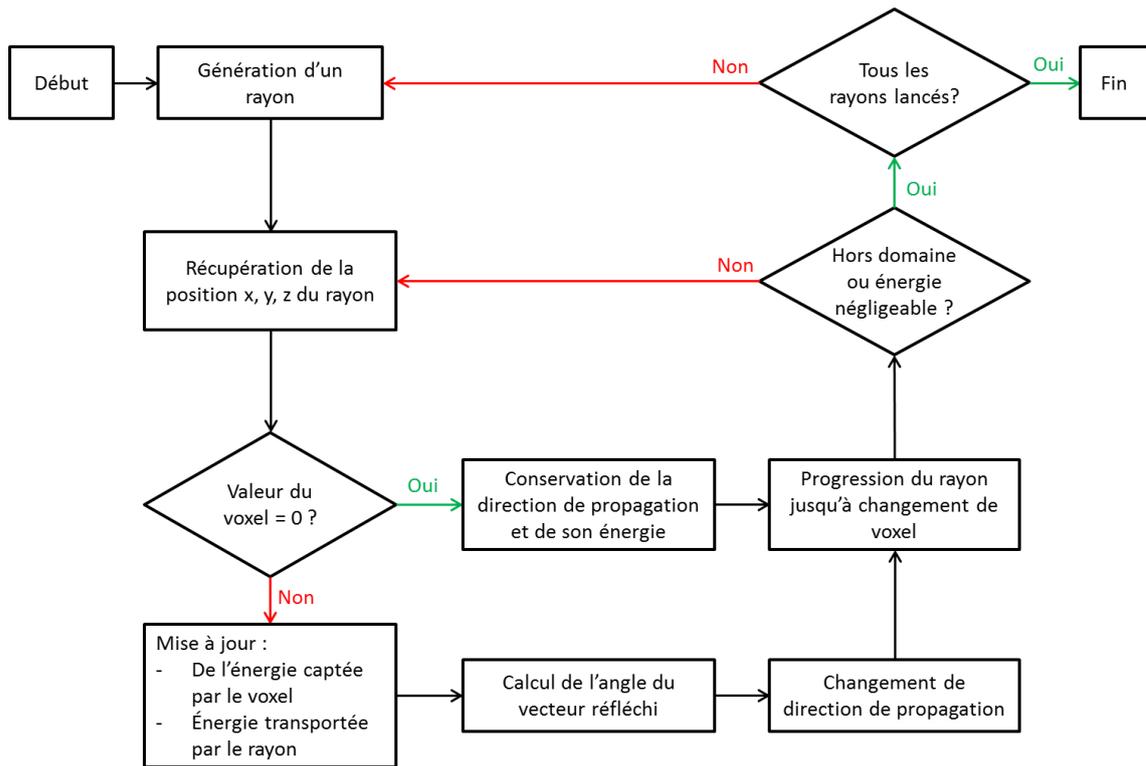


Figure 2.18 : Schéma de principe du code de lancer de rayons développé.

Initialement,  $r$  vaut 0 et c'est ce paramètre qui va être incrémenté pour faire progresser le rayon. À chaque variation de  $r$ , la position du rayon  $(x, y, z)$  est récupérée grâce au système d'équations (2.1). La valeur du voxel associée est alors regardée.

- Si cette valeur vaut 0, le rayon garde la même trajectoire et la même énergie puisqu'il est dans un voxel correspondant à du vide.
- Si cette valeur est différente de 0, un voxel correspondant à une paroi est touché. Ce dernier absorbe une partie de l'énergie du rayon, dépendant de l'absorptivité du matériau constituant le voxel. Le reste de l'énergie est transportée par un nouveau rayon dont le calcul de la direction est décrit ci-dessous. La position initiale  $(x_0, y_0, z_0)$  devient celle du voxel touché et  $r$  redevient nul.

La direction du nouveau rayon, de vecteur directeur unitaire  $\vec{R}(r_x, r_y, r_z)$ , après réflexion sur un voxel de paroi de normale  $\vec{N}(n_x, n_y, n_z)$ , est calculée de la manière suivante :

$$\begin{cases} r_x &= d_x(-n_x^2 + n_y^2 + n_z^2) - 2n_x(d_y n_y + d_z n_z) \\ r_y &= d_y(n_x^2 - n_y^2 + n_z^2) - 2n_y(d_x n_x + d_z n_z) \\ r_z &= d_x(n_x^2 + n_y^2 - n_z^2) - 2n_z(d_x n_x + d_y n_y) \end{cases} \quad (2.2)$$

où  $\vec{D}(d_x, d_y, d_z)$  est le vecteur directeur du rayon incident.

La normale  $\vec{N}$  d'un voxel de paroi est calculée avant le lancement des rayons, grâce à un filtre de Sobel. Pour cela, on applique tout d'abord un flou Gaussien sur la structure de base. Ce

dernier consiste à attribuer à tous les voxels une valeur entre 0 et 255. Pour chaque voxel, cette valeur est une moyenne de l'ensemble des valeurs initiales des voxels l'entourant (dont le nombre à considérer est défini par la valeur du rayon de la sphère virtuelle englobant le voxel sur lequel elle est centrée et son proche voisinage), calculée à partir d'une loi gaussienne dépendante de la distance (**Figure 2.19**). Plus le rayon de la sphère virtuelle choisi est grand, plus le flou sera important et plus l'image sera moyennée. Grâce à cette image floutée, un gradient suivant les trois dimensions de l'espace peut être défini pour chaque voxel du milieu : c'est le filtre de Sobel.

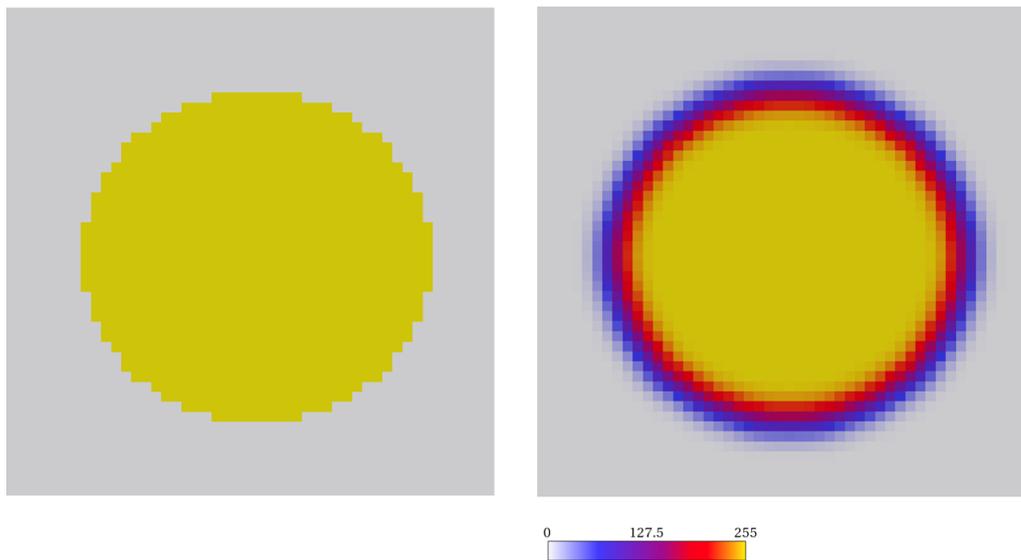


Figure 2.19 : Exemple d'application du flou Gaussien en 2D sur un disque. A gauche, image initiale et à droite, image floutée par un flou Gaussien.

Pour en revenir à la progression du rayon lumineux,  $r$  est ensuite incrémenté et la position  $(x, y, z)$  du rayon est mise à jour. À ce stade, une vérification est effectuée pour déterminer si le rayon a atteint un des six bords du domaine. Si c'est le cas, alors deux possibilités sont envisagées :

- Soit c'est un bord avec une condition « libre », le rayon sort alors du domaine ;
- Soit c'est un bord avec une condition périodique, le rayon sorti est alors replacé sur le bord opposé avec la même énergie et la même direction.

Le premier cas de figure correspond aux faces avant et arrière de la structure. Du point de vue du récepteur à une échelle macroscopique, si le rayon sort par la face avant, alors l'énergie qu'il transporte est une perte par réflexion. De même, s'il sort par la face arrière, l'énergie qu'il transporte est une perte par transmission. Le second cas évoqué est en rapport avec le type de structure que l'on génère. En effet, nous avons vu dans la partie précédente que les structures sur lesquelles nous allons travailler sont périodiques sur au moins deux dimensions pour limiter le domaine d'étude.

Si le rayon n'a pas atteint un bord, une nouvelle boucle est réalisée en suivant les mêmes étapes que celles décrites précédemment. Elle s'arrête lorsque le rayon sort du domaine par un bord « libre » ou lorsque l'énergie transportée est inférieure à une valeur seuil, définie comme étant dix mille fois inférieure à l'énergie initiale du rayon. Ensuite, un nouveau rayon est généré

et le même processus est engagé. Le code se termine lorsque tous les rayons ont été lancés. On peut noter par ailleurs que le code de calcul a été parallélisé pour gagner en temps de calcul.

Les résultats du code de lancer de rayons sont alors les suivants :

- Un fichier contenant l'énergie absorbée par chaque voxel (en pourcentage par rapport à l'énergie incidente de la source lumineuse) et représentant ainsi la répartition spatiale de l'absorption dans la structure,
- Le calcul de l'énergie perdue en face arrière de la structure,
- Le calcul de l'énergie perdue en face avant de la structure.

Ces trois données sont essentielles pour l'analyse, suite à une irradiation solaire, du comportement énergétique des structures générées. Les énergies perdues en face avant et en face arrière renseignent, du point de vue macroscopique, sur la réflectivité et la transmissivité du récepteur. Le fichier contenant l'énergie absorbée par chaque voxel permet de déterminer la capacité du récepteur à absorber progressivement le flux en profondeur. En effet, une fois que ce fichier est écrit, pour une tranche de profondeur  $p$ , la somme de l'énergie de tous les voxels  $A(p)$  la composant est calculée. Ensuite, l'intensité du flux incident transmis dans la profondeur  $p$ ,  $I(p)$ , est obtenue par la formule suivante :

$$I(p) = I_0 * \left(1 - \sum_1^p A(p) - P_{FA}\right) \quad (2.3)$$

où  $P_{FA}$  est la valeur de l'énergie perdue en face avant et  $I_0$  est la valeur du flux incident.

La courbe obtenue sera alors significative de l'absorption uniforme en profondeur du flux incident ou pas (plus elle sera linéaire, meilleure sera l'uniformité de l'absorption).

### 2.3.3 Validation numérique

Avant de pouvoir utiliser avec fiabilité le code de lancer de rayons écrit, il est nécessaire de mener une démarche de validation. Celle-ci s'appuiera sur des cas de fortes et faibles absorptivités du squelette solide et des angles incidents variables. Pour cela, la validation sera effectuée en deux étapes. Dans un premier temps, une comparaison avec une résolution semi-analytique de l'absorption d'un rayon lumineux par des sphères est réalisée. L'absorptivité des sphères sera faible (0,3) pour évaluer les capacités du code à représenter les phénomènes liés aux réflexions multiples dans le milieu et, afin de valider l'impact des angles incidents, ceux-ci varieront entre 0 et 60°. Dans un second temps, une comparaison du coefficient d'extinction global obtenu numériquement avec celui obtenu expérimentalement sur des mousses de SiC sera réalisée. Cette dernière étape sera effectuée avec une absorptivité forte pour la partie solide (0,9) et un angle d'incidence perpendiculaire à la face avant, mais aura l'avantage de comparer les résultats du code de lancer de rayons avec des essais expérimentaux. Pour chacun des deux cas, le nombre de rayons lancés lors de la simulation sera d'environ deux millions. Les domaines où sont allouées les structures seront cubiques et ils comporteront 1600 voxels par côté. Nous démontrerons que cette configuration est suffisante pour atteindre le régime asymptotique de convergence des calculs dans la sous partie « **2.3.4 Domaine de validité** ».

### 2.3.3.1 Cas de l'absorption d'un rayon par des sphères

L'étude de l'intersection d'un rayon avec une sphère est très rapide en raison de sa simplicité. Ce problème peut être résolu analytiquement par une approche géométrique. De plus, le calcul de la réflexion spéculaire entre le rayon et la sphère s'effectue de manière quasi immédiate en raison de la connaissance théorique de la normale à la sphère en n'importe quel point. Dans cette partie, les résultats obtenus par le code de lancer de rayons et ceux obtenus par cette résolution mathématique seront comparés. Plusieurs angles d'incidences pour une faible absorptivité du milieu (0,3) seront testés.

#### Résolution mathématique

On considère une sphère de centre  $O_S$  et de rayon  $R$  placée dans un repère cartésien et un rayon d'origine  $O_R$  et de direction  $\vec{D}$  (vecteur unitaire) se propageant dans le même repère cartésien que la sphère. La **Figure 2.20** montre les notations utilisées pour la résolution mathématique.

La position  $P$  du rayon est définie par :

$$\overrightarrow{O_R P} = d\vec{D} \quad (2.4)$$

où  $d$  est la distance depuis l'origine  $O_R$  en suivant la direction  $\vec{D}$ .

Les deux intersections entre la sphère et le rayon sont donc définies par :

$$\overrightarrow{O_R P_0} = d_0\vec{D} \quad (2.5)$$

$$\overrightarrow{O_R P_1} = d_1\vec{D} \quad (2.6)$$

Pour notre étude, seule l'équation (2.5) sera retenue. En effet, une fois que le rayon a touché la sphère, l'énergie qu'il transporte sera soit absorbée, soit réfléchi via un nouveau rayon. La deuxième intersection n'a donc aucun intérêt pour ce type de modélisation. Le calcul de  $d_0$  s'effectue par des calculs géométriques. Dans un premier temps, l'application du théorème de Pythagore donne :

$$d_a^2 + a^2 = L^2 \quad (2.7)$$

$L$  se calcule facilement puisque l'origine du rayon et le centre de la sphère sont connus.  $d_a$  se calcule par le produit scalaire entre  $\overrightarrow{O_R O_S}$  et  $\vec{D}$  car  $d_a$  est la projection du vecteur  $\overrightarrow{O_R O_S}$  sur la ligne définie par le vecteur  $\vec{D}$ . Si ce résultat est négatif, alors le rayon ne croisera jamais la sphère car le vecteur  $\overrightarrow{O_R O_S}$  et le vecteur  $\vec{D}$  ont une direction opposée. Finalement, le calcul de  $a$  est le suivant :

$$a = \sqrt{L^2 - d_a^2} \quad (2.8)$$

En observant la **Figure 2.20**, on peut déjà noter que si  $a > R$ , alors le rayon et la sphère n'ont aucun point d'intersection.



Finalement, le calcul de  $l$  est le suivant :

$$l = \frac{N_x - O_x}{d_x} \quad (2.14)$$

Le calcul de la distance  $\|\overrightarrow{O_R Q}\|$  où  $Q$  appartient aux cinq autres faces de la boîte se généralise aisément grâce à la formule (2.14). Pour un plan perpendiculaire à l'axe  $\vec{i}$  (avec  $\vec{i} = \vec{x}, \vec{y}$  ou  $\vec{z}$ ), il suffit de remplacer :

- $N_x$  par la coordonnée du plan suivant l'axe  $\vec{i}$  (donc 0 ou  $N_i$ )
- $O_x$  par la coordonnée du point  $O_R$  suivant l'axe  $\vec{i}$
- $d_x$  par la composante du vecteur  $\vec{D}$  suivant l'axe  $\vec{i}$

Toutes les intersections, que ce soit entre le rayon et une sphère ou entre le rayon et le volume enfermant la sphère sont maintenant connues. Pour déterminer quel est le premier élément touché par le rayon, il suffit de trouver la distance minimum parmi toutes celles qui sont strictement positives. En effet, si la distance est négative, l'intersection avec l'élément est à l'opposé du sens du rayon. Une fois qu'un élément est trouvé, deux cas sont possibles :

- le rayon a touché une face de la boîte. Si cette dernière est celle d'où partent les rayons ou son opposée, le rayon est sorti du domaine et un nouveau rayon est généré. Si c'est une des quatre autres, alors le rayon est transposé sur la face opposée avec la même direction (conditions aux limites périodiques).
- Le rayon a touché une sphère. Celui-ci est alors réfléchi de manière spéculaire. Sa nouvelle origine est le point  $P$  et sa direction est calculée grâce à la loi de Snell-Descartes et la connaissance de la normale de la sphère au point  $P$ .

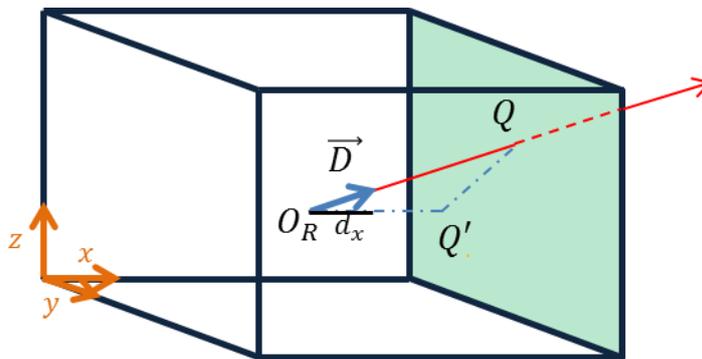


Figure 2.21 : Schéma des notations utilisées pour calculer l'intersection entre une boîte et un rayon.

La structure étudiée pour cette validation est un ensemble de dix-huit sphères qui ne s'enchevêtrent pas et dont la position et le rayon sont choisis aléatoirement (**Figure 2.22**). C'est une géométrie 3D périodique qui peut rappeler des particules sphériques métalliques emprisonnées dans du verre transparent au rayonnement solaire.

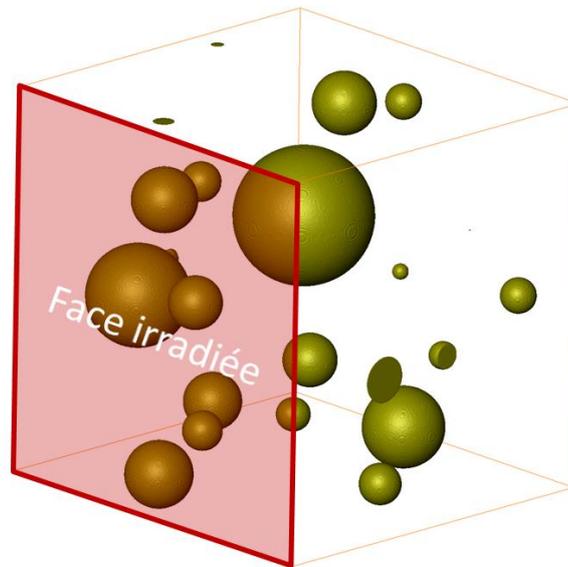


Figure 2.22 : Structure étudiée pour la validation du code de lancer de rayons par la méthode semi-analytique.

La méthode semi-analytique a été programmée sous Matlab. Un million de rayons sont générés (la Figure 2.23 montre que ce nombre est suffisant pour atteindre des résultats stables) et leurs positions initiales sont réparties de manière homogène sur la face indiquée en rouge sur la Figure 2.22. Leurs orientations sont toujours déterminées grâce aux angles définissant un repère sphérique (Figure 2.17 (b)). Contrairement à notre code de lancer de rayons développé, les rayons ne sont pas suivis position par position. Pour chaque rayon et à chaque itération, les intersections de ce rayon avec les dix-huit sphères et avec les six faces du volume sont calculées. La plus petite distance strictement positive est retenue.

Si elle correspond à une intersection avec une des sphères, 30 % de l'énergie du rayon est déposée (car l'absorptivité est de 0,3) et le reste est réfléchi via un nouveau rayon. La nouvelle origine de ce rayon est le point d'intersection et sa nouvelle orientation est définie par la connaissance de la normale à la sphère et grâce au système d'équations (2.2).

Si la plus petite distance est une des quatre faces dont la condition à la limite est la périodicité, le rayon a comme nouveau point d'origine son opposé sur la face parallèle. Il a la même orientation et il ne perd pas d'énergie.

Enfin, si la plus petite distance est une des deux faces libres, le rayon sort du domaine. Le programme se termine lorsque tous les rayons ont été lancés. Un fichier contenant la répartition énergétique dans la structure est alors créé.

Différentes données sont comparées pour valider le code de lancer de rayons. La première est l'absorption énergétique globale  $A$ , c'est-à-dire le rendement défini par :

$$A = \frac{\text{énergie totale absorbée}}{\text{énergie incidente}} \quad (2.15)$$

L'énergie totale absorbée est la somme de toutes les absorptions comprises dans le fichier de sortie. L'énergie incidente, correspondant à la source lumineuse, est la somme des énergies de chaque rayon avant qu'il ne soit lancé.

La seconde donnée est le maximum de la différence entre la transmission du flux incident issue du code semi-analytique et celle issue du code de lancer de rayons (en pourcentage). Au total quatre comparaisons ont été effectuées correspondant à quatre paires d'angles d'incidence différents.

Le **Tableau 2.2** indique les valeurs de l'absorption énergétique globale calculées par les deux codes de calcul. Le **Tableau 2.3** montre les valeurs des écarts relatifs entre le maximum de la différence entre les deux courbes de transmissions issues des codes.

| Angles (°) |        | Semi-analytique<br>1 million de rayons | Simulation<br>2,56 millions de rayons |
|------------|--------|--|---------------------------------------|
| $\theta$   | $\phi$ | Code Matlab                            | Code de lancer de rayons              |
| 0          | 0      | 11,84                                  | 11,85                                 |
| 20         | 60     | 12,74                                  | 12,86                                 |
| 60         | 20     | 21,88                                  | 21,92                                 |
| 60         | 60     | 21,15                                  | 21,21                                 |

Tableau 2.2 : Comparaison des résultats du calcul de l'absorption énergétique globale  $A$ , réalisé par les deux codes de lancer de rayons pour plusieurs valeurs d'angles initiaux et avec une absorptivité de 0,3.

| Angles (°) |        | Écart relatif (%) |
|------------|--------|-------------------|
| $\theta$   | $\phi$ |                   |
| 0          | 0      | 0,04              |
| 20         | 60     | 0,14              |
| 60         | 20     | 0,31              |
| 60         | 60     | 0,27              |

Tableau 2.3 : Écarts relatifs entre le maximum de la différence entre la transmission du flux incident issus de deux codes, pour quatre cas d'angles d'incidence différents.

Pour différents angles, les valeurs obtenues entre le code de lancer de rayons développé et celles obtenues par résolution mathématique d'un rayon avec une sphère/volume cubique sont très proches. Ils démontrent ainsi la validité du code écrit pour des angles d'incidences variables et des faibles absorptions, où les réflexions multiples sont importantes.

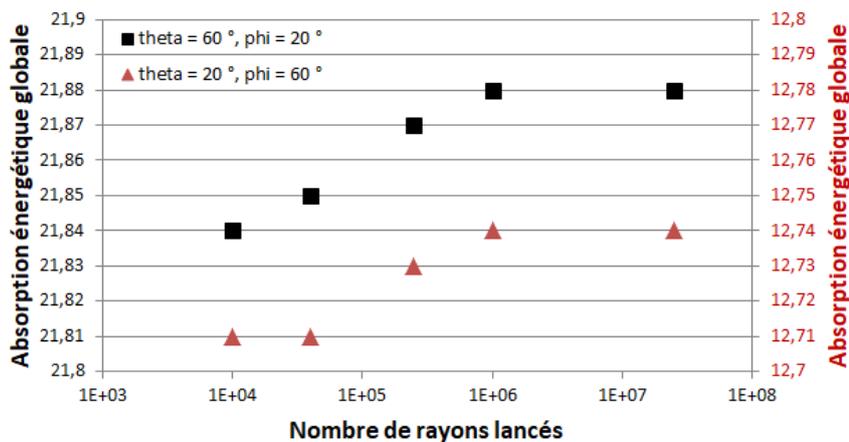


Figure 2.23 : Absorption énergétique globale  $A$  en fonction du nombre de rayons lancés pour deux cas différents.

Maintenant que nous sommes assurés d'avoir des résultats cohérents lorsque l'absorption est faible et lorsque les angles d'incidence ne sont pas nécessairement normaux à la

face avant du récepteur, il convient de valider le code de lancer de rayons en se rattachant à des résultats expérimentaux.

### 2.3.3.2 Cas de l'absorption dans des mousses

Les mousses et leurs propriétés optiques ont été très étudiées afin de pouvoir émettre une relation empirique entre le coefficient d'extinction global de la mousse et ses paramètres géométriques (porosité et diamètre moyen de pore). Parmi ces études, les relations les plus retrouvées dans la littérature sont celles de Dietrich et al. [Dietrich 2014], Hsu et Howell [Hsu 1992], Zhao et Tang [Zhao 2016] et Hendricks et Howell [Hendricks 1996], et sont respectivement définies par :

$$\beta = \frac{1,3}{d_{window}} (1 - \varphi)^{\frac{1}{3}} \quad (2.16)$$

Si  $d_{window} \in [0,5 \text{ mm} ; 4 \text{ mm}]$  et  $\varphi \in [0,75 ; 0,85]$

$$\beta = \frac{3}{d} (1 - \varphi) \quad (2.17)$$

Si  $d > 0,6 \text{ mm}$

$$\beta = \frac{12,64}{d^{0,79}} (1 - \varphi)^{0,7} \quad (2.18)$$

Si  $d \in [0,3 \text{ mm} ; 7 \text{ mm}]$  et  $\varphi \in [0,75 ; 0,95]$

$$\beta = \frac{4,8}{d} (1 - \varphi) \quad (2.19)$$

Si  $d \in [0,6 \text{ mm} ; 2,0 \text{ mm}]$  et  $\varphi = 0,8$

$\beta$  est le coefficient d'extinction,  $d_{window}$  est le diamètre moyen des cellules, défini par des mesures au microscope et  $\varphi$  est la porosité.

La première formule, équation (2.16), est plutôt adaptée à des mousses composées de matériaux céramiques variés (alumine, mullite, SiC). L'erreur d'approximation, entre la formule et les données expérimentales obtenues sur des mousses de ces matériaux, peut aller jusqu'à 30 %. Cette erreur est induite par le fait que l'absorption du matériau n'apparaît pas dans la formule empirique.

La formule (2.17) est déduite de données expérimentales sur des mousses de  $\text{ZrO}_2$ , dont le nombre de ppi (pores par inch, 1 inch  $\approx$  2,54 mm) est compris entre 10 et 20. Elle est trop imprécise pour des mousses de SiC [Hendricks 1996].

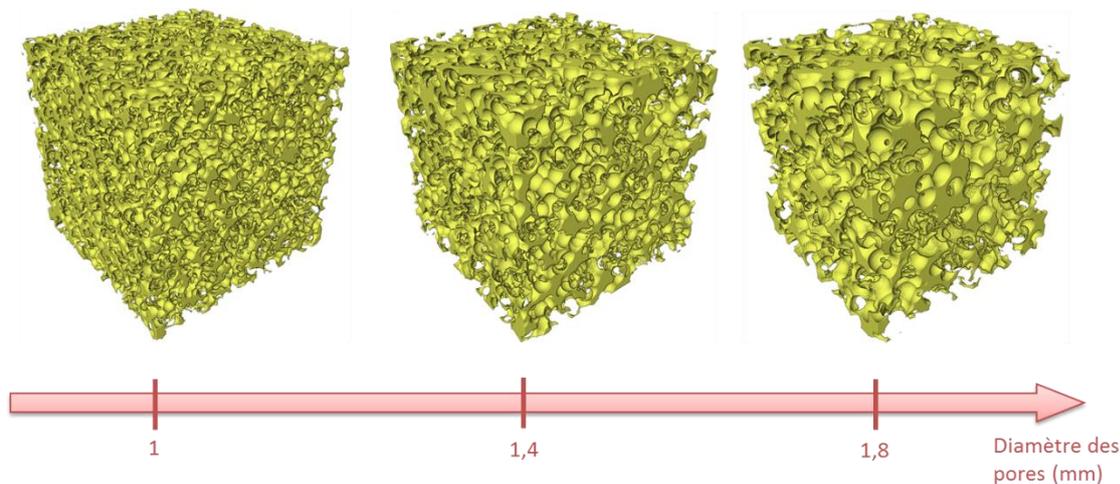
La relation (2.18) est issue d'une étude numérique sur des mousses virtuelles de SiC avec une absorptivité du squelette solide de 0,93. Une grande variété de mousses avec des porosités et des diamètres de pores différents ont permis de déduire cette formule.

La formule (2.19) est celle retenue pour la validation car elle est déduite d'une étude expérimentale sur des mousses de SiC avec une absorptivité de la matrice solide élevée (0,9). Ces mousses avaient une porosité de 0,8 et les diamètres de pores étaient compris entre 0,6 mm et 2 mm.

Pour valider le code de lancer de rayons, des mousses numériques à porosités ouvertes ont été générées. Pour rester dans le domaine d'application de la formule empirique (2.19) donnée par Hendricks et Howell, ces mousses ont les propriétés suivantes :

- une absorptivité de 0,9 pour les voxels appartenant au squelette solide,
- une porosité de 80 %,
- un diamètre de pore variant entre 0,8 mm et 1,8 mm.

Le nombre de voxels de chacune de ces mousses a été choisi suffisamment grand pour respecter les critères de convergence (cf. « 2.3.4 Domaine de validité »). À titre d'exemple, la **Figure 2.24** représente trois de ces mousses, dont la longueur d'un côté est de 2 cm.



**Figure 2.24 :** Exemple de trois mousses à 80 % de porosité générées, de longueur 2 cm et avec un diamètre de pore croissant.

Le coefficient d'extinction global des mousses générées peut être trouvé numériquement en effectuant un lancer de rayons, puis en faisant une analogie entre l'intensité du flux lumineux transmis par couches parallèles à la face irradiée et la loi de Beer-Lambert :

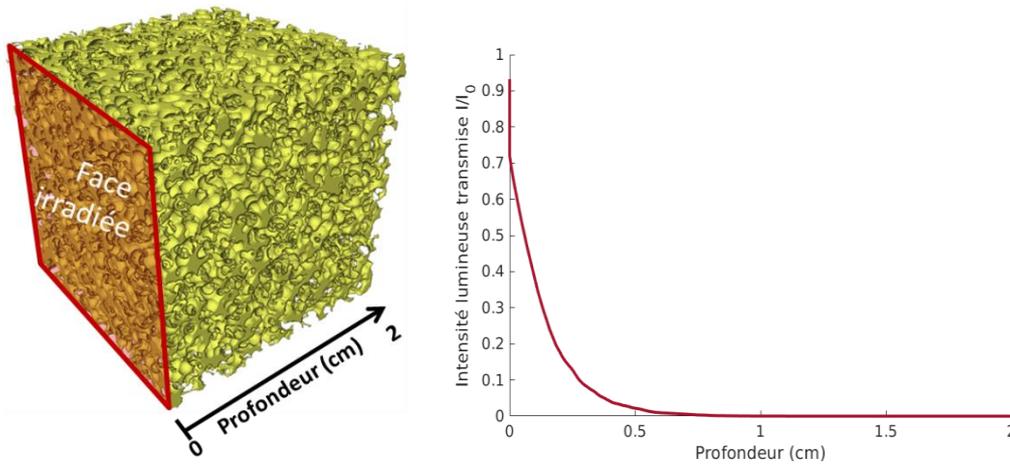
$$I(x) = I_0 e^{-\beta x} \quad (2.20)$$

où  $I(x)$  est l'intensité du flux lumineux transmis à la position  $x$ ,  $I_0$  est l'intensité du flux incident et  $\beta$  est le coefficient d'extinction du milieu.

L'intensité du flux lumineux transmis par couche est déduite grâce au fichier de sortie du code de lancer de rayons contenant l'absorption de chaque voxel. La formule utilisée est celle donnée par l'équation (2.3).

La **Figure 2.25** illustre les résultats obtenus sur une mousse où les diamètres de pores sont de 1 mm. La structure est représentée à gauche. Les rayons débutent de la face irradiée (en rouge) avec une incidence normale et se propagent ensuite dans le volume. La courbe à droite,

est le résultat de la simulation. Elle représente l'évolution du flux incident transmis dans la profondeur.

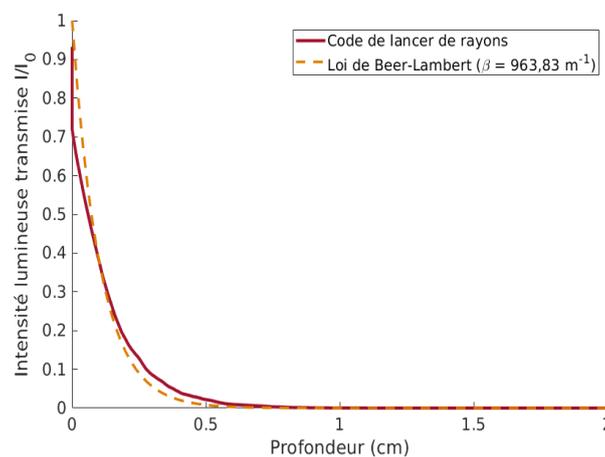


**Figure 2.25** : Évolution du flux incident transmis dans la profondeur (à droite) d'une mousse à 80 % de porosité, avec un diamètre de pore égal à 1 mm et une absorptivité de la matrice solide de 0,9 (à gauche).

Le type de courbe obtenue est une exponentielle décroissante et s'apparente bien à une loi de type Beer-Lambert. Par la méthode des moindres carrés et grâce à l'équation (2.20), il est alors possible de remonter au coefficient d'extinction. La fonction « lsqcurvefit » de Matlab® a été utilisée pour réaliser ce calcul. Le résultat obtenu est :

$$\beta = 963,83 \text{ m}^{-1}$$

La **Figure 2.26** est la comparaison entre la courbe obtenue grâce au code de lancer de rayons et celle obtenue par les moindres carrés.



**Figure 2.26** : Comparaison entre la courbe issue du code de lancer de rayons et celle issue de la loi de Beer-Lambert avec  $\beta = 963,83 \text{ m}^{-1}$ .

En gardant la même démarche, différents coefficients d'extinction ont pu être obtenus sur les autres mousses numériques générées. Ces résultats sont comparés avec la formule empirique (2.19) et sont retranscrits via la **Figure 2.27**.

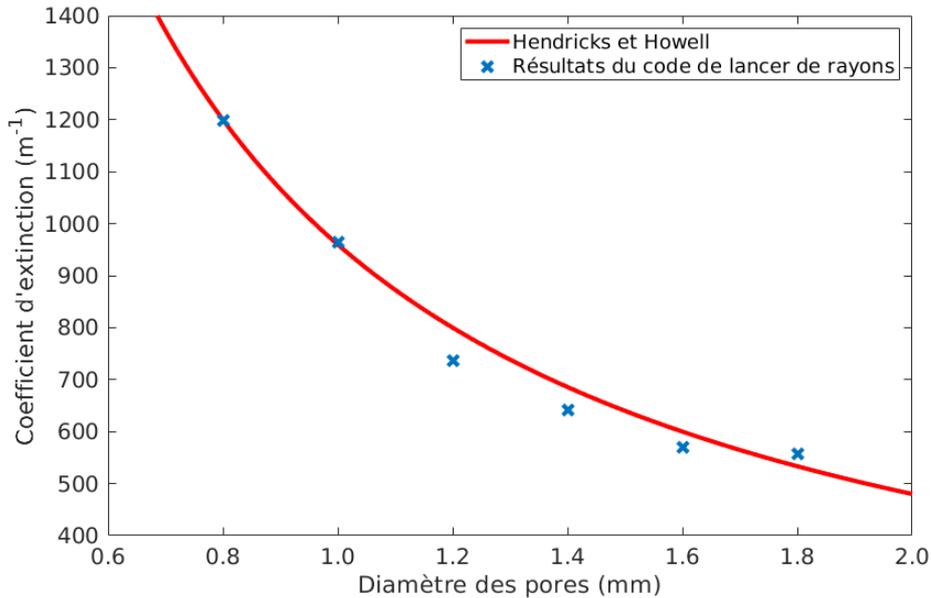


Figure 2.27 : Résultat de la comparaison entre les coefficients d'extinction calculés pour des mousses numériques de 80% de porosité et de diamètre de pore variable et la relation énoncée par Hendricks et Howell (équation (2.19)).

Les résultats obtenus sont très proches de ceux trouvés par la formule empirique (2.19) qui restituait des mesures expérimentales sur des mousses de SiC avec une forte porosité et des diamètres de pores de l'ordre du millimètre. Ces résultats valident donc le code de lancer de rayons par analogie avec des essais expérimentaux, pour de fortes absorptions et un flux incident normal à la structure.

### Conclusion partielle

Les deux cas de validation présentés dans cette sous-partie montrent d'une part, que le code de lancer de rayons est adapté à des structures irradiées avec des angles d'incidences multiples et, d'autre part, qu'il reflète des cas expérimentaux sur des mousses de SiC, dont l'absorptivité est élevée (0,9). Il peut donc être utilisé pour notre application afin de représenter la répartition énergétique dans nos structures, fortement absorbante, suite à leur irradiation par un flux incident provenant d'une source quelconque (type héliostat ou autre, dont l'incidence des rayons n'est pas uniquement normale).

Au cours de cette validation, nous avons remarqué que l'intensité du flux incident transmis suivant la profondeur dans des mousses en SiC suit une loi exponentielle décroissante (Figure 2.26) et que la totalité du flux incident est donc absorbée très rapidement (sur quelques PPI). Ces deux observations viennent confirmer les résultats reportés dans l'étude bibliographique et démontrent le besoin de créer de nouvelles structures capables d'éviter ce type de transmission.

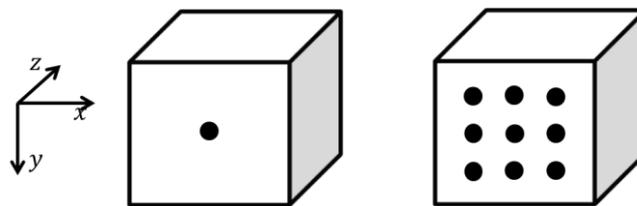
## 2.3.4 Domaine de validité

Les résultats issus des simulations par le code de lancer de rayons doivent être non seulement fiables, sujet de la sous-partie précédente avec les deux cas de validation, mais

doivent également être obtenus après s'être assuré d'une certaine invariabilité. En effet, pour une structure donnée, les résultats peuvent être différents suivant le nombre de rayons envoyés et suivant la discrétisation du domaine dans lequel est comprise la structure. Cette sous-partie présente l'étude effectuée afin de déterminer quelles sont les valeurs minimales que doivent prendre ces deux paramètres pour assurer le domaine de validité des simulations.

L'étude est réalisée sur une mousse à 80 % de porosité, avec des diamètres de pore de 1 mm et la source lumineuse est homogène avec une incidence normale. Le critère sur lequel nous allons nous appuyer est le même que celui du cas de validation sur des mousses de SiC : le coefficient d'extinction  $\beta$  trouvé par analogie entre la loi de Beer-Lambert et l'intensité du flux lumineux transmis dans cette structure. La valeur trouvée sera comparée avec la formule empirique (2.19). La démarche est totalement similaire à celle explicitée dans le cas de validation.

Le nombre de rayons nécessaire à envoyer pour stabiliser la valeur du coefficient d'extinction est dans un premier temps analysé. Pour cela, la discrétisation est fixe (prise à  $1200^3$  voxels) et le nombre de rayons varie. En premier lieu, un seul rayon est envoyé depuis le centre de la face des voxels composant la première tranche (soit  $1200^2$  rayons envoyés au total). Ensuite, neuf rayons par voxels sont lancés (soit  $9 \times 1200^2$  rayons envoyés au total) puis cent (soit un total de  $100 \times 1200^2$  rayons envoyés). La **Figure 2.28** illustre le départ de ces rayons pour les deux premiers cas. Le résultat de cette étude est exposé en **Figure 2.29**. La courbe bleue correspond au résultat d'une incidence normale. Les variations entre les trois cas sont très légères, voire quasi-inexistantes. Afin de s'assurer que ces faibles écarts ne soient pas dus aux angles d'incidences initiaux, la même simulation a été effectuée avec deux autres angles ( $\theta = 60^\circ$  et  $\varphi = 60^\circ$ ). Les variations sont un peu plus importantes mais restent tout de mêmes faibles (écart de 1,5 % maximum). Ces résultats montrent ainsi que pour une discrétisation donnée, le nombre de rayons lancés n'a que très peu d'influence sur les résultats, tant qu'au moins un rayon par voxel est envoyé.



**Figure 2.28** : Points de départ des rayons dans un voxel. À gauche, un point de départ au centre de la face et à droite, neuf points de départs répartis de manière homogène.

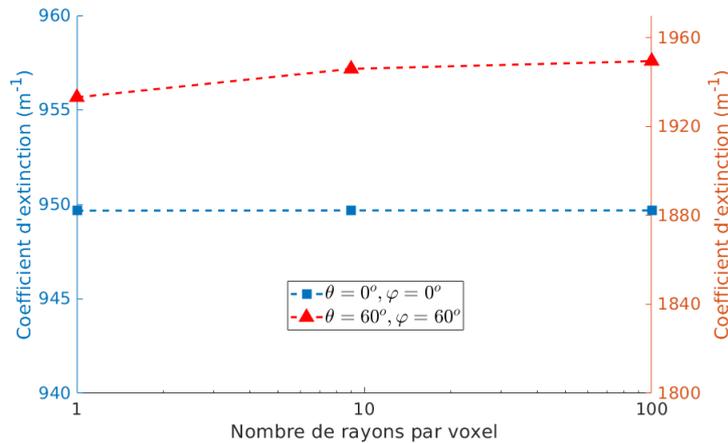


Figure 2.29 : Variation du coefficient d'extinction, trouvé par analogie entre la loi de Beer-Lambert et l'intensité du flux lumineux transmis dans la profondeur, pour une mousse à 80 % de porosité et des diamètres de pores de 1 mm. La courbe en bleue représente les résultats pour une incidence normale et en rouge ceux où l'incidence est de 60° suivant  $\theta$  et  $\varphi$ .

La discrétisation du domaine dans lequel est comprise la structure est maintenant étudiée. Pour cela, le nombre de rayons envoyés par voxel est toujours pris à un et la structure sera identique dans chaque cas. Seul le nombre de voxels la discrétisant varie. Cinq tailles de domaine sont étudiées :  $400^3$ ,  $800^3$ ,  $1200^3$ ,  $1600^3$  et  $2200^3$ . Les résultats de cette étude sont présentés en **Figure 2.30**. Lorsque la taille du domaine est supérieure ou égale à  $1200^3$ , les valeurs du coefficient d'extinction trouvées par analogie entre la loi de Beer-Lambert et l'intensité du flux lumineux transmis dans la structure sont presque identiques et sont très proches de la valeur issue de la relation (2.19) ( $960 \text{ m}^{-1}$ ).

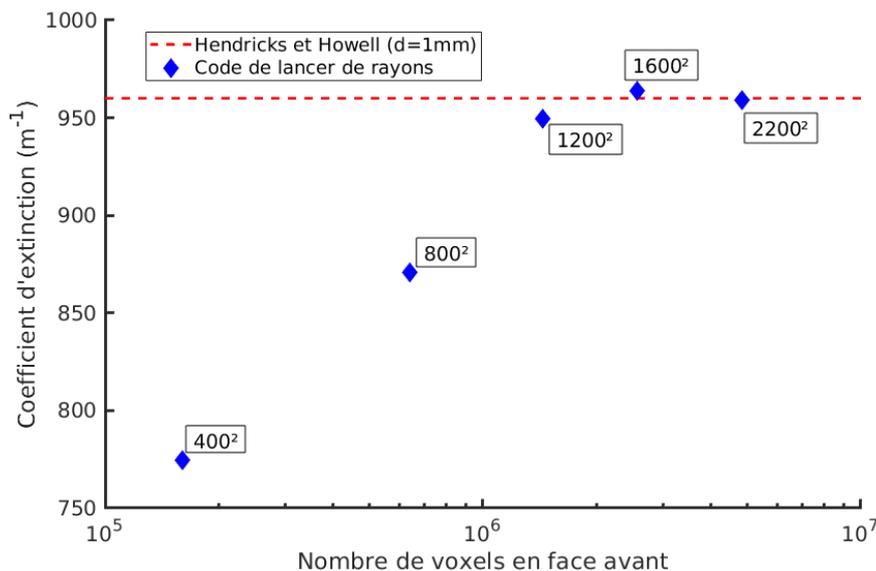


Figure 2.30 : Valeur du coefficient d'extinction en fonction du nombre de voxels composant le domaine d'étude.

Comme le montrent les **Figures Figure 2.29** et **Figure 2.30**, un domaine composé de  $1200^3$  voxels où un seul rayon part des voxels de la première tranche est suffisant pour obtenir des résultats précis et fiables. Cependant, ces deux valeurs peuvent être différentes suivant les structures étudiées et à chaque fois, elles sont revérifiées. Ainsi, des structures composées de

1600<sup>3</sup> voxels ont été nécessaires pour obtenir les résultats de la **Figure 2.27** en lançant un rayon par voxel de la première tranche.

## 2.4 Absorption numérique

Le code de lancer de rayons a été utilisé sur les structures générées afin de déterminer numériquement leurs performances d'absorption. Dans ce travail, les paramètres étudiés sont ceux décrits dans la partie bibliographique : absorption homogène dans la profondeur, limitation des pertes en face avant, absorption maximum du flux solaire. En effet, ces derniers jouent un rôle essentiel dans l'optimisation des récepteurs volumétriques. Dans cette partie, les hypothèses prises lorsque les simulations sont effectuées sont d'abord exposées. Elles permettent de situer le contexte de l'étude. Ensuite, des simulations sur différentes structures sont présentées et celles retenues pour aller plus loin dans la démarche engagée seront exposées.

### 2.4.1 Hypothèses de simulation

Ce travail s'inscrit dans le cadre d'une optimisation de géométries permettant de récupérer un maximum d'énergie dans les récepteurs solaires. Un des premiers objectifs est donc de créer, d'améliorer ou de réutiliser des structures pour en caractériser les comportements et les performances lorsqu'elles sont utilisées dans de tels environnements. Pour y parvenir, il est d'abord judicieux d'étudier seulement un motif élémentaire de ce récepteur complet, comme nous l'avons expliqué dans la partie « **2.2 Génération de structures virtuelles** ». Cette approche permet non seulement de pouvoir effectuer des simulations avec une discrétisation affinée tout en maintenant des temps de calculs relativement courts mais aussi de s'affranchir des problèmes liés aux effets de bords. Cette méthode considère un motif élémentaire dans toutes les dimensions, sauf suivant la profondeur. La propagation des rayons d'un motif à un autre est donc gérée par périodicité : lorsqu'un rayon sort par un bord latéral, il est directement transposé vers son opposé. Par ailleurs, le flux solaire incident est considéré comme homogène sur toute la surface.

Les essais sur les structures réalisées se dérouleront sur un banc d'essai au laboratoire PROMES. Celui-ci sera décrit précisément dans le dernier chapitre de ce mémoire. Cependant, pour les simulations, il est important de connaître les caractéristiques du flux incident. En effet, les résultats obtenus numériquement sont dépendants de ces données et pour pouvoir les comparer aux résultats expérimentaux, leur connaissance est nécessaire. Le banc d'essai est tel que le flux solaire éclaire de manière homogène l'échantillon avec une incidence conique, dont le demi-angle est de 30°. C'est donc avec ces deux caractéristiques que la simulation par le code de lancer de rayons sera effectuée. De plus, la discrétisation angulaire ne se fera pas par discrétisation constante des angles  $\theta$  et  $\varphi$  (définis dans les coordonnées sphériques) car la densité des rayons émis ne sera pas égale en tout point de l'espace (**Figure 2.31**). Les rayons partiront donc en amont de la structure, à partir d'une source plane où la discrétisation spatiale est constante et dont la forme, les dimensions et la position engendreront les différents angles d'incidence des rayons. Pour cette étude où la lumière éclaire en forme conique, la source est de forme circulaire. Son rayon  $r$  et sa position  $p$  par rapport à la structure sont choisis tels que

$\tan(30) = \frac{r}{p}$  (Figure 2.32 (a)). La Figure 2.32 (b) montre une source discrétisée régulièrement en 113 points. Chacun de ces points correspond alors à une paire d'angle. Ce système de départ des rayons en amont de la structure permet, en plus d'une bonne répartition angulaire, de pouvoir simuler les rayons partant d'un champ d'héliostat qui n'est pas nécessairement parallèle à la structure.

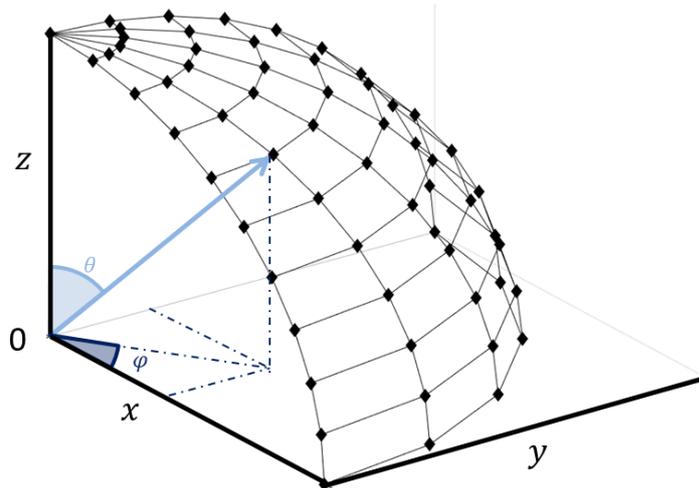


Figure 2.31 : Résultat d'une discrétisation angulaire constante de  $\theta$  et de  $\varphi$  dans un repère cartésien. La densité des rayons est plus importante au pôle qu'à l'équateur.

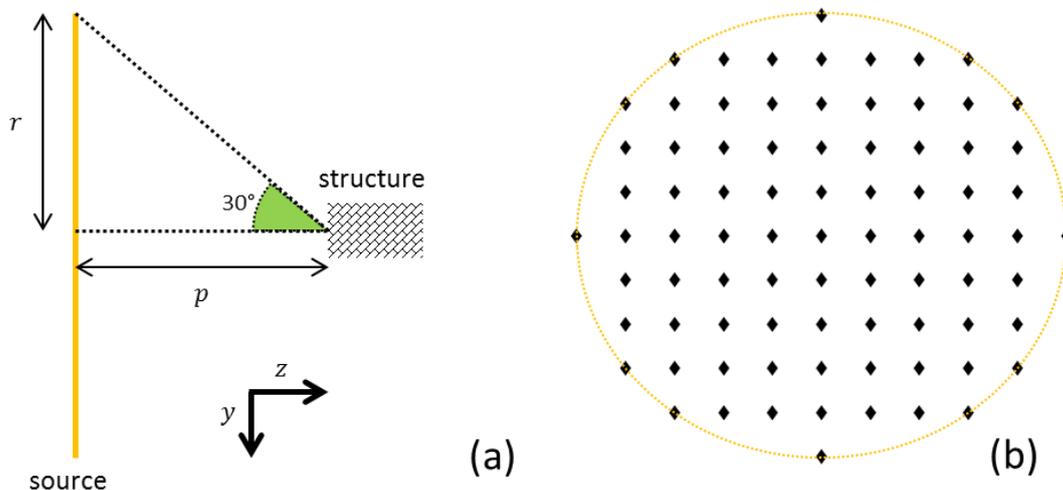


Figure 2.32 : (a) Schéma des notations utilisées pour la discrétisation des angles depuis une source. (b) Exemple d'une source utilisée avec 113 points.

Pour conclure et pour résumer, les hypothèses prises pour les simulations avec le code de lancer de rayons sont les suivantes :

- Flux incident conique avec un demi-angle de  $30^\circ$ ,
- Flux incident homogène,
- Conditions aux limites périodiques sur les bords latéraux du motif élémentaire,
- Partie solide du récepteur considéré comme un corps gris,

- Air circulant dans le récepteur considéré optiquement comme du vide (absorptivité nulle),
- Pas de transmission du flux solaire lorsqu'il touche une paroi (seulement absorption et réflexion),
- Réflexion spéculaire des rayons.

## 2.4.2 Résultats du lancer de rayons sur des structures virtuelles

Les structures de types mousses ont le double avantage, d'une part d'être fabriquées avec des méthodes conventionnelles et avec un contrôle possible des paramètres (porosité, nombre de PPI et diamètre des pores) et, d'autre part, d'avoir une forte surface volumique. Cependant, l'organisation morphologique des ligaments les constituant est très difficilement contrôlable, engendrant ainsi des limites sur l'optimisation pour les récepteurs volumétriques. Le but de cette sous-partie est de modéliser numériquement l'absorption des rayons solaires dans des structures virtuelles différentes des mousses, grâce au code de lancer de rayons, afin d'optimiser les performances potentielles d'un récepteur solaire.

Pour simplifier la compréhension des résultats, un indice de performance sera défini. Celui-ci a pour objectif de classer les structures entre elles suivant les performances souhaitées et d'en déduire les meilleures.

### 2.4.2.1 Indice de performance

Le cahier des charges vis-à-vis de l'absorption du flux solaire, défini dans le chapitre 1, nous permet de définir des structures idéales lorsque cette absorption :

- Est uniforme en profondeur,
- N'admet aucun gradient suivant la profondeur,
- Est nulle en face avant,
- Est totale dans la structure.

Pour rappel, le fichier de résultats issu du code de lancer de rayons nous donne l'absorption du flux solaire par tranche suivant la profondeur. Cependant, dans toute la suite du manuscrit, la transmission du flux sera préférée à l'absorption. Le passage de l'un à l'autre se fait grâce à l'équation :

$$T(i) = 1 - \sum_{j=1}^i A(j) \quad (2.21)$$

où  $T(i)$  est la transmission du flux à la tranche  $i$  et  $A(j)$  est l'absorption à la tranche  $j$ .

Le respect total des quatre critères définis ci-dessus permet de définir une courbe de transmission idéale suivant la profondeur (**Figure 2.33**), qui sera la référence pour comparer les performances des structures que nous étudions.

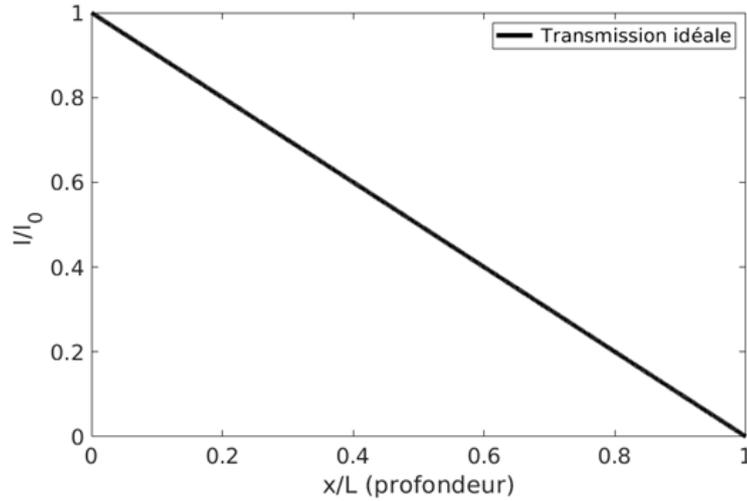


Figure 2.33 : Courbe de la transmission idéale.

Pour une structure donnée, suite à la simulation et à la récupération du fichier de sortie du code, les quatre critères sont analysés. Pour chacun d'entre eux, un indice dit « personnel », compris entre 0 et 1 lui est attribué. Plus un critère est proche du cahier des charges, plus son indice est proche de 1. Leur calcul est le suivant.

Pour celui de l'uniformité en profondeur de l'absorption,  $I_{at}$ , l'aire entre la courbe de la transmission et celle de la transmission idéale est calculée :

$$I_{at} = 1 - \frac{\sum(T(i) - T_i(i))}{\int T_i} \quad (2.22)$$

avec  $T_i(i)$  la transmission idéale à la tranche  $i$  et  $\int T_i$  l'intégrale de sa courbe.

L'indice  $I_{sa}$  portant sur les gradients de l'absorption est calculé grâce au rapport du maximum de la dérivée de la courbe de la transmission sur le maximum de la dérivée de la courbe de transmission idéale :

$$I_{sa} = \frac{1 - \max\left(\frac{dT}{dz}\right)}{1 - \max\left(\frac{dT_i}{dz}\right)} \quad (2.23)$$

où  $dz$  est la distance entre deux tranches.

L'indice  $I_{fa}$  correspondant à l'absorption en face avant et l'indice  $I_{at}$  correspondant à l'absorption totale sont définis par :

$$I_{fa} = T(0) \quad (2.24)$$

$$I_{at} = 1 - T(N) \quad (2.25)$$

où  $N$  est le nombre de tranches.

À partir de tous ces indices personnels, l'indice de performance final  $I$  est calculé de la manière suivante :

$$I = I_{al} * I_{sa} * I_{fa} * I_{at} \quad (2.26)$$

La multiplication de tous les indices personnels, compris entre 0 et 1, donnera un indice de performance global, lui aussi compris entre ces deux valeurs. Cette formule à l'avantage de repérer aisément les structures admettant un fort point faible : si un des indices personnels est proche de 0, alors l'indice global sera lui aussi proche de 0.

Le choix des meilleures structures ne se fera cependant pas uniquement grâce à la valeur de cet indice de performance global. Il est important de ne pas oublier que la porosité et la surface volumique jouent un rôle crucial dans l'optimisation des récepteurs volumétriques (cf. chapitre 1).

### 2.4.2.2 Porosité et surface volumique

Le calcul de la porosité  $P$  de nos structures est simplement réalisé en comptant le nombre de voxels correspondant à du vide  $N_{vide}$ , puis en réalisant le rapport de cette valeur sur le nombre de voxels total  $N_{total}$  :

$$P = \frac{N_{vide}}{N_{total}} * 100 \quad (2.27)$$

La porosité est multipliée par 100 pour avoir la valeur en pourcentage. Cette donnée est importante car elle sert d'indicateur pour l'aspect fluide. En effet, comme nous l'avons vu dans le chapitre 1, une faible porosité entraîne des pertes de charges trop élevées et celles-ci diminuent le rendement potentiel du récepteur. Dans les études portant sur l'optimisation des mousses [Mey 2016 ; Wu 2011 ; Kribus 2014 ; Liu 2017], il ressort que celles avec une porosité comprise au minimum à 80 % sont les plus performantes. Cette valeur minimale sera donc pour nous un appui pour déterminer si nos structures sont assez poreuses ou non.

La surface volumique  $S_V$  des structures voxelisées est une très bonne indication pour l'optimisation des récepteurs volumétriques. Elle permet de mettre en évidence la surface d'échange  $A_e$  des structures, qui est un paramètre clé pour l'échange de chaleur entre le fluide et le solide. Elle est calculée grâce à la formule suivante :

$$S_V = \frac{A_e}{V} \quad (2.28)$$

Du fait qu'elle soit rapportée au volume total  $V$  dans lequel la structure est positionnée, elle permet de comparer les surfaces d'échanges entre différentes géométries. La surface d'échange est directement déterminée à partir des structures voxelisées, et son calcul peut être réalisé de deux manières différentes (**Figure 2.34**) :

- 1) Sur la surface « brute ». Pour tous les voxels correspondant à du solide, le nombre de faces communes avec un voxel correspondant à du vide  $N_{faces}$  est compté. Cette

valeur sera ensuite multipliée par la résolution du voxel ( $res$ ) au carré pour déduire la surface d'échange :

$$A_e = N_{faces} * res^2 \quad (2.29)$$

- 2) Par un « marching cube ». Cette technique permet de lisser la surface d'une structure voxelisée pour s'affranchir de l'effet « marche d'escalier » induit par les voxels. Pour la réalisation de cette technique, il faut effectuer au préalable un flou gaussien (cf. « 2.3.2 Description du code »). Ensuite, pour chaque voxel, la valeur de ses proches voisins est regardée. Deux cas se différencient alors :
  - a. La valeur du voxel est supérieure ou égale à 127. Si au moins un de ses voisins a une valeur inférieure à 127, le voxel regardé est un voxel de paroi et l'orientation de sa surface est définie en fonction de la valeur de tous ses voisins. Au contraire, si aucun de ses voisins n'a de valeur inférieure à 127, le voxel regardé est dans la structure et aucune surface n'est définie.
  - b. La valeur du voxel est inférieure à 127. Le voxel regardé correspond alors à du vide et aucune surface n'est définie.

La surface finale obtenue est décomposée en triangles, dont les coordonnées des sommets permettent de remonter à un calcul de surface  $A_e$ .

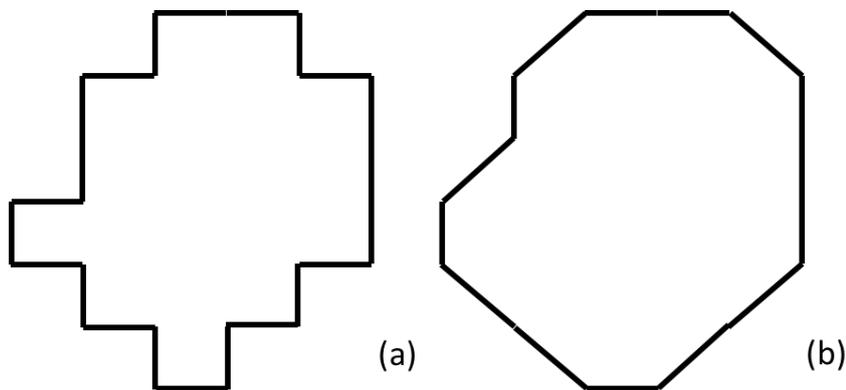
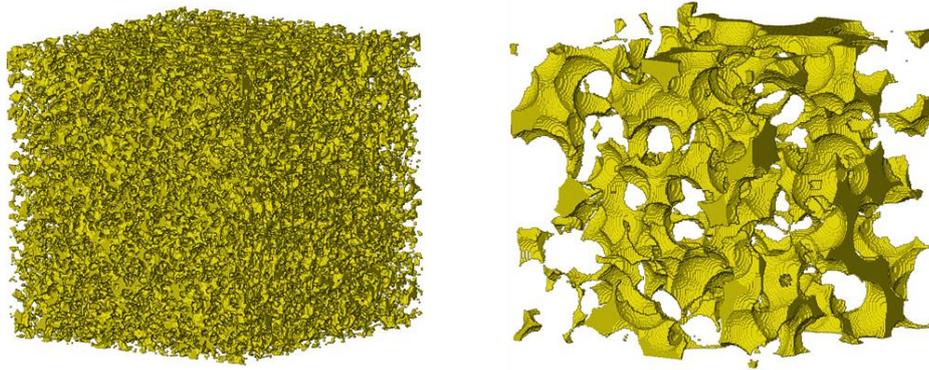


Figure 2.34 : Effet du marching cube (b) sur une géométrie voxelisée (a). Si l'unité du voxel est 1, alors la figure (a) a un périmètre de 22 et la figure (b) de  $8 + 7\sqrt{2} \approx 17,9$ .

La fabrication des structures par impression 3D nécessite de transformer le fichier voxelisé en fichier de format STL. Ce type de fichier est obtenu en effectuant un *marching cube* sur la structure voxelisée. Cependant, pour calculer la surface volumique de notre structure, nous n'allons pas utiliser la technique du *marching cube*. En effet, après impression, les pièces ont un état de surface granuleux (cf. « 3.5 Élaboration d'architectures ») et le calcul direct sur la surface en voxel nous paraît donc plus approprié.

La valeur de la surface volumique sur laquelle nous souhaitons nous appuyer n'est pas, à notre connaissance, référencée dans la littérature. Pour l'approcher, nous avons étudié deux mousses optimisées numériquement, tirées des travaux de Wu et al. [Wu 2011] et de Kribus et al. [Kribus 2014]. La première est une mousse à 90 % de porosité, mesurant 5 cm de profondeur

et admettant un diamètre moyen de pore égal à 1,5 mm. La seconde est également une mousse à 90 % de porosité, mais mesurant 2 cm en profondeur et avec un diamètre moyen de pore égal à 4 mm. En termes de taille de pores, ces deux mousses sont à l'opposée : l'une comporte de petits pores avec une grande profondeur, favorisant la surface volumique tandis que la seconde favorise l'absorption en profondeur par ses pores deux à trois fois plus gros. Nous avons reproduit ces deux mousses **Figure 2.35**, grâce à une dispersion aléatoire de sphères, comme expliqué dans le paragraphe « **2.2.1.2 Les mousses à porosité ouverte** ». Après calcul de la surface volumique, nous obtenons une valeur de  $1194,24 \text{ m}^2/\text{m}^3$  pour la première et une valeur de  $519,71 \text{ m}^2/\text{m}^3$  pour la seconde.



**Figure 2.35 : Mousses optimisées numériquement. A gauche, 90 % de porosité, diamètre moyen de pore égal à 1,5 mm et profondeur égale à 5 cm [Wu 2011]. A droite, 90 % de porosité, diamètre moyen de pore égal à 4 mm et profondeur égale à 2 cm [Kribus 2014].**

L'écart entre les deux valeurs calculées étant important, il faut trouver un compromis pour avoir la valeur référence de la surface volumique. Lorsque nous analysons le champ de température obtenu par les auteurs ayant travaillé sur la première mousse (**Figure 2.36**, à gauche), nous remarquons que les échanges de chaleur entre la mousse et le fluide se situent entre la face avant et 1,8 cm de profondeur, soit dans le premier tiers de la structure. La même remarque peut être ressortie de la courbe de transmission du flux incident que l'on a obtenu sur la mousse similaire que l'on a générée (**Figure 2.36**, à droite). La surface d'échange réelle, et plus précisément la surface volumique, de cette mousse est donc de  $\frac{1}{3} * 1194.24 = 398 \text{ m}^2/\text{m}^3$ . Au contraire, la seconde mousse absorbe progressivement le flux solaire et toute la profondeur de la mousse est utilisée (**Figure 2.37**). A partir de ces conclusions, nous pouvons en déduire que la valeur référence de la surface volumique est globalement comprise entre  $400 \text{ m}^2/\text{m}^3$  et  $500 \text{ m}^2/\text{m}^3$  :

$$400 < S_V < 500 \text{ m}^2/\text{m}^3 \quad (2.30)$$

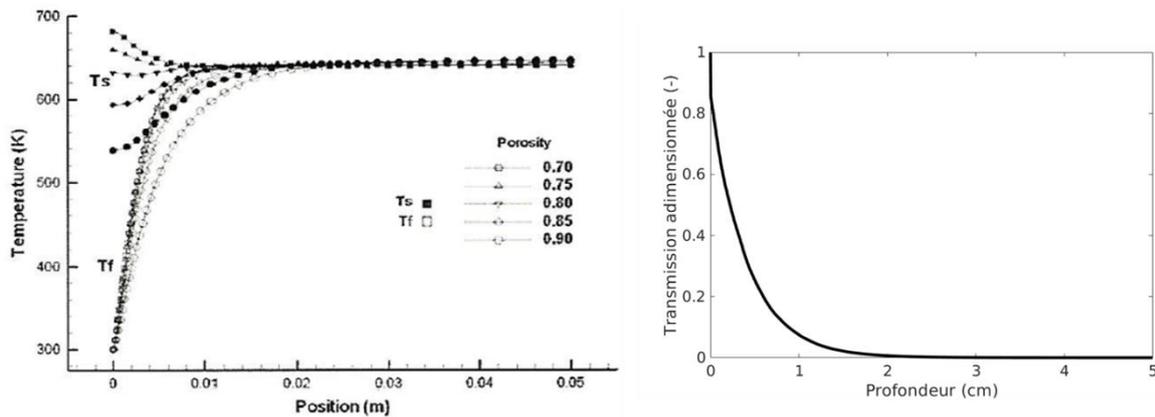


Figure 2.36 : Champ de température obtenu par Wu et al. sur une mousse avec des tailles moyennes de pores égaux à 1,5 mm et plusieurs porosités (à gauche). Transmission du flux solaire suivant la profondeur sur une mousse que nous avons générée, de porosité égale à 90 % et une taille moyenne de pores égale à 1,5 mm (à droite).

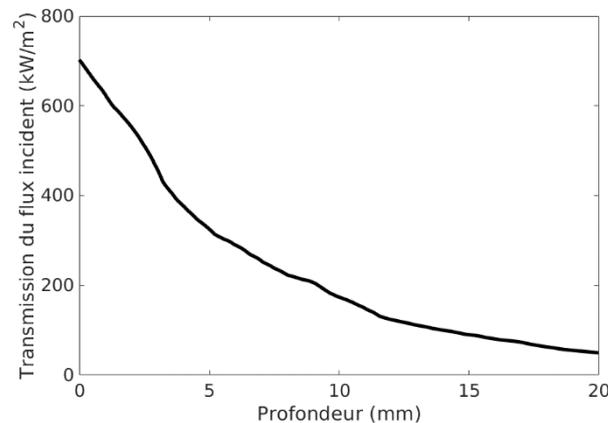


Figure 2.37 : Transmission du flux solaire suivant la profondeur sur une mousse que nous avons générée, de porosité égale à 90 % et de taille moyenne de pores égale à 4 mm

Pour résumer, le choix d'une structure, en plus de son indice de performance élevé, repose sur une porosité minimale de 80 % de porosité et une surface volumique minimale comprise entre 400 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup> et 500 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>. La prochaine sous-partie décrit quelques préconisations pour le type de structures que nous allons générer.

### 2.4.2.3 Préconisations pour les structures à générer

Une infinité de structures peut être créée, que ce soit au sein d'une même famille ou plus généralement, au niveau du nombre de familles existantes. Les résultats obtenus, suite aux simulations par lancer de rayons, sur ces innombrables géométries seraient donc interminables. Par conséquent, il est nécessaire de ne pas se disperser dans la génération de structures et dans les modélisations associées. En amont de la génération, un premier tri est donc effectué sur la morphologie potentiellement souhaitée. Celui-ci est imposé par les conditions fixées par l'optimisation de récepteurs solaires et le retour d'expériences des études passées (cf. chapitre 1), que nous rappelons rapidement ci-après.

Afin de limiter les pertes en face avant, les structures doivent comporter peu de matière à cet endroit pour, d'une part éviter la réflexion directe des rayons et, d'autre part, limiter les pertes thermiques par réémission. Pour garantir une absorption la plus uniforme possible, il faut que le taux d'énergie absorbée par chaque tranche soit le même. Pour cela, un gradient de porosité croissant avec la profondeur peut être envisagé. Cet aspect est intéressant car il concorde bien avec le fait d'avoir peu de matière dans la zone avant de la structure mais il n'est cependant pas obligatoire car certaines géométries particulières peuvent répondre à cette propriété d'absorption uniforme. La continuité des zones d'absorption doit être prise en considération afin d'éviter les sauts d'absorption, ces derniers entraînant des points chauds. Enfin, l'absorption totale du flux sera quant à elle garantie majoritairement par une structure n'ayant pas de porosité ouverte entre la face avant et la face arrière, pour tous les angles d'incidence du flux solaire.

Les structures les plus prometteuses pour répondre à ce cahier des charges semblent celles où l'architecture est organisée, car le contrôle de la morphologie permet de mieux gérer l'absorption du flux solaire. La limitation de ce type de structures est leur fabrication mais, grâce à l'apport de l'impression 3D, cet aspect peut devenir possible. La prochaine sous-partie présente les résultats, en termes d'absorption, de surface volumique et de porosité, sur ce type de structures.

#### 2.4.2.4 Optimisation de structures numériques

Les structures que nous générons sont bien sûr destinées à être intégrées dans une centrale solaire thermodynamique (CST). Toutefois, pour un gain de temps et pour des raisons économiques, nous souhaitons tester leur performance via un banc d'essai reproduisant les conditions d'une CST, et qui permet de travailler sur des structures à taille réduite. Un banc est disponible au laboratoire PROMES et c'est sur celui-ci que nous allons tester nos structures (cf. chapitre 4 pour les détails et les résultats). Ces dernières vont donc être optimisées par rapport à ce banc, c'est-à-dire que leur géométrie (taille et forme) et les conditions de simulations, qui sont succinctement décrites ci-dessous, vont être en adéquation avec ce banc d'essai.

Ainsi, les structures doivent être de forme cylindrique, avec un diamètre égal à 5 cm et une profondeur égale à 5 cm. Néanmoins, nous pouvons travailler sur des motifs élémentaires de petite taille, tant que la périodicité sur la largeur et la longueur est respectée. Pour fabriquer la pièce finale, nous dupliqueront simplement le motif élémentaire sur ces deux dimensions afin d'obtenir un cylindre de diamètre égal à 5 cm.

De plus, les rayons proviennent d'une source conique, dont le demi-angle est égal à  $30^\circ$  et où l'axe de révolution est perpendiculaire à la face avant de l'échantillon. Lors des simulations, nous avons donc choisi une source circulaire discrétisée en 32 points (du même type que l'exemple donné **Figure 2.32 (b)**), ce qui nous permet, vis-à-vis du domaine de validité du code de lancer de rayons, de travailler sur des structures avec relativement peu de voxels. En effet, pour un motif élémentaire comportant  $200 \times 200$  voxels en face avant, si un seul rayon par voxel est lancé, le nombre total de rayons lancés est égal à  $32 * 200^2 = 1,28$  millions.

Les résultats sur plusieurs structures, appartenant à des familles différentes, vont être maintenant présentés. Pour chacune d'entre elles, l'indice de performance général ainsi que les valeurs de la surface volumique et de la porosité seront données. Les conclusions qui seront émises, et donc le choix ou non de retenir une structure, seront basées sur ces données. Pour faire suite à l'étude bibliographique, les premières structures étudiées sont les structures treillis. Ensuite, nous présenterons les structures issues de la cristallographie, puis les structures TPMS et enfin les structures coniques.

### **Structures Treillis**

Gomez-Garcia et al. [Gomez-Garcia 2014] ont montré que la croissance de l'espacement entre les cellules d'une structure treillis améliorait l'absorption uniforme du flux. Cependant, la transmission du flux incident en découlant restait sur une tendance exponentielle décroissante. Suite à ces travaux, et afin de poursuivre l'amélioration des structures treillis, nous avons décidé de créer des structures permettant une absorption uniforme du flux incident suivant la profondeur. Trois structures différentes ont ainsi été testées (**Figure 2.38**). La première correspond à une évolution de la structure présentée dans la publication de Gomez-Garcia et al. Les cellules ont la même taille de barreaux mais leur fenêtre diminue avec la profondeur (**Figure 2.38 (a)**), créant alors un décalage entre les cellules. La seconde admet des tailles de cellules égales mais le diamètre des barreaux est de plus en plus élevé lorsque la profondeur augmente (**Figure 2.38 (b)**). La dernière, illustrée avec quatre mailles élémentaires sur la **Figure 2.38 (c)**, admet des tailles de cellules décroissantes (entre deux couches voisines la taille est divisée par deux) mais des barreaux constants.

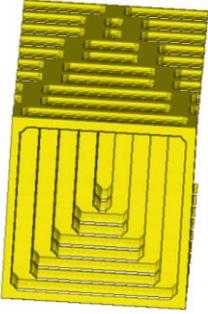
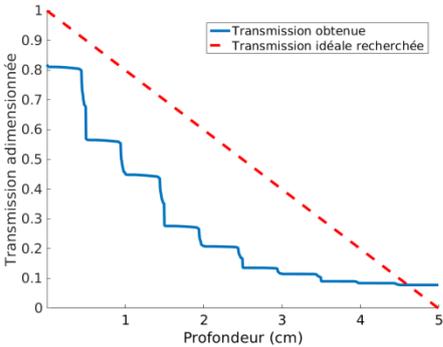
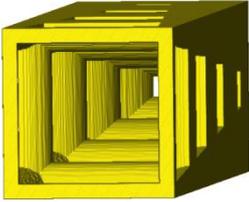
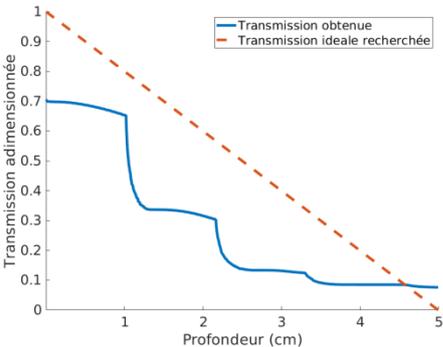
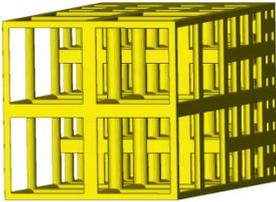
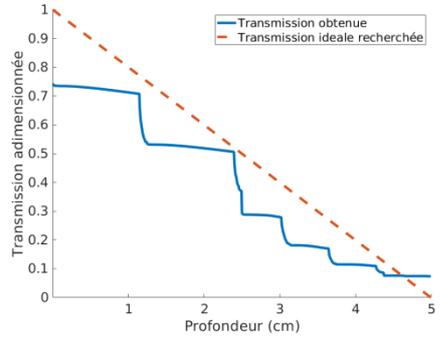
| Structure  | Transmission du flux incident  | Indice, surface volumique et porosité                    |
|--|--|--|
|  <p>(a)</p>   |    | $I = 0,229$ $S_v = 231,84 \text{ m}^{-1}$ $P = 93,51 \%$ |
|  <p>(b)</p>   |   | $I = 0,274$ $S_v = 220,93 \text{ m}^{-1}$ $P = 54,53 \%$ |
|  <p>(c)</p> |  | $I = 0,350$ $S_v = 320,13 \text{ m}^{-1}$ $P = 82,84 \%$ |

Figure 2.38 : Images, courbes d'absorption et valeurs de l'indice, de la surface volumique et de la porosité pour trois structures treillis générées dans le but de favoriser une absorption uniforme du flux en profondeur. (a) Treillis avec décalage des cellules. (b) Treillis avec variation de l'épaisseur des barreaux et (c) Treillis avec variation de la taille des cellules.

Les simulations par le code de lancer de rayons ont montrées des résultats encore insuffisants mais de plus en plus proches de la solution idéale recherchée (courbes en pointillé rouge). La première structure présente une faible surface volumique ( $231,84 \text{ m}^{-1}$ ) avec une porosité élevée (93,51 %), et son indice est le plus faible. En effet, même si l'absorption totale est convenable (aux alentours de 92 %), la transmission du flux reste sur une tendance exponentielle décroissante avec des sauts d'absorption réguliers et importants. Ces deux points font chuter significativement l'indice et démontrent ainsi une forte limitation pour cette structure. La seconde géométrie admet un indice légèrement supérieur : les sauts d'absorption sont moins abrupts, pour une absorption totale équivalente. Celui-ci reste toutefois faible car l'absorption en face avant est forte (30 % du flux incident) et la transmission ne suit pas une décroissance linéaire proche de la courbe rouge en pointillée. De plus, la porosité pour une telle

structure est faible et la surface volumique est plutôt faible. La dernière structure présentée admet des meilleurs résultats que les deux précédentes. La transmission du flux se rapproche de la transmission idéale recherchée, tout en maintenant une forte absorption totale (92 %). La surface volumique et la porosité ont également des valeurs correctes. Cependant l'absorption en face avant est encore élevée (25 %) et des sauts d'absorption trop importants sont encore présents.

Les premières structures treillis testées ont permis de conclure rapidement que cette famille est vite limitée par un paramètre réhibitoire vis-à-vis du cahier des charges : les sauts d'absorption. Ces derniers ont tendance à être inévitables du fait de la géométrie des cellules élémentaires. Les travaux sur cette famille ne sont donc pas poursuivis. Cette étude a tout de même clairement démontré l'intérêt de la variation de la morphologie avec la profondeur.

### Structures cristallographiques

Les structures inspirées de la cristallographie ont ensuite été étudiées. En première intention, du fait de leurs porosités et de leurs régularités, elles peuvent être de bonnes candidates pour cette application solaire. Dans cette optique, et afin de trouver la taille de barreaux optimale pour une structure donnée, la courbe de l'indice en fonction de la porosité sera exposée pour chacune d'entre elle. Il est important de noter que pour chaque cas, la porosité est uniquement liée à la taille des barreaux. De plus, la courbe de la surface volumique en fonction de la porosité est également tracée sur le même graphique, impliquant alors un regroupement de l'ensemble des informations nécessaires.

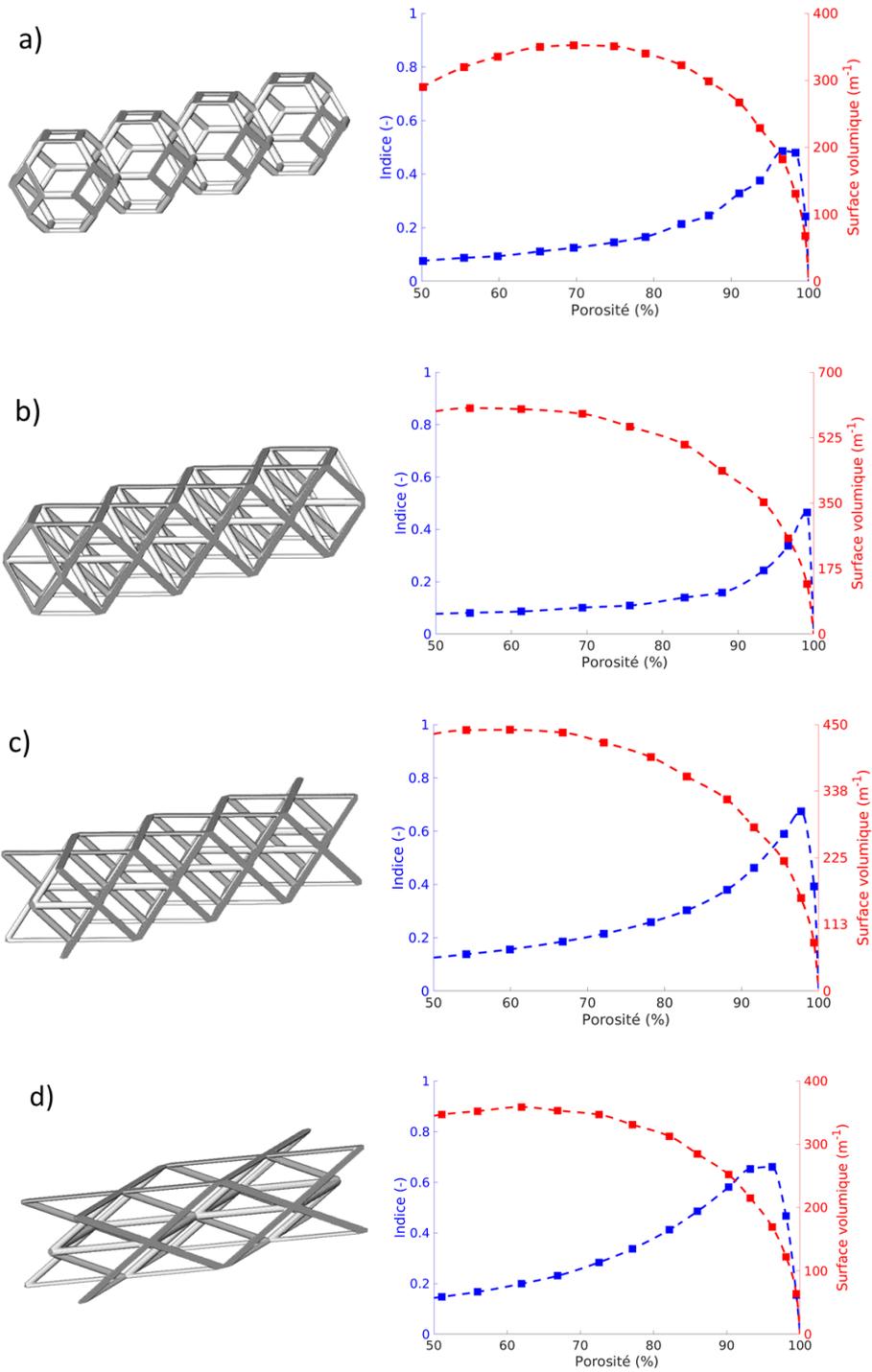
Sept structures sont présentées dans ce paragraphe. Chacune d'entre elle est composée de plusieurs motifs élémentaires (**Tableau 2.4**), dont la multiplication est toujours réalisée suivant la profondeur. La taille du motif de base peut varier suivant les structures, mais au final, le nombre de multiplications est adapté pour que la profondeur soit toujours égale à 800 voxels (la taille d'un voxel vaut 62,5  $\mu\text{m}$ , ce qui correspond à une structure qui mesure 5 cm de profondeur).

| Structure                    | Taille de la maille élémentaire |     |     |
|------------------------------|---------------------------------|-----|-----|
|                              | X                               | Y   | Z   |
| Kelvin                       | 200                             | 200 | 200 |
| Octet                        | 200                             | 200 | 200 |
| Octet modifié                | 200                             | 200 | 200 |
| Octet modifié allongé        | 200                             | 200 | 400 |
| Cubique Faces Centrées (CFC) | 200                             | 200 | 200 |
| Cubique Centrée (CC)         | 200                             | 200 | 200 |
| Cubique                      | 200                             | 200 | 200 |

**Tableau 2.4 :** Caractéristiques dimensionnelles, en voxels, de la maille élémentaire de sept structures inspirées de la cristallographie. La dimension Z est celle de la profondeur.

La **Figure 2.39** montre les résultats obtenus pour chacune des sept structures. Les courbes ont globalement les mêmes tendances. Celles de l'indice de performance admettent toutes un pic lorsque la porosité est comprise entre 96 % et 100 %, tandis que le maximum des courbes de la surface volumique intervient plutôt lorsque la porosité est inférieure à 70 %. Le décalage de

ces deux pics démontre déjà une certaine contradiction dans la recherche d'une forte porosité, d'une forte surface volumique et d'un indice de performance élevé.



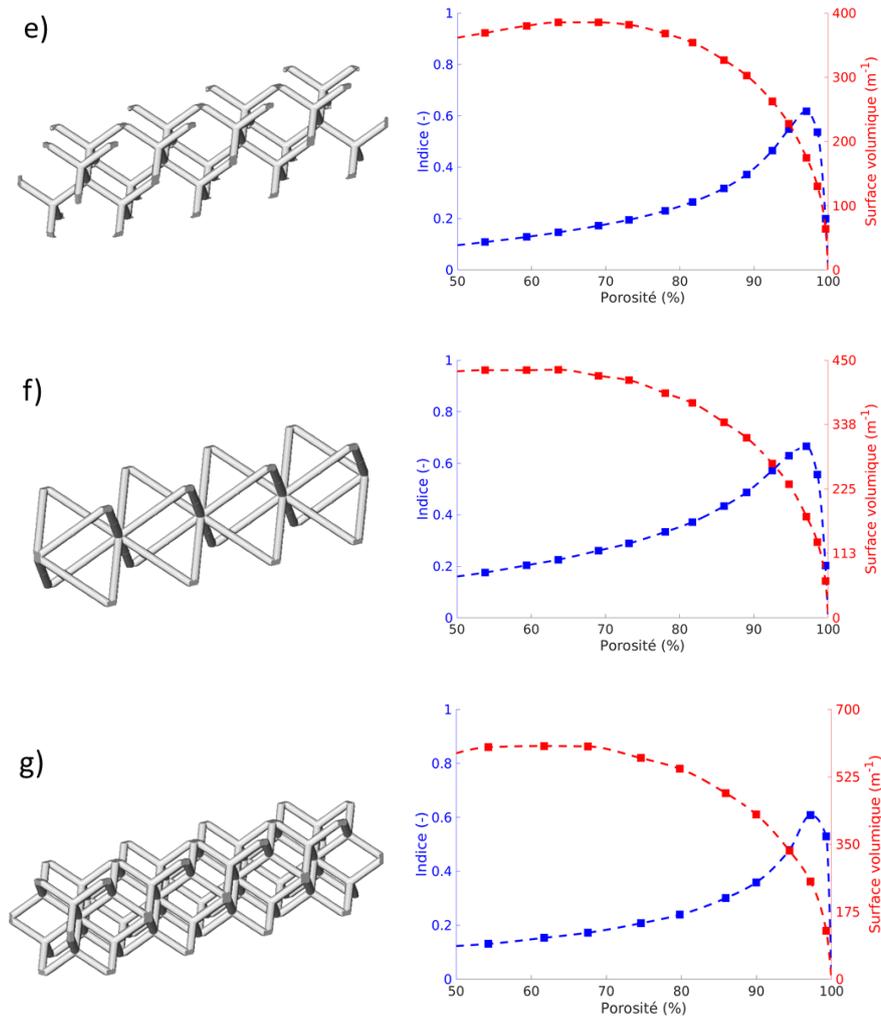


Figure 2.39 : Structures (diamètre des barreaux égal à 15 voxels, soit 937,5  $\mu\text{m}$ ) et courbes de l'indice de performance général et de la surface volumique en fonction de la porosité pour les sept structures. a) Kelvin, b) Octet, c) Octet modifié, d) Octet modifié à motif élémentaire allongé, e) CFC, f) CC et g) Cubique.

Le **Tableau 2.5** résume, pour chaque structure, la valeur de l'indice de performance la plus élevée et les valeurs de la porosité (avec précision sur la taille du barreau) et de la surface volumique correspondantes. Pour une meilleure compréhension de l'indice de performance général, les indices personnels sont également indiqués dans ce tableau.

| Structure             | Porosité, en %<br>( $\phi$ barreaux, $\mu\text{m}$ ) | $S_V$  | $I$   | Indice personnel $I_p$ |    |     |     |
|-----------------------|--|--------|-------|------------------------|----|-----|-----|
|                       |  |        |       | A                      | B  | C   | D   |
| Kelvin                | 96,61 (937,5)  | 181,89 | 0,486 | --                     | -  | ++  | -   |
| Octet                 | 99,11 (312,5)  | 133,92 | 0,465 | -                      | -- | ++  | -   |
| Octet modifié         | 97,71 (625)  | 157,02 | 0,674 | +                      | -  | +++ | +++ |
| Octet modifié allongé | 96,20 (937,5)  | 169,59 | 0,661 | +                      | -  | +++ | +++ |
| Diamant               | 97,08 (937,5)  | 174,64 | 0,618 | -                      | -  | +++ | +++ |
| Cubique centrée       | 97,08 (937,5)  | 177,00 | 0,666 | +                      | -  | +++ | +++ |
| CaF <sub>2</sub>      | 97,20 (625)  | 253,35 | 0,608 | --                     | +  | +++ | +++ |

**Tableau 2.5 : Résumé du meilleur indice de performance  $I$  obtenu pour chaque structure cristallographique, avec la porosité, le diamètre des barreaux  $\phi$  et la surface volumique associés. Les indices personnels sont également précisés (A = linéarité de l'absorption, B = absorption totale, C = absorption en face avant et D = sauts d'absorption). +++ :  $I_p > 0,95$  ; ++ :  $0,90 < I_p < 0,95$  ; + :  $0,85 < I_p < 0,90$  ; - :  $0,80 < I_p < 0,85$  ; -- :  $0,70 < I_p < 0,80$ , --- :  $I_p < 0,70$ .**

L'indice de performance de la structure Kelvin est faible car le flux solaire n'est absorbé ni totalement, ni progressivement et il est de plus absorbé par paliers. Ce dernier point engendre des sauts d'absorption élevés, à l'image des structures treillis. Cette structure peut d'ailleurs se générer, en plus d'une base cristallographique, par une troncature à 50 % dans la sous famille « octaèdres tronqués » de la famille des structures treillis, d'où sa ressemblance avec cette famille au niveau des caractéristiques d'absorption.

La structure « octet » admet également un faible indice de performance car des sauts d'absorption trop importants sont présents et le flux solaire n'est pas absorbé progressivement. De plus, le diamètre des barreaux étant très faibles (5 voxels), le flux solaire n'est absorbé qu'à environ 80 %.

La structure « octet modifié », qui est simplement la structure « octet » avec quelques barreaux en moins [Bianchi 2017], a un indice de performance très élevé. En effet, en comparaison avec la structure « octet », le pic de l'indice ne se situe plus lorsque le diamètre du barreau mesure 5 voxels mais 10. Ce changement permet à la structure d'absorber beaucoup plus progressivement le flux solaire, tout en augmentant la surface volumique ( $157,02 \text{ m}^2/\text{m}^3$  contre  $133,92 \text{ m}^2/\text{m}^3$ ). De plus, le fait de comporter moins de barreaux, les sauts d'absorption sont très amoindris. Toutefois, le diamètre des barreaux reste très fin (625  $\mu\text{m}$ ) et la structure risque d'être difficilement imprimable avec notre procédé de fabrication additif.

La structure « octet modifié allongé » a un motif élémentaire de type « octet modifié » mais cette dernière a subi une homothétie suivant la profondeur. En réalisant cette structure, l'objectif était de garder les performances d'absorption de la structure « octet modifié », mais en augmentant la taille des barreaux et la surface volumique. Malheureusement, même si l'indice de performance reste quasiment égal et que le diamètre des barreaux a augmenté, la surface volumique quant à elle reste encore faible.

Les trois dernières structures (« CFC », « CC » et « Cubique ») présentent de bons indices de performances en raison de très faibles sauts d'absorption. Leurs limitations sont majoritairement dues à une absorption totale proche de 80 %. Parmi ces trois structures, seule la « Cubique » admet une surface volumique supérieure à  $200 \text{ m}^2/\text{m}^3$  ( $253,35 \text{ m}^2/\text{m}^3$ ) mais, d'une

part cette valeur reste faible par rapport à la valeur référence (encadrement (2.30)) et, d'autre part, le diamètre du barreau peut être trop fin pour sa fabrication (625  $\mu\text{m}$ ).

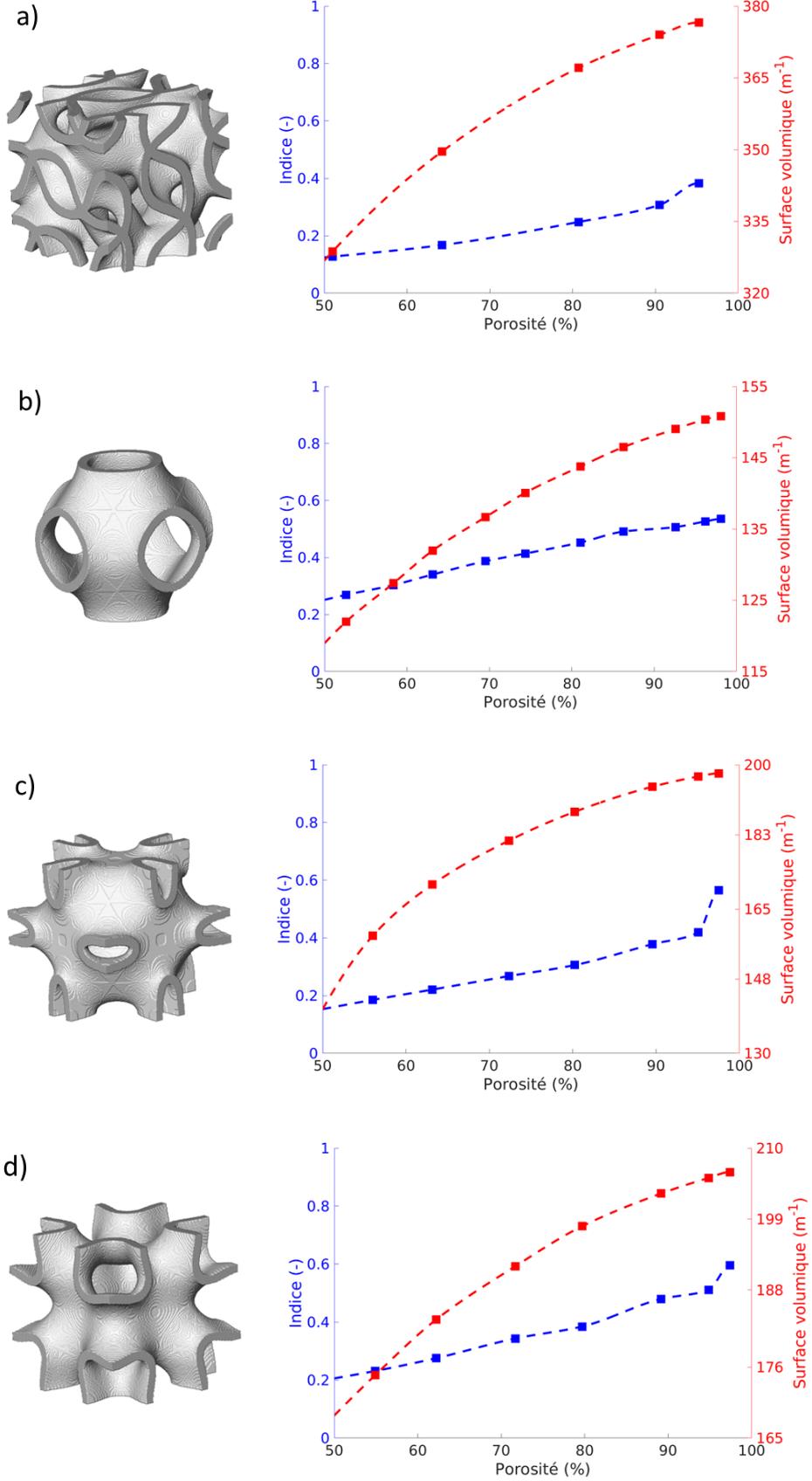
Le point fort de cette famille de structures est l'absorption en face avant : pour les sept structures étudiées, l'indice personnel est au moins supérieur à 0,90. Cependant, leurs deux points faibles majeurs sont la surface volumique, dont les valeurs sont très en dessous de la valeur référence et l'absorption totale. Pour augmenter la valeur de ces deux caractéristiques, la taille du motif élémentaire aurait pu être diminuée afin de multiplier leur nombre, et donc d'augmenter la surface volumique pour absorber plus de flux. En contrepartie, l'absorption du flux solaire aurait été encore moins progressive en profondeur. Ce cas aurait été très proche du comportement d'une mousse actuelle, mais avec des dispositions de ligaments organisées. Nous avons donc choisi d'étudier une nouvelle famille de structures : les TPMS.

### **Structures TPMS**

Ce type de structures, basées sur une équation de surface approximée (cf. « **2.2.2.3 Structures TPMS** »), a l'avantage d'être périodique et de pouvoir offrir une grande porosité sans fortement dégrader la surface volumique. Tout comme nous l'avons réalisé pour les structures issues de la cristallographie, nous allons, pour chaque structure, tracer la courbe de l'indice de performance général et de la surface volumique en fonction de la porosité. Pour rappel, celle-ci est uniquement liée à l'épaisseur donnée à la surface.

Sept TPMS ont été étudiées. Dans l'équation approximée de la surface, pour les sept cas, la constante  $C$  a été prise égale à 0 et l'équation n'a pas été mise au carré. Ces structures sont toutes composées d'un seul motif élémentaire. Mis à part la structure « Gyroïde allongée » qui est composée de 200x200x400 voxels, toutes les structures sont cubiques et mesurent 200x200x200 voxels. La taille du voxel est donc adaptée pour obtenir une structure ayant une profondeur de 5 cm (soit 250  $\mu\text{m}$  lorsque la profondeur est discrétisée en 200 voxels ou 125  $\mu\text{m}$  pour une profondeur discrétisée en 400 voxels). Comme nous l'avons indiqué dans le paragraphe portant sur les structures treillis, avec si peu de voxels, le domaine de validité du code de lancer de rayons est tout de même respecté puisque nous utilisons une source lumineuse discrétisée en 32 points.

La **Figure 2.40** illustre les résultats obtenus sur ces TPMS. Entre les différentes structures, les courbes de résultats suivent les mêmes tendances. Les pics maximums de surface volumique et de l'indice de performance général sont tous les deux situés lorsque la porosité tend vers 100 %. Nous pouvons alors déjà émettre une première conclusion encourageante : ce type de structures semble aller dans le sens du compromis évoqué dans le chapitre 1, c'est-à-dire avec une surface volumique et une porosité élevées.



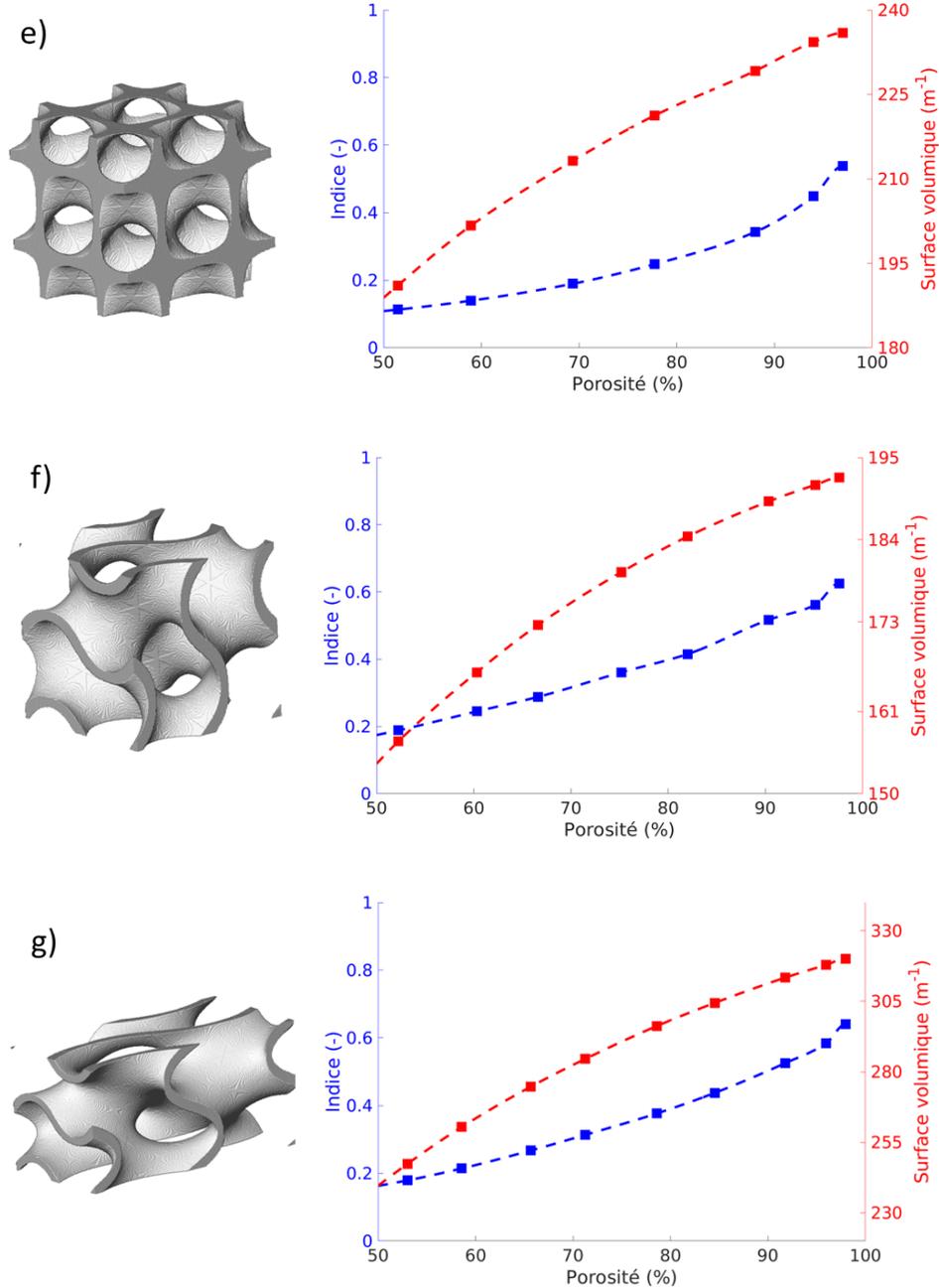


Figure 2.40 : Structures (diamètre des barreaux égal à 15 voxels, soit 3,750 mm) et courbes de l'indice de performance général et de la surface volumique en fonction de la porosité pour les sept TPMS étudiées. a) Lidinoïde, b) P-surface, c) Neovius, d) I-WP, e) D-surface, f) Gyroïde et g) Gyroïde allongée.

Le **Tableau 2.6** résume, pour chaque structure, la valeur de l'indice de performance la plus élevée et la valeur de la surface volumique correspondante. Les indices personnels sont également indiqués dans ce tableau.

| Structure        | $S_V$  | $I$   | Indice personnel $I_p$ |    |     |     |
|------------------|--------|-------|------------------------|----|-----|-----|
|                  |        |       | A                      | B  | C   | D   |
| Lidinoïde        | 376,59 | 0,383 | ---                    | ++ | +++ | +   |
| P-surface        | 150,86 | 0,535 | -                      | -- | +++ | ++  |
| Neovius          | 197,93 | 0,565 | --                     | +  | +++ | +   |
| I-WP             | 206,29 | 0,596 | -                      | +  | +++ | +   |
| D-surface        | 235,94 | 0,538 | ---                    | ++ | +++ | ++  |
| Gyroïde          | 192,32 | 0,626 | --                     | +  | +++ | ++  |
| Gyroïde allongée | 320,07 | 0,641 | --                     | ++ | +++ | +++ |

Tableau 2.6 : Résumé du meilleur indice de performance  $I$  obtenu pour chaque TPMS étudiée, avec la surface volumique associée. Les indices personnels sont également précisés (A = linéarité de l'absorption, B = absorption totale, C = absorption en face avant et D = sauts d'absorption). +++ :  $I_p > 0,95$ ; ++ :  $0,90 < I_p < 0,95$ ; + :  $0,85 < I_p < 0,90$ ; - :  $0,80 < I_p < 0,85$ ; -- :  $0,70 < I_p < 0,80$ , --- :  $I_p < 0,70$ .

Globalement, toutes les structures ont le même comportement. L'absorption du flux solaire n'est pas progressive en profondeur, mais cette absorption est totale, très limitée en face avant et les sauts d'absorption sont assez faibles. La structure la moins performante est la Lidinoïde et ses caractéristiques ressemblent à celles d'une mousse : tout le flux solaire est absorbé dans le début de la structure, mais elle a une surface volumique assez élevée.

La P-surface, la Neovius, la I-WP et la D-surface admettent approximativement les mêmes performances, ce qui se traduit par un indice de performance quasiment identique, mis à part pour la I-WP qui est légèrement supérieur aux trois autres en raison d'une absorption un peu plus progressive. Les surfaces volumiques varient entre  $150,86 \text{ m}^2/\text{m}^3$  et  $235,94 \text{ m}^2/\text{m}^3$ , ce qui reste des valeurs faibles, voire très faibles.

L'indice de performance de la Gyroïde est supérieur à 0,6 car cette structure absorbe correctement le flux solaire dans sa profondeur, même si l'uniformité suivant cette dimension est faible. Sa surface volumique, quant à elle, reste faible. De même que pour la structure « octet modifié » présentée dans le paragraphe précédent, nous avons modifié la Gyroïde, mais cette fois-ci dans le but d'améliorer son absorption progressive du flux solaire ainsi que sa surface volumique. Nous avons donc réalisé une homothétie de la structure suivant la profondeur et nous avons étudié cette nouvelle structure que nous avons nommé « Gyroïde allongée ».

Les résultats que nous obtenons sur cette structure sont globalement satisfaisants. En effet, la surface volumique a presque doublé ; plus de flux solaire est absorbé et les sauts d'absorption sont devenus quasiment inexistantes. Néanmoins, l'absorption progressive du flux solaire n'a pas été augmentée significativement. Il serait dommage d'arrêter le développement et l'amélioration de cette structure car, contrairement aux structures des deux autres familles présentées auparavant, celle-ci semble avoir tout le potentiel pour être une bonne candidate pour un récepteur solaire. Seule l'absorption progressive en profondeur doit être améliorée. Pour cela, nous avons tourné cette structure « Gyroïde allongée » plusieurs fois et différemment dans l'espace et nous avons à chaque fois calculé l'indice de performance. Il en résulte qu'une rotation de  $45^\circ$  suivant l'axe  $\vec{x}$  ou l'axe  $\vec{y}$  (mêmes résultats) est la meilleure solution pour améliorer les performances de la structure (**Figure 2.41**). L'absorption dans la profondeur est plus uniforme, ce qui se traduit par une transmission du flux solaire suivant cette dimension qui devient plus linéaire, sans dégrader fortement les trois autres caractéristiques de l'absorption.

L'indice de performance général a donc été augmenté (0,702). La surface volumique est de 333,28 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>, ce qui reste légèrement inférieur à la valeur référence. La porosité est quant à elle supérieure à 80 %, qui est notre valeur seuil.

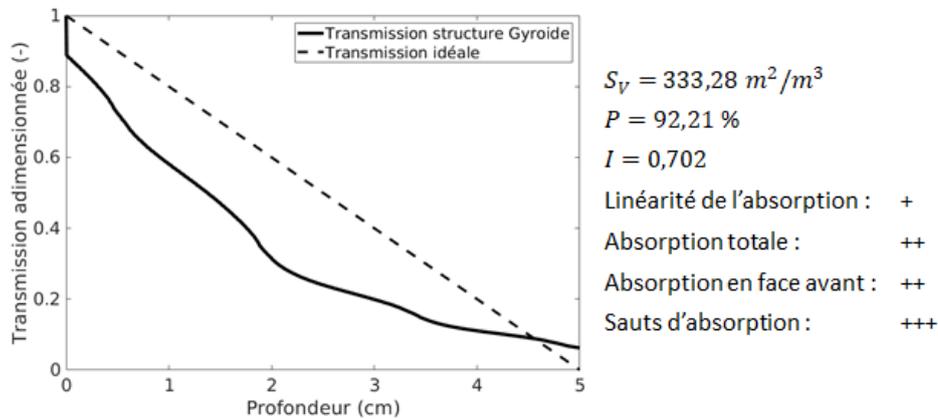


Figure 2.41 : Courbe de la transmission du flux solaire adimensionnée en fonction de la profondeur au sein de la structure « Gyroïde allongée » tournée à 45° suivant l'axe  $\vec{x}$  (à gauche). La profondeur de la structure est de 800 voxels et son épaisseur de surface est de 10 voxels (résolution du voxel = 62,5  $\mu\text{m}$ ). Valeurs de la surface volumique, de la porosité, de l'indice de performance global et précisions sur les indices personnels (à droite).

Suite à ces résultats, nous avons retenu cette structure pour des essais expérimentaux sur le banc d'essai installé à PROMES et nous avons donc créé le fichier nécessaire pour que la structure soit cylindrique, de diamètre 5 cm et de profondeur 5 cm (Figure 2.42).

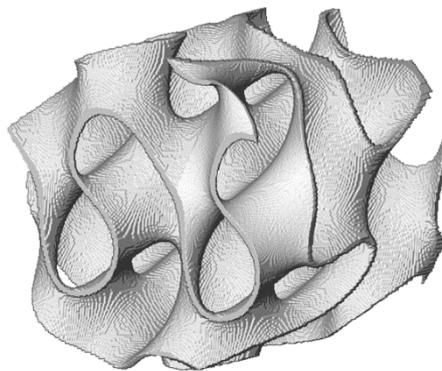


Figure 2.42 : Structure « Gyroïde allongée » tournée à 45° suivant l'axe  $\vec{x}$ , retenue pour être testée sur le banc d'essai du laboratoire PROMES. La profondeur et le diamètre sont de 5 cm (800 voxels) et l'épaisseur est de 625  $\mu\text{m}$  (10 voxels).

La démarche que nous avons utilisée pour optimiser la structure Gyroïde (homothétie puis rotation) aurait pu être appliquée sur d'autres TPMS pour également obtenir des résultats qui répondrait mieux au cahier des charges lié à l'absorption du flux solaire. De plus, lors de la génération, nous avons souhaité donner la valeur 0 à la constante  $C$ , mais nous aurions aussi pu choisir d'autres valeurs et ainsi obtenir d'autres structures. Au lieu de prendre cette voie, nous avons choisi d'étudier une autre famille de structures : les coniques.

### Structures coniques

Le choix d'étudier ce type de structures a été motivé par le fait qu'elles sont composées de cônes. En effet, si ces derniers sont orientés de telle manière à ce que la face avant de la structure soit les sommets des cônes et la face arrière les bases, un gradient de porosité est naturellement établi et cela favorise l'absorption uniforme du flux solaire suivant la profondeur [Olalde 1985].

Deux structures ont été étudiées. La première est une forêt de cônes disposés en quinconce. Pour assurer une tenue mécanique, des barres cylindriques rejoignent les sommets des cônes au centre des bases d'autres cônes (**Figure 2.43**, à gauche). Les cônes de la seconde structure sont orientés pour s'entrecroiser à différents niveaux et ainsi former des cellules dont les ligaments sont de plus en plus épais (**Figure 2.43**, à droite). Les motifs élémentaires ont une profondeur discrétisée en 460 voxels pour la première et 452 pour la seconde. La taille du voxel est de 100  $\mu\text{m}$ , ce qui dimensionne les structures respectivement à 4,6 cm et 4,52 cm. Ces deux dimensions sont légèrement inférieures aux 5 cm imposés par le banc d'essai du laboratoire PROMES, mais avec ces valeurs, les essais restent encore possibles.

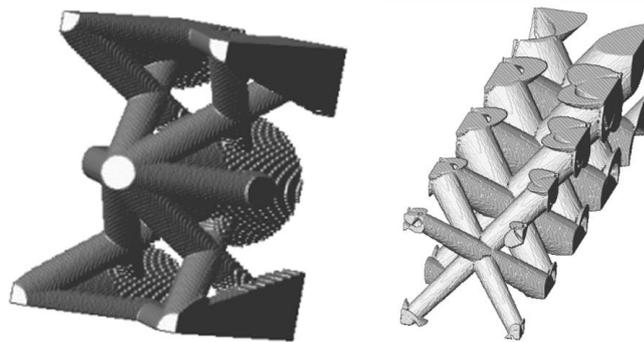


Figure 2.43 : Structures coniques étudiées. A gauche « Forêt de cônes » et à droite « Cônes entrecroisés ».

Les **Figures Figure 2.44** et **Figure 2.45** illustrent les résultats qui ont été obtenus sur ces deux structures. Dans les deux cas, la surface volumique est au moins égale à la valeur référence. Cependant, les valeurs des indices de performances ne sont pas élevées, surtout pour la seconde structure.

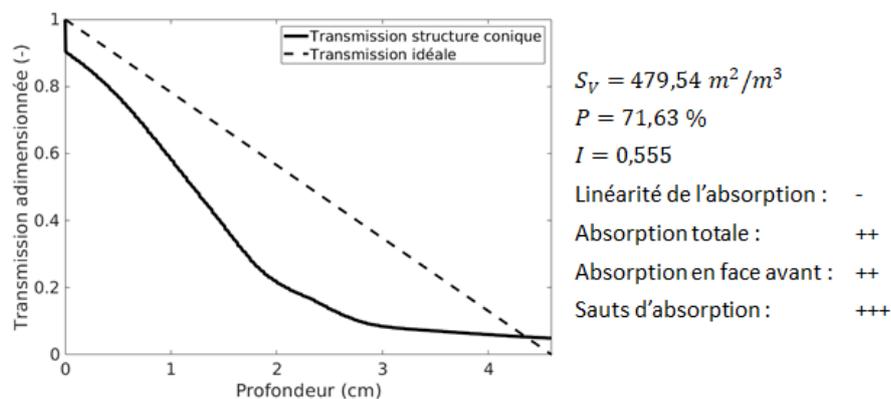


Figure 2.44 : Courbe de la transmission du flux solaire adimensionnée en fonction de la profondeur au sein de la structure « Forêt de cônes » (à gauche). La profondeur de la structure est de 460 voxels (résolution du

voxel = 100  $\mu\text{m}$ ). Valeurs de la surface volumique, de la porosité, de l'indice de performance global et précisions sur les indices personnels (à droite).

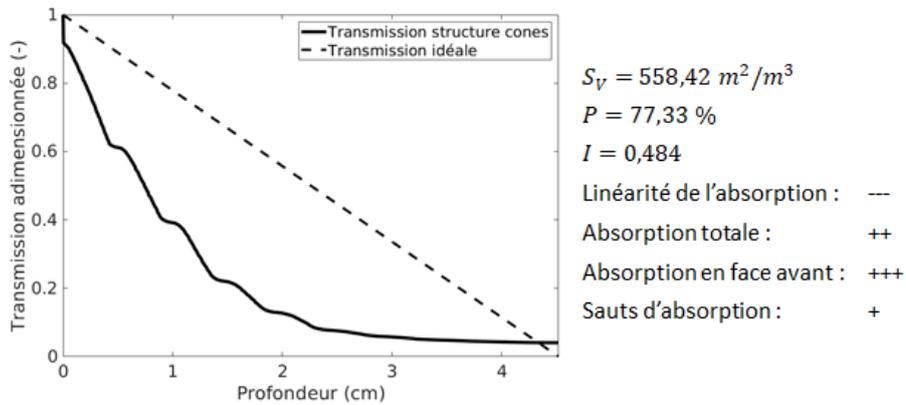


Figure 2.45 : Courbe de la transmission du flux solaire adimensionnée en fonction de la profondeur au sein de la structure « Cônes entrecroisés » (à gauche). La profondeur de la structure est de 452 voxels (résolution du voxel = 100  $\mu\text{m}$ ). Valeurs de la surface volumique, de la porosité, de l'indice de performance global et précisions sur les indices personnels (à droite).

Mis à part l'absorption uniforme en profondeur, la première structure répond bien au cahier des charges lié à l'absorption du flux solaire. C'est une structure que nous avons décidé de retenir car, même si l'indice personnel lié à l'absorption uniforme n'est pas élevé, il reste tout de même supérieur à celui d'une mousse. En effet, la transmission du flux solaire au début de la structure est assez linéaire et c'est seulement vers la moitié de la structure que la transmission s'éloigne fortement de la transmission idéale. Nous pensons que cette structure peut, malgré cet inconvénient, admettre de bonnes performances lors des essais réels et notamment grâce à la surface volumique élevée. La porosité est plus faible que notre valeur seuil mais dans ce type de structure, la circulation du fluide n'est pas trop perturbée par des obstacles créés par la géométrie de la structure. La tortuosité et donc les pertes de charges ne devraient pas être trop élevées.

En termes d'absorption, la deuxième structure a typiquement le comportement d'une mousse actuelle optimisée. Quelques sauts d'absorption sont en plus présents régulièrement mais ils ne sont pas énormes. Cette structure est clairement moins performante que les deux précédentes que nous avons retenues, mais il serait intéressant de la tester afin de nous servir de repère. En effet, comme ses caractéristiques géométriques (surface volumique et porosité) et ses performances d'absorption sont très proches d'une mousse, les résultats de cette structure fabriquée par notre procédé additif et avec des ligaments organisés pourraient être comparés avec ceux des mousses fabriquées par des méthodes conventionnelles. Cette comparaison nous permettrait alors d'obtenir des conclusions, négatives ou positives, sur la qualité du nouveau matériau que nous fabriquons.

La Figure 2.46 présente les deux structures, sous formes cylindriques, que nous avons retenues.

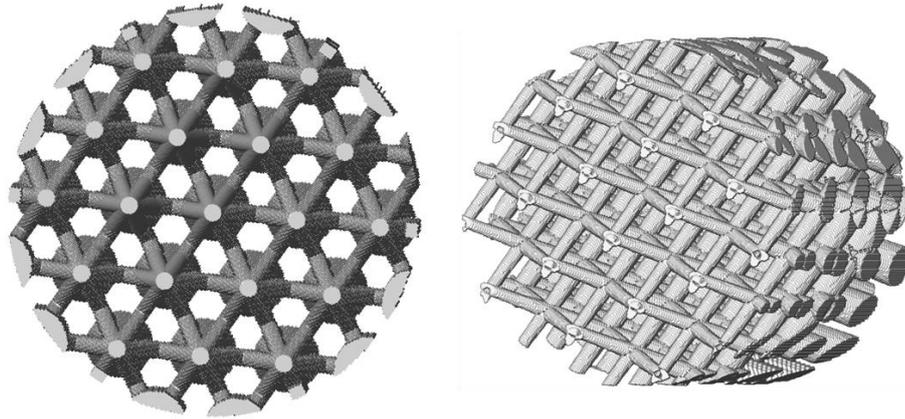


Figure 2.46 : Structures « Forêt de cônes » (à gauche) et « Cônes entrecroisés » (à droite) retenues pour être testées sur le banc d'essai du laboratoire PROMES. La profondeur est respectivement de 4,6 cm (460 voxels) et 4,52 cm (452 voxels). Le diamètre est de 4,89 cm.

Les trois structures que nous avons retenues seront imprimées (*cf.* chapitre 3), puis testées sur le banc d'essai du laboratoire PROMES (*cf.* chapitre 4). Nous n'avons pas continué les simulations par le code de lancer de rayons sur d'autres structures car le nombre d'échantillons pouvant être testés sur ce banc durant cette thèse était limité à trois.

### **Conclusion partielle**

La partie que nous venons d'aborder est une synthèse des résultats que nous avons obtenus. Elle a montré dans un premier temps la manière dont nous avons procédé pour trier nos structures : établissement d'un indice de performance pour analyser rapidement le potentiel d'une structure pour répondre au cahier des charges, calcul de la porosité et de la surface volumique pour commencer à prendre en considération les aspects fluidiques.

Dans un second temps, cette partie a présenté les résultats obtenus sur différentes structures nous ayant permis d'en retenir finalement trois en vue d'être testées sur le banc d'essai du laboratoire PROMES.

La suite logique de ce travail numérique est de calculer le champ de température au sein des structures retenues. Pour mener à bien ce travail, il est d'abord nécessaire d'avoir à disposition un code de calcul thermique couplé conducto-radiatif (car les températures atteintes dans le récepteur sont très élevées) qui prend en considération la semi-transparence des constituants de la structure et qui peut s'appliquer sur un milieu voxelisé. La prochaine partie présente ce code de calcul, dont quelques améliorations ont été proposées et apportées durant cette thèse.

## **2.5 Calculs thermiques couplés conducto-radiatifs**

Les hautes températures atteintes dans le récepteur nous contraignent à effectuer des simulations thermiques couplées conducto-radiatives sur nos structures pour déterminer le champ de température induit par l'absorption du flux solaire. Ce type de simulation est très complexe car il fait appel à des équations non-linéaires. Un code de calcul développé au laboratoire en 2012 [Niezgoda 2012] va nous permettre de pouvoir effectuer ces simulations.

Cependant, ce code a nécessité d'apporter des modifications dans l'écriture et la programmation des schémas numériques afin d'assurer la convergence des simulations sur des structures complexes comportant  $400^3$  voxels dans des temps de calcul raisonnables – quelques dizaines de minutes sur 16 processeurs.

## 2.5.1 Résolution numérique du champ de température

Cette sous-partie est constituée de 5 paragraphes. Les quatre premiers décrivent le code et la manière dont ce dernier détermine un champ de température en résolvant l'équation de la chaleur couplant conduction et rayonnement. Ils sont une synthèse de l'approche menée par Mathieu Niezgodà dans sa thèse [Niezgodà 2012]. La dernière sous-partie décrit l'implémentation et la résolution numérique développée durant cette thèse pour améliorer le code.

### 2.5.1.1 Démarche analytique de résolution

La structure, multiconstituant, est composée d'un certain nombre de voxels cubiques homogènes. Chaque voxel, d'une taille de quelques microns, possède les propriétés thermophysiques et radiatives du matériau qu'il représente et peut être de nature semi-transparente.

Deux équations fortement couplées gouvernent la physique dans la structure : l'équation du transfert radiatif et l'équation de la chaleur. La modélisation du transfert de chaleur dans le cadre défini ci-dessus passe par la résolution de ces deux équations dans chacun des voxels. Afin de simplifier un problème mathématique complexe, nous faisons les hypothèses suivantes :

- i)* Pour chaque face de chaque voxel, les luminances sont isotropes par demi-espace. Nous considérons donc qu'il y a deux luminances (avant et arrière) pour une face considérée.
- ii)* Les propriétés et grandeurs radiatives de chaque constituant sont indépendantes de la longueur d'onde (milieux gris). Cela revient à considérer des propriétés et grandeurs radiatives moyennes. Cette hypothèse qui peut sembler forte est néanmoins légitime car le champ de température recherché résulte de la considération de grandeurs énergétiques qui intègrent l'ensemble des contributions de chaque longueur d'onde.
- iii)* Les propriétés sont indépendantes de la température. Cette hypothèse est valable dans le cas où le champ de température ne varie au maximum que de quelques dizaines de degrés, comme cela peut-être le cas dans des structures admettant une absorption du flux solaire uniforme en leur sein. Dans des cas où des structures sont soumises à une mauvaise distribution de l'énergie solaire, de fortes variations de température sont présentes et il faudrait envisager de faire varier ses propriétés en fonction de la température.

Nous avons treize inconnues dans chaque voxel : la température (que nous cherchons à déterminer) et douze luminances. Dans chaque voxel, nous allons donc résoudre l'équation du transfert radiatif entre chaque face et les cinq autres (six équations) et l'équation du bilan de flux mettant en jeu les flux conductifs et radiatifs échangés par chaque voxel avec ses six voisins (une

équation). Le problème est fermé avec six relations d'interface pour chaque voxel (une pour chacune de leurs faces) reliant la luminance entrante sur une face à la luminance sortante sur la même face vue du voxel voisin. Pour déterminer ces treize inconnues, il nous faut donc résoudre ces treize équations que nous allons à présent expliciter.

### 2.5.1.2 L'équation du transfert radiatif

#### Nomenclature

| <u>Lettres et symboles</u> |  | <u>Indices</u> |                             |
|----------------------------|--|----------------|-----------------------------|
| $\mathcal{B}$              | Ensemble des voxels de bords   | '              | Grandeur directionnelle     |
| $\mathcal{E}$              | Ensemble des voxels  | $cond$         | Conductif                   |
| $L, \mathcal{L}$           | Luminance ( $W \cdot m^{-2}$ ) ou ( $W \cdot m^{-2} \cdot sr^{-1}$ ) | $e$            | Entrant                     |
| $L^0$                      | Luminance totale du corps noir ( $W \cdot m^{-2}$ )                  | $i, j, k$      | Position ou face d'un voxel |
| $s$                        | Abscisse curviligne (m)  | $r, rad$       | Radiatif                    |
| $S$                        | Face d'un voxel  | $s$            | Sortant                     |
| $z$                        | Vecteur du repère  |                |                             |
| $\phi$                     | Flux ( $W$ )   |                |                             |
| $\varphi$                  | Densité de flux ( $W \cdot m^{-2}$ )                                 |                |                             |

Considérons un voxel de côté  $\delta$  tel qu'il a été décrit précédemment. Nous numérotions arbitrairement ses faces comme présenté sur la **Figure 2.47**. Nous voulons écrire la luminance sortante d'une des faces (par exemple la 6) obtenue en sommant des contributions des luminances entrantes par les cinq autres faces. A priori, la luminance sortant de la face 6 n'est pas isotrope.

On va donc rechercher le flux radiatif sortant de cette face et en déduire la luminance sortante isotrope équivalente.

$$\phi_6^s = \iint_{M \in S_6} \vec{\varphi}_r^s(M) \cdot \vec{z} dS_{M_6} \quad (2.31)$$

où : 
$$\vec{\varphi}_r^s = \sum_{i=1}^5 \iint_{N_i \in S_i} L' \left( M; \frac{\vec{N}_i \vec{M}}{N_i M} \right) \frac{\vec{N}_i \vec{M}}{N_i M} \frac{\cos \theta_{N_i}}{N_i M^2} dS_{N_i}$$

Pour déterminer la luminance directionnelle en  $M$  dans la direction  $u$ , nous appliquons l'ETR dans le voxel entre N et M. Comme le voxel est homogène, il n'y a pas de terme de diffusion. Sous l'hypothèse de milieu gris, elle s'écrit donc :

$$\frac{dL'(s_i)}{ds_i} + \kappa L'(s_i) = \kappa L^0(T) \quad (2.32)$$

avec : 
$$L^0(T) = \frac{n^2 \sigma_{SB} T^4}{\pi} = \mathcal{E}$$

où  $n$  est l'indice optique,  $\sigma_{SB}$  est la constante de Stefan-Boltzman et  $\kappa$  le coefficient d'absorption.

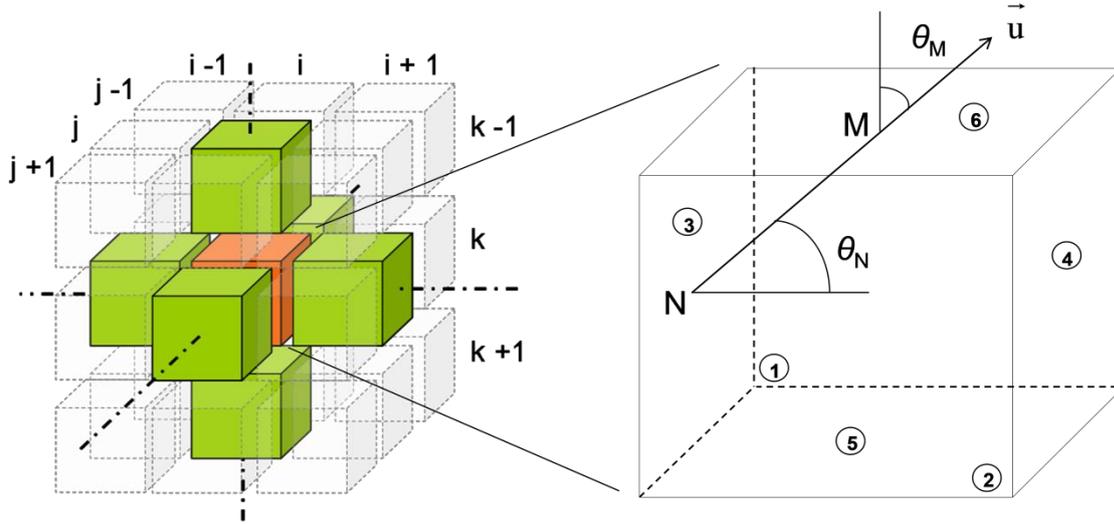


Figure 2.47 : Considérations géométriques.

Elle se résout simplement pour donner :

$$L'(s_i) = (\mathcal{L}_i^e - \varepsilon)e^{-\kappa \cdot N_i M} + \varepsilon \quad (2.33)$$

où  $\mathcal{L}_i^e$  est la luminance entrante (isotrope) sur la face  $i$ . On en déduit après quelques calculs :

$$\begin{aligned} \phi_6^s = \iint_{M \in S_6} \sum_{i=1}^5 \left[ (\mathcal{L}_i^e - \varepsilon) \iint_{N_i \in S_i} e^{-\kappa \cdot N_i M} \frac{\cos \theta_M \cos \theta_{N_i}}{N_i M^2} dS_{N_i} \right. \\ \left. + \varepsilon \iint_{N_i \in S_i} \frac{\cos \theta_M \cos \theta_{N_i}}{N_i M^2} dS_{N_i} \right] dS_{M_6} \end{aligned} \quad (2.34)$$

$$\phi_6^s = \sum_{i=1}^5 \left[ (\mathcal{L}_i^e - \varepsilon) \iint_{M \in S_6} \iint_{N_i \in S_i} e^{-\kappa \cdot N_i M} \frac{\cos \theta_M \cos \theta_{N_i}}{N_i M^2} dS_{N_i} dS_{M_6} \right] + \varepsilon \pi \delta^2 \sum_{\substack{i=1 \\ =1}}^5 f_{6i} \quad (2.35)$$

où les  $f_{ji}$  sont les facteurs de forme dont la somme sur les cinq faces est égale à 1. De façon similaire aux facteurs de forme, nous définissons des grandeurs sans dimension  $F_{ij}$  que nous avons choisi d'appeler facteurs de forme avec absorption.

$$F_{ij} = \frac{1}{\pi S_i} \iint_{M_i \in S_i} \iint_{N_j \in S_j} e^{-\kappa \cdot N_j M_i} \frac{\cos \theta_{M_i} \cos \theta_{N_j}}{N_j M_i^2} dS_{N_j} dS_{M_i} \quad (2.36)$$

En écrivant l'égalité entre la définition de la luminance isotrope équivalente sortante de la face 6 et l'équation (2.35), on aboutit finalement à :

$$\phi_6^s = \pi \delta^2 \mathcal{L}_6^s = \pi \delta^2 \left[ \sum_{i=1}^5 (\mathcal{L}_i^e - \varepsilon) F_{6i} + \varepsilon \right] \quad (2.37)$$

$$\mathcal{L}_6^s = \sum_{i=1}^5 (\mathcal{L}_i^e - \varepsilon) F_{6i} + \varepsilon \quad (2.38)$$

Par des considérations géométriques, on montre que les trente-six facteurs de forme avec absorption se réduisent en fait à deux. On note donc à présent :  $F_{61} = F_{62} = F_{63} = F_{64} = F_V$  (Faces Voisines) et  $F_{65} = F_O$  (Faces Opposées). Ces facteurs de forme avec absorption ne dépendent que de l'épaisseur optique  $\kappa\delta$  dans le cas d'un voxel cubique homogène et sont donc constants et propres à un matériau. Finalement, on peut écrire :

$$\mathcal{L}_6^s = F_V \sum_{i=1}^4 \mathcal{L}_i^e + F_O \mathcal{L}_5^e + \varepsilon(1 - F_O - 4F_V) \quad (2.39)$$

On peut également écrire la même équation pour les cinq autres luminances aux permutations d'indices près. Grâce aux coordonnées des points  $M \begin{pmatrix} \delta x \\ \delta y \\ \delta \end{pmatrix}$  et  $N \begin{pmatrix} \delta z \\ \delta t \\ 0 \end{pmatrix}$ , on montre que les facteurs exponentiels de forme peuvent s'écrire de la façon suivante :

$$F_O = \int_{x=0}^1 \int_{y=0}^1 \int_{z=0}^1 \int_{t=0}^1 \frac{e^{-\kappa\delta\sqrt{(x-z)^2+(y-t)^2+1}}}{((x-z)^2 + (y-t)^2 + 1)^2} dx. dy. dz. dt \quad (2.40)$$

$$F_V = \int_{x=0}^1 \int_{y=0}^1 \int_{z=0}^1 \int_{t=0}^1 zt \frac{e^{-\kappa\delta\sqrt{(y-x)^2+z^2+t^2}}}{((y-x)^2 + z^2 + t^2)^2} dx. dy. dz. dt \quad (2.41)$$

Différents calculs d'intégrales multiples permettent de simplifier ces intégrales quadruples en intégrales simples, on obtient finalement :

$$F_O = \frac{2}{\pi} \int_0^1 \frac{e^{-\kappa\delta\sqrt{r^2+1}}}{(r^2 + 1)^2} r(\pi - 4r + r^2) dr + \frac{2}{\pi} \int_1^{\sqrt{2}} \frac{e^{-\kappa\delta\sqrt{r^2+1}}}{(r^2 + 1)^2} r \left( \pi - 2 - r^2 + 4\sqrt{r^2 - 1} - 4 \arccos\left(\frac{1}{r}\right) \right) dr \quad (2.42)$$

$$F_V = \frac{8\kappa\delta - 3 + (3 - 5\kappa\delta)e^{-\kappa\delta}}{12\pi(\kappa\delta)^2} + \frac{1}{12\pi} \int_1^{\sqrt{2}} \frac{e^{-\kappa\delta r}}{r^3} \left( 6r^4 - 6r^2 + 5 - 16(r^2 - 1)^{\frac{3}{2}} \right) dr + \frac{1}{12\pi} \int_{\sqrt{2}}^{\sqrt{3}} \frac{e^{-\kappa\delta r}}{r^3} \left( -3r^4 + 6r^2 + 1 + 8(r^2 - 2)^{\frac{3}{2}} \right) dr \quad (2.43)$$

On peut aussi écrire une relation de continuité de la luminance pour chaque face de chaque voxel (six équations supplémentaires par voxel). Par exemple, la luminance entrante par la face 6 est la somme de la partie transmise ( $\tau_{65'}$ ) de la luminance sortante de la face 5 du voxel supérieur et de la partie réfléchie ( $\rho_{65'}$ ) de la luminance sortante de la face 6 du voxel considéré.

Par exemple :

$$\mathcal{L}_6^e(i, j, k) = \rho_{65'} \mathcal{L}_6^s(i, j, k) + \tau_{5'6} \mathcal{L}_5^s(i, j, k + 1) \quad (2.44)$$

### 2.5.1.3 Le bilan de flux

La dernière équation que l'on doit formuler est un bilan de flux. On écrit que la somme des flux conductifs et radiatifs entrant dans un voxel  $i$  est nulle puisque notre étude porte sur un problème en régime permanent.

$$\forall i \in \mathcal{E} \setminus \mathcal{B}, \quad \sum_{k=1}^6 \phi_{cond,k}^i + \sum_{k=1}^6 \phi_{rad,k}^i = 0 \quad (2.45)$$

$$\forall i \in \mathcal{E} \setminus \mathcal{B}, \quad \sum_{k=1}^6 \frac{2\delta\lambda_i\lambda_k}{\lambda_i + \lambda_k} (T_k + T_i) + \pi\delta^2 \sum_{k=1}^6 (\mathcal{L}_k^e - \mathcal{L}_k^s) = 0 \quad (2.46)$$

### 2.5.1.4 Conditions aux limites

Les équations précédemment écrites sont valables pour tous les problèmes que nous pourrions traiter avec cette modélisation. Seules les équations des conditions aux limites, *i.e.* pour les voxels des six faces, des douze arêtes et des huit coins peuvent changer d'un problème à l'autre.

Pour prendre en compte les conditions aux limites des parois latérales, on ajustera les équations précédentes pour les voxels concernés. Si la condition à la limite est une température imposée, l'équation (2.44) s'écrira :

$$\mathcal{L}_6^e(i, j, k) = \varepsilon \frac{n^2 \sigma_{SB} T_{imp}^4}{\pi} \quad (2.47)$$

où  $\varepsilon$  est l'émissivité du voxel  $(i, j, k)$  et  $T_{imp}$  la valeur de la température imposée.

Si la condition à la limite est un flux radiatif  $\phi_0$ , l'équation (2.44) s'écrira :

$$\mathcal{L}_6^e(i, j, k) = \phi_0 \quad (2.48)$$

Si la condition à la limite est périodique, les termes de températures et de luminances seront ceux du voxel situé sur la face opposée.

### 2.5.1.5 Implémentation et résolution numérique

La résolution numérique implémentée dans le code de calcul est différente de celle proposée par M. Niezgodna. Elle a été développée durant cette thèse pour, d'une part accélérer le

temps de calcul et, d'autre part, obtenir la convergence des résultats dans tous les cas de simulations sur des structures complexes.

L'application de l'équation (2.39) sur les  $N$  voxels composant le domaine d'étude donne un système d'équation matriciel qui peut se mettre sous la forme suivante :

$$L^e = M_1 L^s + M_2 T^4 \quad (2.49)$$

où  $L^e$  est un vecteur de taille  $6N$  comprenant les six luminances entrantes pour chacun des  $N$  voxels,  $L^s$  est son équivalent, mais pour les luminances sortantes,  $M_1$  est une matrice creuse de taille  $6N \times 6N$  et est composée uniquement de termes  $F_O$  et  $F_V$ ,  $M_2$  est une matrice creuse de taille  $6N \times N$ , également composée de termes  $F_O$  et  $F_V$  et  $T$  est le vecteur de taille  $N$  comprenant la température de tous les voxels. La notation  $T^4$  signifie que chaque terme du vecteur  $T$  est à la puissance 4.

Cette équation matricielle présente donc treize inconnues par voxel (les six luminances entrantes, les six luminances sortantes et la température). La généralisation de l'équation (2.44) sur tous les voxels donne :

$$L^s = M_3 L^e + C_1 \quad (2.50)$$

$M_3$  est une matrice creuse de taille  $6N \times 6N$ , remplie des termes de réflexion et de transmission.  $C_1$  est un vecteur de taille  $6N$  qui comporte les conditions aux limites radiatives. En injectant cette équation dans la précédente, on obtient :

$$AL^e = BT^4 + K_1 \quad (2.51)$$

avec  $A = I_d - M_1 M_3$ ,  $B = M_2$  et  $K_1 = M_1 C_1$ .

Ce système matriciel ne comporte maintenant que sept inconnues par voxel. Finalement, la combinaison de l'équation (2.50) et l'équation (2.46) issue du bilan de flux permet d'écrire :

$$CT + DL^e + ET^4 + K_2 = 0 \quad (2.52)$$

$C$  est une matrice creuse de taille  $N$  comportant les conductances,  $D$  est de taille  $N \times 6N$ ,  $E$  est une matrice creuse de taille  $N \times N$  et  $K_2$  est un vecteur de taille  $N$  comportant les conditions aux limites conductives. Grâce aux deux dernières équations, le problème est fermé ( $7N$  inconnues pour  $7N$  équations). Les cinq matrices et les deux vecteurs introduits ( $A, B, C, D, E, K_1, K_2$ ) sont creux et nous permettent encore de pouvoir travailler sur de gros volume.

Nous aurions pu aller plus loin dans la réduction des systèmes matriciels pour n'obtenir plus qu'une seule inconnue par voxel (la température), c'est-à-dire remplacer  $L^e$  dans l'équation (2.52) par son expression tirée de l'équation (2.51). Cependant cette méthode nécessite de stocker dans la mémoire vive l'inverse de  $A$ , qui par définition est pleine, et ne nous permettrait plus de travailler sur des gros volumes.

Pour résoudre le champ de température dans la structure, nous nous sommes appuyés sur les équations (2.51) et (2.52). Le principe de résolution est le suivant :

- 1- Prise d'un champ de température initial (par exemple valeur constante sur tous les voxels ou bien issue du transfert par conduction seule) ;
- 2- Résolution du système matriciel (2.51) pour obtenir un champ de luminances entrantes, grâce à la connaissance du champ de température. La résolution numérique se réalise grâce aux fonctions de la librairie Hypre (préconditionneur par l'algorithme de Boomer\_AMG et inversion par l'algorithme du gradient conjugué ou de GMRES) ;
- 3- Résolution du système matriciel (2.52) pour obtenir un champ de température, à partir de la connaissance du champ de luminances. Ce système matriciel est non linéaire et notre choix pour sa résolution s'est porté sur l'algorithme de Levenberg-Marquardt.

Ce nouveau champ de température permet alors de réaliser à nouveau l'étape numéro 2, puis à nouveau l'étape numéro 3 et ainsi de suite. Ce processus itératif s'arrête lorsque le champ de température entre deux boucles d'itérations est stable. Pour définir cette stabilité, nous avons choisi le critère d'arrêt suivant :

$$\max |T_i - T_{i-1}| < \varepsilon_{tol} \quad (2.53)$$

où  $i$  est l'itération en cours et  $\varepsilon_{tol}$  est la tolérance choisie par l'utilisateur. Dans tous nos calculs, nous avons fixé cette valeur au maximum à 0,01 %.

## 2.5.2 Détermination des propriétés thermophysiques et radiatives

Le code présenté dans la partie précédente est un modèle direct : il donne accès par le calcul à une grandeur inconnue, ici la température dans chaque voxel au cours du temps. Pour cela, nous devons lui fournir les différentes propriétés thermophysiques et radiatives à l'échelle pertinente de chaque constituant de l'échantillon.

Dans le cas où les constituants de la structure sont des matériaux qui ont été relativement étudiés, les propriétés peuvent être trouvées dans la littérature. Lorsque ce n'est pas le cas, il faut alors mener des campagnes de caractérisation.

Pour résoudre le champ de température par ce code de calcul, il faut déterminer les conductivités phoniques, les coefficients d'absorption, les réflectivités, les transmissivités et les indices optiques.

Le matériau que nous fabriquons par impression 3D est très récent et aucune étude ne porte sur ses propriétés thermophysiques ou radiatives. C'est pour cette raison que nous avons mené des caractérisations sur ce matériau pour mener à bien nos simulations. Celles-ci seront décrites dans le prochain chapitre.

## 2.5.3 Comparaisons avec d'autres travaux

Avant d'utiliser le code de calcul thermique, il faut le valider pour s'assurer que les résultats obtenus sont corrects. Cette validation est très difficile car il existe très peu de données

expérimentales et capter le champ de température dans des milieux, homogènes ou non, n'est pas réalisable aisément. Nous avons donc choisi de comparer les résultats obtenus par ce code de calcul avec ceux d'autres codes écrits avec des méthodes de résolution différentes.

Dans ses travaux, M. Niezgoda [Niezgoda 2012] a comparé le code de thermique pour le cas d'une plaque chaude gardée (températures différentes imposées sur deux faces opposées et conditions de flux nul sur les quatre autres faces) où le milieu était homogène et pour trois valeurs de coefficient d'absorption. La comparaison a été effectuée par rapport à un code utilisant la méthode des ordonnées discrètes. Après avoir modifié les facteurs de formes avec absorption  $F_0$  et  $F_V$  pour les obtenir en une dimension (seul  $F_0$  reste non nul), les deux codes de calculs ont donné des résultats très proches. Suite à la nouvelle manière de résoudre numériquement le système matriciel, nous avons réalisé à nouveau cette comparaison. Nous obtenons les mêmes résultats et à puissance de calcul égal, nous avons diminué le temps de calcul d'un facteur cinq.

Pour poursuivre cette démarche, nous avons souhaité réaliser des comparaisons sur des structures complexes et dans le cas où les propriétés thermophysiques et radiatives sont celles de matériaux réels.

Aussi, nous avons mené une étude en commun avec G. Vignoles (LCTS, Bordeaux) qui a développé un code, SHTRAC, résolvant le transfert thermique couplé conducto-radiatif dans un milieu comportant une phase opaque (solide) et une phase transparente (fluide) [ (Vignoles, 2016)]. L'objectif de l'étude était de déterminer la conductivité équivalente de structures complexes en fonction de la température en simulant une expérience de plaque chaude gardée numérique (PCGN) appliquée à ces structures. Dans SHTRAC la modélisation du transfert de chaleur est basée sur le déplacement de marcheurs aléatoires dans le milieu voxelisé. Décrivons succinctement son principe de fonctionnement.

Le milieu considéré est poreux, constitué d'une phase solide opaque et d'une phase transparente (vide). Dans cette dernière, ni les propriétés matériau, ni la température ne sont définies. Les propriétés radiatives dans la phase solide sont indépendantes de la longueur d'onde (milieu gris). Pour simuler l'expérience de PCGN, un très faible gradient de température est établi entre deux faces opposées de la structure (une face dite chaude et l'autre froide), tandis qu'une périodicité ou un flux nul est imposé sur les quatre autres faces. Comme la phase solide est opaque, seul le transfert par conduction est présent en son sein. Par définition, le transfert de chaleur dans la phase de vide ne s'effectue que par rayonnement. Plusieurs milliers voire millions de marcheurs, portant une enthalpie, sont générés au niveau des faces à températures imposées et vont se déplacer aléatoirement dans le volume. Lorsqu'ils sont dans la phase solide, les marcheurs se déplacent d'une distance  $\delta x$  définie par le schéma d'Itô-Taylor :

$$\delta x = \sqrt{2\alpha_s \delta t} \begin{pmatrix} \Gamma_1 \\ \Gamma_2 \\ \Gamma_3 \end{pmatrix} \quad (2.54)$$

où  $\Gamma_{1,2,3}$  sont des nombres aléatoires obéissant à une distribution Gaussienne de variance égale à 1 et de moyenne nulle.  $\alpha_s$  est la diffusivité thermique du solide et  $\delta t$  est le pas de temps.

Lorsqu'ils atteignent une interface solide/vide, les marcheurs la traversent suivant la loi de probabilité  $P_{s \rightarrow v}$  suivante :

$$P_{s \rightarrow v} = \frac{4\varepsilon T_{ref}^3 \langle |\delta x_w| \rangle}{\lambda_s} \quad (2.55)$$

avec  $\varepsilon$  l'émissivité du matériau constituant la phase solide et  $\lambda_s$  sa conductivité phonique,  $T_{ref}$  la température à laquelle le milieu est soumis, et  $\langle |\delta x_w| \rangle$  le dernier déplacement moyen des marcheurs.

S'ils traversent l'interface, les marcheurs sont alors dans la phase de vide et sont directement transportés vers la première surface rencontrée en gardant la direction qu'ils avaient lors de leur dernier déplacement dans le solide. S'ils ne la traversent pas, alors les marcheurs restent dans le solide et continuent de se déplacer suivant le schéma (2.54). A chaque pas de temps, la somme de l'enthalpie des marcheurs dans un voxel est calculée pour établir le champ de température dans le milieu. Au bout de plusieurs itérations, le régime stationnaire est atteint et une conductivité thermique effective, qu'elle soit phonique ou conducto-radiative, peut être calculée.

Dans cette étude comparative, deux structures TPMS différentes ont été générées (**Figure 2.48**). La première est la D-surface, où l'équation a été mise au carré et où la constante C a été prise égale à 0,2. La seconde est la gyroïde, où la constante C a été prise égale à 1,4 (cf. « **2.2.2.3 Structures TPMS** »). Pour chacune d'elle, plusieurs simulations ont été effectuées, avec pour seul changement la température du milieu. Seule la conductivité phonique du solide était dépendante de la température. Ses valeurs sont résumées dans le **Tableau 2.7**. L'émissivité, quant à elle, est restée constante.

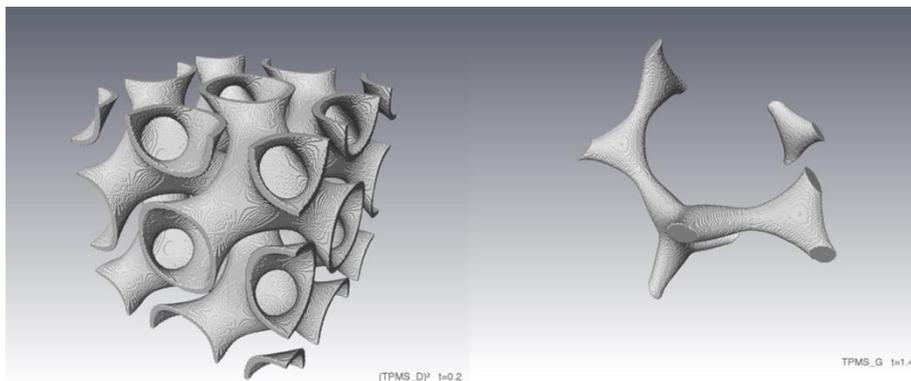


Figure 2.48 : Structures TPMS. A gauche : D-surface, C=0,2, équation au carré. A droite : gyroïde, C=1,4.

| Température (°C) | SiC fritté | Inconel 702 |
|------------------|------------|-------------|
| 20               | 17         | 15          |
| 200              | 16,5       | 15          |
| 400              | 16         | 17,5        |
| 600              | 15,4       | 21,5        |
| 800              | 14,2       | 26          |
| 1000             | 13,3       | 30          |
| 1200             | 13,1       | 34          |
| 1400             | 12,9       |             |

**Tableau 2.7 : Conductivités phoniques (en W/m/K) utilisées lors des simulations.**

Les données qui ont été utilisées pour les simulations avec SHTRAC sont données dans le **Tableau 2.8**.

|   | D-surface   | Gyroïde     |
|---|-------------|-------------|
| Constante C   | 0,2         | 1,4         |
| Surface volumique (m <sup>2</sup> /m <sup>3</sup> ) | 1437        | 200         |
| Taille (en voxels)                                  | 200x200x200 | 200x200x200 |
| Taille d'un voxel (μm)                              | 50          | 50          |
| Matériau  | SiC fritté  | Inconel 702 |
| Emissivité  | 0,85        | 0,25        |

**Tableau 2.8 : Données utilisées pour les simulations réalisées avec le code SHTRAC.**

Quelques données supplémentaires ont été nécessaires pour réaliser les simulations avec THERMIVOX. Elles sont indiquées dans le **Tableau 2.9**.

|   | D-surface              | Gyroïde     |
|---|------------------------|-------------|
| Constante C   | 0,2                    | 1,4         |
| Surface volumique (m <sup>2</sup> /m <sup>3</sup> ) | 1437                   | 200         |
| Taille (en voxels)                                  | 200x200x200            | 200x200x200 |
| Taille d'un voxel (μm)                              | 70                     | 69,8        |
| Matériau  | SiC fritté             | Inconel 702 |
| Emissivité  | 0,85                   | 0,25        |
| Conductivité phonique (vide)                        | 0                      | 0           |
| Conductivité phonique (solide)                      | <i>cf. Tableau 2.7</i> |             |
| Coefficient d'absorption (vide)                     | 0                      | 0           |
| Coefficient d'absorption (solide)                   | ∞                      | ∞           |
| Indice optique (vide)                               | 1                      | 1           |
| Indice optique « gris » (solide)                    | 2,58                   | 17          |

**Tableau 2.9 : Données utilisées pour les simulations que nous avons effectuées avec THERMIVOX.**

Pour les deux structures, les coefficients d'absorption ont une valeur qui tend vers zéro (pour le vide) ou vers l'infini (pour la phase solide) afin de modéliser une structure opaque comprise dans du vide. Dans THERMIVOX, l'indice optique complexe du matériau nous permet de déterminer sa transmissivité et sa réflectivité. La connaissance de ces deux paramètres nous permet ensuite de retrouver l'émissivité des phases solides, indiquée dans le **Tableau 2.9**, vérifiant ainsi la loi de Kirchhoff. Pour la phase transparente, l'indice optique a été pris égal à 1. Les valeurs des indices optiques pour le SiC fritté et l'Inconel 702 sont issues de [Palik 1998] et intégrées sur le spectre solaire.

Lorsque l'on compare les données utilisées par les deux codes, nous avons la même surface volumique, le même nombre de voxels mais pas la même taille de voxel. Cette différence s'explique par le fait que notre code de calcul résout le champ de température directement à partir des voxels ; aucun traitement concernant la surface n'est effectué. Le code de calcul SHTRAC applique un *marching cube* simplifié sur la structure voxelisée avant d'effectuer les calculs. A résolution égale et pour une structure donnée, nous n'avons donc pas la même surface volumique. C'est pour cette raison que nous avons ajusté la taille de nos voxels afin d'obtenir des surfaces volumiques identiques.

Par ailleurs, les conditions aux limites que nous avons utilisées sont :

- Températures imposées sur les voxels de la phase solide de deux faces opposées, avec 1 K d'écart pour assurer le très faible gradient de température ;
- Périodiques en température et en flux pour les voxels constituant les autres frontières du volume voxelisé.

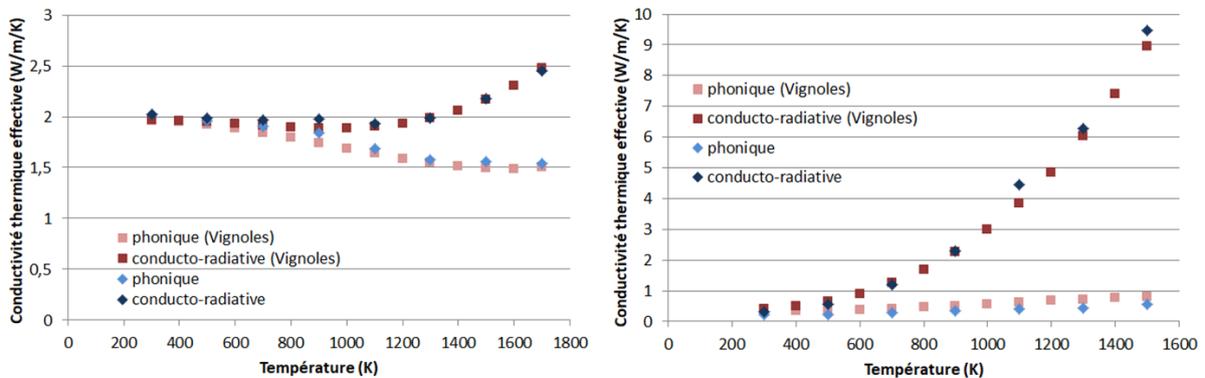


Figure 2.49 : Conductivités phoniques et conducto-radiatives effectives calculées à partir du code développé par Vignoles et à partir de THERMIVOX. A gauche : D-surface. A droite : gyroïde.

La **Figure 2.49** donne les valeurs de la conductivité thermique phonique et de la conductivité équivalente (part conductive + part radiative), obtenues en fonction de la température par chaque code de calcul. Nous pouvons constater un très bon accord entre les résultats issus des 2 codes qui ne s'appuient pas du tout sur la même démarche de modélisation. Une étude de sensibilité reste à mener sur ce cas de validation numérique afin de s'assurer que la variation de propriétés physiques n'entraîne pas de grandes différences. Même en l'absence d'une validation expérimentale (très délicate à mener à haute température et faisant l'objet d'une autre thèse au laboratoire), nous estimons que les simulations qui seront menées avec THERMIVOX sur les structures retenues, nous permettront d'analyser leur réponse thermique à une irradiation solaire.

## 2.5.4 Approximation des échanges convectifs

Notre démarche numérique « microscopique » n'est pas allée plus loin car la prise en compte d'un 3<sup>ème</sup> mode de transfert dans un récepteur solaire aurait été très longue (prise en compte d'échanges convectifs sur les parois latérales de la structure et en son sein, apport de termes sources par le code de lancer de rayons *etc.*). Cependant, nous ne voulons pas négliger les aspects fluidiques car ils sont très importants pour le rendement global du récepteur. Nous avons donc choisi d'effectuer un calcul rapide, à l'échelle macroscopique, permettant de

déterminer la température de l'air en sortie en fonction de la surface volumique, pour une température moyenne atteinte par le squelette solide de la structure et un débit d'air fixe. La démarche est décrite ci-dessous.

En supposant que tout le flux de chaleur transmis au fluide par échange convectif avec le solide est le même que celui gagné par l'air entre l'entrée du récepteur et la sortie (pas de pertes sur les bords), on peut écrire la relation :

$$h * A_e * (T_{solide}^{moyen} - T_{air}^{moyen}) = \dot{m} * Cp * (T_{air}^{sortie} - T_{air}^{entrée}) \quad (2.56)$$

où  $h$  est le coefficient de convection,  $T_{solide}^{moyen}$  est la température moyenne du solide,  $T_{air}^{sortie}$  est la température de l'air en sortie,  $T_{air}^{entrée}$  est la température de l'air en entrée,  $T_{air}^{moyen} = \frac{T_{air}^{sortie} + T_{air}^{entrée}}{2}$ ,  $\dot{m}$  est le débit massique de l'air et  $Cp$  est la chaleur spécifique de l'air prise à  $T_{air}^{moyen}$ .

Grâce à l'équation (2.28), nous pouvons en déduire l'expression de  $T_{air}^{sortie}$  sous la forme :

$$T_{air}^{sortie} = \frac{hS_V V * \left( T_{solide}^{moyen} + \frac{T_{air}^{entrée}}{2} \right) + \dot{m} Cp T_{air}^{entrée}}{\dot{m} Cp + \frac{hS_V V}{2}} \quad (2.57)$$

La **Figure 2.50** montre un exemple de l'évolution de  $T_{air}^{sortie}$  en fonction de  $S_V$  pour 2 valeurs de débit massique différents (1 g/s et 2 g/s). Les valeurs des autres variables sont fixes et sont résumées dans le **Tableau 2.10**. Le  $Cp$  de l'air a été pris à 1100 J/kg/K. Le volume a été calculé par rapport à la taille des échantillons pouvant être testés par le banc d'essai installé à PROMES (échantillon cylindrique de diamètre égal à 5 cm et de profondeur 5 cm). Il est important de souligner que les deux courbes obtenues sont purement indicatives et sont issues d'un exemple. Elles permettent de donner un ordre de grandeur de la température de l'air en sortie pour une valeur de surface volumique. Elles sont d'autant plus précises si la température du solide est uniforme dans la structure. Cette méthode reste évidemment valable pour d'autres valeurs que celles données dans le **Tableau 2.10**.

| Variable             | Valeur           | Unité                         |
|----------------------|------------------|-------------------------------|
| $h$                  | 50               | $W \cdot m^{-2} \cdot K^{-1}$ |
| $V$                  | $9,82 * 10^{-5}$ | $m^3$                         |
| $T_{solide}^{moyen}$ | 1000             | $^{\circ}C$                   |
| $T_{air}^{entrée}$   | 20               | $^{\circ}C$                   |

**Tableau 2.10** : Valeur des variables utilisées pour le calcul approximatif de la température d'air en sortie du récepteur en fonction de la surface volumique.

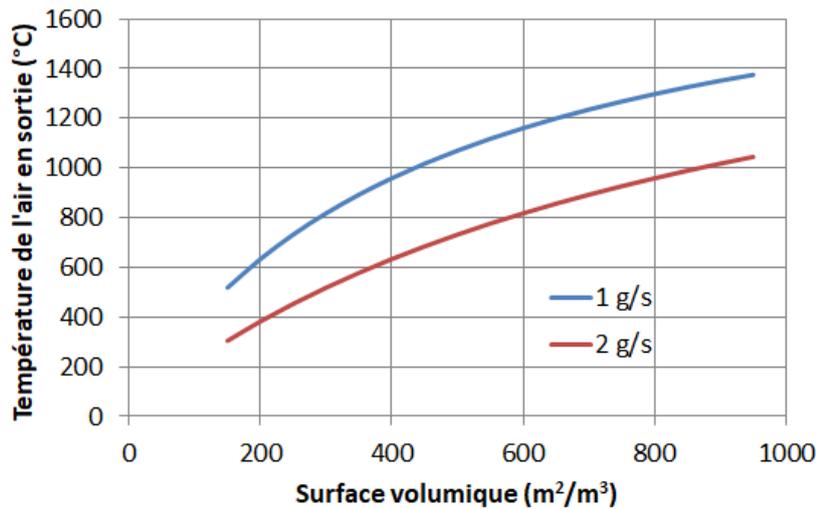


Figure 2.50 : Exemple d'évolution de la température de l'air en sortie en fonction de la surface volumique. Les données utilisées sont celles du Tableau 2.10.

Cette approximation nous permet donc de prendre en considération les échanges fluidiques dans nos structures. Cela reste encore très loin d'une simulation à l'échelle microscopique mais permettra d'obtenir un ordre de grandeur de la température d'air en sortie sur les structures que nous avons retenues.

## Conclusion

Afin d'optimiser la géométrie des récepteurs volumétriques pour améliorer leur rendement énergétique, une démarche numérique a été entreprise. Celle-ci s'appuie sur une approche dite microscopique qui, en comparaison avec l'approche macroscopique, a l'avantage de pouvoir travailler sur des géométries quelconques. Elle nécessite cependant de prendre en considération tous les phénomènes physiques présents au sein des récepteurs (absorption du flux solaire, transferts thermiques couplés conducto-radiatif et échanges convectifs avec le fluide qui le traverse).

La démarche générique que nous avons suivie, consiste tout d'abord à générer une structure virtuelle grâce à différents outils numériques, soit développés en amont de cette thèse, soit au cours de ce travail. Quel que soit le type de structure générée, son squelette solide est toujours organisé dans l'espace (à l'inverse des mousses ou toutes structures dites « aléatoires ») et la macroporosité est importante. Ensuite, les phénomènes physiques qui nous intéressent sont simulés à l'aide de codes de calculs développés au laboratoire. Parmi ces derniers, deux ont été conçus ou améliorés au cours de cette thèse. Le premier est un code de lancer de rayons qui permet de modéliser l'absorption de rayons dans une structure. Après l'avoir validé numériquement, ce code a été appliqué sur différentes structures virtuelles. Le second est un code de calcul thermique, modélisant les transferts par conduction et rayonnement dans des milieux complexes, hétérogènes et semi-transparents. Sa validation a été faite en comparant des résultats obtenus avec le code de calcul thermique SHTRAC développé au LCTS. Mais, pour des raisons de temps et de disponibilité de moyens d'essai, nous n'avons malheureusement pas pu le mettre en application pour cette optimisation numérique de récepteurs volumétriques.

Ainsi, grâce aux résultats obtenus suite à l'application du code de lancer de rayons, nous avons retenus trois structures (« Gyroïde », « Cônes » et « Mousse organisée ») en nous appuyant essentiellement sur leur indice de performance (permettant de juger de la qualité d'absorption dans la structure - paragraphe **2.4.2.1**), leur porosité et leur surface volumique. Par ailleurs, comme nous le verrons au chapitre 4, les calculs couplés conducto-radiatif nous ont toutefois permis d'analyser les résultats des tests réalisés au laboratoire PROMES.

Les structures que nous avons retenues sont de formes complexes et seule l'impression 3D peut nous permettre de les fabriquer. Le procédé que nous avons retenu ainsi que les études associées font l'objet de notre prochain chapitre.



# Chapitre 3

## Elaboration par fabrication additive de pièces en SiC

---

## Sommaire du chapitre

|  |            |
|--|------------|
| <b>Introduction.....</b>   | <b>117</b> |
| <b>3.1 Description des moyens expérimentaux.....</b>                           | <b>118</b> |
| 3.1.1 Imprimante 3D .....  | 118        |
| 3.1.2 Banc de méthode flash.....   | 120        |
| 3.1.3 Banc d'essai de photothermie.....  | 122        |
| <b>3.2 Procédé utilisé : de la mise en forme à la pièce finale dense .....</b> | <b>125</b> |
| 3.2.1 Obtention de la pièce en cru .....                                       | 126        |
| 3.2.2 De la pièce en cru à la pièce finale dense.....                          | 127        |
| <b>3.3 Caractérisations des composés utilisés.....</b>                         | <b>128</b> |
| 3.3.1 Poudres .....  | 128        |
| 3.3.1.1 Granulométrie .....  | 128        |
| 3.3.1.2 Caractérisations morphologiques .....                                  | 130        |
| 3.3.1.3 ATG/ATD.....   | 130        |
| 3.3.2 Précurseur de SiC .....  | 132        |
| <b>3.4 Caractérisations du matériau final .....</b>                            | <b>135</b> |
| 3.4.1 Caractérisations microstructurales .....                                 | 135        |
| 3.4.2 Propriétés optiques .....  | 136        |
| 3.4.2.1 Bancs de caractérisations.....   | 137        |
| 3.4.2.2 Absorptivité et émissivité à température ambiante .....                | 139        |
| 3.4.2.3 Absorptivité et émissivité à haute température .....                   | 140        |
| 3.4.2.4 Variation de l'absorptivité et de l'émissivité avec l'oxydation .....  | 141        |
| 3.4.3 Propriétés thermiques .....  | 142        |
| 3.4.3.1 Diffusivité à température ambiante .....                               | 143        |
| 3.4.3.2 Diffusivité à haute température.....                                   | 147        |
| 3.4.4 Propriétés mécaniques.....   | 150        |
| <b>3.5 Élaboration d'architectures .....</b>                                   | <b>152</b> |
| 3.5.1 Structures treillis .....  | 152        |
| 3.5.2 Structures retenues.....   | 153        |
| 3.5.2.1 Cônes.....   | 154        |
| 3.5.2.2 Gyroïde.....   | 154        |
| 3.5.2.3 Mousse organisée .....   | 155        |
| <b>Conclusion .....</b>  | <b>155</b> |

## Introduction

L'élaboration de pièces en SiC par fabrication additive est peu développée. En effet, ce matériau est difficile à densifier (frittage à très haute température) et il est absorbant dans l'UV. Ces deux points limitent donc fortement le nombre de technologies additives possibles pour construire une pièce 3D en SiC. Deux techniques ressortent néanmoins de la littérature. La première est la SLA à partir d'un mélange résine photopolymérisable et de précurseurs pré-céramiques (PDC) avec ajout éventuel de poudre SiC. Après différents post-traitements thermiques pour éliminer la partie organique et de transformation du PDC en SiC, une pièce SiC peut être obtenue mais les retraits dimensionnels sont très importants, notamment en raison du faible rendement céramique du PDC. La seconde technique additive possible est la projection de liant, qui a l'avantage de produire des pièces finales complexes de grande taille et avec de faibles retraits, mais avec une faible résolution dimensionnelle (supérieure à 100  $\mu\text{m}$ ). Même si une meilleure résolution spatiale permettrait d'augmenter la surface volumique des structures évoquées au chapitre 2, nous considérons que les imprimantes actuelles sont de bonnes candidates pour être retenues dans notre démarche. De plus, du fait que nous souhaitons réaliser des structures « sur mesure » optimisées numériquement dans le cadre de la démarche « matériaux numériques », nous attachons une grande importance à la meilleure gestion possible des retraits dimensionnels. C'est pour ces raisons que nous avons choisi d'utiliser la technique de la projection de liant.

Le protocole que nous employons pour obtenir une pièce en SiC avec ce type d'imprimante a été développé et mis en place récemment au laboratoire. Il se réalise en plusieurs étapes (impression d'une pièce brute puis différents post-traitements). Il mérite donc d'être étudié en détails, que ce soit au niveau des produits utilisés ou du matériau final.

La première partie de ce chapitre est une présentation des dispositifs expérimentaux mis en œuvre durant cette thèse. Nous décrirons l'imprimante 3D que nous avons utilisée à travers son principe de fonctionnement. Ensuite, nous présenterons les bancs d'essai de la méthode flash et de la photothermie, bancs sur lesquels nous avons réalisé des mesures de diffusivité thermique à température ambiante ou à haute température.

La seconde partie est une description précise du procédé que nous avons employé, de l'impression, jusqu'à la pièce finale dense en SiC.

Les troisième et quatrième parties présentent les caractérisations effectuées respectivement sur les produits utilisés (les poudres, le liant et le précurseur de SiC) et sur le matériau final que nous obtenons (optiques, thermiques et mécaniques).

Enfin, dans une dernière partie nous décrirons la réalisation de différentes structures dont les trois retenues dans le chapitre précédent.

## 3.1 Description des moyens expérimentaux

Les dispositifs expérimentaux utilisés durant cette thèse sont décrits dans cette partie. Ils permettent, d'une part d'obtenir le matériau désiré, via l'imprimante 3D et, d'autre part, de caractériser sa diffusivité thermique. La première sous-partie est une description du principe de l'imprimante 3D que nous avons utilisée afin de réaliser soit des objets complets, soit des échantillons pour les caractérisations. Les deux sous-parties suivantes permettent de décrire les bancs d'essais installés au CEA Le Ripault et employés pour les caractérisations thermiques : celui de la méthode flash et celui de la photothermie.

Les dispositifs expérimentaux employés pour la caractérisation des propriétés matériaux, qui sont beaucoup plus classiques, ne sont pas détaillés dans ce mémoire. Les bancs d'essais pour les caractérisations des propriétés optiques et mécaniques seront décrits dans la partie suivante, juste avant les résultats associés.

### 3.1.1 Imprimante 3D

Le procédé additif de projection de liant appliqué aux céramiques est considéré comme une méthode de fabrication en deux étapes : la première consiste à obtenir une pièce « crue » par impression 3D et la seconde porte sur l'application des différents post-traitements afin d'obtenir une céramique dense.

L'imprimante utilisée dans le cadre de ce travail est une Zprinter 310+ (3DSystems, USA), dont deux photographies sont données en **Figure 3.1**. Le principe de fonctionnement est schématisé en **Figure 3.2**. Cette imprimante est composée de deux bacs juxtaposés, tous les deux équipés d'un plateau piloté par un piston vertical. Le premier bac est le bac d'alimentation et le second, le bac de fabrication. Initialement le bac d'alimentation est rempli de poudre avec le plateau en position basse, tandis que le plateau du bac de fabrication est en position haute (**Figure 3.2**, à gauche). Pour imprimer une couche, le plateau du bac d'alimentation s'élève pour délivrer la quantité de poudre nécessaire et, simultanément, celui du bac de fabrication s'abaisse de la hauteur (axe z) correspondant à l'épaisseur d'une couche (100  $\mu\text{m}$ ). Un rouleau permet ensuite d'étaler la poudre sortant du bac d'alimentation pour former la couche sur le bac de fabrication. Le liant est alors projeté par une tête d'impression (se déplaçant suivant les axes x et y) sur le lit de poudre suivant la forme indiquée par le fichier CAO (**Figure 3.2**, au centre). Lorsque l'impression est terminée, la pièce cohésive grâce au liant est incluse dans la poudre non agglomérée (**Figure 3.2**, à droite). Il faut alors retirer la pièce « crue » (dépoudrage).

Afin que la liaison entre la poudre et le liant soit efficace, l'impression est effectuée à une température d'environ 40°C et une heure d'attente est recommandée entre l'impression de la dernière couche et le retrait de la pièce en cru de son environnement pulvérulent. Celui-ci est réalisé dans une boîte à gants, appelée station de dépoudrage, où les poudres non liées peuvent être enlevées à l'aide d'une soufflette à air comprimé (**Figure 3.1**).

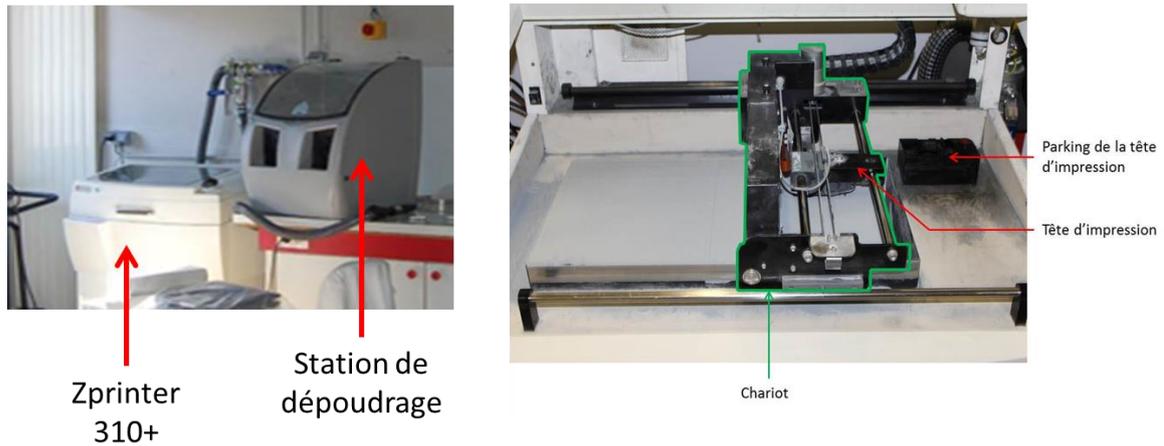


Figure 3.1 : Photographie de l'imprimante 3D et de la station de dépoudrage (à gauche). Zoom sur la zone d'impression (à droite) : le chariot permet à la tête d'impression de se déplacer suivant les axes x et y. Les bacs d'alimentation et de construction sont dissimulés sous la poudre.

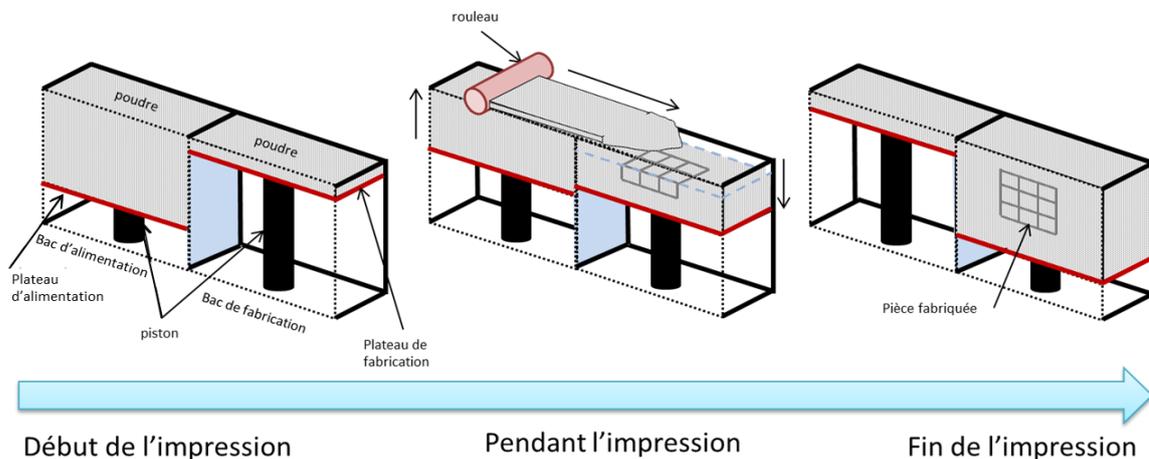


Figure 3.2 : Schéma d'une coupe transversale du procédé d'impression 3D par projection de liant.

Pour réaliser des pièces denses dans le matériau que nous souhaitons, nous imprimons d'abord des pièces en cru à base de poudre de carbure de silicium et d'un mélange plâtre + liant. Puis nous appliquons différents post-traitements afin de conduire au matériau SiC souhaité. Ces post-traitements, décrits chronologiquement (et détaillés plus précisément dans la seconde partie de ce chapitre), sont les suivants :

- Imprégnation de la pièce crue par un précurseur de SiC,
- Polymérisation en étuve puis traitement thermique en four,
- Élimination du mélange inorganique par attaque chimique,
- Renforcements par Chemical Vapor Infiltration (CVI) et par Chemical Vapor Deposition (CVD).

Cette dernière étape de renforcements a été effectuée dans le cadre d'une thèse menée en parallèle au Laboratoire des Composites Thermo Structuraux (LCTS) par A. Baux [ (Baux, 2018)].

### 3.1.2 Banc de méthode flash

L'appareillage (cf. **Figure 3.3** et **Figure 3.4**), installé au CEA Le Ripault et présenté par Hay et al. [Hay 2006], permet de faire des mesures de diffusivité thermique par méthode flash jusqu'à 3300 K sous atmosphère neutre (hélium, azote, argon) ou sous vide. Il est constitué d'un four à induction, d'un four résistif et d'une source laser impulsionnelle infrarouge de longueur d'onde 1,06  $\mu\text{m}$ .

#### Les fours

Le four résistif est un cylindre horizontal fermé à ces deux extrémités par deux fenêtres en ZnSe qui sont transparentes à la longueur d'onde du laser et dans la plage de longueurs d'onde à laquelle opère le détecteur infrarouge.

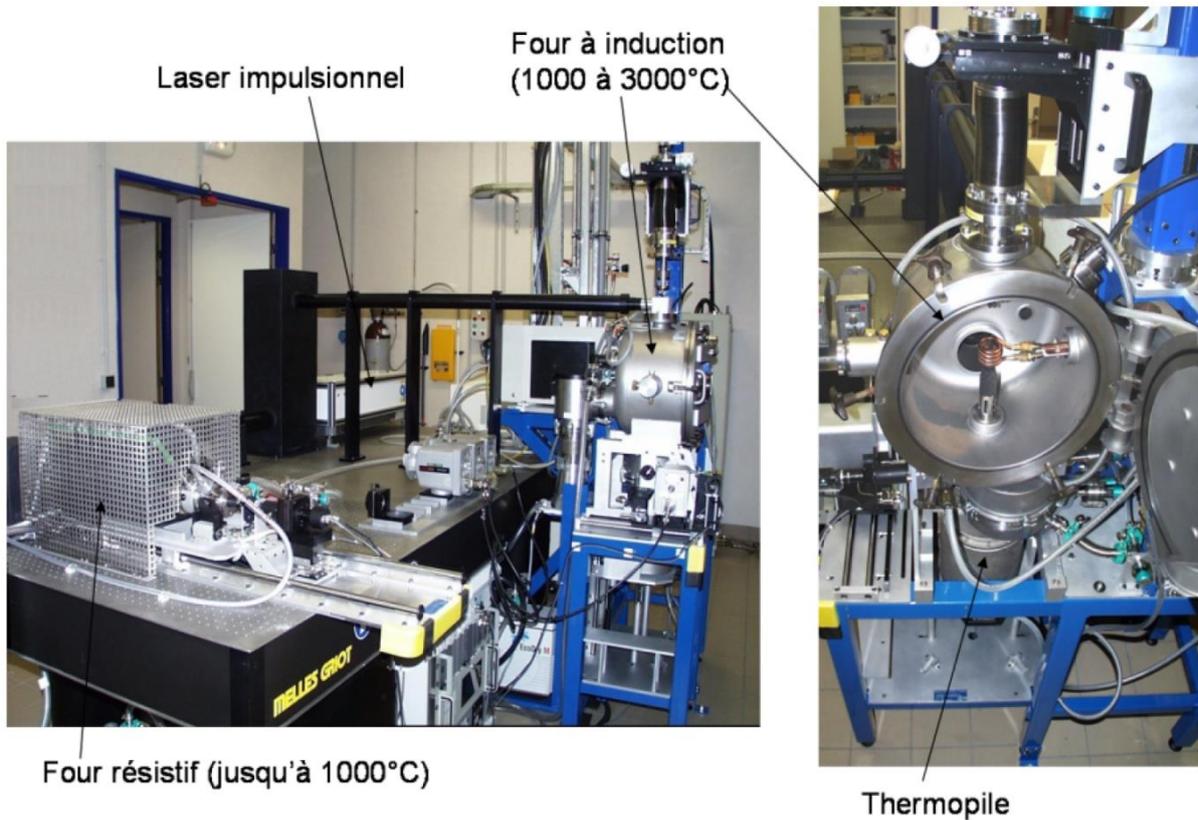


Figure 3.3 : Banc d'essai pour réaliser la méthode flash.

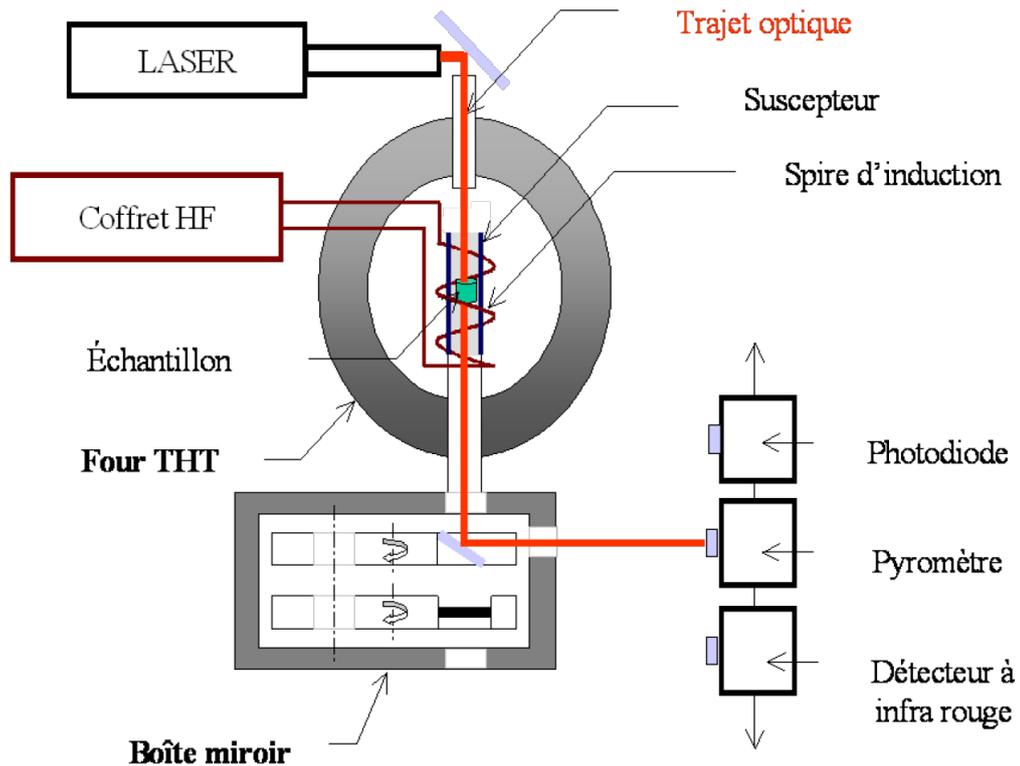


Figure 3.4 : Schéma de principe pour réaliser la méthode flash avec le four inductif (four THT).

L'échantillon est placé verticalement dans un porte-échantillon situé au centre du four dont la chambre peut s'élever jusqu'à 1300 K. Sa température stationnaire est mesurée par un thermocouple Type S situé à proximité et connecté à un multimètre 34970A Agilent.

Le four inductif est une cavité refroidie à l'eau au centre de laquelle un inducteur chauffant (bobine inductive) et un suscepteur sont placés le long d'un axe vertical. L'inducteur est connecté à une source de puissance haute fréquence et refroidi à l'eau. Le suscepteur est un cylindre de graphite chauffé par induction et l'échantillon placé à l'intérieur de ce suscepteur est alors chauffé par transfert radiatif. Le four inductif peut être utilisé pour chauffer un échantillon extrêmement rapidement (absence d'inertie thermique) à très haute température (de 600 à 3300 K) et permet d'éviter toute perturbation provenant de la source de chaleur. La température de l'échantillon est mesurée par quatre pyromètres infrarouges bichromatiques calibrés qui opèrent sur des plages de température différentes qui couvrent toute celle du four. La distance entre l'échantillon et les pyromètres est d'environ 500 mm. Une étude de la résolution optique des pyromètres a montré que la zone de mesure sur l'échantillon a un diamètre de 7-8 mm.

En fonction de la température étudiée, on choisit un four ou l'autre pour chauffer l'échantillon. Pour mesurer la diffusivité thermique entre 300 et 1300 K, l'échantillon, de 10 mm de diamètre et d'environ 1-3 mm d'épaisseur, est positionné verticalement dans le four résistif. Pour les très hautes températures (600-3300 K), l'échantillon est positionné horizontalement en haut du suscepteur en graphite, à l'intérieur du four inductif (cf. Figure 3.4).

### **Le laser flash impulsionnel**

La source utilisée pour irradier la face avant de l'échantillon est un laser impulsionnel ROFIN de 1064 nm et dont l'impulsion est réglable de quelques 450  $\mu$ s à quelques ms ; permettant de délivrer, par tir, jusqu'à 30 J. Un miroir plan mobile, situé au début du chemin optique du faisceau laser, est utilisé pour le diriger vers l'un ou l'autre des fours (cf. **Figure 3.4**). Le faisceau est alors transmis soit au four inductif, soit au four résistif par un jeu de lentilles et de miroirs de telle sorte que son diamètre soit respectivement d'environ 10 mm et 20 mm sur l'échantillon.

L'élévation induite de la température de l'échantillon en face arrière est mesurée par des moyens optiques avec deux détecteurs infrarouges : un détecteur HgCdTe pour la plage de température entre 300 et 1300 K et un détecteur InGaAs pour la plage entre 1100 et 3300 K. On associe une lentille optique à chaque détecteur pour que le diamètre de sa cible soit identique à celui de l'échantillon.

L'acquisition des thermogrammes est réalisée avec le dispositif d'acquisition de données NI PCI-6052. Tous les paramètres de l'acquisition de données (gains d'amplification, fréquence, nombre de points d'acquisition, taux de pré-déclenchement, etc.) sont choisis par l'utilisateur à partir d'une interface Labview homme-machine. Le début de l'acquisition de données est synchronisé avec le flash laser en utilisant un signal de déclenchement généré par le dispositif d'acquisition de données NI PCI-6052.

### **3.1.3 Banc d'essai de photothermie**

Les techniques dites photothermiques permettent de mesurer et d'analyser l'augmentation périodique de la température de surface d'un matériau, induite par l'absorption d'un faisceau laser focalisé et modulé en intensité à une fréquence choisie, pour identifier à différentes échelles, la diffusivité thermique au sein de ce matériau. Parmi les différentes techniques existantes, les mesures par Microscope Photoréfecteur (MP) ont l'avantage d'avoir de hautes résolutions spatiales ( $\approx 1\mu$ m), permettant ainsi des mesures à des échelles locales. Cette méthode d'estimation de diffusivité thermique est largement décrite dans [Rochais 2005 ; Rochais 2008].

#### **Mesures au microscope photoréfecteur – ondes thermiques**

Le principe de cette technique consiste à détecter, grâce à l'apport d'énergie par un laser modulé en intensité, les variations du coefficient de réflexion, dues au changement d'indice de réfraction (dépendant de la température) du milieu.

Lorsqu'un faisceau laser (faisceau pompe), de puissance  $Q$  et d'intensité modulé à la fréquence  $f = \omega/2\pi$ , est focalisé sur la surface d'un échantillon isotrope et thermiquement fin, l'augmentation périodique de la température  $\delta T(r, t)$ , observé dans le milieu à une distance  $r$  depuis la source de chaleur supposée infinitésimale, est égale à :

$$\delta T(r, t) = \frac{Q}{4\pi\lambda r} \exp\left(-\frac{r}{\mu}\right) \cos\left(\omega t - \frac{r}{\mu}\right) \quad \text{où} \quad \mu = \sqrt{\frac{\alpha}{\pi f}} \quad (3.1)$$

où  $\lambda$  représente la conductivité thermique du matériau et  $\alpha$  sa diffusivité.

L'équation (3.1) décrit une onde qui s'amortit d'autant plus fortement que la fréquence augmente. En effet, pour des diffusivités thermiques usuelles inférieures à  $10^{-4} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ , l'onde thermique reste confinée dans un volume variant de quelques centaines de micromètres cubes pour une fréquence de l'ordre de 10 Hz, à quelques micromètres cubes pour une fréquence de l'ordre de 1 MHz. En choisissant judicieusement la fréquence d'excitation, nous pouvons donc choisir une échelle de caractérisation compatible avec les dimensions des différents constituants d'un matériau multi-échelles (ou multi-matériaux).

De plus, le déphasage entre l'élévation de température en un point et le faisceau pompe varie linéairement avec la distance à la pompe et il apparaît que la pente de cette évolution est égale à  $-\mu^{-1}$ . Ceci permet donc d'évaluer la diffusivité thermique du matériau par une simple régression linéaire en utilisant la relation (3.1).

En pratique, les matériaux complexes étudiés ont demandé le développement de modèles d'analyse pour prendre en compte les effets de convolution avec le champ de température en surface dus à la taille finie des faisceaux laser, les effets d'anisotropie thermique et/ou de structure et la présence d'un revêtement, afin d'extraire des mesures les valeurs de diffusivité thermique [Rochais 2005]. En effet, contrairement au cas isotrope où les isothermes sont circulaires autour du point de chauffage, celles-ci deviennent elliptiques pour un matériau anisotrope et peuvent même être déformées sous l'influence de la microstructure.

La formule théorique (3.1) et les points expérimentaux obtenus après mesures sont comparés par la méthode des moindres carrés en ajustant à la fois la diffusivité thermique de l'échantillon et le rayon gaussien des faisceaux lasers.

Cette procédure attribue un poids plus important à l'estimation de phase (directement dépendante de la diffusivité) plutôt qu'à l'atténuation. Cela signifie que des écarts plus importants peuvent apparaître entre la mesure d'atténuation et son ajustement par les moindres carrés.

### **Principe de mesure par photoréflexivité**

Pour effectuer une expérience de photoréflexivité, le flux lumineux d'un faisceau laser continu (intensité  $I_0$ ), appelé faisceau sonde, doit être mesuré avec une photodiode après avoir été réfléchi sur la surface de l'échantillon dans la zone chauffée périodiquement. Si la variation de température est faible, on peut supposer que le coefficient de réflexion  $R$  de la surface varie linéairement avec la température. On peut donc écrire :

$$\delta R(r,t) = R_0 \left[ 1 + \frac{1}{R_0} \frac{\partial R}{\partial T} \delta T(r,t) \right] \quad (3.2)$$

Après réflexion, la composante alternative de l'intensité du faisceau de sonde  $\delta I(r,t)$  est directement proportionnelle à l'augmentation de la température :

$$\delta I(r,t) = R_0 \cdot I_0 \cdot \left[ \frac{1}{R_0} \frac{\partial R}{\partial T} \delta T(r,t) \right] \quad (3.3)$$

Ces variations d'intensité peuvent être détectées avec une photodiode dont le signal est filtré par un amplificateur à verrouillage. Si l'amplitude du signal dépend à la fois de paramètres thermiques et optiques, le terme de phase est quant à lui indépendant des paramètres optiques et ne dépend uniquement que de la diffusivité thermique du matériau.

### Description du dispositif expérimental

Le microscope photothermique conçu pour effectuer ces mesures est illustré en **Figure 3.5**. Il doit assurer trois fonctions :

- Positionner et focaliser les faisceaux pompes et sondes pour permettre l'exploration de la surface,
- Mesurer les variations du coefficient de réflexion par le biais du flux réfléchi par la sonde,
- Automatiser les mesures de contrôle et le stockage de données.

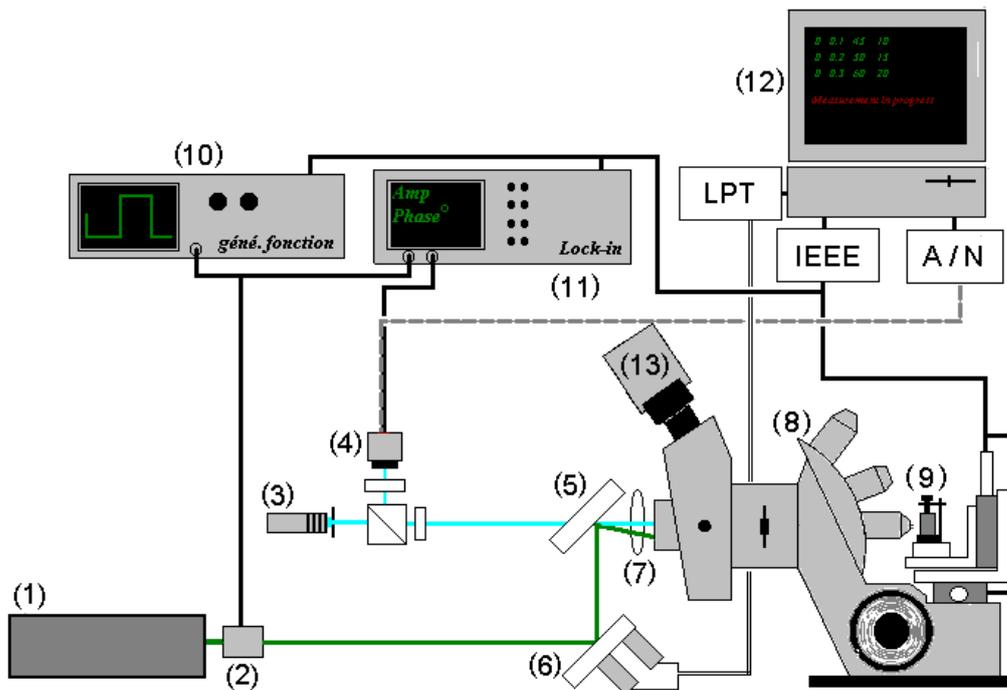


Figure 3.5 : Schéma du dispositif expérimental. (1) Laser VERDI (Coherent). (2) Modulateur acousto-optique. (3) Laser SAPHIRE (Coherent). (4) Photodiode. (5) Miroir dichroïque. (6) Miroir ajustable motorisé. (7) Lentille. (8) Microscope métallographique. (9) Echantillon et platines de translation. (10) Générateur de fonctions. (11) Amplificateur à verrouillage. (12) PC. (13) Caméra.

Le faisceau de pompe est émis par un laser Verdi (Coherent) pour une puissance maximale de 2 W (longueur d'onde 532 nm). Son intensité est modulée grâce à un modulateur acousto-optique, à une fréquence fixée, par un générateur de fonctions. Le faisceau est d'abord réfléchi sur un miroir dont l'orientation est contrôlée par deux moteurs pas à pas, puis sur un miroir dichroïque. Il passe ensuite à travers un microscope métallographique qui le focalise sur la surface de l'échantillon étudié. Le miroir motorisé peut être pivoté pour déplacer la source de

chaleur sur la surface de l'échantillon. Le faisceau de sonde est émis par un laser SAPPHIRE (Coherent) pour une puissance maximale de 20 mW (longueur d'onde 488 nm). Il traverse successivement un cube séparateur de polarisation et une lame quart d'onde. Un filtre optique est inclus pour assurer qu'aucune réflexion parasite du faisceau de pompe ne soit absorbée par la photodiode. Un amplificateur de verrouillage avec une bande passante de 2 MHz est utilisé pour extraire l'amplitude et la phase de la composante périodique du signal photothermique. L'échantillon est placé sur des plaques de translation micrométriques motorisées pour obtenir des images ou des profils photothermiques. Un ordinateur connecté à tous les instruments de mesure contrôle l'acquisition et le stockage des données.

Les deux derniers dispositifs de mesures présentés nous ont servis pour la caractérisation thermique de nos pièces (cf. « **3.4.3.1 Diffusivité à température ambiante** »). L'imprimante 3D nous a permis de concevoir des échantillons massifs, mais comme nous le verrons dans la partie suivante, des étapes de post-traitements sont nécessaires pour conduire au matériau désiré.

## 3.2 Procédé utilisé : de la mise en forme à la pièce finale dense

Pour parvenir à notre objectif de concevoir des objets en SiC dense avec une morphologie « sur mesure » et optimisée par rapport à l'application de récepteur volumétrique, nous avons vu que nous allons utiliser le procédé additif de projection de liant sur lit de poudre associé à des post-traitements.

Cette partie, divisée en deux sous-parties, permet de détailler le procédé complet que nous avons employé, c'est-à-dire de l'obtention de la pièce en cru (sortie de l'imprimante) jusqu'à la pièce finale en SiC (**Figure 3.6**). Par ailleurs, nous avons prévu une optimisation du procédé par rapport aux études menées antérieurement [Patrick 2017], en étudiant l'influence de plusieurs paramètres (pourcentages des différents constituants, nature des constituants, cycles thermiques, etc.), mais nous n'avons pu réaliser que peu d'expérimentations, en raison de nombreux dysfonctionnement de l'imprimante (informatiques, mécaniques, électriques).

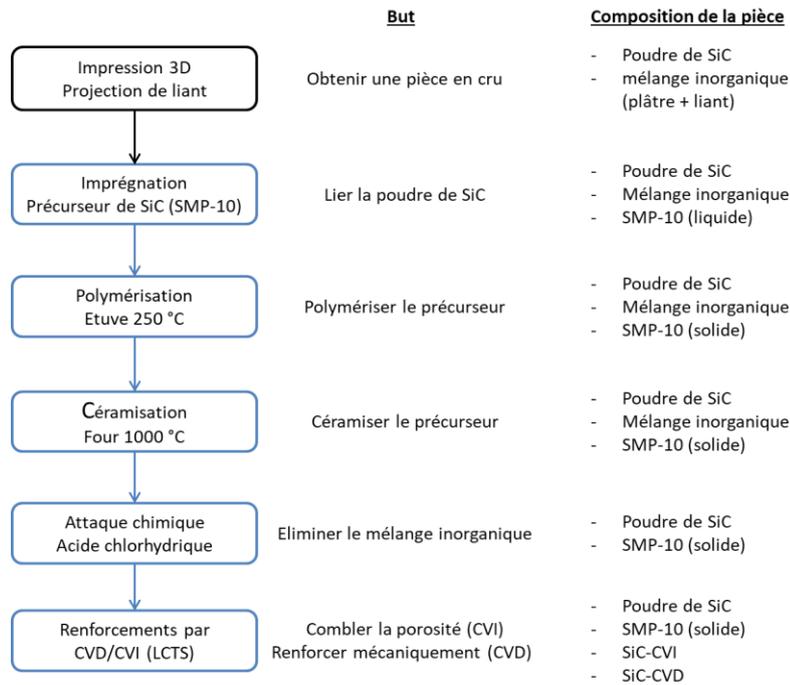


Figure 3.6 : Organigramme du procédé complet utilisé durant cette thèse. L'étape dans l'encadré noir est décrite dans le paragraphe « 3.2.1 Obtention de la pièce en cru », tandis que les autres étapes dans les encadrés bleus sont décrites dans le paragraphe « 3.2.2 De la pièce en cru à la pièce finale dense ».

### 3.2.1 Obtention de la pièce en cru

L'imprimante 3D utilisée (Zprinter 310+) est initialement prévue pour fabriquer des objets en plâtre (semihydrate de sulfate de calcium,  $\text{CaSO}_4, \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$ ). Comme nous le verrons par la suite, le liant vendu par le fournisseur est un mélange d'eau et de divers produits permettant de contrôler le liant lorsqu'il est projeté sur la poudre de plâtre (prise, dispersion, mouillabilité *etc.*).

Un simple remplacement des poudres de plâtre par de la poudre de SiC ne permet pas la réalisation de pièces en SiC. Deux stratégies étaient alors possibles pour mettre au point l'impression de SiC. La première consistait à modifier le liant. Cependant cela est délicat car les buses d'impression n'acceptent qu'un liant très fluide et nous aurions rencontré des problèmes de bouchage, tout en n'ayant aucune liberté sur les quantités et débits projetés. Nous avons préféré opter pour la seconde stratégie qui consiste à effectuer un mélange de poudre de plâtre et de poudre de SiC. Celle-ci est beaucoup plus simple à mettre au point et permet d'obtenir un matériau poreux (après retrait du plâtre) dont la porosité peut être comblée ultérieurement par du SiC (PDC et dépôt en phase vapeur). Pour des proportions de 20 % à 70 % en masse de SiC/plâtre, des pièces peuvent être imprimées et manipulables. Cependant, pour les valeurs les plus élevées (*i.e.* moins de 30 m% de plâtre), les pièces sont très fragiles. Nous avons donc opté, pour notre mélange de référence, pour des proportions massiques SiC/plâtre égales à 56/44. Grâce à cette méthode, des pièces en cru ont pu être imprimées, comme l'illustre la photographie de la **Figure 3.7** prise pendant la dernière étape d'impression, c'est-à-dire le dépoudrage.

Afin d'obtenir une pièce finale dense et composée uniquement de SiC, il est donc nécessaire, préalablement aux post-traitements CVI/CVD, d'éliminer la phase plâtre/liant.

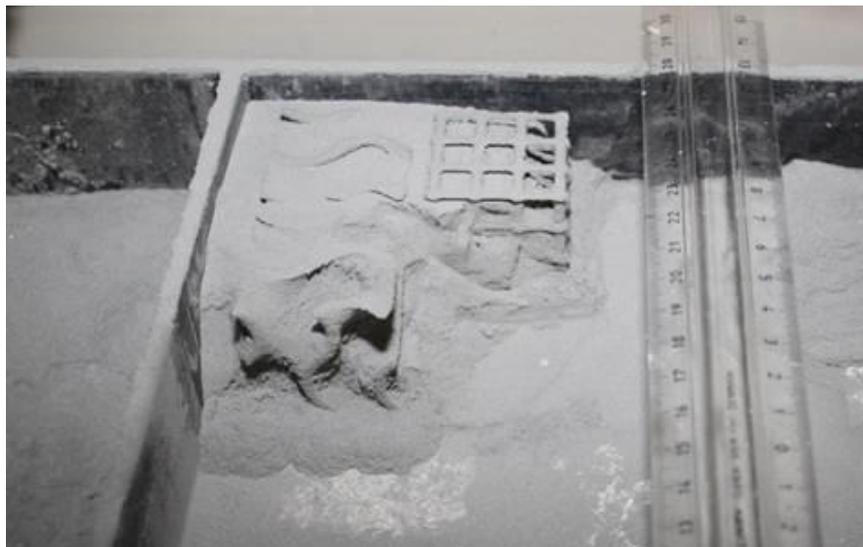


Figure 3.7 : Dépoufrage de trois pièces (dimension :  $3 \times 3 \times 3 \text{ cm}^3$ ) imprimées avec un mélange de poudre SiC/plâtre (56/44 % en masse).

### 3.2.2 De la pièce en cru à la pièce finale dense

Comme nous venons de le voir, la pièce en cru est un mélange de poudres de SiC et de plâtre/liant fournisseur. Le liant permet la prise du plâtre pour former un réseau cohésif insérant les particules de SiC. Pour pouvoir éliminer ce réseau tout en conservant la cohésion de la pièce, il faut d'abord créer un réseau secondaire comprenant uniquement du SiC. Pour ce faire, nous avons utilisé le précurseur de SiC décrit dans la partie bibliographique, le SMP-10. Du fait qu'il soit liquide à température et pression ambiantes, les pièces en cru sont directement immergées dans ce produit, dilué dans un solvant, sous une hotte aspirante. L'étape suivante consiste à solidifier le précurseur pour former le réseau secondaire souhaité.

Les pièces imprégnées sont ensuite chauffées dans une étuve à  $250^\circ\text{C}$  sous air pendant deux heures (rampes de montée et de descente :  $100^\circ\text{C}/\text{heure}$ ). A cette température, le précurseur est solidifié. Ensuite, la pièce est pyrolysée à  $1000^\circ\text{C}$  sous gaz neutre et avec les mêmes rampes de montée et de descente que précédemment. Le fait de monter à cette température permet de « céramiser » complètement le précurseur (cf. **Figure 1.20**).

La pièce étant suffisamment solide pour tenir mécaniquement sans le plâtre, l'élimination de ce dernier peut alors être effectuée. L'élimination du plâtre se fait par trempage des pièces dans un bain d'acide chlorhydrique concentré à 37 %, à pression ambiante et à une température d'environ  $50^\circ\text{C}$ , pour accélérer les processus de réaction. Le SiC est inerte à l'acide chlorhydrique. Au bout de quelques heures, la pièce est rincée à l'eau claire puis séchée. A la fin de cette étape, la pièce est cohésive grâce au lien solide entre le précurseur de SiC et les grains de SiC, mais elle reste néanmoins fragile car elle présente une porosité élevée due à l'élimination du plâtre (d'après une mesure réalisée par tomographie dans la thèse de Baux [Baux 2018], le taux de porosité est égal à  $60 \pm 4 \%$ , ce qui est un peu plus élevé que le taux de plâtre/liant initial, soit 56 vol%).

Finalement, pour obtenir une pièce finale en SiC dense, un renforcement CVI (Chemical Vapor Infiltration) est réalisé pour combler au maximum ces porosités ouvertes et un

renforcement CVD (Chemical Vapor Deposition) conclut le procédé pour créer une « coquille » autour du matériau, qui va renforcer mécaniquement la pièce. Ces deux étapes de renforcement sont effectuées au Laboratoire des Composites ThermoStructuraux (LCTS) dans la cadre d'une thèse menée en parallèle de celle-ci [Baux 2018].

### **Conclusion partielle**

Le procédé utilisé durant cette thèse est basé sur six étapes : impression de la pièce crue grâce à un mélange de poudres SiC/plâtre/liant, imprégnation avec un précurseur de SiC, chauffage à 250°C, pyrolyse à 1000°C, attaque chimique pour éliminer le plâtre et renforcement par CVI/CVD pour obtenir une pièce dense. Les caractéristiques des composés qui ont été utilisés pour effectuer ce procédé sont décrites dans la partie suivante.

## **3.3 Caractérisations des composés utilisés**

Parmi les six étapes du procédé de fabrication pour obtenir une pièce finale dense, seulement trois étapes nécessitent d'être étudiées : le mélange initial de poudres SiC/plâtre, le traitement avec le précurseur de SiC et les deux renforcements. En effet, les deux températures de chauffage vont être déterminées par l'étude sur le précurseur et l'attaque chimique est une étape qui demande seulement une connaissance sur les réactions possibles entre le plâtre et l'acide utilisé. Lors de cette attaque, les paramètres choisis influent uniquement sur la durée totale. Nous allons donc présenter dans cette partie les caractéristiques utiles des poudres et du précurseur, les caractéristiques du renforcement étant étudiées au LCTS.

### **3.3.1 Poudres**

Cette sous-partie permet de présenter trois caractéristiques essentielles des poudres utilisées : la granulométrie, les caractéristiques morphologiques et la perte de masse en fonction de la température. Ces trois données sont suffisantes pour nous permettre de mettre en place le procédé avec lequel nous souhaitons réaliser des objets.

#### **3.3.1.1 Granulométrie**

La taille des grains est essentielle pour, d'une part former un lit de poudre homogène et d'épaisseur constante (lors de l'étalement de la poudre par le rouleau) et, d'autre part, ne pas perturber la cohésion apportée par la réaction entre le liant et la poudre de plâtre. Comme nous conservons le liant et le plâtre du fournisseur, nous avons recherché une poudre de SiC avec une granulométrie similaire à celle du plâtre.

Les distributions granulométriques du plâtre et du SiC ont été mesurées avec un granulomètre laser (Horiba LA-950V2). Les mesures ont été réalisées grâce à l'approximation de Fraunhofer : les grains, dispersés dans de l'éthanol, ont été supposés opaques et suffisamment grands devant la longueur d'onde du laser.

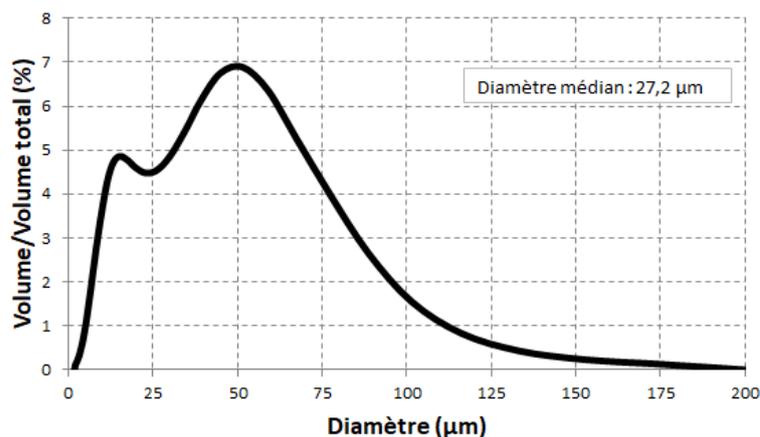


Figure 3.8 : Distribution granulométrique du plâtre en volume.

Concernant le plâtre (Figure 3.8), la distribution en volume fait ressortir une distribution large de tailles de particules avec une taille moyenne des grains de plâtre de 27,2 µm et la présence vraisemblable d'agglomérats.

Afin d'obtenir un mélange homogène entre les poudres de SiC et de plâtre, nous avons choisi une poudre de SiC dont la taille des grains se rapproche le plus possible de celle du plâtre, c'est-à-dire avec un diamètre médian proche de 27 µm. En rapport avec ce qui est disponible dans le commerce, la poudre de SiC retenue est commercialisée par SIGMA-ALDRICH, avec au moins 97,5 % des grains de diamètre inférieur à 37 µm.

Une granulométrie a été réalisée sur cette poudre de SiC (Figure 3.9). Les conditions opératoires sont identiques à la granulométrie précédente (appareil, mesures par l'approximation de Fraunhofer, dispersions dans de l'éthanol).

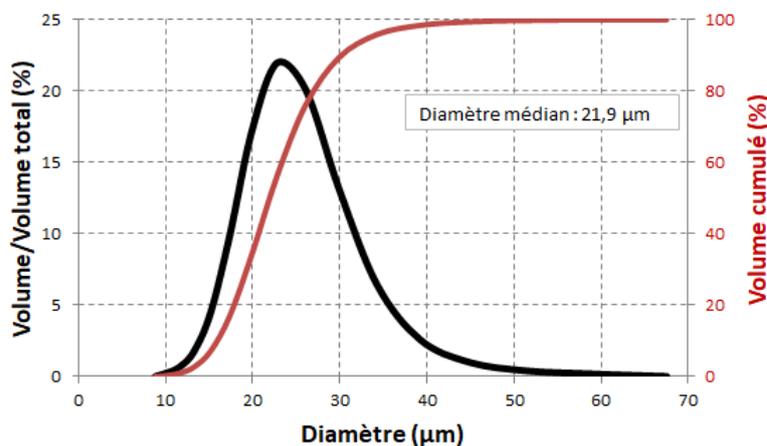


Figure 3.9 : Distribution granulométrique du SiC en volume (courbe noire). La courbe rouge représente le cumul en fonction du diamètre des grains de SiC.

Cette granulométrie confirme qu'au moins 97 % des grains ont une taille inférieure à 37 µm et donne un diamètre moyen des grains égal à 21,9 µm avec une dispersion comprise entre 10 et 40 µm. Ces valeurs sont proches de celles obtenues pour la poudre de plâtre et nous assurent donc un mélange homogène entre la poudre de plâtre et celle de SiC.

### 3.3.1.2 Caractérisations morphologiques

En complément des informations données ci-dessus, des caractérisations morphologiques des grains de plâtre et de SiC ont été effectuées au Microscope Electronique à Balayage (MEB). Les images, présentées en **Figure 3.10**, montrent plusieurs populations de particules de plâtres, avec les plus grosses de l'ordre de 100  $\mu\text{m}$  de diamètre. Les grains de SiC sont beaucoup plus homogènes, avec une taille moyenne proche de 25  $\mu\text{m}$ . Ces deux images confirment donc les granulométries effectuées sur ces deux poudres avec des formes assez équiaxes pour les deux matériaux.

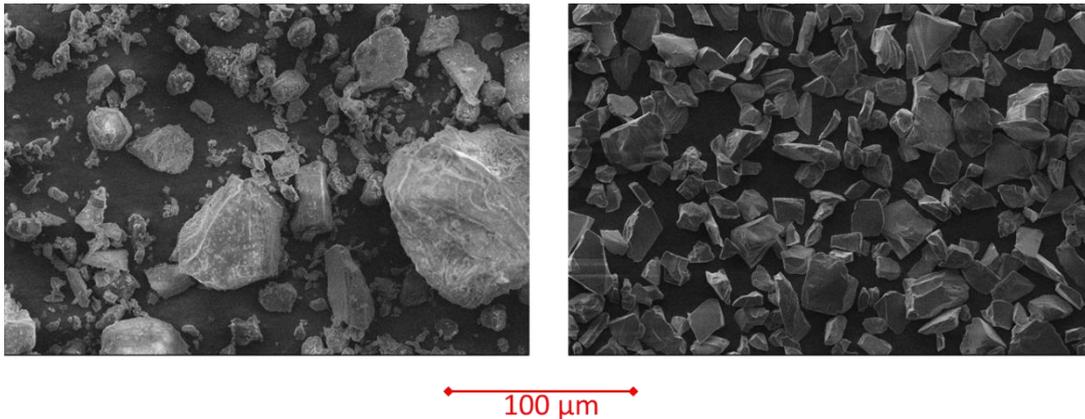


Figure 3.10 : Clichés MEB des grains de plâtre (à gauche) et des grains de SiC (à droite).

### 3.3.1.3 ATG/ATD

Une fois la pièce imprimée, puis imprégnée par le précurseur de SiC (SMP10), la pièce doit être traitée thermiquement à haute température pour transformer complètement le polymère précurseur en céramique SiC.

Pendant cette étape de pyrolyse, la pièce contient toujours le plâtre. Il est donc nécessaire de connaître le comportement de ce composé lorsqu'il est porté en température. C'est pour cette raison que nous avons effectué une Analyse Thermo-Gravimétrique (ATG Setaram Labsys Evo) sous azote de la poudre de plâtre fournie par le fabricant (**Figure 3.11**).

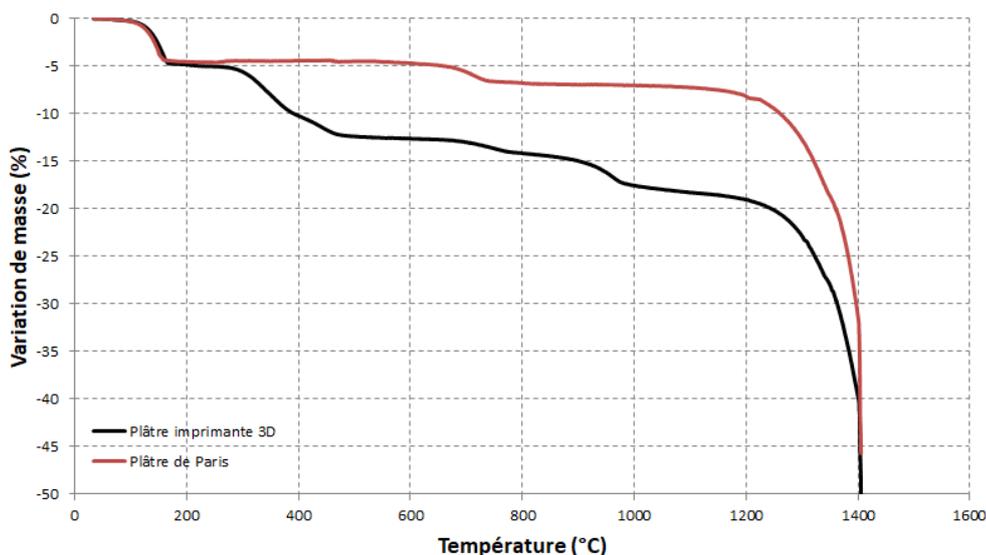


Figure 3.11 : Courbes ATG du plâtre fourni par le fabricant de l'imprimante 3D et du plâtre de Paris, réalisées sous azote avec une montée en température de 10°C par minute.

Sur la **Figure 3.11**, la courbe noire représente l'évolution de la perte de masse en fonction de la température de la poudre de plâtre utilisée pour l'impression 3D (appelé par la suite plâtre 3D). La courbe rouge représente la variation de masse en fonction de la température d'un plâtre de Paris.

Ces courbes permettent de comparer les deux matériaux, sachant que le plâtre 3D est vendu comme étant principalement du plâtre de Paris.

Pour expliquer les pertes de masses du plâtre de Paris (courbe rouge), nous nous référons à la thèse de Martias [Martias 2011]. Généralement, les composés présents dans ce plâtre sont du semihydrate de sulfate de calcium (environ 80 %), du dihydrate de sulfate de calcium (< 10 %) et du carbonate de calcium (< 10 %). Les proportions sont bien évidemment variables suivant le fabricant. La première perte de masse se situe aux alentours de 160°C et elle s'explique par la déshydratation du semihydrate et du dihydrate, qui, théoriquement s'effectue à 163°C (**Tableau 3.1**).

| Composé     | Température | Formule chimique  |
|-------------|-------------|---|
| Dihydrate   | 150°C       | $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{CaSO}_4 \cdot 1/2 \text{H}_2\text{O} + 3/2 \text{H}_2\text{O}$ |
|             | 163°C       | $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{CaSO}_4 + 1/2 \text{H}_2\text{O}$                            |
| Semihydrate | 163°C       | $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{CaSO}_4 + 1/2 \text{H}_2\text{O}$                            |

Tableau 3.1 : Déshydratation du semihydrate et du dihydrate de sulfate de calcium. A 150°C, le dihydrate libère 3/2 molécules d'eau et à 163°C, le semihydrate et le dihydrate, devenu du semihydrate, libèrent 1/2 molécule d'eau.

Vers 700°C, la perte de masse correspond à une décomposition de la faible proportion de carbonate de calcium  $\text{CaCO}_3$  et plus précisément au dégagement du gaz  $\text{CO}_2$  :



A partir de de 1200°C, le  $\text{CaSO}_4$  restant se décompose en  $\text{CaO} + \text{SO}_3$  avec volatilisation du gaz  $\text{SO}_3$  (59% de perte théorique).

Les trois pertes de masses expliquées ci-dessus se retrouvent sur le plâtre 3D (courbe noire) et viennent donc confirmer la présence de plâtre de Paris. Cependant, les pertes de masse situées entre 300°C et 450°C et aux alentours de 950°C, ne sont pas présentes sur la courbe ATG du plâtre de Paris. Elles démontrent donc la présence d'au moins un produit supplémentaire.

Nous avons également réalisé une ATG sur un échantillon composé de plâtre 3D et du liant, dans les mêmes conditions, c'est-à-dire sous azote et avec une montée en température de 10°C/min (**Figure 3.12**). Cette courbe montre la même évolution que celle du plâtre 3D, mais les pertes de masses sont différentes, comme par exemple :

- à 200°C : 4,9 % pour le plâtre 3D contre 8,5 % pour le plâtre de Paris,
- à 500°C : 12,4 % pour le plâtre 3D contre 14,6 % pour le plâtre de Paris,
- à 780°C : 14,1 % pour le plâtre 3D contre 16,3 % pour le plâtre de Paris,
- à 1000°C : 17,5 % pour le plâtre 3D contre 18,9 % pour le plâtre de Paris.

Cette courbe démontre que le liant perd de la masse à des températures supérieures à 100°C et n'est donc pas constitué que d'eau.

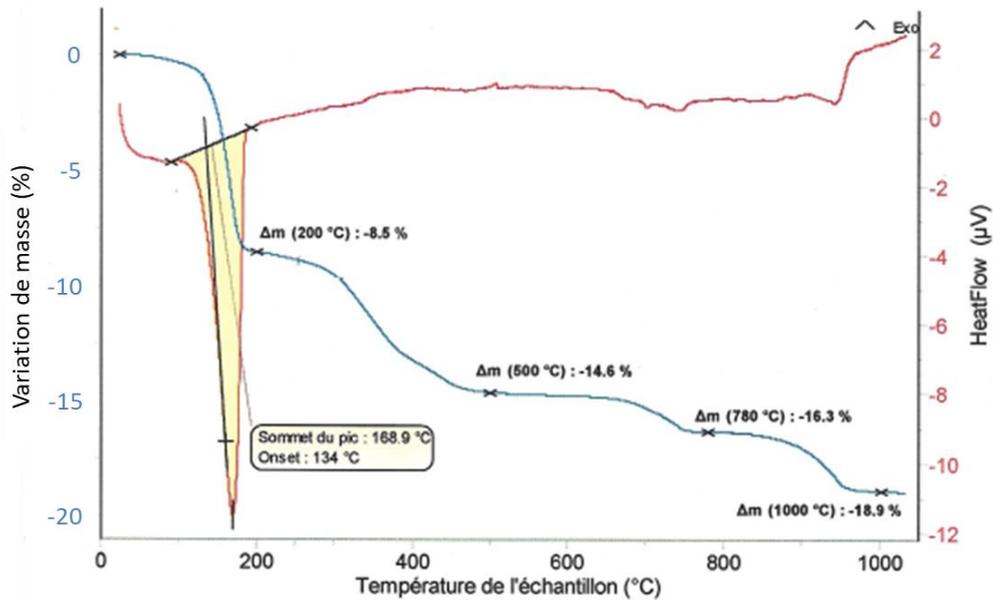


Figure 3.12 : Courbe ATG d'un échantillon composé de plâtre 3D et du liant, réalisée sous azote avec une montée en température de 10°C par minute.

Pour connaître les compositions exactes du plâtre 3D et du liant, nous avons réalisé des analyses par RMN et spectroscopie IR. Nous avons identifié les types de composé ajoutés mais ne donnons pas leur nature, pour des raisons de confidentialité.

### 3.3.2 Précurseur de SiC

Comme nous l'avons signalé dans le chapitre 1, le précurseur de SiC retenu pour le procédé de fabrication est le SMP-10. Ce produit, présente des caractéristiques intéressantes pour notre utilisation (liquide à température ambiante et fort taux de céramisation) mais a néanmoins un inconvénient par rapport à notre procédé : il est trop visqueux. En effet le produit doit être suffisamment fluide pour que le précurseur s'infilte au cœur des échantillons poreux,

que ce soit à une échelle macroscopique ou à une échelle microscopique (pour s'infiltrer entre les grains). Le précurseur ne doit cependant pas être trop fluide pour qu'il reste dans la structure poreuse formée par les grains de SiC. La migration capillaire est donc à minimiser.

Nous avons alors dilué le précurseur avec un produit qui, d'une part est peu visqueux à température ambiante et, d'autre part, se décompose totalement à une température inférieure à la température de polymérisation du précurseur (250°C). Cette dernière caractéristique permet, lors du dégazage du diluant, d'éviter l'endommagement du réseau solide récemment créé. Parmi les composés qui respectent ces conditions et qui sont un bon solvant du précurseur SMP10, nous avons choisi d'utiliser le toluène, qui a une température d'ébullition d'environ 110°C.

Pour s'assurer que le lot de précurseur que nous utilisons est conforme à nos attentes, et donc aux études précédemment réalisées, nous avons réalisé une ATG sur ce produit sous argon (Setaram Labsys Evo). La montée en température est de 5°C/min, de l'ambiante à 1000°C (**Figure 3.13**).

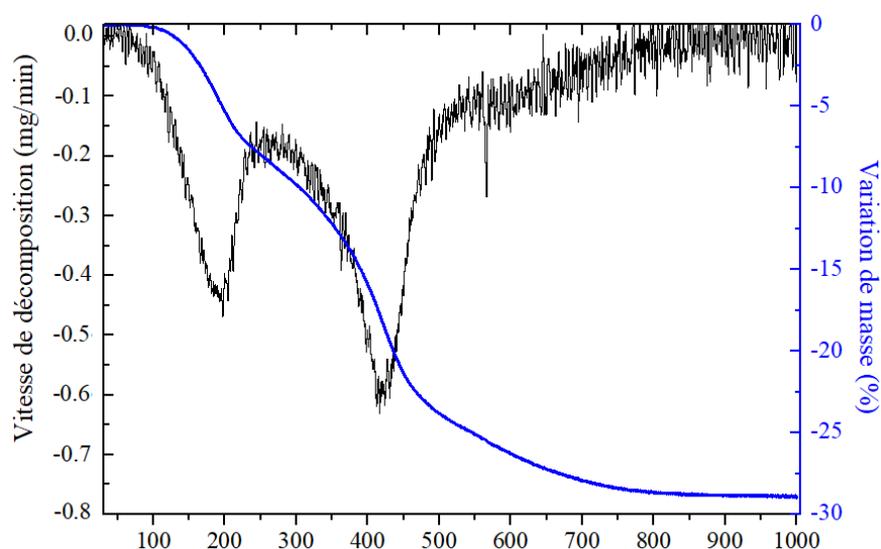


Figure 3.13 : Courbe ATG (en bleu) et ATD (en noir) du SMP-10 sous argon.

La courbe de perte de masse en fonction de la température (en bleue) montre trois températures caractéristiques de la céramisation du SMP-10, en accord avec les ATG illustrées en **Figure 3.14**, réalisées par Schmidt et al. [Schmidt 2017] et Sreeja et al. [Sreeja 2010] dans les mêmes conditions (gaz neutre et montée de 5°C/min). Le taux de céramisation final, défini par  $m_{1000}/m_{ambiante} * 100$ , où  $m_{1000}$  et  $m_{ambiante}$  sont les masses du matériau ex-précurseur à 1000°C (lorsque la céramisation est complète) et à température ambiante, est supérieur à 70 %.

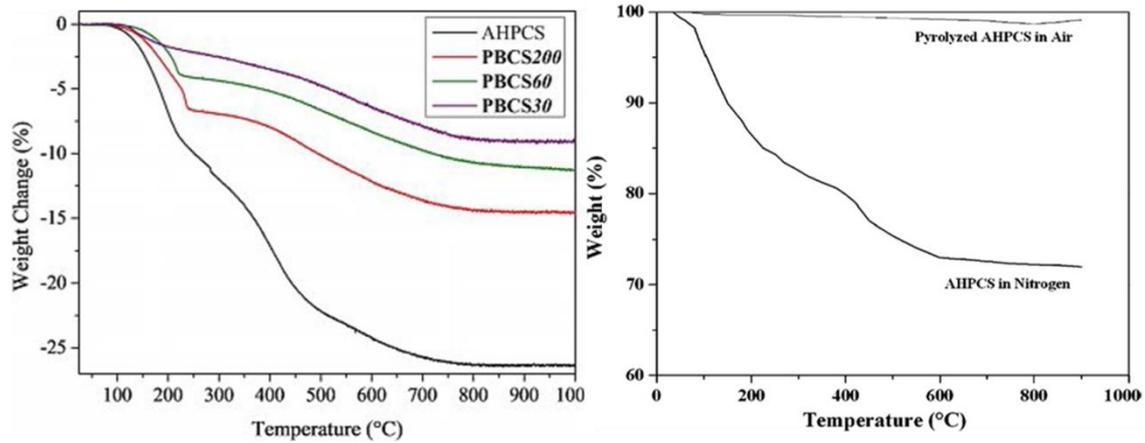


Figure 3.14 : Courbes ATG du SMP-10 (AHPCS) réalisées sous gaz neutre, issues de Schmidt et al. (à gauche) et de Sreeja et al. (à droite). Les courbes colorées correspondent à des produits qui ne nous intéressent pas dans le cadre de cette thèse.

La **Figure 3.15** montre deux clichés MEB de pièces en cru imprégnées de précurseur SMP10 juste déposé et porté en température (1000°C). Après solidification, le précurseur engendre un SiC plutôt dense et vient former le réseau de SiC cohésif désiré.

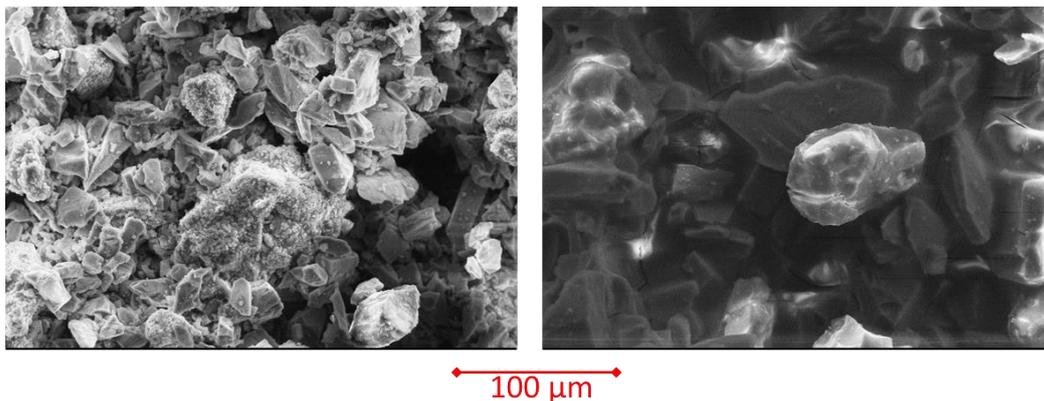


Figure 3.15 : Clichés MEB montrant le précurseur SMP-10 juste après son imprégnation (à gauche) et une fois qu’il est porté à 1000°C (à droite).

### Conclusion partielle

Cette partie a permis de présenter les composés que nous utilisons pour permettre de construire une pièce 3D à base de SiC et de la consolider par imprégnation d’un précurseur de SiC. Le comportement de ces composés, sous l’effet d’une montée en température, a été caractérisé. Cela a notamment permis de comprendre que la poudre de plâtre du fabricant que nous employons dans notre procédé n’est pas uniquement composée de plâtre de Paris, mais qu’un ou des composés supplémentaires, servant notamment à la prise et/ou à la cohésion de la pièce crue, sont également présents. L’analyse granulométrique du plâtre nous a permis de choisir une poudre de SiC avec une granulométrie similaire (*i.e.* avec un  $d_{50}=22\ \mu\text{m}$ ). Enfin, le lot de précurseur de SiC utilisé présente un comportement similaire avec celui utilisé dans des études antérieures.

Les composés de notre procédé étant caractérisés, il convient maintenant de mener les caractérisations sur la pièce finale pour en obtenir les propriétés macroscopiques.

## 3.4 Caractérisations du matériau final

Les caractérisations sur le matériau final sont essentielles pour déterminer ses propriétés physiques. En effet, comme il a été vu au chapitre 1, le matériau composant les récepteurs doit répondre à un cahier des charges établi par rapport aux propriétés optiques et thermiques. Celles-ci jouent un rôle majeur dans la performance des récepteurs. Elles permettent également d'alimenter les codes de calculs qui nous ont servis pour l'optimisation des structures (cf. chapitre 2).

Cette partie présente les caractérisations qui ont été effectuées durant cette thèse ou grâce à des collaborations avec d'autres laboratoires. En premier lieu, nous présentons les caractérisations microstructurales. Nous aborderons ensuite les propriétés optiques, qui ont été utiles pour effectuer des simulations avec le code de lancer de rayons. Nous présenterons également le début des caractérisations thermiques, nécessaires pour la réalisation de simulations thermiques. Enfin, nous finirons par une ouverture sur les propriétés mécaniques qui seront utiles pour les études de vieillissement par rapport aux chocs thermiques.

### 3.4.1 Caractérisations microstructurales

La **Figure 3.16** est une photographie MEB [Baux 2018] sur une coupe transversale d'un barreau de diamètre 2 mm, imprimé et ayant subi tous les post-traitements. Elle montre les différentes formes de SiC qui se trouvent dans le matériau final. Les formes blanches sont les grains de SiC initiaux, les zones gris clair représentent le SiC issu du précurseur SMP-10 et les zones gris foncé sont de la porosité. La couronne de SiC induite par le renforcement CVD a une épaisseur de 70  $\mu\text{m}$  et le SiC issu de la CVI est représenté sur l'image de droite.

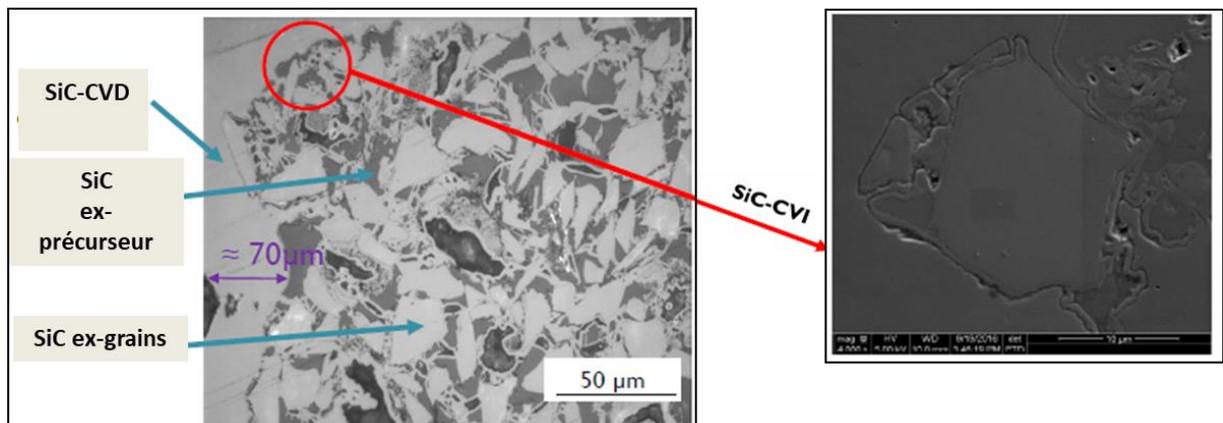


Figure 3.16 : Photographie d'une coupe transversale d'un barreau de diamètre 2 mm, qui a été fabriqué par le procédé additif de jet de liant.

La **Figure 3.17** montre des images MEB de la surface d'un échantillon après différents post-traitements : après l'étape d'acidage pour retirer le plâtre, après renforcement CVI et après renforcement CVD. La porosité au cœur de l'échantillon non renforcé (après acidage) est bien visible. Le renforcement CVI est efficace pour combler cette porosité, même si ce comblement n'est pas total. La couche de SiC-CVD donne un aspect granuleux à la surface finale. La cristallinité des grains de SiC, issus du mélange de poudre initial, est de type  $\alpha$ , tandis que pour

le SiC provenant du renforcement CVI et CVD, cette cristallinité est de type  $\beta$ . Pour ces trois natures de SiC, les concentrations en Carbone et en Si sont quasiment égales (environ 50 %). En revanche, pour la quatrième nature de SiC, celle issue du précurseur précéramique, des traces d'Oxygène (environ 10 %) ont été mesurées [Baux 2018]. Ces impuretés proviennent certainement de l'étape d'imprégnation (réalisée à l'air libre) et de l'étape de polymérisation à l'étuve sous air.

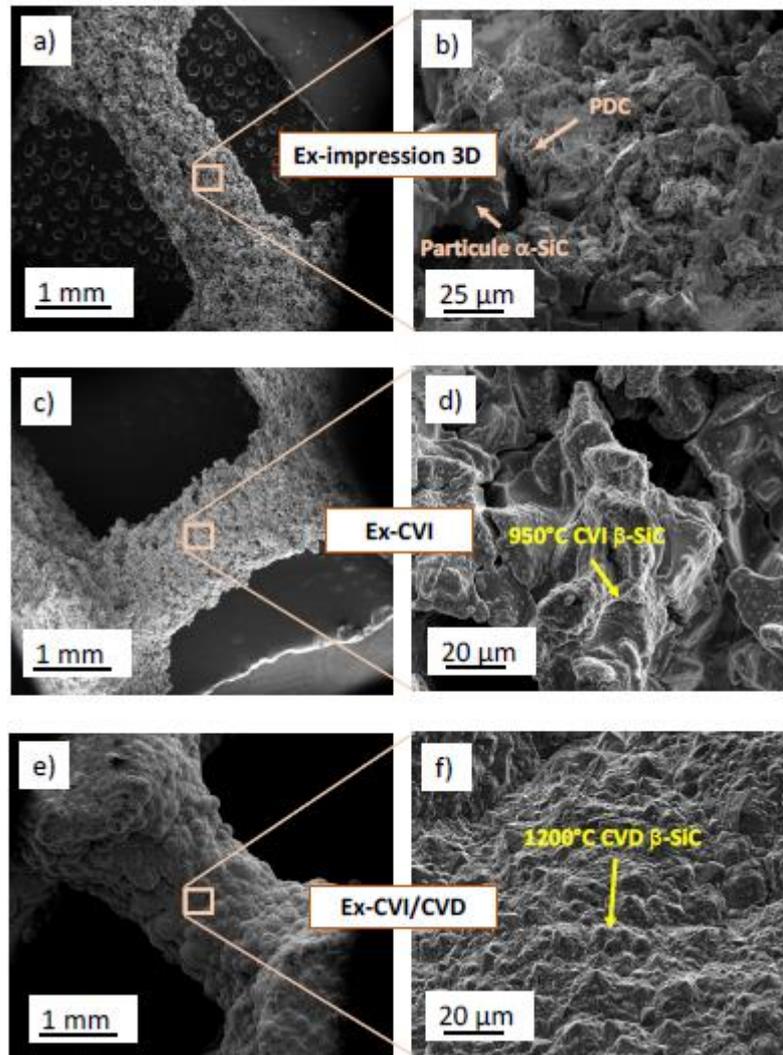


Figure 3.17 : Photographies MEB de ligaments après les étapes d'acidage (ex-impression), de renforcement CVI (Ex-CVI) et de renforcement CVD (Ex-CVI/CVD). Le polymère précurseur de SiC employé est le SMP-10. Photographie tirées de la thèse de Baux [Baux 2018].

### 3.4.2 Propriétés optiques

Les caractérisations optiques ont été réalisées au laboratoire PROMES. Elles ont pour but de déterminer l'absorptivité et l'émissivité du matériau dense, avant et après renforcement CVD. Elles permettent également de caractériser l'influence de la température et de l'oxydation sur ces deux propriétés optiques, qui sont des paramètres importants au regard des conditions dans lesquelles les récepteurs sont soumis.

### 3.4.2.1 Bancs de caractérisations

#### Echantillons

Les échantillons, en SiC, que nous avons fabriqués pour les mesures de propriétés optiques sont des pastilles de 25 mm de diamètre et de 2 mm de hauteur (**Figure 3.18**). Ils ont été produits avec le procédé décrit dans la partie « **3.2 Procédé utilisé : de la mise en forme à la pièce finale dense** ». La moitié d'entre eux a été renforcée par CVD/CVI. Pour pouvoir les maintenir durant ce procédé de renforcement, certains comportent deux trous de 2 mm de diamètre, tandis que les autres ont une anse sur le côté.



**Figure 3.18** : Echantillons fabriqués. A gauche, sans renforcement par CVD/CVI. Au centre, avec renforcement par CVD/CVI et où l'anse support a été retirée après polissage. A droite, avec renforcement par CVD/CVI et présence des deux trous.

#### Mesures de l'absorptivité et de l'émissivité par réflectivité et de transmissivité

Les mesures de la réflectivité et de la transmissivité sont réalisées à la température ambiante (300 K) grâce aux appareils Perkin Elmer UV/VIS/NIR Lambda 950 (gamme de longueur d'onde comprise entre 0,25 et 2,5  $\mu\text{m}$ ) et SOC-100 HDR (gamme de longueur d'ondes comprises entre 1,5 et 25  $\mu\text{m}$ ). Les deux appareils utilisés sont présentés en **Figure 3.19**.



**Figure 3.19** : Perkin Elmer Lambda 950 (à gauche) et SOC-100 HDR (à droite).

Pour une longueur d'onde comprise dans la gamme de mesure de l'appareil, la réflectivité  $\rho_\lambda$  et la transmissivité  $\tau_\lambda$  sont mesurées. L'émissivité  $\varepsilon_\lambda$  est déduite par la formule :  $\varepsilon_\lambda = 1 - \rho_\lambda - \tau_\lambda$ . Ensuite, pour obtenir une émissivité et une absorptivité correspondantes à un milieu gris (indépendance de la longueur d'onde), les deux formules suivantes sont utilisées :

$$\alpha(T) = \frac{\int \varepsilon_{\lambda}(T) \cdot I(\lambda) \cdot d\lambda}{\int I(\lambda) \cdot d\lambda} \quad (3.4)$$

$$\varepsilon(T) = \frac{\int \varepsilon_{\lambda}(T) \cdot E^{bb}(\lambda, T) \cdot d\lambda}{\int E^{bb}(\lambda, T) \cdot d\lambda} \quad (3.5)$$

avec  $\lambda$  la longueur d'onde,  $I$  la luminance de l'échantillon et  $E^{bb}$  la luminance du corps noir.

Par ailleurs, il est important de préciser que les mesures de réflectivités et de transmissivités effectuées sur ce banc d'essai sont de types hémisphériques. Cela signifie que, lorsque la face avant de l'échantillon est irradié par un faisceau de longueur d'onde  $\lambda$ , l'énergie réfléchi (ou transmise) est captée dans toutes les directions du demi-espace opposé à la face avant de l'échantillon (ou arrière, dans le cas de la mesure de la transmissivité). Les angles d'incidences des rayons réfléchis, ou transmis, ne sont donc pas différenciés, ce qui ne permet pas de distinguer la nature de la réflexion (spéculaire, diffuse ou mixte).

### MEDIASE

Le banc d'essai MEDIASE (Moyen d'Essai et Diagnostics en Ambiance Spatiale Extrême) permet de réaliser des caractérisations d'échantillons à haute température, sous conditions qu'ils soient durs et opaques. La **Figure 3.20** schématise ce banc d'essai. L'échantillon à caractériser est placé verticalement pour être irradié sur sa face avant. Les mesures de l'émissivité normale sont effectuées sur la face arrière de l'échantillon en utilisant un spectromètre CI Systems SR-5000N, sur la gamme de longueur d'onde 1,4-14  $\mu\text{m}$ . Les mesures sont au préalable calibrées sur un corps noir, en utilisant un banc avec différentes optiques (miroirs, fenêtres *etc.*). La température de l'échantillon est mesurée grâce à un pyroréfléctomètre, aux longueurs d'onde 1,3  $\mu\text{m}$  et 1,55  $\mu\text{m}$ . Par une intégration, dans la plage de longueur d'ondes 1,4-14  $\mu\text{m}$ , les valeurs de l'absorptivité totale  $\alpha$  et de l'émissivité totale  $\varepsilon$  peuvent être retrouvées.

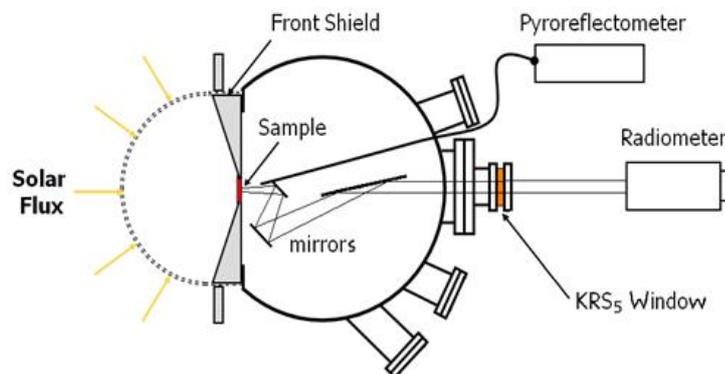


Figure 3.20 : Schéma du banc d'essai MEDIASE.

### REHPTS

Le banc d'essai REHPTS (REacteur Hautes Pression et Température Solaire, **Figure 3.21**) permet de réaliser des cycles de température sur des échantillons. La montée en température est très rapide (100 K/s) et la température maximale atteignable est de 2500 K.



Figure 3.21 : Banc d'essai REHPTS.

### 3.4.2.2 Absorptivité et émissivité à température ambiante

Les valeurs de l'absorptivité et de l'émissivité, à température ambiante et pour les échantillons renforcés CVD/CVI et les non renforcés, mesurées avec les appareils décrits précédemment (Perkin Elmer Lambda 950 et SOC-100 HDR) sont données **Figure 3.22**.

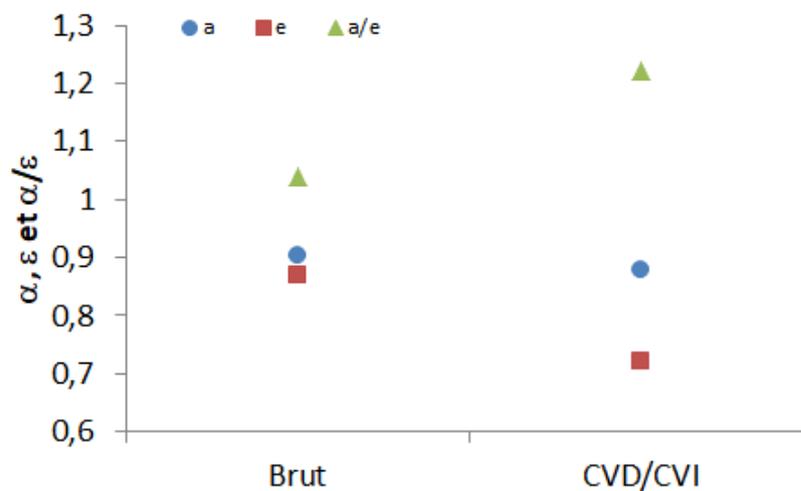
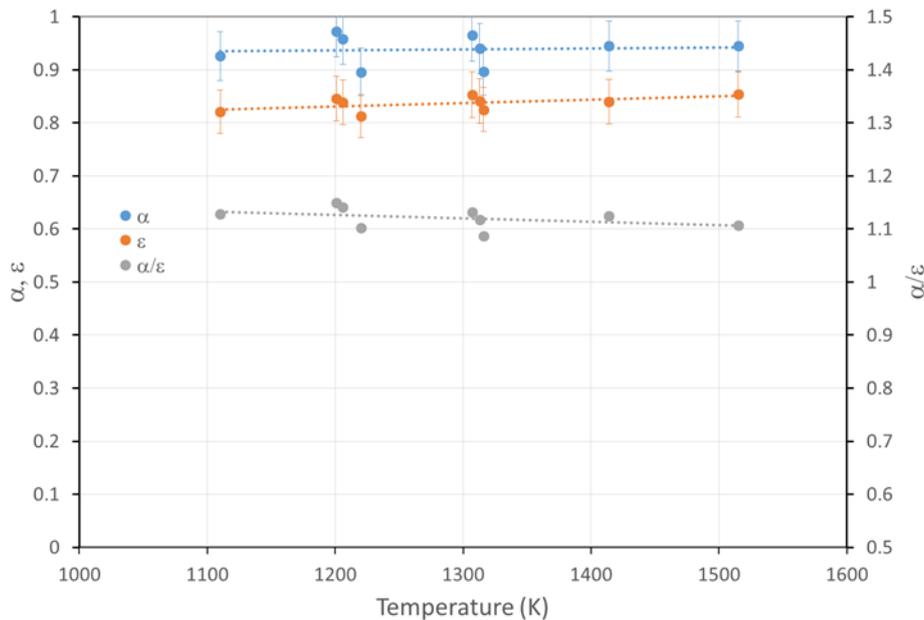


Figure 3.22 : Absorptivité ( $\alpha$  ou a), émissivité ( $\epsilon$  ou e) et ratio  $\alpha/\epsilon$  (ou a/e) à température ambiante (300 K) pour le SiC qui n'a pas été renforcé (brut) et pour celui qui a été renforcé par CVD/CVI.

A 300 K, les échantillons qui n'ont pas été renforcés possèdent des valeurs plus élevées d'absorptivité (0,90 contre 0,88) et d'émissivité (0,87 contre 0,72) par rapport aux échantillons renforcés. Ceci s'explique par une porosité interne importante pour les échantillons bruts, ce qui

augmente les réflexions multiples en leur sein et donc les valeurs de ces deux propriétés optiques. Par ailleurs, le rapport  $\alpha/\varepsilon$  est amélioré grâce au renforcement par CVD/CVI (1,04 contre 1,22). Le SiC renforcé par CVD/CVI est donc plus sélectif que le SiC brut, ce qui est intéressant pour cette application solaire<sup>4</sup>. Absorptivité et émissivité à haute température

Grâce au dispositif MEDIASE, les valeurs de l'absorptivité et de l'émissivité pour les échantillons renforcés ont pu être déterminées à haute température (de 1100 K à 1500 K) (**Figure 3.23**). Les échantillons bruts n'ont pas pu être caractérisés car leur fragilité ne leur permettait pas d'être montés sur ce banc.



**Figure 3.23 :** Absorptivité ( $\alpha$ ), émissivité ( $\varepsilon$ ) et ratio  $\alpha/\varepsilon$ , pour des températures comprises entre 1100 K et 1500 K, et pour le SiC renforcé par CVD/CVI.

Les propriétés optiques augmentent légèrement avec la température : les valeurs de l'absorptivité sont aux alentours de 0,95, tandis que l'émissivité varie entre 0,82 à 1100 K et 0,85 à 1500 K. De plus, le rapport  $\alpha/\varepsilon$  varie de manière très légère dans la gamme de température étudiée. Il vaut 1,13 à 1100 K et 1,1 à 1500 K.

L'absorptivité du SiC renforcé que nous étudions est donc peu variable lorsque la température est comprise entre 300 K et 1500 K. Sa valeur augmente de 0,88 à 0,95. Cette propriété a été utilisée comme donnée d'entrée pour le code de lancer de rayons, présenté dans le chapitre 2. Pour la recherche de structures, la valeur prise était de 0,90.

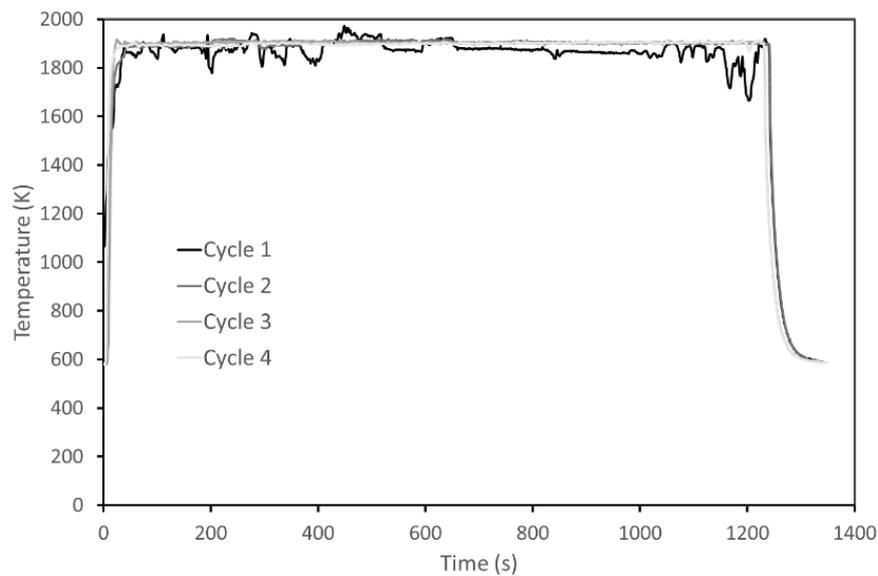
Entre 300 K et 1500 K, l'émissivité du SiC renforcé varie de façon plus importante. Sa valeur croît entre 0,72 et 0,85. Le rapport  $\alpha/\varepsilon$ , significatif de la sélectivité du matériau, quant à lui diminue pour passer de 1,22, à température ambiante, à 1,1 à 1500 K.

<sup>4</sup> Un matériau sélectif parfait absorbe tout le rayonnement qu'il reçoit (absorptivité égale à 1, pas de pertes optiques) et ne réémet aucun rayonnement (émissivité égale à 0, pas de pertes radiatives).

Les valeurs d'émissivité mesurées en température sur le matériau renforcé sont par ailleurs cohérentes avec celles obtenues par Balat-Pichelin et Bousquet sur du SiC fritté, dont les valeurs se situent entre 0,77 et 0,75 pour une gamme de température variant de 1133 à 1322 K. [Balat-Pichelin 2018].

### 3.4.2.3 Variation de l'absorptivité et de l'émissivité avec l'oxydation

Le dispositif REHPS nous a permis de réaliser des cycles thermiques sur les échantillons de SiC renforcés et non renforcés par CVD/CVI. Pour chaque échantillon, deux séries de quatre cycles de vingt minutes ont été effectuées : la première à 1800 K, et la seconde à 1900 K. La **Figure 3.24** illustre un exemple avec les courbes de températures pour le SiC brut à 1900 K.



**Figure 3.24** : Courbes de température pour chacun des quatre cycles effectués à 1900 K sur le SiC brut.

La **Figure 3.25** montre les échantillons après la réalisation de ces quatre cycles thermiques. Les différences de couleur par rapport aux échantillons références (**Figure 3.18**) mettent en évidence une couche d'oxydation composée de silice, et qui est de couleur bleue et marron lorsque son épaisseur est fine (à 1800 K) ou de couleur noire lorsque son épaisseur est plus épaisse (à 1900 K).

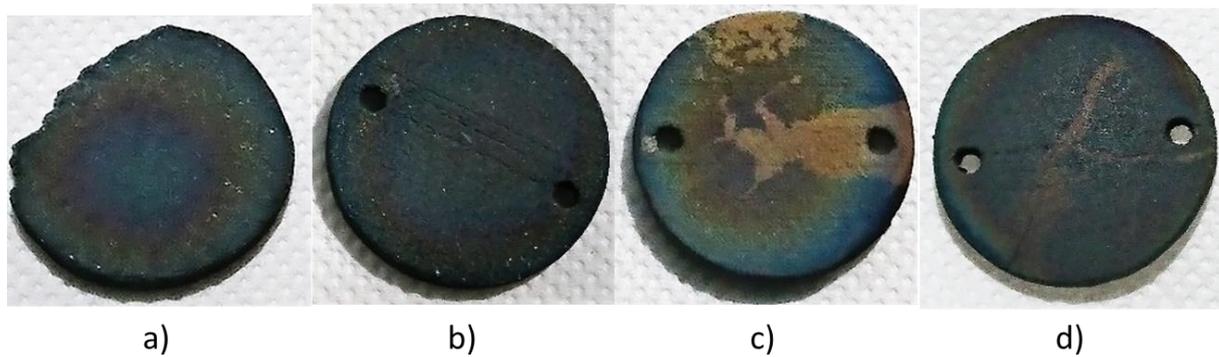


Figure 3.25 : Echantillons après la réalisation des quatre cycles thermiques. a) SiC brut (1800 K), b) SiC brut (1900 K), c) SiC renforcé (1800 K) et d) SiC renforcé (1900 K).

Les échantillons oxydés à 1800 K ont ensuite été caractérisés grâce aux dispositifs Perkin Elmer Lambda 950 et SOC-100 HDR pour mesurer les valeurs de l'absorptivité et de l'émissivité à température ambiante (Figure 3.26).

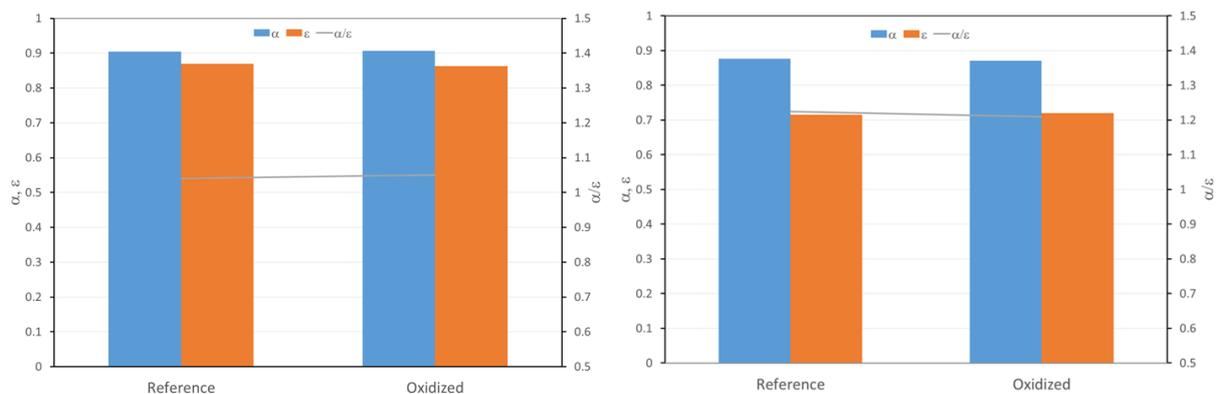


Figure 3.26 : Comparaison des valeurs de l'absorptivité  $\alpha$ , de l'émissivité  $\epsilon$  et du rapport  $\alpha/\epsilon$  entre les échantillons références et ceux oxydés à 1800 K. A gauche, SiC brut et à droite SiC renforcé.

Les résultats, à température ambiante, sont quasiment identiques entre ceux trouvés précédemment (échantillons références) et ceux issus des échantillons qui ont été oxydés à 1800 K. Cela montre donc, à température ambiante, que l'absorptivité et l'émissivité du SiC (qu'il soit renforcé ou non) ne sont pas influencées par une couche de silice formée par l'oxydation.

Pour conclure cette sous-partie sur les caractérisations optiques, il a été montré que le renforcement par CVD/CVI du SiC que nous fabriquons a une influence sur l'absorptivité et l'émissivité, que ce soit à température ambiante ou à haute température. Cependant, la couche de silice formée par l'oxydation ne perturbe pas les valeurs de ces deux propriétés optiques, du moins à température ambiante. Ces caractérisations ont également permis de connaître la valeur de l'absorptivité (0,90), qui est essentielle pour nos simulations.

### 3.4.3 Propriétés thermiques

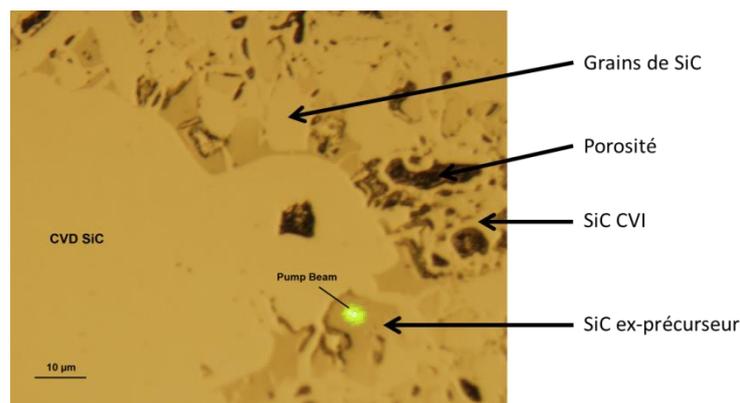
Cette sous-partie présente les caractérisations thermiques effectuées pour déterminer la diffusivité thermique du SiC que nous fabriquons. Quatre différentes mesures ont été réalisées. Les deux premières ont été réalisées à température ambiante sur le banc de photothermie. Elles ont pour but de caractériser la diffusivité de la couche SiC-CVD et celle du SiC ex-précurseur. La

troisième et la quatrième mesure sont réalisées par la méthode flash, sur des échantillons renforcés et non renforcés par CVD/CVI, mais à différentes températures.

### 3.4.3.1 Diffusivité à température ambiante

Parmi les deux méthodes disponibles sur le banc de photothermie (cf. « **3.1.3 Banc d'essai de photothermie** »), nous avons choisi d'utiliser celle du décalage du signal de phase, avec une distance variable et une fréquence fixe, au lieu de celle où la distance est fixe avec une fréquence variable. En effet, cette approche est plus adaptée pour capter l'anisotropie thermique et pour estimer la diffusivité effective de matériaux à microstructure complexe.

Les mesures des composants du SiC sont difficiles car ce matériau est semi-transparent à la longueur d'onde du faisceau pompe (532 nm). Pour pallier ce problème, un film de platine de  $30 \text{ nm} \pm 5 \text{ nm}$  d'épaisseur a été déposé sur la surface polie de l'échantillon. Ce dernier est un barreau de 2 mm de diamètre, coupé transversalement. Les zones caractérisées ont été choisies par des observations au microscope optique dans le but de savoir si elles peuvent être considérées comme homogènes à l'échelle spatiale du microscope photoréflécteur. La **Figure 3.27** montre les différents composants de l'échantillon au niveau de la surface polie.



**Figure 3.27** : Surface de l'échantillon après polissage. Les zones noires correspondent à des pores, celles en marron foncé correspondent au SiC ex-précurseur et les plus claires sont du SiC-CVI ou des grains de SiC. « Pump beam » est l'endroit où est focalisé le faisceau pompe pour la caractérisation.

#### Diffusivité thermique du SiC ex-précurseur à température ambiante

Un résultat typique obtenu à 150 kHz après un balayage en deux dimensions du cœur de l'échantillon présenté en **Figure 3.27** à 20°C est montré **Figure 3.28**.

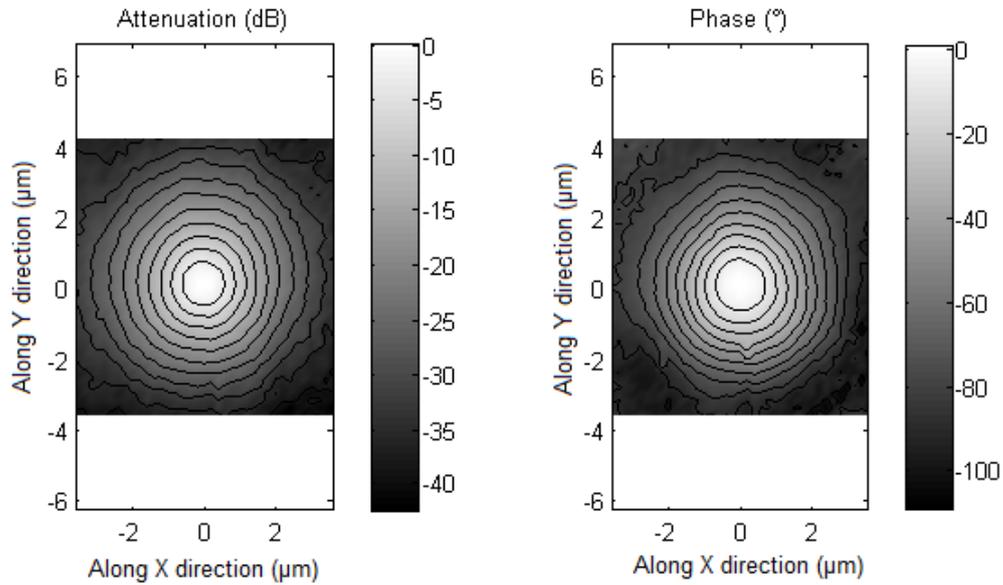


Figure 3.28 : Balayage en deux dimensions à 150 kHz à 20°C du cœur de l'échantillon.

La zone analysée ne présente pas de direction privilégiée pour le transfert de chaleur. Les isolignes ont une forme circulaire caractéristique d'un comportement thermique isotrope, comme attendu. L'analyse de leur degré elliptique, qui est égal à la racine carrée de l'anisotropie thermique, confirme cette hypothèse. En effet, pour extraire l'anisotropie thermique, une procédure de comparaison par la méthode des moindres carrés entre les données expérimentales et un modèle numérique est appliquée. La **Figure 3.29** montre que le résultat obtenu est une série de cercles. Le niveau d'anisotropie trouvé est égal à 1,02.

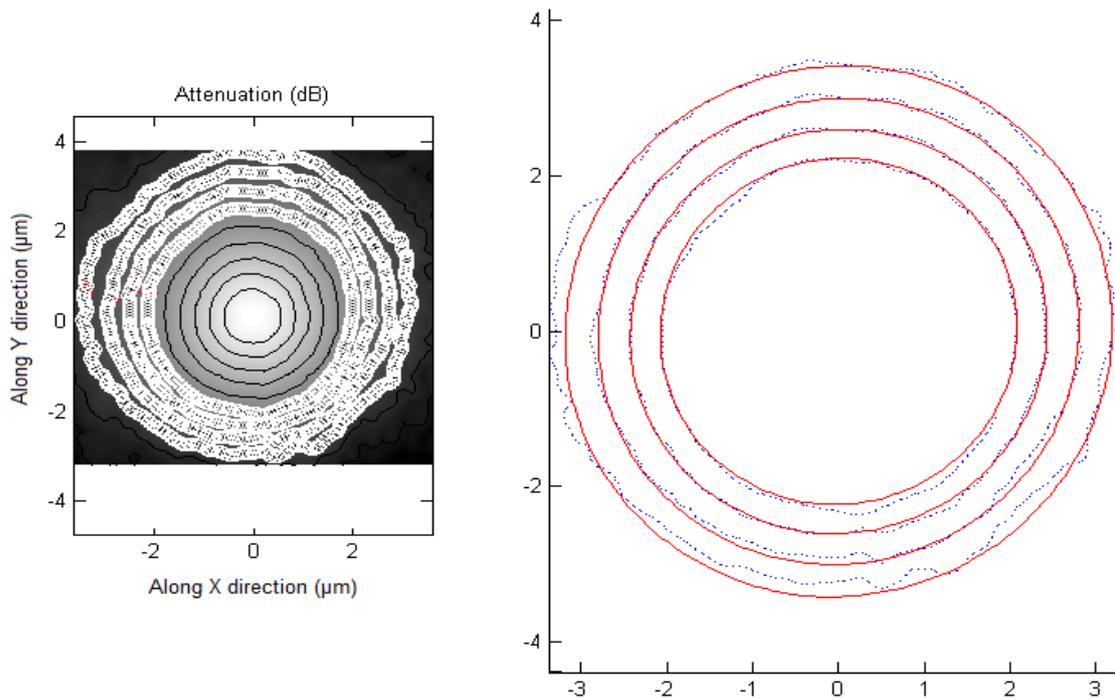
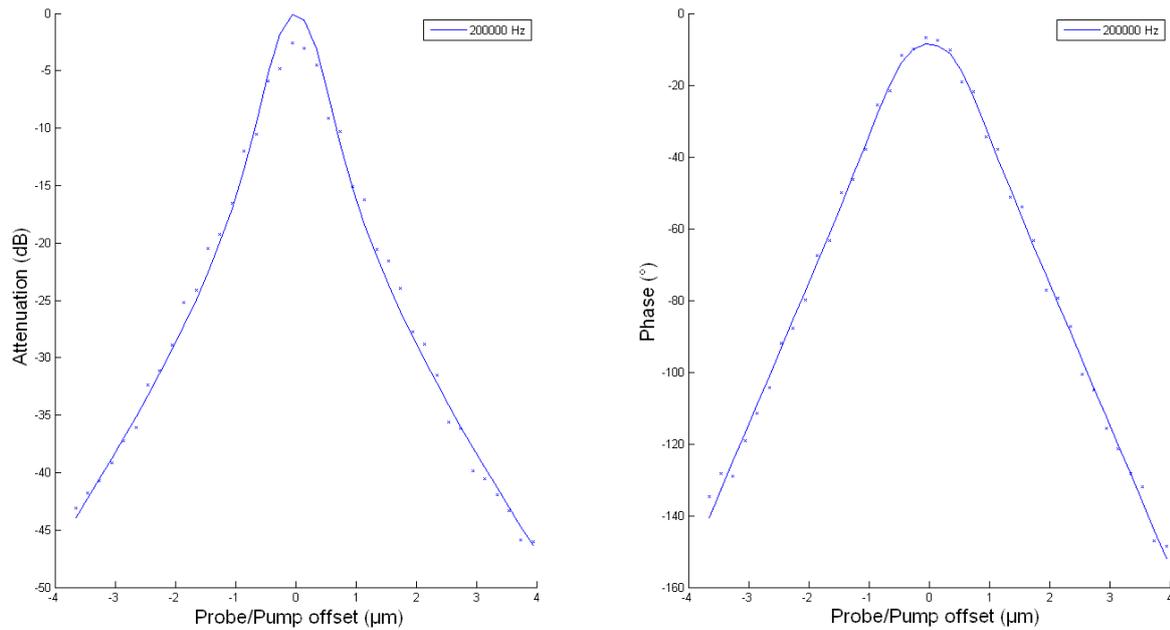


Figure 3.29 : Lignes circulaires issues de la comparaison par moindres carrés après un balayage en deux dimensions du cœur de l'échantillon. Le niveau d'anisotropie thermique déterminé est égal à 1,02.

Sur les lignes isophases, nous pouvons noter une faible influence des interfaces proches. Pour éviter cette influence, des mesures ont été effectuées à des fréquences plus élevées afin de réduire la longueur de diffusion thermique, puis de confiner la chaleur dans un volume plus petit.

Ainsi, la connaissance de ce comportement thermiquement isotrope simplifie la procédure de caractérisation. En effet, les mesures peuvent être restreintes à l'acquisition d'un balayage unidimensionnel (profil) du signal thermique selon une direction non spécifiée, comme indiqué à la **Figure 3.30**. Ensuite, la diffusivité thermique peut être estimée à l'aide d'une procédure complète de Levenberg-Marquart en utilisant le meilleur ensemble de coefficients (dimension des faisceaux laser, diffusivités thermiques du substrat et du revêtement, rapport entre les effusivités thermiques du substrat et du revêtement).



**Figure 3.30 : Profils unidimensionnels typiques obtenus sur le cœur de l'échantillon à 200 kHz et à 20°C, et avec leurs ajustements par les moindres carrés; l'atténuation (à gauche) et le déphasage (à droite).**

Le traitement statistique d'une série de mesures permet d'obtenir une valeur moyenne de la diffusivité thermique du SiC ex-précurseur à 20°C, qui est égale à  $2,1 \cdot 10^{-6} m^2 \cdot s^{-1}$ , avec un écart type satisfaisant égal à  $0,4 \cdot 10^{-6} m^2 \cdot s^{-1}$ .

### **Diffusivité thermique du SiC-CVD à température ambiante**

La détermination de la diffusivité thermique du SiC CVD (supposé être thermiquement isotrope) est malheureusement beaucoup plus compliquée. En effet, le signal thermique est très faible et bruité. Le déphasage est faible, même à des fréquences très élevées (environ 1 MHz), ce qui indique que l'échantillon est un matériau très diffusant. Dans ce cas, la limite supérieure des performances de mesure en microscopie à photoréflectance a été atteinte. La **Figure 3.31** montre un profil obtenu à 1 MHz et son ajustement associé par les moindres carrés.

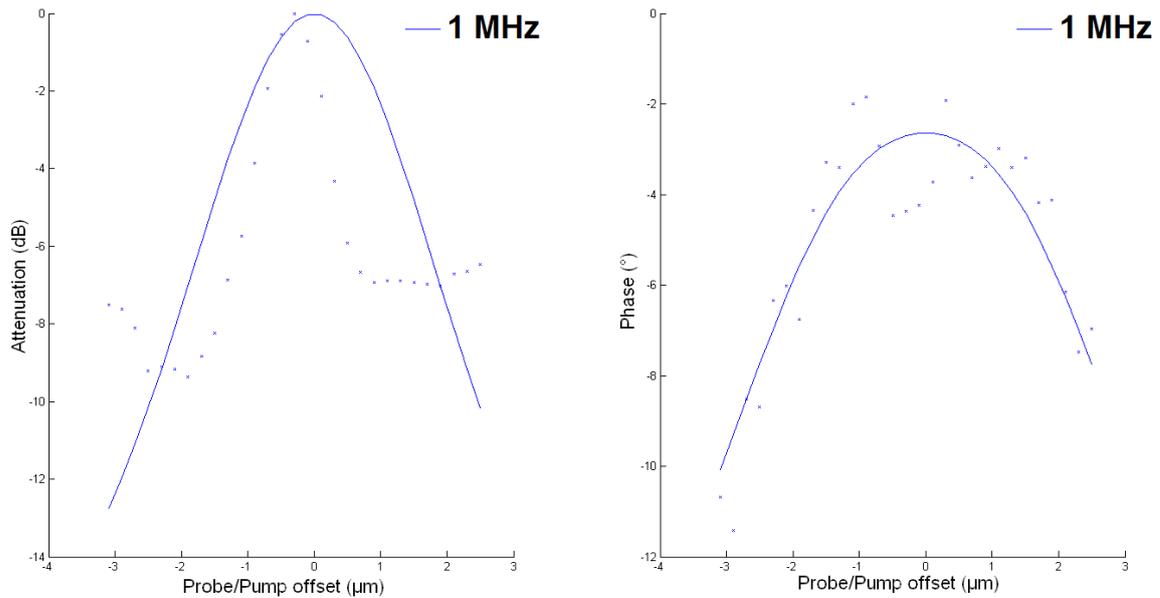


Figure 3.31 : Profil unidimensionnel du SiC CVD à 1 MHz et son ajustement associé par les moindres carrés.

L'ajustement n'est pas très bon avec d'importants écarts car le signal mesuré est très faible. Plusieurs profils ont été réalisés à des fréquences allant de 1 à 1,2 MHz. La valeur de diffusivité thermique déterminée par la procédure d'estimation est égale à  $(4,1 \pm 2,3) \cdot 10^{-4} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ . Ce résultat, très qualitatif, confirme le caractère très diffusif du SiC CVD mais avec une précision très faible.

### 3.4.3.2 Diffusivité à haute température

Afin de déterminer à une échelle macroscopique la diffusivité thermique de notre matériau, nous avons utilisé la méthode flash sur des pastilles de 20 mm de diamètre et de 2 mm d'épaisseur. Deux types d'échantillons ont été testés. Le premier correspond au matériau non renforcé par CVD/CVI (donc poreux) et le second est renforcé. La méthode flash a été réalisée à plusieurs températures, de l'ambiante (20°C) à 1000°C par paliers de 200°C (Figure 3.32). A température ambiante, lorsque le matériau n'est pas renforcé, la diffusivité thermique est de  $5,55 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}$  et décroît jusqu'à  $4,08 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}$  à 600°C. Lorsque le matériau est renforcé, l'évolution de la diffusivité dans cette gamme de température est la même, mais elle vaut  $5,67 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$  à l'ambiante et  $2,9 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$  à 600°C. Au-dessus de cette température, elle se stabilise pour les deux types de matériau. De la température ambiante à 1000°C, le comblement de la porosité par le renforcement CVI augmente donc globalement la diffusivité thermique du matériau d'un ordre de grandeur. A température ambiante, la valeur de la diffusivité thermique effective obtenue sur le matériau renforcé conforte celles obtenues localement par méthode photothermique sur le SiC ex-précurseur et sur le SiC-CVD (cf. « 3.4.3.1 Diffusivité à température ambiante »).

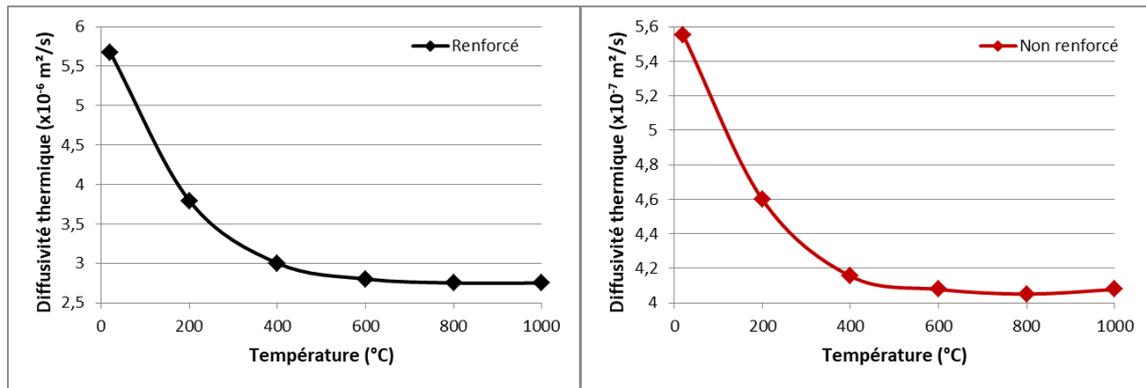


Figure 3.32 : Diffusivité thermique en température du matériau renforcé par CVD/CVI (à gauche) et non renforcé (à droite). Les valeurs ont été obtenues grâce à la méthode flash.

Afin de remonter à une conductivité thermique, des mesures de chaleur spécifique entre 20°C et 1000°C sur les deux matériaux ont été réalisées sur un appareil DSC 404C (Tableau 3.2). Les mesures de la densité des échantillons renforcés et non renforcés ont été réalisées par A. Baux [ (Baux, 2018)] et elles sont respectivement égales à  $2,6 \text{ g.cm}^{-3}$  et  $1,3 \text{ g.cm}^{-3}$ . En considérant d’une part que le SiC massif a une densité de  $3,21 \text{ g.cm}^{-3}$  et, d’autre part, que notre matériau est poreux à 56 % avant les renforcements (taux de plâtre éliminé), la valeur mesurée correspond bien à environ  $0,44 \times 3,21 = 1,4 \text{ g.cm}^{-3}$ . Le renforcement CVI a quant à lui permis d’obtenir un matériau final à 19 % de porosité.

| Température (°C) | $C_p \text{ (J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1})$ |                    |
|------------------|---|--------------------|
|                  | Avant renforcement                      | Après renforcement |
| 20               | 730                                     | 730                |
| 200              | 1040                                    | 1020               |
| 400              | 1190                                    | 1220               |
| 600              | 1200                                    | 1210               |
| 800              | 1230                                    | 1230               |
| 1000             | 1230                                    | 1230               |

Tableau 3.2 : Valeurs de la chaleur spécifique  $C_p$  à différentes températures du matériau que nous fabriquons avant, et après renforcements par CVD/CVI.

La connaissance de la diffusivité thermique, de la chaleur spécifique et de la densité nous permet alors de trouver la conductivité thermique de ces deux matériaux entre 20°C et 800°C (Figure 3.33). Le matériau non renforcé est isolant à haute température (conductivité thermique croissante avec la température mais toujours inférieure à  $1 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ). Selon le critère établi par Kribus et al. [Kribus 2014], qui préconise idéalement une conductivité thermique entre  $1 \text{ W/m.K}$  et  $3 \text{ W/m.K}$ , ce matériau serait thermiquement adapté pour les récepteurs volumétriques. Cependant, il est très fragile et sensible à l’oxydation [Baux 2018], ne le rendant finalement pas conforme aux conditions au sein des récepteurs.

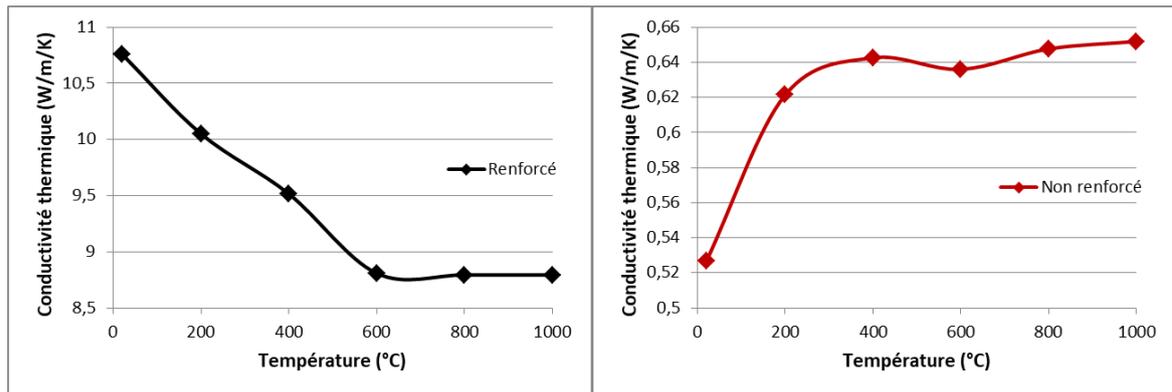


Figure 3.33 : Conductivité thermique en température du matériau renforcé par CVD/CVI (à gauche) et non renforcé (à droite).

Le matériau renforcé est quant à lui plus conducteur, même si cette fois-ci la conductivité thermique diminue avec la température (conductivité thermique environ 20 fois supérieure à l'ambiante et 13 fois supérieure à 1000°C par rapport au matériau non renforcé).

Les écarts de conductivité thermique enregistrés entre ces deux matériaux s'expliquent par deux raisons notables. La première est la présence d'une forte porosité au sein du matériau non renforcé, contrairement au matériau renforcé. Pour le matériau n'ayant pas été renforcé par CVD/CVI, cette porosité est d'environ 57 %, tandis que pour le matériau renforcé, cette porosité diminue à 13 % [Baux 2018]. La faible valeur de la conductivité thermique de l'air, présent dans ces porosités, fait donc chuter la conductivité effective mesurée grâce à la méthode flash. La seconde raison est la nature des phases du SiC en présence dans ces matériaux. Nous avons vu précédemment que l'apport du SiC issu du renforcement par CVD ou CVI permet d'avoir des phases de SiC  $\beta$  et qui ne sont pas présentes autrement. Ces dernières ont une structure cristalline très organisée et favorise donc la conduction de chaleur. La combinaison de ces deux points explique donc l'écart de conductivité thermique obtenu entre ces deux matériaux.

Pour le matériau renforcé, la méthode flash a été appliquée lorsqu'il est dans la configuration représentée sur le schéma de gauche de la **Figure 3.34** (correspondant à une coupe transversale d'une pastille). Sachant que le SiC-CVD est très diffusif (*cf.* « **3.4.3.1 Diffusivité à température ambiante** »), il serait intéressant de déterminer quelle serait la conductivité thermique effective si la configuration du matériau était celle représentée sur le schéma de droite de cette même figure. Cette expérience a été réalisée numériquement à l'aide d'une plaque chaude gardée. Trois tailles de milieux, significatives des dimensions des structures que nous optimisons, ont été étudiées : 750  $\mu\text{m}$ , 2100  $\mu\text{m}$  et 3100  $\mu\text{m}$ . La couche de SiC-CVD est toujours égale à 50  $\mu\text{m}$ . L'objectif de ce travail étant de montrer l'influence de l'organisation spatiale du matériau sur la conductivité thermique effective, nous avons choisi des valeurs de conductivités thermiques du cœur (mélange SiC poudre, ex-précurseur et CVI) et du SiC-CVD estimées, soit respectivement 10 W/m/K et 400 W/m/K (estimations d'après les valeurs présentées ci-dessus et obtenues par méthode flash et photothermie).

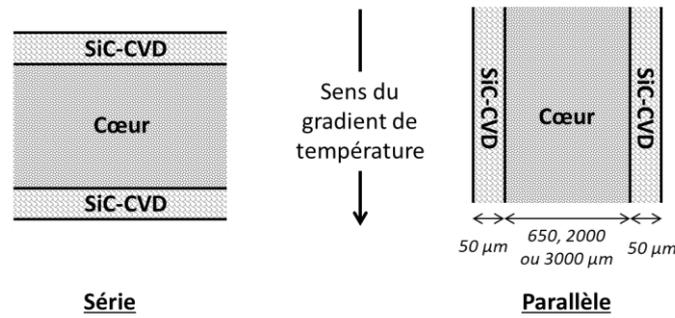


Figure 3.34 : Schémas de la configuration du matériau renforcé lors de la méthode flash (à gauche, en « série ») et lors des simulations numériques (à droite, en « parallèle »).

Le **Tableau 3.3** montre les résultats issus de ces simulations. Dans la configuration en « série » (de type méthode flash), la conductivité thermique effective varie très peu suivant l'épaisseur du cœur (de 11,5 W/m/K à 10,3 W/m/K) et s'apparente aux valeurs expérimentales trouvées par méthode flash. Cependant, pour une configuration en « parallèle », la conductivité thermique varie plus fortement, c'est-à-dire de 62 W/m/K à 22,6 W/m/K lorsque l'épaisseur du milieu augmente de 750 µm à 3100 µm. L'écart entre les deux types de configurations, pouvant aller jusqu'à un facteur 5 ou 6, montre donc l'anisotropie de la conductivité thermique effective du matériau renforcé.

|           | 750 µm | 2100 µm | 3100 µm |
|-----------|--------|---------|---------|
| Série     | 11,5   | 10,5    | 10,3    |
| Parallèle | 62     | 28,6    | 22,6    |

Tableau 3.3 : Conductivités thermiques effectives (W/m/K) obtenues numériquement sur les deux configurations du milieu présentées Figure 3.34.

L'influence de la conductivité thermique du squelette solide sur le champ de température d'une structure architecturée sera présentée dans le chapitre 4.

### 3.4.4 Propriétés mécaniques

Les résultats présentés dans ce paragraphe ont été obtenus par A. Baux [Baux 2018] sur des barrettes réalisées spécifiquement, avec le procédé décrit précédemment. Les caractérisations mécaniques ont été effectuées à température ambiante, sur des barrettes cylindriques renforcées par CVD/ CVI (Ex-CVD) et non renforcées (Ex-impression 3D), par la technique de flexion 4 points (**Figure 3.35**). Un extensomètre était placé sur les échantillons afin de mesurer le déplacement en fonction de la force appliquée. Après analyse des résultats, les barrettes non renforcées ont un module d'Young moyen égal à  $5,1 \pm 0,6$  GPa et une contrainte à la rupture de  $6,3 \pm 0,8$  MPa, tandis que pour les baguettes renforcées, le module d'Young moyen est de  $147 \pm 12$  GPa pour une contrainte à la rupture de  $101 \pm 15$  MPa. Le renforcement par CVD/ CVI a donc globalement augmenté très fortement le module d'Young et la contrainte à la rupture du matériau final.

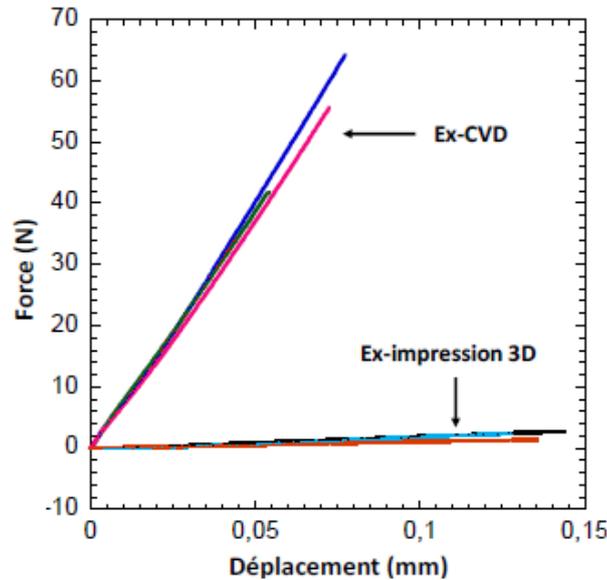


Figure 3.35 : Force en fonction du déplacement pour trois barrettes non renforcées par CVI/CVD (Ex-impression 3D) et trois renforcées (EX-CVD). Une couleur correspond à un échantillon.

### Conclusion partielle

Cette partie a permis de présenter les résultats de différentes caractérisations, que nous pouvons résumer comme suit :

- 1) La caractérisation des propriétés optiques (en l'occurrence l'absorptivité et l'émissivité), de la diffusivité thermique et de la tenue mécanique en température ont permis de montrer que le renforcement CVD/CVI améliore significativement les performances du matériau final :
  - L'émissivité est diminuée d'environ 17 % (0,72 contre 0,87), tandis que l'absorptivité est quasiment identique (aux alentours de 0,9). Le matériau final est donc plus sélectif ;
  - La diffusivité thermique de la couche déposée par CVD est bien plus élevée que celle du SiC ex-précurseur (deux ordres de grandeur de différence). Lors de son transfert, la chaleur va donc se propager préférentiellement en surface et non au cœur, ce qui va augmenter la surface concernée par les échanges convectifs ;
  - La tenue mécanique (contrainte à la rupture) est augmentée fortement.
- 2) Les caractérisations en température sous air ont fait apparaître une couche d'oxydation. Cependant une caractérisation menée à température ambiante a montré que cette oxydation n'a pas d'influence sur les propriétés optiques (absorptivité et émissivité).

Comme nous l'avons souvent souligné dans cette partie, des compléments de caractérisations ainsi que d'autres résultats concernant le matériau fabriqué sont disponibles dans le rapport de thèse d'A. Baux [Baux 2018].

La suite de ce chapitre présente les structures issues de l'optimisation numérique présentée dans le chapitre 2.

## 3.5 Élaboration d'architectures

Les trois structures que nous avons retenues dans le chapitre 2 ont été fabriquées grâce à notre procédé additif et elles sont présentées dans le deuxième paragraphe de cette partie (« 3.5.2 Structures retenues »). En amont, nous allons expliciter les caractéristiques de l'impression de structures, et ce grâce aux architectures treillis.

### 3.5.1 Structures treillis

Pour la faisabilité et l'analyse de l'impression des structures, nous avons souhaité imprimer des structures treillis car, du fait de l'organisation spatiale de ses ligaments, cette structure est globalement résistante aux efforts mécaniques. Elle nous a donc semblé intéressante pour réaliser des premiers essais.

Les structures treillis que nous avons créées sont cubiques, de 3 cm de côté, composées de six motifs élémentaires par côté, et avec des diamètres de barreaux de différentes tailles (allant de 500  $\mu\text{m}$  jusqu'à 2 mm). A chaque intersection des barreaux, des sphères ont été ajoutées pour obtenir une structure plus robuste (**Figure 3.36**). Ces structures possèdent une forte porosité, tout comme les structures retenues dans le chapitre 2 et que nous voulons imprimer.

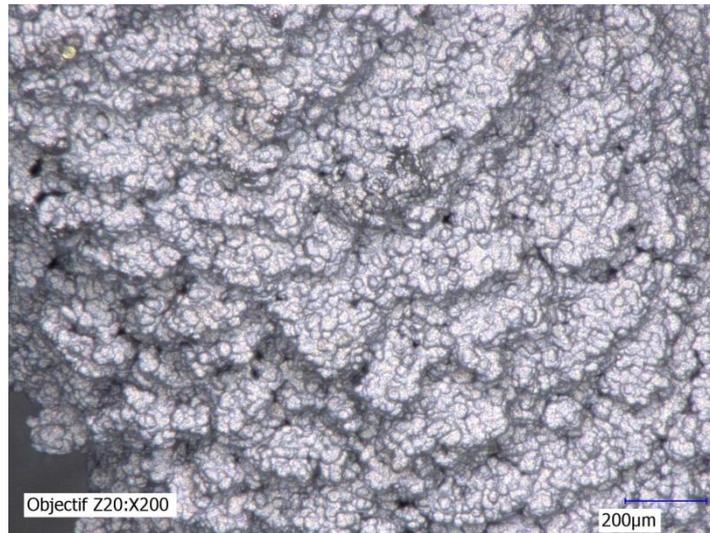


**Figure 3.36 :** Exemple d'une structure treillis imprimée, avec des barreaux de 1,3 mm.

Après plusieurs tentatives, les structures où les barreaux étaient inférieurs à 1 mm n'ont pu être réalisées car au moment d'enlever la poudre (juste après l'impression), les structures s'écroulaient. Toutefois, pour toutes celles où les barreaux étaient supérieurs à 1 mm, le processus de fabrication a pu aller jusqu'au bout. Le procédé additif que nous utilisons admet donc une limite dimensionnelle (ou limite de résistance mécanique) assez importante et qui peut être attribuée à une résistance faible des liaisons entre grains apportée par le liant.

Après toutes les étapes du procédé, l'aspect extérieur de la structure est granulaire (**Figure 3.37**). Cet état de surface est dû à la couche induite par le renforcement CVD et est obtenu de manière très classique avec cette technique (croissance de nodules). Cette couche CVD permet par ailleurs un « lissage » ou « gommage » des formes en « marche d'escalier », obtenues classiquement en impression 3D (en raison de la discontinuité des couches). Une analyse montre que l'écart dimensionnel entre la structure imprimée et le fichier numérique 3D

peut atteindre 150 microns au diamètre des barreaux, probablement en raison de la migration du liant dans le lit de poudre après projection. Cet écart peut être pris en compte lors de la conception (fichier CAO) pour obtenir les dimensions recherchées. En revanche, l'écart entre la pièce imprimée et la pièce finale est toujours très faible, inférieur à 5 %, car il n'y a pas de frittage et donc pas de retrait associé. Des mesures plus précises seraient nécessaires pour déterminer l'évolution dimensionnelle. Cette valeur valide donc le choix que nous avons pris d'utiliser ce procédé par rapport aux autres qui permettent d'imprimer des objets en SiC (cf. « **1.3.2.3 La projection de liant** »). La microstructure obtenue est la même que celle présentée plus haut, c'est-à-dire avec un cœur composé d'un mélange de grains de SiC, de SiC ex-précurseur et de SiC-CVI et une couronne de SiC-CVD qui entoure ce cœur (**Figure 3.16** et **Figure 3.27**).



**Figure 3.37 : Microscopie optique d'un ligament d'une structure treillis.**

Les architectures treillis que nous avons imprimées nous ont donc permis de tester la faisabilité d'impression de structures. Maintenant que ce point est démontré, il reste à imprimer les structures que nous avons retenues dans le chapitre précédent.

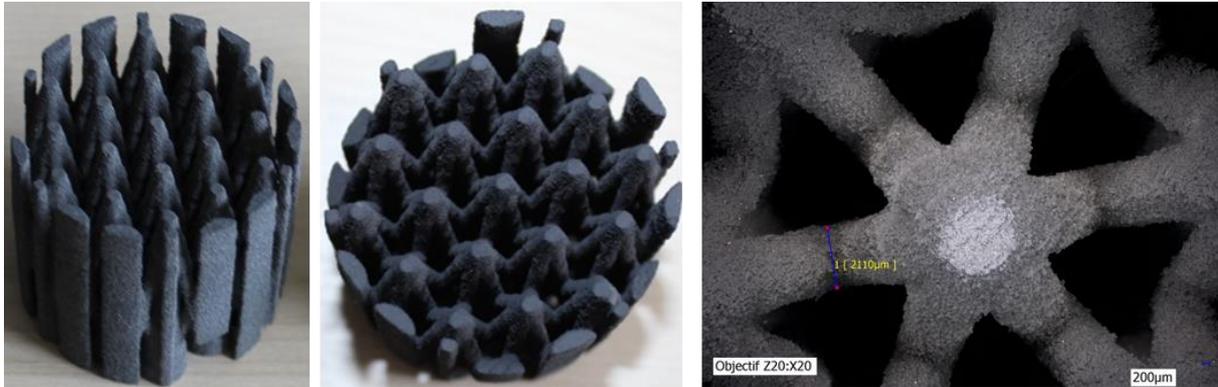
### 3.5.2 Structures retenues

Pour rappel, les trois structures que nous avons retenues suite au travail numérique se nomment « Cônes », « Gyroïde » et « Mousse organisée ». Les deux premières ont été choisies pour leur performance en termes d'absorption du flux solaire, tout en ayant une surface volumique et une porosité convenables. Les performances et les caractéristiques géométriques de la troisième structure se rapprochent des mousses qui sont actuellement utilisées (forte surface volumique, forte porosité mais absorption rapide du flux solaire en profondeur). Cependant, l'organisation des ligaments est contrôlée et cette structure admet un gradient de porosité. En comparaison avec les mousses fabriquées par des méthodes conventionnelles, cette troisième structure va donc nous permettre de juger les propriétés du matériau que nous fabriquons.

Pour ces trois structures, le renforcement par CVD/CVI n'a pas été réalisé au LCTS comme précédemment, mais au CEA Saclay. Les conditions opératoires ont toutefois été identiques.

### 3.5.2.1 Cônes

La structure cône a pu être imprimée et post-traitée sans modifier le fichier numérique. Le diamètre des barreaux reliant les cônes était de 2 mm, et après toutes les étapes de fabrication, ces diamètres sont de 2,1 mm. La **Figure 3.38** montre la structure avant et après le renforcement par CVD/CVI, ainsi qu'une image prise au microscope optique pour déterminer le diamètre des barreaux.



**Figure 3.38 :** Structure « Cônes », de diamètre 4,6 cm, avant renforcement par CVD/CVI (à gauche) et après (au centre). Image de la structure après renforcement prise au microscope optique (à droite)

La structure s'est cassée à certains emplacements plus fragiles de son périmètre lors des étapes de post-traitements. Les conséquences vis-à-vis de l'absorption du flux solaire sont minimales puisque ces cassures se situent sur les bords.

### 3.5.2.2 Gyroïde

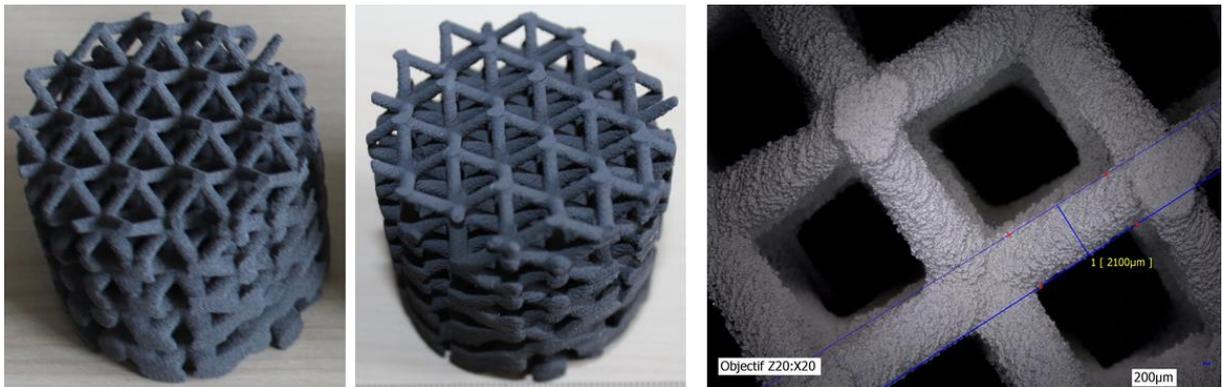
La structure « Gyroïde » a également été imprimée, puis post-traitée avec succès (**Figure 3.39**). Notre plus grande crainte portait sur la finesse de la paroi. Nous avons vu dans le chapitre 2 que pour cette famille de structures (TPMS), plus l'épaisseur de la paroi est fine, meilleure sont les performances en termes d'absorption du flux solaire. Nous avons finalement retenu une paroi de 625 μm. Contrairement à la limite atteinte par les structures treillis, la structure « Gyroïde » peut avoir une épaisseur de paroi inférieure à 1 mm (ici 770 μm après renforcements), comme le prouve la **Figure 3.39**.



**Figure 3.39 :** Structure « Gyroïde », de diamètre 5 cm, avant renforcement par CVD/CVI (à gauche) et après (au centre). Image de la structure après renforcement prise au microscope optique (à droite) avec précision sur la valeur de l'épaisseur de la paroi.

### 3.5.2.3 Mousse organisée

La dernière structure fabriquée n'a pas présenté de problèmes particuliers, ni pour l'impression, ni pour les post-traitements associés. Du fait de sa morphologie, elle est très robuste. Comme précédemment, la **Figure 3.40** présente des photographies de la structure avant et après renforcements par CVD/CVI et une image par microscope optique permet de déterminer la valeur du diamètre du sommet des cônes (*i.e.* 2,1 mm pour 2 mm lors de sa conception numérique).



**Figure 3.40 :** Structure « Mousse organisée », de diamètre 4,6 cm, avant renforcement par CVD/CVI (à gauche) et après (au centre). Image de la structure après renforcement prise au microscope optique (à droite) avec précision sur la valeur du diamètre des sommets des cônes.

#### Conclusion partielle

Après avoir fabriqué des architectures treillis pour tester la faisabilité d'impression de structures par notre procédé additif, il en résulte une taille minimale, assez importante, de paroi ou de diamètre de barreaux pour pouvoir aller jusqu'au bout du processus sans que la pièce ne se casse. Cependant, cette taille est dépendante de la structure car pour la structure « Gyroïde », nous avons réussi à imprimer une structure avec une paroi de 625 μm. De plus, l'impression de ce type de structures nous a montré que l'écart entre le fichier numérique et la pièce imprimée est inférieur à 5 %. Cette valeur est confirmée par les trois autres structures que nous avons retenues et que nous avons réussi à imprimer. Malgré quelques cassures sur une des structures, la réalisation s'est déroulée correctement et elles vont permettre de réaliser des tests sur le banc d'essais installé à PROMES. Ces tests font l'objet du prochain chapitre.

## Conclusion

Le procédé de fabrication de pièces en SiC que nous utilisons se base sur la projection de liant sur un lit de poudre. Pour commencer, nous mélangeons deux poudres avec la même granulométrie (environ 25 μm) : du SiC et du plâtre (vendu par le fabricant de la machine). Nous nous servons de la prise entre le plâtre et le liant, lui aussi vendu par le fabricant, pour obtenir des pièces en sortie d'impression composées partiellement de SiC (les grains de SiC sont piégés dans le réseau formé par le plâtre/liant). Ensuite, nous imprégnons la pièce avec un précurseur de SiC puis nous effectuons une polymérisation et un traitement thermique de « céramisation » qui permet d'obtenir un réseau secondaire rigide composé uniquement de SiC.

Grâce à un traitement chimique, par attaque acide, nous éliminons le plâtre pour obtenir une pièce totalement en SiC, mais qui présente une porosité élevée (56%). Le comblement de ces pores s'effectue grâce à un traitement par CVI, puis un renforcement par CVD (pour renforcer mécaniquement la pièce) vient conclure le procédé.

Pour assurer un dépôt correct du lit de poudre, nous avons choisi des granulométries similaires pour la poudre de plâtre et celle du SiC. L'analyse granulométrique de la poudre de plâtre nous a donc permis de choisir une poudre de SiC adéquate. Par comparaison avec du plâtre commercial, la caractérisation par ATG effectuée sur le plâtre du fabricant montre qu'il est modifié et contient des ajouts. Le liant n'est également pas constitué que d'eau et il est donc aussi modifié. L'ATG réalisée sur le précurseur de SiC (allylhydridopolycarbosilane (AHPCS)) montre bien les trois phases de modification que nous avons ciblées lors de l'étude bibliographique et indique que la céramisation est complète lorsqu'il est monté à 1000°C.

Pour alimenter les codes de calculs, le nouveau matériau doit aussi être caractérisé d'un point de vue global, c'est-à-dire lorsqu'il est complètement fabriqué. Pour le code de lancer de rayons, nous avons donc déterminé ses propriétés optiques et notamment son absorptivité. Que ce soit à température ambiante ou à plus haute température (entre 1100 K et 1500 K), elle est égale à environ 0,9. Pour le code de thermique, nous avons également besoin de connaître les propriétés thermophysiques et radiatives. Par des caractérisations optiques, l'émissivité a été trouvée égale à 0,72 à température ambiante et comprise entre 0,82 et 0,85 pour des températures variant de 1100 K à 1500 K. Des débuts de caractérisations sur le matériau oxydé ont montré que ces propriétés optiques sont invariantes à température ambiante. La diffusivité thermique du matériau a été déterminée grâce au banc de photothermie. A température ambiante, le SiC ex-précurseur présente une diffusivité égale à  $2,1 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ . La couche de SiC-CVD étant très diffuse, il a été difficile de trouver une valeur précise de la diffusivité thermique, mais les premières mesures nous montrent qu'elle est supérieure d'un facteur 100 par rapport à celle du SiC ex-précurseur. Des caractérisations sur des échantillons du matériau non renforcé (donc poreux), et d'autres sur du matériau densifié ont également été menées par méthode flash et à haute température. Les résultats montrent que la conductivité thermique est d'un ordre de grandeur inférieure pour le matériau non renforcé par rapport au matériau densifié pour des températures comprises entre 20°C et 1000°C. Enfin, des essais mécaniques réalisés au LCTS montrent que la couche de SiC-CVD améliore significativement la tenue mécanique du matériau final : la contrainte à la rupture passe de 6 MPa à 100 MPa.

Les trois structures retenues dans le chapitre 2 ont été imprimées avec succès, malgré une épaisseur de paroi très fine pour l'une d'entre elles (625  $\mu\text{m}$ ). Les tests en conditions de récepteur qui ont été réalisés au laboratoire PROMES sont présentés dans le prochain chapitre.

Le matériau qui est fabriqué permet de réaliser des objets en SiC avec des propriétés physiques (optiques, thermiques et mécaniques) intéressantes. Cependant, il peut sans doute être amélioré, en modifiant certaines étapes du procédé.

Le taux de poudre est un paramètre qui peut être ajusté. En effet, en créant un mélange avec plus de plâtre initialement, la pièce en sortie de l'impression serait plus solide et permettrait alors de créer des structures avec des parois encore plus fines. De plus, la porosité obtenue après l'attaque chimique serait plus importante et le renforcement par CVI donnerait

plus de SiC-CVI, ce qui modifierait sans doute les propriétés physiques du matériau final. Au contraire, un mélange de poudre avec plus de SiC permettrait d'avoir des propriétés physiques du matériau final plus dépendantes des propriétés de ces grains de SiC. De même, la poudre (plâtre ou autre) et/ou la poudre de SiC peuvent être broyées pour obtenir une autre microstructure.

Le mélange toluène/précurseur peut également lui aussi être modifié afin d'avoir des pièces comportant un taux de SMP-10 optimisé. Les propriétés finales en découlant seraient alors différentes.

Les caractérisations physiques sur le matériau doivent être poursuivies. Les propriétés optiques du matériau oxydé à haute température doivent être déterminées, tout comme la diffusivité thermique. Ces propriétés donneront des indications sur le possible changement du comportement du matériau lorsqu'il sera soumis aux conditions réelles des récepteurs.

Certaines de ces voies d'améliorations ont commencé à être explorées durant cette thèse, mais elles ne sont pas présentées en détail dans ce mémoire car l'avancée n'était pas suffisante.



# Chapitre 4

## Essais expérimentaux sur des structures imprimées

---

## Sommaire du chapitre

|  |            |
|--|------------|
| <b>Introduction.....</b>   | <b>161</b> |
| <b>4.1 Simulateur solaire .....</b>  | <b>161</b> |
| 4.1.1 Dispositif expérimental .....  | 162        |
| 4.1.2 Caractérisation du flux lumineux .....                                     | 163        |
| 4.1.3 Validation expérimentale du code de lancer de rayons.....                  | 165        |
| <b>4.2 Performances des structures retenues .....</b>                            | <b>169</b> |
| 4.2.1 Dispositif expérimental .....  | 170        |
| 4.2.1.1 Banc d'essai OPTISOL .....   | 170        |
| 4.2.1.2 Homogénéisation du flux solaire incident - Fluxmétrie .....              | 171        |
| 4.2.1.3 Détermination de la valeur du flux solaire incident – Calorimétrie ..... | 172        |
| 4.2.2 Essais sur le banc OPTISOL .....   | 173        |
| 4.2.2.1 Résultats.....   | 173        |
| 4.2.2.2 Analyse .....  | 175        |
| 4.2.3 Comparaison avec d'autres travaux.....                                     | 176        |
| 4.2.4 Champ de température numérique .....                                       | 178        |
| <b>Conclusion .....</b>  | <b>183</b> |

## Introduction

L'étude numérique, présentée au chapitre 2, a permis de sélectionner trois structures de forme complexe et répondant potentiellement à un cahier des charges établi dans le but d'améliorer les performances des récepteurs volumétriques. Au chapitre 3, nous avons démontré que le procédé additif que nous avons utilisé durant ce travail était capable de fabriquer ces trois structures avec le matériau que nous souhaitions (SiC). Nous allons maintenant pouvoir tester ces structures sur un banc d'essai de laboratoire qui reproduit les conditions d'une centrale solaire thermodynamique.

Dans la première partie de ce chapitre, avant de s'intéresser à ces expériences, nous allons tout d'abord présenter le banc d'essai que nous avons mis en place au laboratoire pour valider expérimentalement le code de lancer de rayons. Ce banc est composé d'un simulateur solaire qui éclaire verticalement une structure dans les longueurs d'ondes du rayonnement solaire présent dans l'atmosphère. Grâce à une cellule photovoltaïque placée sous cette structure, la transmission du flux lumineux peut être mesurée. A partir d'une structure virtuelle numérique, il est alors possible de réaliser une simulation avec le code de lancer de rayons et en parallèle de la fabriquer par impression 3D pour la tester sur ce banc. Si la transmission donnée par les deux résultats est similaire, le code de lancer de rayons est validé expérimentalement.

La seconde partie de ce chapitre présente le dispositif expérimental utilisé pour les tests sur les trois structures retenues en fin de chapitre 2. Les réglages et les mesures effectués en amont des essais sont précisés car ils ont permis d'uniformiser au mieux le flux solaire incident et d'en connaître sa valeur. Les résultats des essais sur les trois structures sont ensuite exposés et un retour d'expérience est effectué. Ils sont finalement comparés aux résultats trouvés dans la littérature, pour des conditions opératoires relativement proches. Nous finirons ce chapitre par une étude numérique modélisant le champ de température en leur sein.

## 4.1 Simulateur solaire

Le simulateur solaire est un dispositif expérimental qui, grâce à une lampe adaptée et un filtre, éclaire dans les mêmes longueurs d'ondes que celles du rayonnement solaire présent dans l'atmosphère. Nous nous sommes servis de ce moyen d'essai pour valider expérimentalement le code de lancer de rayons. En effet, à partir d'une structure virtuelle, il est possible :

- De réaliser une expérience numérique de lancer de rayons grâce au code que nous avons présenté dans le chapitre 2. Une transmission en face arrière de la structure est alors calculée,
- D'imprimer cette structure grâce au procédé additif employé durant cette thèse, de l'éclairer avec le simulateur solaire et de relever le flux transmis en face arrière.

Si la simulation numérique est effectuée avec les mêmes conditions que celles du simulateur solaire (angles d'éclairement, homogénéité de la source etc.), les deux transmissions obtenues numériquement et expérimentalement peuvent être alors comparées.

Cette partie présente cette validation expérimentale du code de lancer de rayons. Une description précise du simulateur solaire est d'abord donnée, ainsi que la caractérisation du flux lumineux en sortie de ce moyen.

### 4.1.1 Dispositif expérimental

Le simulateur solaire employé durant ce travail (**Figure 4.1**) provient de l'entreprise Newport (modèle 8 1190-1000).



Figure 4.1 : Simulateur solaire.

Le schéma en **Figure 4.2** résume son principe de fonctionnement. Une lampe Arc Xénon émet une lumière qui va traverser un filtre, après réflexion sur un premier miroir, pour que son spectre corresponde avec celui de la lumière qui est présente dans l'atmosphère. Après réflexion sur un second miroir, cette lumière filtrée traverse une lentille afin que l'angle du flux en sortie soit le plus proche possible de  $0^\circ$  par rapport à l'axe  $\vec{z}$ . Un diaphragme circulaire peut être installé sous cette lentille afin de choisir le diamètre du flux lumineux. L'échantillon qui doit être irradié est placé sous le diaphragme.

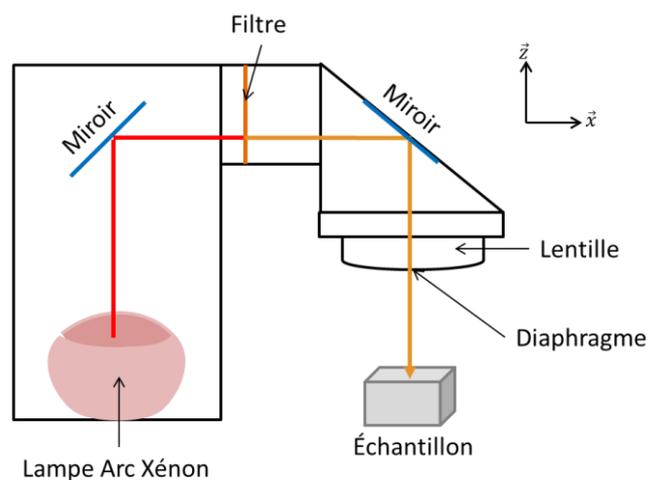


Figure 4.2 : Schéma de fonctionnement du simulateur solaire.

Le simulateur solaire est alimenté par un générateur de courant qui permet de choisir la puissance émise par la lampe Arc Xénon (maximum 1200 W). Lorsqu'aucun diaphragme n'est

installé, le diamètre du flux lumineux en sortie de la lentille est de 17,3 cm. Les différents diaphragmes disponibles ont un diamètre allant de 2 cm à 15 cm. Comme l'efficacité de la lentille n'est pas maximale, le demi-angle avec lequel le flux lumineux sort du simulateur solaire est de  $\pm 5^\circ$  par rapport à l'axe  $\vec{z}$  (d'après le constructeur).

La mesure de la densité de flux lumineux s'effectue grâce à une cellule photovoltaïque, de dimension  $2 \times 2 \text{ cm}^2$ . Elle est reliée à un ordinateur d'acquisition, ce qui permet de relever les densités du flux solaire dans le temps. Ces dernières sont par ailleurs exprimées en SUN, unité qui est égale à  $1000 \text{ W.m}^{-2}$ .

### 4.1.2 Caractérisation du flux lumineux

Le simulateur solaire en notre possession est âgé (environ 20 ans), et nous avons donc souhaité déterminer si les caractéristiques du flux lumineux en sortie étaient toujours celles annoncées lors de sa fabrication (**Figure 4.3**) : la répartition spatiale obtenue a été réalisée sur 48 points de mesures, autour du point central et à 20 cm de la lentille. Pour simplifier l'analogie avec les simulations numériques, cette caractérisation va de plus nous permettre de cibler la zone de  $2 \times 2 \text{ cm}^2$  (correspondant à la surface de la cellule photovoltaïque) où le flux lumineux est le plus homogène.

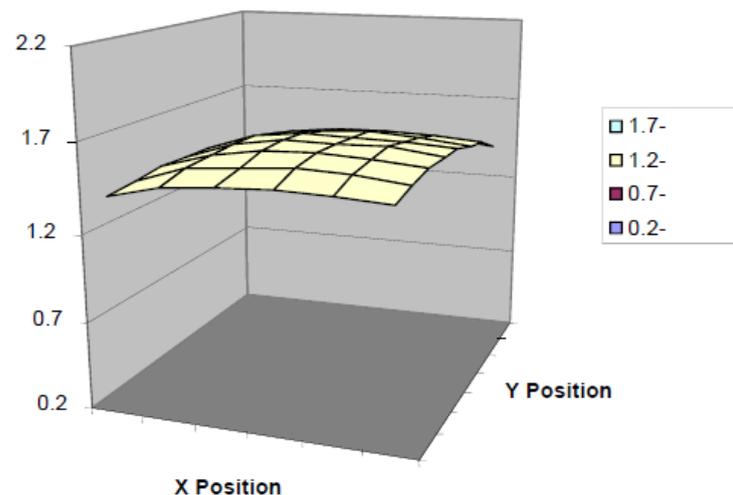
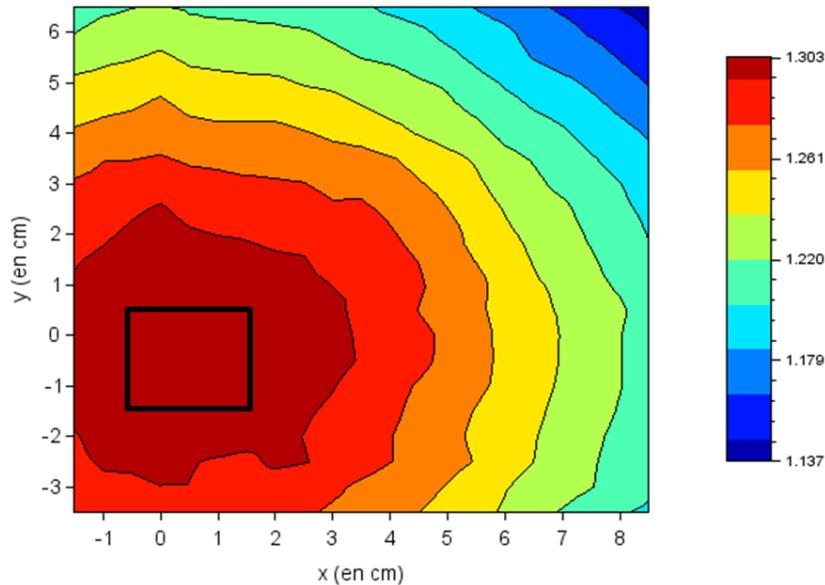


Figure 4.3 : Répartition spatiale du flux lumineux (en SUN) à 20 cm de la lentille pour une puissance de 1000 W dégagée par la lampe (données fabricant).

Nous avons ainsi choisi de caractériser une zone de  $20 \times 20 \text{ cm}^2$  située à 20 cm de la lentille, passant par le point central de la tâche lumineuse induite par l'éclairement, mais qui est désaxée par rapport à ce point. En considérant que l'intensité du flux lumineux est 2D-axis, ce désaxage de la zone a l'avantage de caractériser un large domaine tout en ne réalisant que quelques mesures. Grâce à une feuille millimétrée, nous avons initialement placé la cellule photovoltaïque dans un coin de la zone ( $x = -1,5 \text{ cm}$  et  $y = -3,5 \text{ cm}$ , cf. **Figure 4.4**) et pris la mesure. Ensuite, nous avons déplacé la cellule de 5 mm suivant l'axe  $x$  ou  $y$ , relevé la mesure et nous avons répété cette opération autant de fois que nécessaire pour parcourir toute la zone (441 points de mesures en tout). Il est important de noter qu'à chaque mesure, la densité de flux captée est dépendante de la surface de la cellule, soit  $2 \times 2 \text{ cm}^2$ . Pour cette caractérisation du flux

lumineux, aucun diaphragme n'a été utilisé et la puissance de la lampe a été réglée à 800 W. Les résultats sont donnés **Figure 4.4**.



**Figure 4.4** : Répartition spatiale du flux lumineux en sortie du simulateur solaire (en SUN) sur une zone de 20x20 cm<sup>2</sup> située à une distance de 20 cm de la lentille pour une puissance de 800 W dégagée par la lampe. Le point central de la tâche lumineuse est en  $x = 0$  et  $y = 0$ . Le carré noir représente la zone de 2x2 cm<sup>2</sup> la plus homogène.

Les valeurs, exprimées en SUN, sont du même ordre que celles données par le fabricant, à la différence près que la puissance dégagée par la lampe n'était pas identique (800 W contre 1000 W). Cela signifie qu'avec le temps la lampe n'a pas faibli. De plus, les iso-flux sont globalement circulaires au niveau du point central du flux lumineux, validant ainsi notre hypothèse qu'il est 2D-axis. Pour la recherche de la surface de 2x2 cm<sup>2</sup> la plus homogène possible, nous avons utilisé la même formule que celle utilisée par le fabricant, à savoir :

$$U = \frac{\text{valeur}_{\max} - \text{valeur}_{\min}}{\text{valeur}_{\max} + \text{valeur}_{\min}} * 100 \quad (4.1)$$

où  $U$  est l'uniformité du flux (exprimé en %) et  $\text{valeur}_{\max}$  et  $\text{valeur}_{\min}$  sont respectivement les valeurs maximales et minimales enregistrées sur une zone de 2x2 cm<sup>2</sup>.

Cette formule a été appliquée sur toutes les zones de 2x2 cm<sup>2</sup> comprises dans la zone caractérisée de 20x20 cm<sup>2</sup>. La plus petite valeur de  $U$  trouvée (0,35 %) nous a indiqué la surface la plus homogène (carré noir sur la **Figure 4.4**). Comme nous pouvions nous y attendre, elle se situe bien au centre du flux lumineux. Toutes nos futures mesures seront effectuées à cet endroit précis.

Pour des futurs travaux, dans le cas d'une grande surface étudiée (au moins supérieure à 2x2 cm<sup>2</sup>), le flux lumineux ne pourra plus être considéré comme homogène. Si une étude numérique y est associée, il faudra alors connaître la valeur de ce flux en chaque endroit. En partant du principe que sa distribution spatiale est de forme gaussienne, nous avons introduit cinq paramètres dans l'équation suivante :

$$\varphi_{\text{simulateur}}(x, y) = a_0 + a_1 e^{-a_2(x+a_3)^2 - a_4(y+a_5)^2} \quad (4.2)$$

où les  $a_i$  pour  $i = 0, 1, 2, 3, 4, 5$  sont les cinq paramètres. Pour les déterminer, nous avons utilisé des méthodes de minimisations et de moindres carrés :

$$\varphi_{\text{simulateur}}(x, y) = 0,95 + 0,35 e^{-0,004x^2 + 1,46(y+0,34)^2} \quad (4.3)$$

La **Figure 4.5** montre le faible écart entre les valeurs expérimentales et l'équation (4.3).

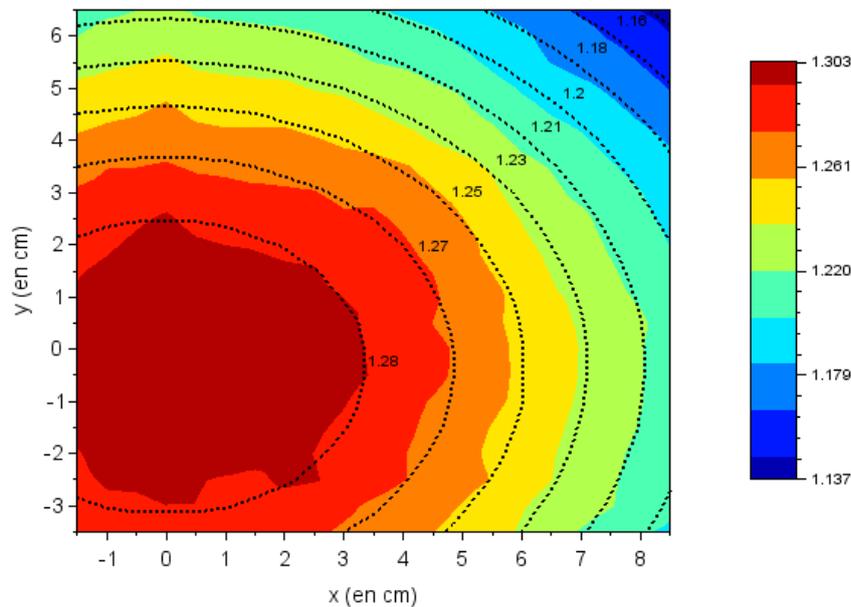


Figure 4.5 : Comparaison entre les valeurs expérimentales et l'équation (4.3), schématisée en pointillés noirs.

### 4.1.3 Validation expérimentale du code de lancer de rayons

Lorsqu'un échantillon est positionné sous l'éclairage du simulateur solaire (cf. **Figure 4.2**), la cellule photovoltaïque placée en dessous donnera la valeur  $\tau_{\text{échantillon}}$  du flux lumineux traversé. La valeur de la transmission  $\tau_{\text{exp}}$  est alors calculée de la manière suivante :

$$\tau_{\text{exp}} (\%) = \frac{\tau_{\text{échantillon}}}{\tau_{\text{vide}}} * 100 \quad (4.4)$$

où  $\tau_{\text{vide}}$  est la valeur du flux lumineux lorsqu'aucun échantillon n'est positionné sur la cellule.

Le code de lancer de rayons indique la transmission du flux lumineux  $\tau_{\text{num}}$  en face arrière d'une structure. Si les conditions des expériences numériques et réelles sont identiques, les deux valeurs de la transmission peuvent alors être comparées. Cependant, pour une comparaison plus précise, il serait intéressant d'obtenir d'autres valeurs de la transmission à l'intérieur de la structure. Numériquement, ce n'est pas un problème puisque la transmission du flux lumineux est calculée en tout point (cf. chapitre 2).

Expérimentalement, pour obtenir une valeur de transmission du flux lumineux au sein de la structure, nous avons suivi le protocole suivant :

- 1) Découpage numérique en plusieurs morceaux suivant la profondeur de la structure à caractériser ;
- 2) Fabrication des morceaux par le procédé additif décrit dans le chapitre 3 ;
- 3) Empilement des morceaux par bloc, pour à chaque fois relever la valeur de la transmission  $\tau_{exp}$  (Figure 4.6).

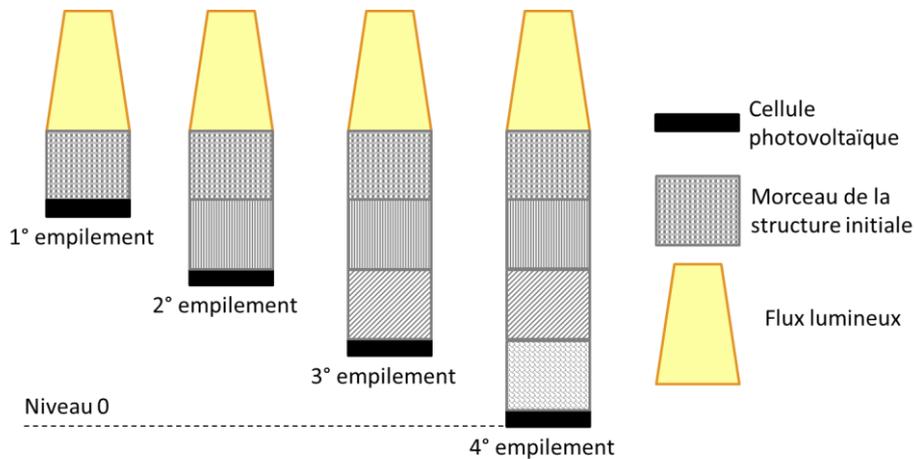


Figure 4.6 : Schéma montrant le principe de l'empilement successif des morceaux de la structure testée.

Ainsi, une fois que tous les empilements et les mesures associées ont été réalisés, la valeur de la transmission du flux lumineux à chaque endroit où a été découpée la structure est connue. Par conséquent, un nombre important de coupes permettrait d'approcher précisément l'évolution de la transmission suivant la profondeur telle que calculée numériquement par lancer de rayons.

Pour réaliser ce schéma d'expériences, nous avons choisi de travailler sur la structure « Gyroïde » (Figure 4.7) pour deux raisons :

- Lorsqu'elle irradiée sur la face avant, la transmission du flux lumineux suivant la profondeur est plutôt linéaire,
- La transmission du flux lumineux en face arrière n'est pas nulle, ce qui permet d'avoir un point de mesure supplémentaire.

Nous avons fermé cette structure sur les bords latéraux pour éviter les pertes optiques. La structure mesure 320 voxels sur la largeur et la longueur, et 800 voxels sur la profondeur.

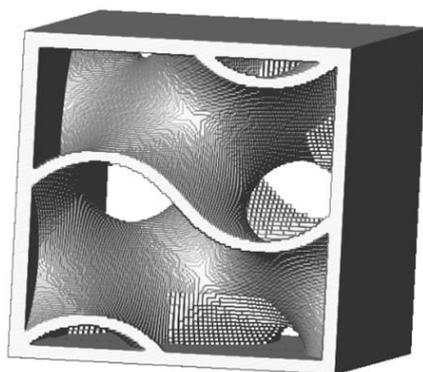


Figure 4.7 : Structure virtuelle « Gyroïde » étudiée pour la comparaison expérimentale du code de lancer de rayons.

Nous avons découpé cette structure en quatre morceaux de mêmes dimensions suivant la profondeur afin d'obtenir quatre points de comparaisons. La **Figure 4.8** montre un exemple d'un de ces morceaux. Ils ont donc pour dimensions 320x320x200 voxels<sup>3</sup>.

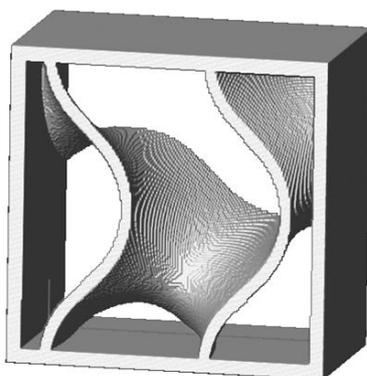


Figure 4.8 : Exemple d'un morceau de la structure « Gyroïde » suite à la découpe.

Afin que les dimensions latérales de ces morceaux soient les mêmes que celles de la cellule photovoltaïque, nous avons choisi une taille de voxel égale à  $62,5 \mu\text{m}$ , soit une largeur et une longueur égales à 2 cm. La profondeur de chacun des morceaux est donc de 1,25 cm (et de 5 cm pour la structure entière).

La fabrication des morceaux s'est déroulée sans problème particulier (**Figure 4.9**). Le renforcement par CVD/CVI n'a pas pu être effectué pour des raisons de disponibilités des dispositifs expérimentaux. Cependant, il n'est pas forcément nécessaire puisque le flux lumineux irradiant les morceaux est faible (1 SUN environ) et la température atteinte en leur sein est proche de la température ambiante. L'absorptivité pourra donc être prise à 0,9 (cf. chapitre 3, partie « **3.4.2.2 Absorptivité et émissivité à température ambiante** »).



Figure 4.9 : 4 morceaux de la structure « Gyroïde » fabriqués (pas de renforcement par CVD/CVI).

Les mesures de la transmission après chaque empilement sont réalisées dans une pièce obscure, afin d'éviter les perturbations d'une éventuelle lumière naturelle. Pour la première mesure, où un seul morceau est étudié, la cellule photovoltaïque est placée à 3,75 cm au-dessus du niveau 0 (cf. **Figure 4.6**). Ensuite, pour la deuxième mesure (deux morceaux empilés), la cellule photovoltaïque est déplacée à 2,5 cm au-dessus du niveau 0, et ainsi de suite jusqu'au quatrième empilement. A chaque position de la cellule photovoltaïque, la valeur à vide (lorsqu'aucun morceau n'est présent) est relevée. Grâce à l'équation (4.4), il est alors possible de remonter à la transmission du flux lumineux (**Tableau 4.1**).

| Nombre de morceaux | Position par rapport au niveau 0 (cm) | Transmission du flux lumineux (%) |
|--------------------|---------------------------------------|-----------------------------------|
| 1                  | 3,75                                  | 35                                |
| 2                  | 2,50                                  | 11                                |
| 3                  | 1,25                                  | 7,3                               |
| 4                  | 0                                     | 6,3                               |

**Tableau 4.1 : Valeurs expérimentales de la transmission du flux lumineux pour les quatre empilements.**

Concernant la simulation numérique, afin d'avoir une correspondance avec les conditions expérimentales, nous avons choisi les paramètres indiqués dans le **Tableau 4.2**. Ainsi, les conditions aux limites sont libres sur les 6 faces de la structure. Les bords latéraux étant fermés, aucun rayon ne peut toutefois en sortir. Comme explicité plus haut, l'absorptivité est prise à 0,9 (matériau non renforcé par CVD/CVI, température ambiante). Pour respecter l'angle avec lequel le flux lumineux irradie la structure, un demi-angle d'incidence de 5° par rapport à l'axe vertical est fixé. De manière à ce que la source lumineuse soit discrétisée uniformément, nous avons choisi judicieusement quatre angles  $\theta$  et  $\varphi$ . Un seul point de départ des rayons par voxel a été choisi, ce qui fait au total 16 rayons lancés par voxel. Le domaine de validité du code de lancer de rayons est donc respecté puisque  $320 \times 320 \times 16 = 1\,638\,400$  rayons sont lancés.

Pour plus de précisions sur les paramètres de la simulation, se référer au chapitre 2 de ce document.

| Paramètres de la simulation                      | Valeur/condition |                            |
|--|------------------|----------------------------|
| Conditions aux limites                           | Libres           |                            |
| Absorptivité                                     | 0,9              |                            |
| Demi-angle d'incidence                           | 5°               |                            |
| Discrétisation angulaire suivant $\varphi$       | 4                | 16 rayons lancés par voxel |
| Discrétisation angulaire suivant $\theta$        | 4                |                            |
| Nombre de points de départs des rayons par voxel | 1                |                            |

**Tableau 4.2 : Données et conditions aux limites utilisées pour la simulation.**

La **Figure 4.10** montre le résultat de la simulation effectuée sur la structure « Gyroïde » (**Figure 4.7**). Les points expérimentaux donnés dans le **Tableau 4.1**, qui font suite aux essais sur le simulateur solaire, sont également tracés pour la comparaison.

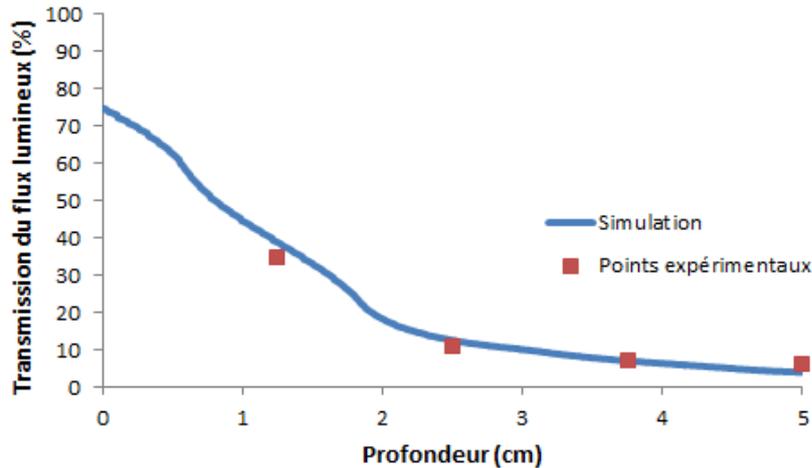


Figure 4.10 : Transmission du flux lumineux suivant la profondeur pour la structure « Gyroïde », issue de la simulation par le code de lancer de rayons et de l'expérience avec le simulateur solaire.

Les résultats issus de la simulation sont similaires à ceux trouvés expérimentalement avec le simulateur solaire. Les quelques légères différences peuvent s'expliquer par :

- Des petits défauts de la structure lors de sa fabrication (notamment écarts à la géométrie théorique liés aux post-traitements) ;
- L'uniformité spatiale du flux lumineux non parfaite ;
- Incertitude sur l'angle d'incidence du simulateur solaire ;
- Les hypothèses prises pour l'écriture du code de lancer de rayons.

Ce dernier point soulève la question de savoir si, pour ce matériau non renforcé par CVI/CVD, l'hypothèse d'une réflexion spéculaire est toujours valable. Ce point devra être vérifié dans de futurs travaux. Toutefois, la comparaison est tout à fait satisfaisante et valide donc expérimentalement le code de lancer de rayons.

### Conclusion partielle

Cette sous-partie a permis de valider le code de lancer de rayons expérimentalement grâce à des expériences réalisées sur une structure fabriquée par le procédé additif décrit dans cette thèse. À l'aide d'un simulateur solaire, nous avons pu connaître la valeur de la transmission réelle à quelques endroits en son sein. La comparaison avec la courbe obtenue numériquement montre que le code de lancer de rayons est fiable.

## 4.2 Performances des structures retenues

Pour réaliser les essais en conditions réelles sur les trois structures retenues en fin de chapitre 2, nous avons utilisé le moyen expérimental installé au laboratoire PROMES. Il sera décrit dans une première sous-partie. Ensuite, nous présenterons les résultats obtenus sur les trois structures, puis nous les comparerons à ceux des mousses qui ont également été testées sur ce banc ou d'autres structures testées sur un banc similaire. Enfin, dans une dernière sous-partie, nous montrerons les résultats obtenus numériquement sur ces trois structures, après avoir effectué des simulations thermiques.

## 4.2.1 Dispositif expérimental

Le dispositif expérimental se décompose en deux parties. La première permet de concentrer et d'orienter le flux solaire vers la seconde partie, qui se nomme OPTISOL, et qui contient l'échantillon à tester.

La **Figure 4.11** présente ces deux parties. Les rayons solaires sont réfléchis par un héliostat de 27 m<sup>2</sup> vers un concentrateur, après avoir traversé une trappe. Celui-ci est dénommé parabole du « 6 kW ». Il est composé de 306 facettes hexagonales, toutes orientées vers un point focal, pour une surface totale de 13,45 m<sup>2</sup>. Une fois que les rayons solaires sont réfléchis sur cette surface, ils sont concentrés vers le banc d'essai OPTISOL.



Figure 4.11 : Les deux parties constituant le dispositif expérimental. A gauche, l'héliostat et la trappe, et à droite, le banc d'essai OPTISOL maintenu par un bras mécanisé (en gris) et le concentrateur (en haut). Les photographies sont tirées de la thèse de Mey [Mey 2016].

### 4.2.1.1 Banc d'essai OPTISOL

Le banc d'essai OPTISOL a pour objectif de caractériser l'efficacité de conversion d'un flux solaire concentré vers un écoulement d'air grâce à un récepteur volumique à haute température.

Il est constitué d'une partie fixe et de trois parties interchangeables suivant le type de mesure à effectuer (**Figure 4.12**).

La partie fixe comprend les éléments suivants :

- Un obturateur, composé de huit ailettes, permettant de moduler le flux solaire incident,
- Un ballon en verre, transparent au rayonnement solaire, permettant de séparer l'air ambiant et l'air injecté dans le système,
- Un débitmètre associé à un capteur de pression, pour contrôler le débit d'air injecté,
- Un homogénéisateur, pour uniformiser spatialement le flux solaire incident,

- Un diaphragme de diamètre 5 cm, monté sur l'homogénéisateur,
- Toutes les alimentations en eau de refroidissement des composants exposés à un flux solaire direct ou de débordement.

Les parties interchangeables sont :

- Une platine refroidie et recouverte d'une couche de magnésie pour servir de cible réfléchissante afin de déduire la distribution spatiale du flux solaire sur l'échantillon,
- Une cavité noire refroidie, utilisée comme calorimètre pour déduire la valeur du flux solaire concentré incident sur l'échantillon (**Figure 4.12**, à gauche),
- Un porte échantillon avec une évacuation de l'écoulement d'air chauffé, incluant des thermocouples pour mesurer la température du récepteur volumique en face arrière (**Figure 4.12**, à droite).

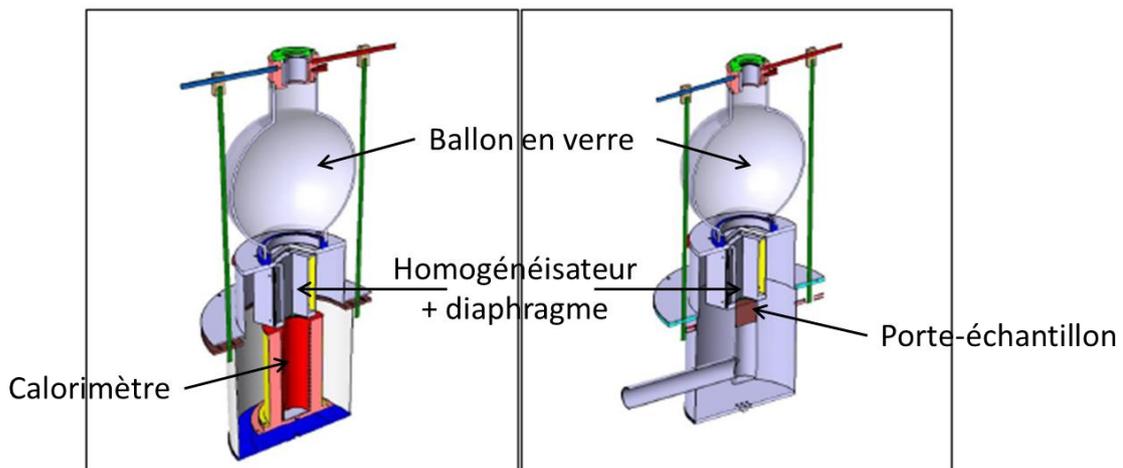


Figure 4.12 : Dispositif expérimental avec de haut en bas : ballon en verre, homogénéisateur (avec diaphragme) et partie interchangeable (calorimètre à gauche et porte-échantillon à droite). Schémas tirés de la thèse de Mey [Mey 2016].

#### 4.2.1.2 Homogénéisation du flux solaire incident - Fluxmétrie

Avant de réaliser les mesures sur nos trois échantillons, une fluxmétrie a été réalisée pour optimiser l'homogénéisation du flux solaire incident. En effet, le pilotage de l'héliostat ayant été remplacé peu de temps avant nos expériences, il a fallu rechercher la meilleure position de l'homogénéisateur. Pour cela, la platine a été installée dans la partie interchangeable. Grâce à une caméra thermique (équipée d'un filtre), la distribution spatiale du flux solaire concentré peut être visualisée sur la cible circulaire blanche (platine). Le résultat, exprimé en coordonnées de la position relative par rapport au bras mécanisé, est montré **Figure 4.13**. Le flux solaire concentré n'est donc pas parfaitement uniformément réparti dans l'espace, en raison d'une zone comportant des valeurs en deçà des zones voisines (en bleue/bleue ciel). Cette inhomogénéité du flux solaire concentré pourrait avoir des conséquences sur les performances finales des échantillons que nous allons tester, puisque nous les avons optimisés par rapport à un flux solaire incident homogène.

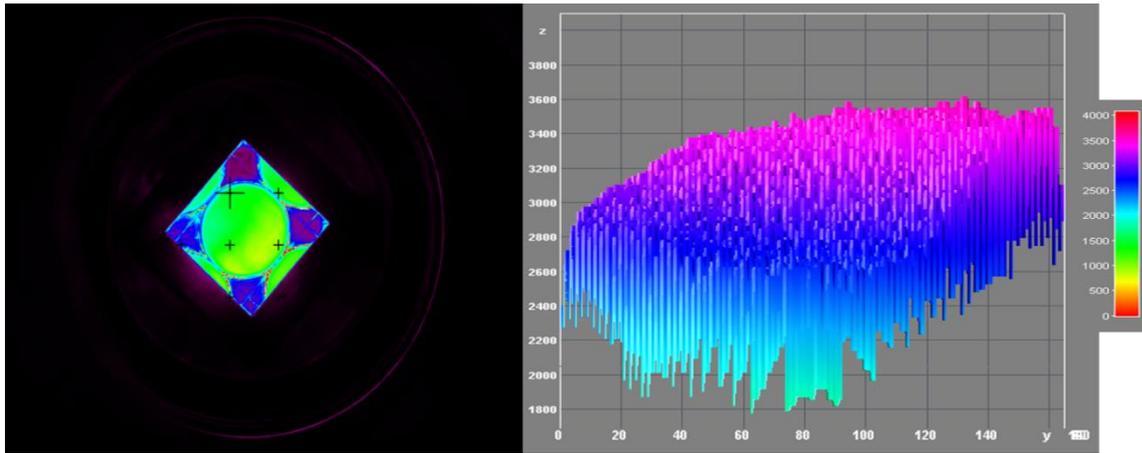


Figure 4.13 : Image de la platine par une caméra thermique (à gauche) et distribution spatiale du flux solaire concentré sur cette platine (à droite). Les valeurs sont issues de la fluxmétrie et sont exprimées en position relative par rapport au bras mécanisé.

### 4.2.1.3 Détermination de la valeur du flux solaire incident – Calorimétrie

La valeur du flux solaire incident, pendant la période de temps des expériences sur nos trois structures, est obtenue en réalisant une étude calorimétrique. Cette fois-ci, la cavité noire est montée sur la partie interchangeable du dispositif expérimental (**Figure 4.12**, à gauche). Cette cavité absorbe l'énergie du flux solaire concentré, la transmet par conduction au cylindre de cuivre (représenté en rouge sur le schéma) puis par convection à l'eau circulant autour du cylindre. Pour limiter les pertes thermiques, le débit massique d'eau  $\dot{m}_{eau}$  est ajusté pour que le gradient de température entre l'entrée et la sortie soit d'environ 10°C. Comme la cavité absorbe 99,5 % du flux solaire incident, le bilan calorifique appliqué sur l'eau permet de remonter à la valeur de la puissance solaire incidente  $P_{calo}$  :

$$P_{calo} (W) = \frac{\dot{m}_{eau} * C_p(eau) * \Delta T}{0,995} \quad (4.5)$$

où  $C_p(eau)$  est la chaleur spécifique de l'eau et  $\Delta T$  est le gradient de température. Grâce à cette donnée, un facteur de proportionnalité  $P_f$ , exprimé en  $m^2$  est calculé. Il est égal au ratio entre la puissance solaire incidente  $P_{calo}$  et l'éclairement direct extérieur (DNI, Direct Normal Irradiance, en  $W/m^2$ ) de référence, soit  $1000 W/m^2$ . Pour nos essais, ce facteur de proportionnalité est égal à  $1,907 m^2$ . Durant un essai, la valeur du flux solaire incidente  $\varphi_0$  est déterminée en divisant  $P_f$  par la surface d'éclairement en sortie du diaphragme, soit  $\pi * (2,5 \cdot 10^{-2}) m^2$  et en le multipliant par la valeur du DNI mesurée :

$$\varphi_0 (W/m^2) = \frac{P_f}{\pi * (2,5 \cdot 10^{-2})} DNI_{mesuré} \quad (4.6)$$

Ce banc d'essai, ainsi que les caractérisations du flux solaire concentré incident, ont permis de réaliser des mesures de rendement et de température d'air sur nos trois structures. Les résultats sont présentés dans la prochaine sous-partie. Par ailleurs, des détails plus précis du

banc de test et des mesures associées sur le flux solaire peuvent être trouvés dans les références [Mey-Cloutier 2016 ; Mey 2016].

## 4.2.2 Essais sur le banc OPTISOL

### 4.2.2.1 Résultats

Pour effectuer les expériences sur nos trois échantillons, le porte-échantillon est installé dans la partie interchangeable du banc OPTISOL (**Figure 4.12**, à droite). Le rendement de la structure  $\eta_{S \rightarrow T}$  est calculé par la formule suivante :

$$\eta_{S \rightarrow T} = \frac{\dot{Q}_{air}}{\varphi_0} \quad (4.7)$$

où  $\dot{Q}_{air}$  est la puissance calorifique récupérée par l'air et  $\varphi_0$  est la valeur du flux solaire concentré incident. Comme expliqué dans le paragraphe précédent, la valeur de  $\varphi_0$  est trouvée grâce à la mesure du DNI pendant l'expérience. La valeur de  $\dot{Q}_{air}$  est quant à elle exprimée par la formule :

$$\dot{Q}_{air} = \dot{m}_{air} * C_p(air) * \Delta T \quad (4.8)$$

où :

- $\dot{m}_{air}$  est le débit massique de l'air, contrôlé grâce au débitmètre installé dans la partie fixe du banc OPTISOL ;
- $\Delta T$  est le gradient de température de l'air entre l'entrée et la sortie de la structure, mesuré grâce à des thermocouples placés en face arrière de la structure ;
- $C_p(air)$  est la chaleur spécifique de l'air moyennée sur l'ensemble de la température de l'air.

Pour chaque structure, deux essais ont été effectués avec des débits d'air différents. Pour mesurer des niveaux élevés de température de l'air en sortie, ces débits d'air ont été pris égaux à 1 g/s et 2 g/s. Les résultats que nous avons obtenus sur les trois structures, une fois le régime stationnaire atteint, sont résumés dans le **Tableau 4.3**. Les valeurs des différentes données nécessaires pour le calcul du rendement sont également indiquées.

| Structure | $\dot{m}_{air}$<br>g/s | $\bar{T}_{air,in}$<br>°C | $\bar{T}_{air,out}$<br>°C | $\dot{Q}_{air}$<br>kW.m <sup>-2</sup> | DNI<br>W.m <sup>-2</sup> | $\varphi_0$<br>kW.m <sup>-2</sup> | $\eta_{S \rightarrow T}$<br>- | $\dot{Q}_l$<br>kW.m <sup>-2</sup> | $\eta'_{S \rightarrow T}$<br>- |
|-----------|------------------------|--------------------------|---------------------------|---------------------------------------|--------------------------|-----------------------------------|-------------------------------|-----------------------------------|--------------------------------|
| Mousse    | 2                      | 21                       | <b>540</b>                | 555                                   | 953                      | 925                               | <b>0,60</b>                   | 161                               | <b>0,68</b>                    |
|           | 1                      | 21                       | <b>765</b>                | 405                                   | 956                      | 928                               | <b>0,44</b>                   | 199                               | <b>0,52</b>                    |
| Gyroïde   | 2                      | 20                       | <b>565</b>                | 581                                   | 971                      | 943                               | <b>0,62</b>                   | 149                               | <b>0,69</b>                    |
|           | 1                      | 20                       | <b>825</b>                | 442                                   | 972                      | 944                               | <b>0,47</b>                   | 178                               | <b>0,54</b>                    |
| Cônes     | 2                      | 20                       | <b>600</b>                | 621                                   | 950                      | 923                               | <b>0,67</b>                   | 140                               | <b>0,74</b>                    |
|           | 1                      | 20                       | <b>860</b>                | 462                                   | 970                      | 942                               | <b>0,49</b>                   | 146                               | <b>0,54</b>                    |

**Tableau 4.3 : Résultats des essais effectués sur le banc d'essai OPTISOL pour nos trois structures. Les valeurs en rouges sont les résultats clés.**

$\dot{Q}_l$  est la valeur des pertes thermiques par conduction latérales. Ces pertes sont estimées en mesurant la température de l'enveloppe du porte échantillon et par une mesure calorimétrique de l'homogénéisateur qui agit comme un puits de chaleur car il est en partie en contact avec l'isolant autour de l'échantillon. Un second rendement,  $\eta'_{S \rightarrow T}$ , prenant en considération ces pertes thermiques, est alors introduit :

$$\eta'_{S \rightarrow T} = \frac{\dot{Q}_{air}}{\varphi_0 - \dot{Q}_l} \quad (4.9)$$

Ce rendement peut avoir un sens sur des structures périodiques, comme celles que nous avons fabriquées. En effet, dans une configuration de type centrale solaire thermodynamique, les structures seraient beaucoup plus larges et les pertes thermiques par conduction latérales auraient moins d'impact sur le rendement énergétique global. Dans notre cas elles sont situées entre 10 % et 20 % du flux solaire incident. Cependant, toute cette énergie n'aurait pas nécessairement été récupérée par le fluide caloporteur, si elle était restée dans le volume.

Durant les essais, une caméra thermique a permis de réaliser des cartographies de températures en face avant de nos structures (**Figure 4.14**). Les images ont été acquises en considérant les structures comme des corps noirs (calibration réalisée avec une émissivité égale à 1). Cependant, nous avons vu dans le chapitre précédent que l'émissivité du SiC après renforcement par CVD/CVI est comprise entre 0,82 et 0,85 pour des températures allant de 1100 K à 1500 K. Comme les températures atteintes durant les essais sont de cet ordre, il faut multiplier l'échelle par ces valeurs d'émissivité.

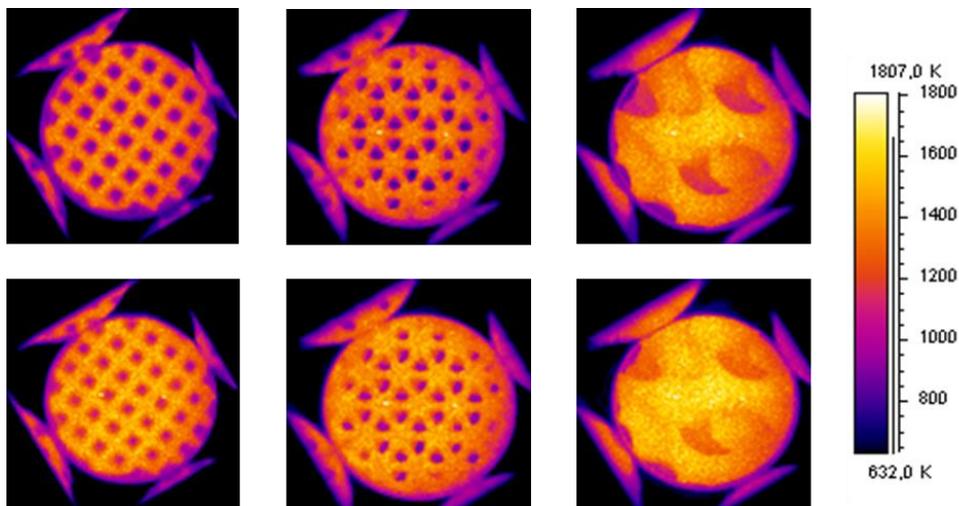


Figure 4.14 : Images de température équivalentes corps noir en face avant des trois structures et pour les deux débits d'air. De gauche à droite : « Mousse organisée », « Cônes » et « Gyroïde ». De haut en bas : débit d'air égal à 2 g/s et 1 g/s.

La **Figure 4.15** montre les structures après les essais. Leur géométrie n'a pas évolué, ce qui démontre encore une fois que le matériau a bien résisté aux températures élevées, malgré des épaisseurs de paroi parfois très fine (770  $\mu\text{m}$  pour le cas de la « Gyroïde »). De plus, nous reconnaissons aisément les parties oxydées de couleur bleues et marrons présentes du côté de la face avant des structures.



Figure 4.15 : Structures après les essais. De gauche à droite : « Mousse organisée », « Cônes » et « Gyroïde ».

#### 4.2.2.2 Analyse

Une première satisfaction fut de constater la bonne résistance en température des structures. Nous n'avions aucunes garanties quant à la tenue des pièces en raison du matériau nouvellement fabriqué. Ce premier point, qui aurait été rédhibitoire pour l'ensemble de la démarche, est donc un succès.

L'analyse du **Tableau 4.3** présenté dans le paragraphe précédent permet d'émettre les trois conclusions suivantes :

- 1) Pour un débit d'air égal à 2 g/s, le rendement des trois structures se situe entre 0,60 (« Mousse organisée ») et 0,67 (« Cônes »), et la température de l'air en sortie n'est pas très élevée (respectivement entre 540°C et 600°C). Ces valeurs de températures sont proches de celles que nous pouvons déduire par l'approximation des échanges fluidiques, présentée au chapitre 2 (cf. « **2.5.4 Approximation des échanges convectifs** » et **Figure 2.50**), à condition que la température moyenne du solide et le coefficient de convection soient adaptés par rapport aux résultats expérimentaux. A ce débit, les échanges convectifs locaux sont relativement importants du fait de la vitesse de l'air, mais ils ne sont pas encore suffisants pour obtenir une température d'air plus élevée.
- 2) Lorsque le débit est plus faible (1 g/s), les performances sont inversées : les rendements sont plus faibles (entre 0,44 et 0,49) et la température de l'air en sortie est plus élevée (entre 765°C et 860°C). Comme pour le débit d'air précédent, en adaptant la température moyenne du solide et le coefficient d'échange, l'approximation des échanges fluidiques du chapitre 2 nous permet de retrouver des températures qui restent dans le même ordre de grandeur que celles-ci. Cette performance s'explique par le fait que l'air est resté plus longtemps dans la structure, donc la chaleur est mieux récupérée, même si les échanges convectifs locaux sont

plus faibles. Cependant, les faibles rendements montrent encore que ces échanges convectifs ne sont pas suffisamment importants.

- 3) Les images thermiques prises en face avant de la structure (**Figure 4.14**) montrent, après prise en considération de l'émissivité réelle du matériau, des températures aux alentours de 900°C et 1100°C pour des débits d'air respectivement égaux à 2 g/s et 1 g/s. La température en face avant est donc supérieure à celle en face arrière. Par conséquent, l'effet volumique n'a pas été atteint dans ces trois structures.

En classifiant les structures par rapport à leurs performances, celle qui arrive en première position est la structure « Cônes », ensuite la structure « Gyroïde » et enfin la structure « Mousse organisée ». Le **Tableau 4.4** rappelle les données qui nous ont permis de sélectionner ces trois structures. La structure « Gyroïde » est celle dont les performances d'absorption du flux solaire sont les meilleures. Cependant, elle n'arrive qu'en seconde position car le compromis évoqué dans l'étude bibliographique entre porosité et surface volumique n'est pas optimum (la porosité est élevée et la surface volumique est un peu faible). Elle est devancée par la structure « Cônes », dont le compromis entre toutes les données est plus satisfaisant. La structure « Mousse organisée » a une surface volumique élevée, mais sa performance d'absorption du flux solaire est faible, ce qui la place en dernière position.

| Structure        | Indice de performance (-) | Porosité (%) | Surface volumique (m <sup>2</sup> /m <sup>3</sup> ) |
|------------------|---------------------------|--------------|---|
| Cônes            | 0,555                     | 71,63        | 479,54  |
| Gyroïde          | 0,702                     | 92,21        | 333,28  |
| Mousse organisée | 0,484                     | 77,33        | 558,42  |

**Tableau 4.4 : Rappel des données qui nous ont permis de retenir les trois structures pour les essais sur le banc OPTISOL.**

### 4.2.3 Comparaison avec d'autres travaux

Reportons nous maintenant aux essais menés par Mey et al. [Mey 2016] sur ce même banc. Ils portaient sur l'étude de plusieurs mousses céramiques (notamment en Si-SiC,  $\alpha$ -SiC ou ZrB<sub>2</sub>), avec des porosités et des PPI différents. Les résultats les plus significatifs obtenus pour un débit massique d'air égal à 1 g/s sont présentés dans le **Tableau 4.5**. Pour un flux solaire concentré incident plus faible que celui que nous avons lors de nos expériences, les températures de l'air en sortie et les rendements sont plus élevés d'environ 30 % chacun.

| Matériau         | Porosité (%)<br>Et nombre de PPI | $\varphi_0$<br>kW.m <sup>-2</sup> | $\bar{T}_{air,out}$<br>°C | $\eta_{S \rightarrow T}$<br>- |
|------------------|----------------------------------|-----------------------------------|---------------------------|-------------------------------|
| Si-SiC           | 85 %, 4 PPI                      | 868                               | 958                       | 0,58                          |
| $\alpha$ -SiC    | 72 %, 18 PPI                     | 884                               | 998                       | 0,59                          |
| ZrB <sub>2</sub> | 83 %, 8 PPI                      | 858                               | 940                       | 0,57                          |

**Tableau 4.5 : Résultats principaux obtenus par Mey et al. [Mey 2016] sur des mousses céramiques testées sur le banc OPTISOL.**

D'autres dispositifs de laboratoire ont permis de réaliser des tests aux mêmes échelles que celles du banc d'essai OPTISOL. Pitz-Paal et al. [Pitz-Paal 1997] ont travaillé sur un four solaire délivrant une densité de flux solaire de 1300 kW.m<sup>-2</sup>, installé à Cologne (Allemagne). Ils

ont mesuré un rendement et une température d'air en sortie d'une mousse céramique commerciale à 78,2 % de porosité pour 30 PPI, et composée à 50-60 % de SiC (complément non précisé). A rapport équivalent entre flux solaire et débit massique d'air par rapport à nos conditions d'essais (900 kJ/kg et 1500 kJ/kg environ), les performances de la mousse sont les suivantes :

- Pour 900 kJ/kg, la température d'air en sortie est d'environ 600°C, avec un rendement de 0,67 ;
- Pour 1500 kJ/kg, la température d'air en sortie est d'environ 800°C, avec un rendement de 0,60.

Fend et al. [Fend 2004b] ont étudié le comportement d'une mousse en SiC de 20 PPI sur le même four solaire que précédemment (Cologne). Pour un rapport flux solaire sur débit massique d'air inférieur à 900 kJ/kg, la température de l'air en sortie est de 650°C environ avec un rendement de 83 %.

Karni et al. [Karni 1998] ont mené des campagnes d'essais sur différentes structures nommées « porcupine » (cf. **Figure 1.5**) au four solaire du Weizmann Institute of Science (Israël). Parmi les meilleurs résultats, on retrouve des températures d'air en sortie comprises entre 800°C et 938°C avec un fort flux solaire incident (entre 2 et 4 MW.m<sup>-2</sup>) et des débits massiques d'air 4 à 6 fois supérieurs à ceux que nous avons utilisés. Les rendements ne sont pas précisés.

Globalement, les performances que nous avons obtenues sur nos trois structures sont en-dessous de celles trouvées dans les études précédemment citées. Si les rendements et les températures d'air en sortie sont plus faibles qu'espérés, nous l'expliquons par les trois points suivants :

- La surface volumique de nos structures est trop faible (échanges convectifs locaux insuffisants) ;
- La part du flux solaire transmise en face arrière est trop importante ;
- Les pertes latérales par conduction sont trop élevées (leur intégration dans le calcul du rendement l'augmente d'environ 10 %).

Ce travail de recherche a tout de même permis de proposer, pour la première fois, des géométries de forme complexe pour les récepteurs volumétriques. Les résultats obtenus sont certes inférieurs à ceux des mousses ou des structures moins complexes, mais ne sont pas dérisoires. Cette approche est récente et offre un potentiel intéressant pour les futurs travaux. En effet, les nombreuses études sur les mousses ont montré que leur optimisation géométrique était limitée, du moins lorsqu'elles doivent être fabriquées par des procédés conventionnels. En revanche, avec cette démarche « matériaux numériques », l'optimisation géométrique reste ouverte. En s'appuyant sur le retour de ces premières expériences, notamment en prenant en considération les axes d'améliorations proposés, il sera certainement possible, dans un premier temps, de définir des morphologies qui répondront encore mieux au cahier des charges des récepteurs volumétriques. A plus long terme, une étude numérique complète, modélisant tous les phénomènes physiques présents au sein des récepteurs, permettra de déterminer des structures optimales pour cette application (rendement énergétique et température de l'air en

sortie les plus élevés possibles). Pour cela, un calcul thermique couplé conducto-radiatif est nécessaire, en plus d'un couplage avec de la fluïdique.

Nous avons commencé ce travail de modélisation complète, en améliorant un code de calcul thermique (cf. chapitre 2), et nous allons le mettre en application sur les trois structures qui ont été testées.

#### 4.2.4 Champ de température numérique

En fin de chapitre 2 nous avons présenté notre code de thermique couplé conducto-radiatif, Thermivox. Il est adapté à une discrétisation spatiale en voxels et il peut donc s'enchaîner facilement avec le code de lancer de rayons. Pour déterminer le champ de température dans les structures étudiées, nous suivons la procédure suivante :

- 1) Calcul de la répartition énergétique du flux solaire grâce au code de lancer de rayons. A chaque voxel, une énergie est attribuée en fonction de la source initiale et va être enregistrée dans le fichier de sortie,
- 2) Ce fichier de sortie est lu dans Thermivox. L'énergie est intégrée comme un terme source (cf. équation (2.52)),
- 3) Calcul du champ de température.

Afin de ne pas dépasser la mémoire vive disponible sur les serveurs disponibles (250 Go maximum) le domaine des structures ne doit pas excéder 300 voxels par côté. Comme les fichiers numériques des structures retenues admettent au minimum 450 voxels sur la plus petite dimension, ils ont été retravaillés pour ne pas dépasser cette limite. Le domaine de validité du code de lancer de rayons est toutefois toujours respecté, comme nous le verrons ci-dessous. Les paramètres utilisés pour le code de lancer de rayons et pour THERMIVOX sont indiqués dans les **Tableau 4.6** et **Tableau 4.7**. Ils ont été choisis pour correspondre au mieux avec les conditions du banc d'essai OPTISOL, sachant que la non intégration des calculs fluïdiques ne nous permet pas de les reproduire parfaitement.

| Paramètres             | Valeurs/conditions                                      |
|------------------------|---|
| Conditions aux limites | Libres pour les 6 faces                                 |
| Source lumineuse       | Discrétisée en 32 points, demi-angle d'incidence de 30° |
| Absorptivité du solide | 0,9   |

**Tableau 4.6 : Paramètres utilisés pour les simulations effectuées avec le code de lancer de rayons.**

| Paramètres  |                                       |               | Valeurs/conditions                                 |
|---|---------------------------------------|---------------|--|
| Conditions aux limites                            | 4 faces latérales                     |               | Flux nul   |
|   | Face avant                            | Air           | Température imposée à 300 K                        |
|   |                                       | Solide        | Convection<br>Coefficient d'échange $10 W/m^2/K$ : |
|   | Face arrière                          |               | Convection<br>Coefficient d'échange : $10 W/m^2/K$ |
| Matériau  | Conductivité thermique (W/m/K)        | Air<br>Solide | 0,06<br><b>Variable</b>                            |
|   | Coefficient d'absorption ( $m^{-1}$ ) | Air<br>Solide | 0<br>1000  |
|   | Indice optique (-)                    | Air<br>Solide | 1<br>2,5   |
|   | Coefficient d'extinction ( $m^{-1}$ ) | Air<br>Solide | 0<br>Imposé pour avoir une émissivité de 0,88      |
| Coefficient de convection au sein de la structure |                                       |               | $100 W/m^2/K$                                      |
| Algorithme d'inversion de matrice                 |                                       |               | Flex-GMRES   |

Tableau 4.7 : Paramètres utilisés pour les simulations effectuées avec THERMIVOX.

Pour les trois structures, les simulations par le code de lancer de rayons ont été similaires. Une source lumineuse conique, discrétisée en 32 points, éclaire uniformément le domaine cylindrique (soit plus de deux millions de rayons lancés) avec un demi-angle d'incidence de  $30^\circ$ . L'absorptivité du squelette solide est fixée à 0,9, en accord avec les caractérisations effectuées au chapitre 3. Les conditions aux limites des 6 faces sont libres, c'est-à-dire que les rayons peuvent sortir du domaine à chacune de ses faces. Le résultat obtenu en fin de simulation, sous forme de proportion d'énergie absorbée par rapport à l'énergie totale de la source lumineuse, permet de réaliser les calculs thermiques avec THERMIVOX.

Pour les simulations thermiques, afin de tenter de reproduire au mieux les conditions du banc d'essai OPTISOL, nous avons opté pour les conditions aux limites suivantes :

- Une condition de flux nul sur les quatre faces latérales, modélisant l'isolation de l'échantillon durant les essais,
- Une température de l'air en entrée imposée à 300 K,
- Un échange convectif en face avant pour le solide (température de l'air à l'infini égale à 300 K)
- Des échanges convectifs en face arrière, pour l'air et le solide (température de l'air à l'infini égale à 1100 K).

Cette dernière condition aux limites est discutable. En effet, du fait que nous ne modélisons pas la circulation de l'air dans les structures, il est difficile d'imposer une condition aux limites en température qui serait compatible avec les conditions des essais. Nous avons choisi ces conditions aux limites grâce aux résultats expérimentaux, qui relevaient une température de l'air en sortie entre 900 K et 1200 K suivant les cas, et qui nous semble le plus

approprié en l'état actuel de THERMIVOX. Ces simulations n'ayant pas encore pour objectif d'optimiser de nouvelles structures, ce choix de modélisation est établi dans le but d'analyser numériquement le comportement des structures lors des essais.

Concernant les propriétés matériaux, nous les avons prises égales à (d'après [Palik 1998] ou d'après les résultats des caractérisations du chapitre 3) :

- 0,06 pour la conductivité thermique de l'air (à une température moyenne de l'air à 700 K),
- 0 pour le coefficient d'absorption de l'air (supposé comme du vide),
- 1 et 0 respectivement pour l'indice optique et le coefficient d'extinction de l'air,
- 1000 pour le coefficient d'absorption du SiC,
- 2,5 pour l'indice optique du SiC,
- 0,88 pour l'émissivité du SiC (ce qui impose que le coefficient d'extinction du SiC n'a pas besoin d'être renseigné),
- Variable pour la conductivité thermique du SiC.

Pour chaque structure, nous avons choisi de faire plusieurs simulations avec une conductivité thermique variable pour le SiC. En effet, nous avons vu en fin de chapitre 3 que cette conductivité est dépendante de l'orientation du matériau. Elle peut varier de 11,5 W/m/K à 62 W/m/K lorsque l'épaisseur du matériau est de 750  $\mu\text{m}$  ou de 10,3 W/m/K à 22,6 lorsque l'épaisseur est 3100  $\mu\text{m}$ .

Au sein de la structure, les échanges convectifs sont pris en considération via un coefficient d'échange fixe, que nous avons choisi à 100 W/m/K (d'après [Li 2018b]). La température de l'air à l'infini est prise égale à 300 K en face avant et augmente linéairement jusqu'à 1100 K en fonction de la profondeur. Ces choix sont également simplificateurs en raison de la non modélisation des aspects fluidiques dans les structures.

Finalement, les nouvelles simulations que nous avons effectuées ne nous permettent pas d'optimiser les structures, car nous ne prenons pas encore en compte le couplage avec la fluide, mais elles nous permettent d'analyser numériquement le comportement thermique des structures testées, grâce à des simplifications de paramètres ou de conditions aux limites. Les résultats sont donnés ci-dessous.

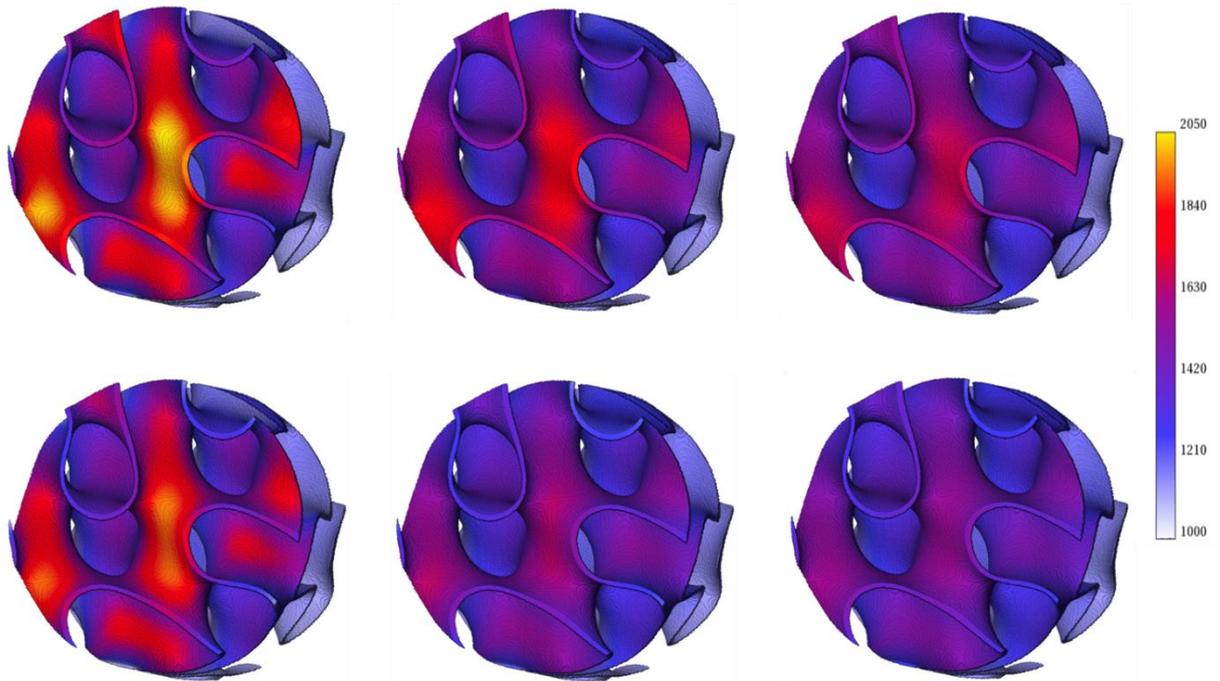


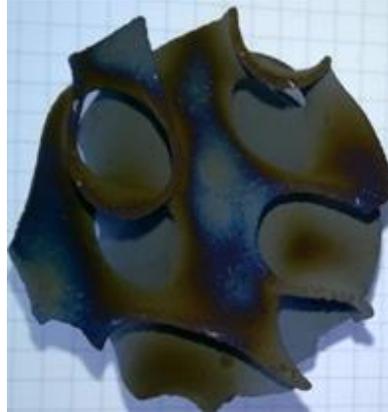
Figure 4.16 : Résultats de la simulation avec THERMIVOX sur la structure « Gyroïde » pour plusieurs conductivités thermiques du SiC et pour deux modes de transferts thermiques. De gauche à droite, la conductivité thermique est égale à 11 W/m/K, 35 W/m/K et 60 W/m/K. De haut en bas : simulation en conductif pur et couplé conducto-radiatif. Les températures sont en K.

La **Figure 4.16** présente les résultats des 6 simulations effectuées avec THERMIVOX sur la structure « Gyroïde ». Comme cette structure a une épaisseur de 770  $\mu\text{m}$ , nous avons fait varier la conductivité thermique de 11 W/m/K à 60 W/m/K en passant par une valeur moyenne de 35 W/m/K. Les simulations ont été réalisées en conduction pure et lorsque les transferts thermiques sont couplés conducto-radiatif. Pour les deux modes de transferts, plus la conductivité thermique du SiC augmente, plus les « zones chaudes » sont atténuées, ce qui s'explique par le fait que la chaleur se propage plus facilement dans le squelette solide.

Pour éviter les points chauds énoncés dans la bibliographie, ces résultats montrent que la conductivité thermique du solide doit être la plus élevée possible. Or, lors des essais sur le banc OPTISOL, la structure a été testée dans le sens inverse par rapport à nos modélisations (*cf.* chapitre 2). Les simulations par le code de lancer de rayons montrent que les performances en termes d'uniformité d'absorption suivant la profondeur sont diminuées : la moitié du flux solaire est absorbé dans les deux premiers centimètres. Les simulations effectuées avec THERMIVOX ont donc été réalisées sur la structure inversée pour être en accord avec les essais expérimentaux. Il est donc normal que les points chauds se situent majoritairement en face avant. S'ils avaient été répartis dans la structure, la conductivité thermique du solide aurait sûrement eu une autre influence.

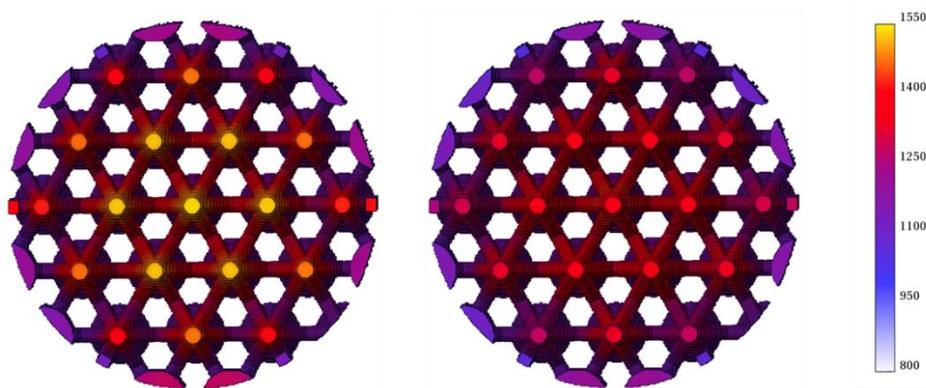
Par ailleurs, les zones chaudes sont également amoindries par les transferts radiatifs : ce mode de transfert a tendance à homogénéiser la température dans un milieu, et explique donc ce phénomène d'atténuation.

La **Figure 4.17** rappelle la photographie de la face avant de la structure après les essais. La comparaison avec les simulations de la **Figure 4.16** montre que les zones colorées de la structure sont celles ayant subi les températures les plus élevées.



**Figure 4.17** : Photographie de la face avant de la structure « Gyroïde » après les essais.

Les mêmes simulations thermiques ont été effectuées sur les deux autres structures (« Cônes » et « Mousse organisée »). Seules les simulations réalisées avec une conductivité thermique de 15 W/m/K sont présentées **Figure 4.18** et **Figure 4.19**. Cette valeur est la moyenne des conductivités thermiques déterminées dans le chapitre 3, correspondant aux épaisseurs des ligaments de 3100  $\mu\text{m}$ . Les conclusions qui peuvent être émises sont les mêmes que précédemment : plus la conductivité thermique augmente, plus la chaleur se propage dans le volume et l'apport des transferts radiatifs atténue les zones chaudes. La comparaison avec les photographies de la face avant de ces deux structures (**Figure 4.15**) montre également que les zones les plus chaudes après simulations thermiques sont celles qui sont colorées après les essais.



**Figure 4.18** : Résultats de la simulation avec THERMIVOX sur la structure « Cônes » pour deux modes de transferts thermiques. De gauche à droite : simulation en conductif pur et couplé conducto-radiatif. Les températures sont en K.

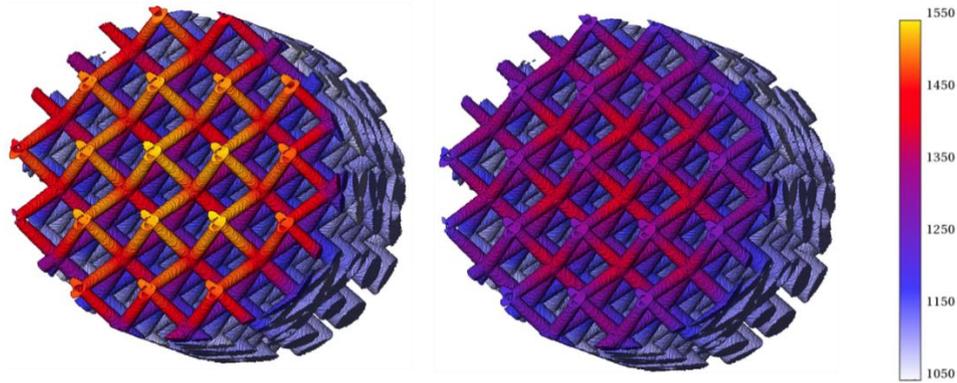


Figure 4.19 : Résultats de la simulation avec THERMIVOX sur la structure « Mousse organisée » pour deux modes de transferts thermiques. De gauche à droite : simulation en conductif pur et couplé conducto-radiatif. Les températures sont en K.

### Conclusion partielle :

Les résultats qui ressortent des trois structures que nous avons testées sur le banc d'essai OPTISOL sont les suivants :

- Les structures (et notamment le matériau) résistent à des flux solaires élevés (un peu moins de  $1 \text{ MW.m}^{-2}$ ) ;
- Pour un débit massique d'air de  $1 \text{ g/s}$ , les températures d'air en sortie atteintes sont situées autour de  $800\text{-}850^\circ\text{C}$ , pour des rendements compris entre  $0,44$  et  $0,49$  ;
- Pour un débit massique d'air de  $2 \text{ g/s}$ , les températures d'air en sortie atteintes sont situées autour de  $550\text{-}600^\circ\text{C}$ , pour des rendements compris entre  $0,60$  et  $0,67$  ;
- Une couche oxydée se forme sur la zone de la face avant ;
- L'effet volumique n'est pas atteint.

Les performances de ces structures sont inférieures à ce que nous espérons, c'est-à-dire qu'elles sont moins performantes que les mousses optimisées. L'explication la plus probable est que leur surface volumique est globalement trop faible, limitant ainsi les échanges convectifs locaux. De ce fait, l'effet volumique n'a pas été atteint. Ce premier retour d'expériences nous a permis de situer notre optimisation numérique par rapport à des essais réels. L'application du code de calcul thermique sur ces structures montre l'influence de la conductivité thermique du solide et des transferts radiatifs.

## Conclusion

Ce chapitre, dédié aux essais expérimentaux sur des structures imprimées, a présenté deux types d'expériences.

Le premier type a permis de valider expérimentalement le code de lancer de rayons. Pour cela, nous avons comparé, sur une même structure, la transmission du flux solaire suivant la profondeur obtenue numériquement et expérimentalement. Les résultats étant concordants, les résultats du code de lancer de rayons obtenus dans le chapitre 2 sont donc réalistes.

Le second type d'expériences porte sur les essais réalisés sur le banc d'essai au laboratoire PROMES. Après avoir caractérisé le flux solaire incident, les trois structures retenues dans le chapitre 2 ont été testées. Les résultats montrent des performances intéressantes, même si les rendements et les températures de l'air en sortie sont inférieurs aux mousses optimisées. La faible surface volumique de nos structures, qui signifie un faible échange avec l'air, en est sans doute la cause principale. Les calculs thermiques réalisés ensuite sur ces structures permettent d'analyser numériquement le champ de température en leur sein.

# Conclusion générale

---

Cette thèse, inscrite dans le cadre de la démarche « matériaux numériques » instaurée au CEA Le Ripault, est née pour tenter de répondre à la question suivante :

*« Est-il possible de réaliser, en employant la fabrication additive, des structures sur mesure, optimisées, que l'on peut concevoir avec des outils de simulation ? »*

Afin de donner des éléments de réponse à cette question, nous avons travaillé sur une application concrète : l'optimisation géométrique des récepteurs d'une centrale solaire thermodynamique.

La recherche de structures optimisées a été réalisée par voie numérique. Tout d'abord, un code de lancer de rayons a été développé pour modéliser la trajectoire et l'absorption des rayons solaires dans une structure irradiée sur une de ses faces. Ce code, validé numériquement et expérimentalement, a été appliqué sur plusieurs structures. Celles-ci ont été imaginées et conçues en essayant, dans un premier temps, de respecter les grandes lignes du cahier des charges des récepteurs solaires : peu de matière en face avant pour limiter les pertes optiques par réflexion, porosité macroscopique permettant aux rayons d'être absorbés au fur et à mesure dans la structure, surface d'échange et porosité élevées... A la suite de plusieurs simulations effectuées sur différentes structures, nous en avons retenues trois qui nous semblaient intéressantes au niveau des performances d'absorption : la « Gyroïde », la « Cônes » et la « Mousse organisée » (**Figure 5.1**, en haut).

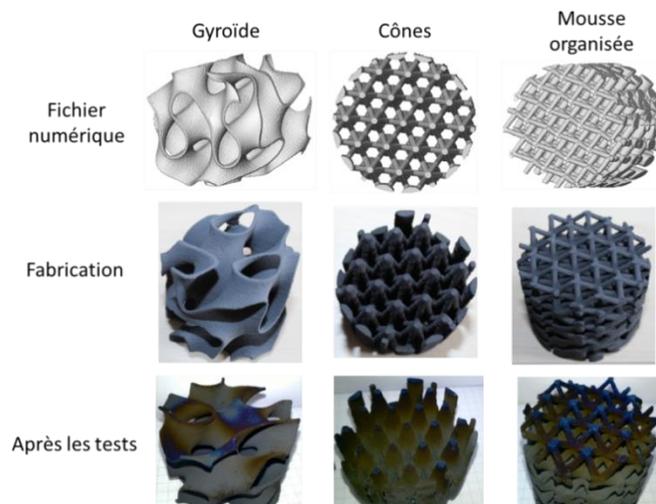
Pour ce travail de thèse, l'étape d'optimisation numérique des récepteurs solaires s'est arrêtée ici. Cependant, pour, à l'avenir, être plus précis dans la recherche de formes optimales, les transferts thermiques et fluidiques devront être pris en compte. Nous avons commencé ce travail en améliorant un code de thermique couplé conducto-radiatif développé au sein du laboratoire quelques années plus tôt. La comparaison avec un autre code de calcul modélisant de façon différente les transferts couplés [ (Vignoles, 2016)] a montré la capacité de THERMIVOX à modéliser le comportement conducto-radiatif de structures complexes.

La fabrication en SiC des trois structures retenues a été réalisée grâce à un procédé additif en sept étapes (**Figure 5.1**, au centre). Une pièce en cru est fabriquée par impression 3D en projetant un liant sur un lit de poudres, puis, différents post-traitements (thermiques et chimiques) permettent d'obtenir la structure en SiC avec des propriétés mécaniques et porosité souhaitées.

Ce procédé, récemment mis au point au CEA Le Ripault, a nécessité des caractérisations sur les composés utilisés et le matériau final (connaissance du matériau, optimisation du procédé, alimentation des codes de calculs...). Les granulométries, les ATG et/ou les caractérisations microstructurales réalisées sur les poudres (plâtre et SiC) et le précurseur de SiC ont permis de, i) choisir une poudre de SiC commerciale adaptée au mélange avec le plâtre, ii) assurer la liaison des particules de SiC avec la réaction entre le plâtre et le liant projeté pour

conduire à une pièce en cru imprimée manipulable, iii) déterminer les températures de polymérisation et de céramisation du précurseur utilisé pour consolider la pièce imprimée avant les post-traitements. Grâce à une collaboration avec le laboratoire PROMES et le LCTS, des caractérisations microstructurales, optiques, thermiques et mécaniques sur le matériau final ont été réalisées. Les résultats montrent que les renforcements par CVD et CVI augmentent significativement la sélectivité du matériau, sa tenue mécanique et sa diffusivité thermique.

Les trois structures conçues numériquement et fabriquées par impression 3D ont été testées sur un banc d'essai au laboratoire PROMES qui reproduit les conditions d'une centrale solaire (**Figure 5.1**, en bas). Ces tests ont permis d'évaluer nos structures, que ce soit en termes de matériau ou de performances physiques. La température au sein des structures a été supérieure à 1000°C, ce qui signifie que le matériau est résistant à cet environnement et constitue donc un succès. Nous supposons qu'une couche d'oxydation (silice) a été formée dans la zone où la structure a été irradiée. En comparaison avec des résultats issus de mousses testées sur le même banc d'essai ou similaire, les performances (rendement énergétique et température de l'air en sortie) sont légèrement inférieures en raison d'une faible surface d'échange.



**Figure 5.1 : Structures retenues dans notre travail. De haut en bas : structures virtuelles, structures fabriquées après l'étape de renforcement par CVD/CVI, structures après les tests réalisés en laboratoire. De gauche à droite : « Gyroïde », « Cônes », « Mousse organisée ».**

Finalement, même si les performances réelles obtenues sur nos trois structures sont inférieures à ce que nous pouvions espérer, les résultats démontrent néanmoins tout le potentiel de cette démarche pour cette application solaire. En effet, cette thèse présente les premiers essais réalisés sur des structures optimisées uniquement par une simulation de lancer de rayons et dont les performances thermiques ont été confirmées a posteriori par calcul. En modélisant tous les phénomènes physiques présents au sein des récepteurs (absorption solaire, transferts thermiques et fluidiques), d'autres structures possédant un meilleur rendement énergétique pourront être trouvées et fabriquées par ce procédé additif, offrant une voie de remplacement aux mousses ou aux canaux parallèles, dont l'optimisation est déjà maximale.

Cette thèse a également permis de donner des éléments de réponse à la question scientifique initiale, c'est-à-dire que pour cette application, nous pouvons concevoir par des outils numériques (le lancer de rayons et notre code de thermique couplé) des structures

optimisées, « sur mesure », et qui seront ensuite fabriquées par impression 3D. Pour une autre application, il reste toutefois à adapter le choix de la technologie additive en fonction du cahier des charges (résolution dimensionnelle, densité, type de matériau, faisabilité d'impression...).

### Perspectives

Pour améliorer les performances des récepteurs solaires, plusieurs perspectives à ce travail peuvent être envisagées. Elles se déclinent en trois parties, correspondantes aux trois chapitres de cette thèse (hors étude bibliographique).

Concernant l'étude numérique, le code de lancer de rayons pourra être perfectionné en intégrant une réflexion mixte ou diffuse, dans le but de modéliser plus précisément l'absorption solaire dans les structures. Cette nouvelle modélisation permettra de tenir compte des irrégularités de surface induites par la fabrication additive même si le renforcement CVD peut en lisser un peu les effets à l'échelle du rayonnement solaire. Le code de thermique devra être intégré dans la démarche d'optimisation, comme cela a été effectué après les tests au laboratoire PROMES : le champ de température doit être calculé en prenant comme termes sources le résultat du code de lancer de rayons. De plus, ce code de thermique devra être couplé avec la fluide afin que le champ de température final soit le plus réaliste possible. *In fine*, le couplage de ces deux codes permettra de trouver numériquement des structures avec une température de l'air en sortie et un rendement énergétique les plus élevés possibles.

L'étude portant sur le matériau devra être poursuivie. Une optimisation des paramètres du procédé (mélange poudre/liant inorganique (plâtre), nature du liant inorganique, taux de précurseur, températures de traitements) permettra d'obtenir un matériau final avec des propriétés différentes. En effet, par exemple, une variation du taux de plâtre engendrera une variation de la porosité avant les renforcements, ce qui augmentera ou diminuera le taux de SiC-CVI et donc modifiera les propriétés finales. Le (co-)broyage des poudres est une piste intéressante à explorer. Cela permettra d'avoir un empilement granulaire différent dans le lit de poudre et donc une microstructure finale différente de celle proposée actuellement. Les caractérisations optiques, thermiques et mécaniques devront également être poursuivies pour obtenir des valeurs des propriétés à haute température et/ou après oxydation du matériau. Les études sur les chocs thermiques, le vieillissement et la tenue à l'oxydation du matériau ont été commencées dans la thèse de A. Baux [Baux 2018] et doivent être continuées.

Le dispositif expérimental du simulateur solaire peut être amélioré pour approcher à une petite échelle les conditions d'une centrale solaire thermodynamique mais pour un flux d'éclairement bien inférieur. Pour cela, il faudrait, d'une part intégrer un circuit d'air traversant la structure, avec un débit contrôlé et laissant passer le rayonnement solaire (par exemple avec une vitre transparente à ces longueurs d'ondes) et, d'autre part, disposer des thermocouples en face avant et arrière de la structure pour mesurer la température de l'air. En connaissant le flux incident, il serait alors possible de remonter à un rendement énergétique. Ce moyen permettrait de réaliser des tests rapides à bas coûts pour évaluer l'existence ou non de l'effet volumique dans les structures optimisées numériquement.

Plus généralement, cette application solaire étant très large du point de vue des domaines scientifiques sollicités (mathématique, physique, chimie, science des matériaux, science des procédés), d'autres perspectives plus lointaines peuvent être énoncées.

Ainsi, de nouvelles morphologies pourraient être trouvées en utilisant l'optimisation topologique. Dans l'idéal, cette technique numérique permettrait de trouver la structure répondant le mieux à un problème à partir d'un cahier des charges donné. Pour l'optimisation de récepteurs solaires, le chemin pour y parvenir est encore long puisqu'il faut prendre en considération et coupler ensemble tous les phénomènes physiques présents dans les récepteurs volumétriques. Or, le développement de ces techniques d'optimisation morphologique est récent et le couplage entre plusieurs domaines de la physique en est encore qu'à ses débuts.

Le SiC pourrait également être remplacé, comme cela a pu être exploré par l'étude sur le  $ZrB_2$  [Mey 2016]. Un matériau plus sélectif dans les longueurs d'ondes solaire serait par exemple envisageable : une très forte absorptivité permettrait de limiter les pertes optiques par réflexion et une faible émissivité limiterait les pertes par rayonnement. Une structure composée de plusieurs matériaux (transparents, semi-transparents et/ou opaques) serait aussi une possibilité. Par exemple, une structure composée d'un matériau transparent dans les premiers centimètres, puis d'un autre semi-transparent plus en profondeur et enfin d'un matériau opaque en face arrière faciliterait une absorption uniforme en profondeur du flux solaire. Un matériau avec une faible conductivité thermique serait également envisageable, comme le préconise Kribus et al. [Kribus 2014], afin de limiter les transferts de chaleur entre la face « chaude » et la face « froide » pour ainsi obtenir l'effet volumique. En revanche, en regard de notre démarche « matériaux numériques », ces deux voies supposent que le procédé additif utilisé soit adapté à un autre matériau que le SiC ou à l'impression de plusieurs matériaux.

# Bibliographie

---

- Ahern, A., Verbist, G., Weaire, D., Phelan, R., & Fleurent, H. (2005). The conductivity of foams: a generalisation of the electrical to the thermal case. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* 263, 275-279.
- Alexopoulos, S., & Hoffschmidt, B. (2017). Advances in solar tower technology. *WIREs Energy and Environment*, 6:e217. doi: 10.1002/wene.217.
- Andre, S., & Degiovanni, A. (1995). A theoretical study of the transient coupled conduction and radiation heat transfer in glass: phonic diffusivity measurements by the flash technique. *International Journal of Heat and Mass Transfer* 38, 3401-3412.
- Asllanaj, F., Brige, X., & Jeandel, G. (2007). Transient combined radiation and conduction in a one-dimensional non-gray participating medium with anisotropic optical properties subjected to radiative flux at the boundaries. *Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer* 107, 17-29.
- Avila-Marin, A. (2011). Volumetric receivers in Solar Thermal Power Plants with Central Receiver System technology: A review. *Solar Energy*, 85, 891-910.
- Balat-Pichelin, M., & Bousquet, A. (2018). Total hemispherical emissivity of sintered SiC up to 1850 K in high vacuum and in air at different pressures. *Journal of the European Ceramic Society*.
- Bauer, T. (1993). A general analytical approach toward the thermal conductivity of porous media. *International Journal of Heat and Mass Transfer* 36, 4181-4191.
- Baux, A. (2018). Synthèse de matériaux alvéolaires base carbure par transformation d'architectures carbonées ou céramiques par RCVD/CVD. *Thèse de Doctorat, Université de Bordeaux*.
- Becker, M., Fend, T., Hoffschmidt, B., Pitz-Paal, R., Reutter, O., Stamatov, V., . . . Trimis, D. (2006). Theoretical and numerical investigation of flow stability in porous materials applied as volumetric solar receivers. *Solar Energy*, 80, 1241-1248.
- Behar, O., Khellaf, A., & Mohammedi, K. (2013). A review of studies on central receiver solar thermal power plants. *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 23, 12-39.
- Berbon, M., Dietrich, D., & Marshall, D. (2001). Transverse Thermal Conductivity of Thin C/SiC Composites Fabricated by Slurry Infiltration and Pyrolysis. *Journal of American Society* 84, 2229-2234.

- Bhattacharya, A., Calmidi, V., & Mahajan, R. (2002). Thermophysical properties of high porosity metal foams. *International Journal of Heat and Mass Transfer* 45, 1017-1031.
- Bianchi, G., Gianella, S., & Ortona, A. (2017). Design and additive manufacturing of periodic ceramic architectures. *J. Ceram. Sci. Technol.*
- Bianco, N., Manca, O., & Naso, V. (2001). Transient conductive–radiative numerical analysis of multilayer thin films heated by different laser pulses. *International Journal of Thermal Sciences* 40, 959-968.
- Böhmer, M., & Chaza, C. (1991). The Ceramic foil volumetric receiver. *Solar Energy Materials*, 24, 182-191.
- Boomsma, K., & Poulikakos, D. (2001). On the effective thermal conductivity of a three-dimensionally structured fluid-saturated metal foam. *International Journal of Heat and Mass Transfer* 44, 827-836.
- Brun, E., Vicente, J., Topin, F., & Occelli, R. (2007). From 3D imaging of structures to diffuse properties of anisotropic cellular materials. *In Proceedings of Continuous models and discrete systems* 11.
- Carlson, B., & Lathrop, K. (1968). Transport Theory - The Method of Discrete Ordinates, In H. Greenspan, C.N. Kelber and D. Okrent. *Computing Methods in Reactor Physics*.
- Chandrasekhar, S. (2013). Radiative Transfer. *Courier Corporation*.
- Chartier, T., Dupas, C., Geffroy, P., Pateloup, V., Colas, M., Cornette, J., & Guillemet-Fritsch, S. (2017). Influence of irradiation parameters on the polymerization of ceramic reactive suspensions for stereolithography. *Journal of the European Ceramic Society* 37, 4431-4436.
- Chartier, T., Dupas, C., Lagorceix, M., Brie, J., Champion, E., Delhote, N., & Chaput, C. (2015). Additive manufacturing to produce complex 3D ceramic parts. *Journal of Ceramic Science and Technology* 06[02], 95-104.
- Chartier, T., Pateloup, V., & Chaput, C. (2018). Techniques de l'Ingénieur, réf N4807 V1.
- Chavez, J., & Chaza, C. (1991). Testing of a porous ceramic absorber for a volumetric air receiver. *Solar Energy Materials* 24, 172-181.
- Cheheb, Z., Albouchi, F., & Ben Nasrallah, S. (2008). Measurement of thermal radiative and conductive properties of semitransparent materials using a photothermal crenel method. *Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer* 109, 620-635.
- Colleoni, A., Toutant, A., & Olalde, G. (2014). Simulation of an innovative internal design of a plate solar receiver: Comparison between RANS and LES results. *Solar Energy* 105, 732-741.

- Colombo, P., Mera, G., Riedel, R., & Sorarù, G. (2010). Polymer-Derived Ceramics: 40 Years of Research and Innovation in Advanced Ceramics. *Journal of American Society* 93, 1805-1837.
- Coquard, R., Randrianalisoa, J., Lallich, S., & Baillis, D. (2011a). Extension of the FLASH Method to Semitransparent Polymer Foams. *Journal of Heat Transfer* 133.
- Coquard, R., Rochais, D., & Baillis, D. (2011b). Modeling of the coupled conductive and radiative heat transfer in Nicral from photothermal measurements and X-Ray tomography. *Special Topics & Reviews in Porous Media - An International Journal* 2, 249-265.
- Coquard, R., Rochais, D., & Baillis, D. (2012). Conductive and Radiative Heat Transfer in Ceramic and Metal Foams at Fire Temperatures. *Fire Technology* 48, 699-732.
- Cunsolo, S., Coquard, R., Baillis, D., & Bianco, N. (2016). Radiative properties modeling of open cell solid foam: Review and new analytical law. *International Journal of Thermal Sciences* 104, 122-134.
- De Hazan, Y., & Penner, D. (2017). SiC and SiOC ceramic articles produced by stereolithography of acrylate modified polycarbosilane systems. *Journal of the European Ceramic Society* 37, 5205-5212.
- Dehurtevent, M., Robberecht, L., Hornez, J., Thuault, A., Deveaux, E., & Béhin, P. (2017). Stereolithography: A new method for processing dental ceramics by additive computer-aided manufacturing. *Dental materials* 33, 477-485.
- Dietrich, B., Fishedick, T., Heissler, S., Weidler, P., Wöll, C., & Kind, M. (2014). Optical parameters for characterization of thermal radiation in ceramic sponges - experimental results and correlation. *International Journal of Heat and Mass Transfer* 79, 655-665.
- Du, S., Li, M., Ren, Q., Liang, Q., & He, Y. (2017b). Pore-scale numerical simulation of fully coupled heat transfer process in porous volumetric solar receiver. *Energy* 140, 1267-1275.
- Du, S., Ren, Q., & He, Y. (2017a). Optical and radiative properties analysis and optimization study of the gradually-varied volumetric solar receiver. *Applied Energy* 207, 27-35.
- Dufaud, O., & Corbel, S. (2003). Oxygen diffusion in ceramic suspensions for stereolithography. *Chemical Engineering Journal* 92, 55-62.
- Eckel, Z., Zhou, C., Martin, J., Jacobsen, A., Carter, W., & Schaedler, T. (2015). Additive manufacturing of polymer-derived ceramics. *Materials and Methods*, 58-62.
- Engie. (2017). Un monde d'énergie, édition 2017.
- Fend, T. (2010). High porosity materials as volumetric receivers for solar energetics. *Optica Applicata, XL(2)*, 271-284.

- Fend, T., Hoffschmidt, B., Pitz-Paal, R., Reutter, O., & Rietbrock, P. (2004a). Porous materials as open volumetric solar receivers: Experimental determination of thermophysical and heat transfer properties. *Energy* 29, 823-833.
- Fend, T., Pitz-Paal, R., Reutter, O., Bauer, J., & Hoffschmidt, B. (2004b). Two novel high-porosity materials as volumetric receivers for concentrated solar radiation. *Solar Energy Materials & Solar Cells* 84, 291-304.
- Fiveland, W. (1984). Discrete-Ordinates Solution of the Radiative Transport Equation for Rectangular Enclosures. *Journal of Heat Transfer* 106, 699-706.
- Fritz, G., & Raabe, B. (1956). Bildung siliciumorganischer Verbindungen. V. Die Thermische Zersetzung von  $\text{Si}(\text{CH}_3)_4$  und  $\text{Si}(\text{C}_2\text{H}_5)_4$ . *Journal of Inorganic and General Chemistry*.
- Fu, Z., Schlier, L., Travitzki, N., & Greil, P. (2013). Three-dimensional printing of SiSiC lattice truss structures. *Materials Science and Engineering: A* 560, 851-856.
- Glicksmann, L., & Schuetz, M. (1994). Low Density Cellular Plastics, NC Hilyard and A. Cunningham, eds. *Chapman and Hall, London*.
- Gomez-Garcia, F., Gonzalez-Aguilar, J., Tamayo-Pacheco, S., Olalde, G., & Romero, M. (2014). Numerical Analysis of Radiation Attenuation in Volumetric Solar Receivers Composed of a Stack of Thin Monolith Layers. *Energy Procedia*, 57, 457-466.
- Guevelou, S., Rousseau, B., Domingues, G., & Vicente, J. (2016b). Towards the development of simple methods for determining normal absorptances of open-cell foams based on opaque materials. *Journal of Physics: Conference Series* 676.
- Guevelou, S., Rousseau, B., Domingues, G., Vicente, J., & Caliot, C. (2016a). Representative elementary volumes required to characterize the normal spectral emittance of silicon carbide foams used as volumetric solar absorbers. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 118-129.
- Guevelou, S., Rousseau, B., Domingues, G., Vicente, J., Caliot, C., & Flamant, G. (2015). Evolution of the homogenized volumetric radiative properties of a family of  $\alpha$ -SiC foams with growing nominal pore diameter. *Journal of Porous Media*, 1031-1045.
- Hammel, E., Ighodaro, O., & Okoli, O. (2014). Processing and properties of advanced porous ceramics: An application based review. *Ceramics International* 40, 15351-15370.
- Hay, B., Barré, S., Filtz, J., Jurion, M., Rochais, D., & Sollet, P. (2006). New Apparatus for Thermal Diffusivity and Specific Heat Measurements at Very High Temperature. *International Journal of Thermophysics* 27, 1803-1815.
- He, Y., Cheng, Z., Cui, F., Li, Z., & Li, D. (2012). Numerical investigations on a pressurized volumetric receiver: Solar concentrating and collecting modelling. *Renewable Energy* 44, 368-379.
- Hendricks, T., & Howell, J. (1996). Absorption/Scattering Coefficients and Scattering Phase Functions in Reticulated Porous Ceramics. *Journal of Heat Transfer* 118, 79-87.

- Hoffschmidt, B., Fernandez, V., Beuter, M., Stobbe, P., & Tellez, F. (2003a). Test results of a 3 MW solar open volumetric receiver. *In: Proceedings of ISES Solar World Congress 2003*.
- Hoffschmidt, B., Téllez, F., Valverde, A., Fernandez, J., & Fernandez, V. (2003b). Performance Evaluation of the 200-kW(th) HiTRec-II Open Volumetric Air Receiver. *Journal of Solar Energy Engineering*, 125, 87-94.
- Hottel, H., & Sarofim, A. (1967). New York: McGraw-Hill. *Radiative Transfer*.
- Hsu, P., & Howell, J. (1992). Measurements of thermal conductivity and optical properties of porous partially stabilized zirconia. *Experimental Heat Transfer* 5, 293-313.
- Hyde, S., Andersson, S., Larsson, K., Blum, Z., Landh, T., Lidin, S., & Ninham, B. (1997). The language of shape, the role of curvature in condensed matter: physics, chemistry and biology. *Elsevier*.
- Interrante, L., Whitemarsh, C., Shuwood, W., Wu, H., Lewis, R., & Maciel, G. (1994). High Yield Polycarbosilane Precursors to Stoichiometric SiC. Synthesis, Pyrolysis and Application. *Materials Research Society* 346, 595.
- Jana, P., Bruzzoniti, M., Appendini, M., Rivoira, L., Del Bubba, M., Rossini, D., . . . Sorarù, G. (2016). Processing of polymer-derived silicon carbide foams and their adsorption capacity for non-steroidal anti-inflammatory drugs. *Ceramics International* 42, 18937-18943.
- Jana, P., Zera, E., & Sorarù, G. (2017). Processing of preceramic polymer to low density silicon carbide foam. *Materials and Design* 116, 278-286.
- Jeans, J. (1917). The equations of radiative transfer of energy. *Monthly Notices of the Royal Astronomical Society* 78, 28-36.
- Jumel, J., Taillade, F., & Lepoutre, F. (2003). Thermo-elastic properties characterization by photothermal microscopy. *The European Physical Journal - Applied Physics* 23, 217-225.
- Karni, J., Kribus, A., Rubin, R., & Doron, P. (1998). The "Porcupine": A Novel High-Flux Absorber For Volumetric Solar Receivers. *Journal of Solar Energy Engineering*, 120, 85-95.
- Kaur, S., Riedel, R., & Ionescu, E. (2014). Pressureless fabrication of dense monolithic SiC ceramics from a polycarbosilane. *Journal of the European Ceramic Society* 34, 3571-3578.
- Kotani, M., Inoue, T., Kohyama, A., Katoh, Y., & Okamura, K. (2003). Effect of SiC particle dispersion on microstructure and mechanical properties of polymer-derived SiC/SiC composite. *Materials Science and Engineering A357*, 376-385.
- Kribus, A., Gray, Y., Grijnevich, M., Mittelman, G., Mey-Cloutier, S., & Caliot, C. (2014). The promise and challenge of solar volumetric absorbers. *Solar Energy*, 110, 463-481.
- Kribus, A., Zaibel, R., Carey, D., Segal, A., & Karni, J. (1998). A solar-driven combined cycle power plant. *Solar Energy* 62, 121-129.

- Krishnaprakas, C., Badari Narayana, K., & Dutta, P. (2001). Combined conduction and radiation heat transfer in a gray anisotropically scattering planar medium with diffuse-specular boundaries. *International Communications in Heat and Mass Transfer* 28, 77-86.
- Lazard, M., Andre, S., Maillet, D., Baillis, D., & Degiovanni, A. (2007). Flash experiment on a semitransparent material: interest of a reduced model. *Inverse Problems in Engineering* 9, 413-429.
- Le Dez, V., Vaillon, R., Lemonnier, D., & Lallemand, M. (2000). Conductive–radiative coupling in an absorbing–emitting axisymmetric medium. *Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer* 65, 787-803.
- Le Hardy, D. (2017). Traitement des conditions aux limites spéculaires pour l'étude du transport radiatif dans des matériaux à géométrie complexe. *Thèse de Doctorat*.
- Li, S., Duan, W., Zhao, T., Han, W., Wang, L., Dou, R., & Wang, G. (2018a). The fabrication of SiBCN ceramic components from preceramic polymers by digital light processing (DLP) 3D printing technology. *Journal of the European Ceramic Society*.
- Li, Z., Xia, X., Li, X., & Sun, C. (2018b). Discrete vs. continuum-scale simulation of coupled radiation and convection inside rectangular channel filled with metal foam. *International Journal of Thermal Sciences* 132, 219-233.
- Liu, D., Li, Q., & Xuan, Y. (2017). Reticulated porous volumetric solar receiver designs guided by normal absorptance and hemispherical volumetric emittance investigations. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 114, 1067-1071.
- Lockwood, F., & Shah, N. (1981). A New Radiation Solution Method for Incorporation in General Combustion Prediction, 18th Symposium (International) on Combustion. *Pittsburgh: The Combustion Institute*, 1405-1414.
- Martias, C. (2011). Synthèse et caractérisation de matériaux composites à base de sulfate de calcium destinés à la protection incendie. *Thèse de Doctorat, Université du Sud Toulon Var*.
- Melchels, F., Feijen, J., & Grijpma, D. (2010). A review on stereolithography and its applications in biomedical engineering. *Biomaterials* 31, 6121-6130.
- Meng, S., Chen, H., Hu, J., & Wang, Z. (2011). Radiative properties characterization of ZrB<sub>2</sub>–SiC-based ultrahigh temperature ceramic at high temperature. *Materials & Design* 32, 377-381.
- Menigault, T., Flamant, G., & Rivoire, B. (1991). Advanced high-temperature two-slab selective volumetric receiver. *Solar Energy Materials*, 24, 192-203.
- Mey, S. (2016). Absorbeur solaire volumique haute température à propriétés optiques contrôlées. *Thermique [physics.class-ph]. Université de Perpignan, 2016. Français. <NNT : 2016PERP0014>. <tel-01361898>*.

- Mey, S., Caliot, C., Flamant, G., Kribus, A., & Gray, Y. (2014). Optimization of high temperature SiC volumetric solar absorber. *Energy Procedia* 49, 478-487.
- Mey-Cloutier, S., Caliot, C., & Flamant, G. (2016). Experimental study of ceramic foams used as high temperature volumetric absorber. *Solar Energy* 136, 226-235.
- Mital, R., Gore, J., & Viskanta, R. (1996). Measurements of radiative properties of cellular ceramics at high temperatures. *Journal of Thermophysics and Heat Transfer* 10, 33-38.
- Mitteramskogler, G., Gmeiner, R., Felzmann, R., Gruber, S., Hofstetter, C., Stampfl, J., . . . Laubersheimer, J. (2014). Light curing strategies for lithography-based additive manufacturing of customized ceramics. *Additive Manufacturing* 1-4, 110-118.
- Modest, M. (2013). Radiative Heat Transfer. *Academic Press*.
- Niezgoda, M. (2012). Modélisation du transfert thermique au sein de matériaux poreux multiconstituants. *Thèse de Doctorat*.
- Nissen, H. (1969). Crystal Orientation and Plate Structure in Echinoid Skeletal Units. *Science*, 166, 1150-1152.
- Olalde, G., Flamant, G., Schwander, D., & Combescure, C. (1985). Advanced High Temperature Semi-Transparent Solar Absorbers. *Solar Energy Materials* 12, 461-469.
- Ortona, A., Fend, T., Yu, H., Raju, K., Fitriani, P., & Yoon, D. (2015). Tubular Si-infiltrated SiCf/SiC composites for solar receiver application—Part 1: Fabrication by replica and electrophoretic deposition. *Solar Energy Materials and Solar Cells* 132, 123-130.
- Pabst, C., Feckler, G., Schmitz, S., Smirnova, O., Capuano, R., Hirth, P., & Fend, T. (2017). Experimental performance of an advanced metal volumetric air receiver for Solar Towers. *Renewable Energy* 106, 91-98.
- Palik, E. (1998). Handbook of Optical Constants of Solids. 3.
- Parker, W., Jenkins, R., Butler, C., & Abbott, G. (1961). Flash Method of Determining Thermal Diffusivity, Heat Capacity, and Thermal Conductivity. *Journal of Applied Physics* 32, 1679-1684.
- Patel, V., & Talukdar, P. (2016). Evaluation of radiation properties of a representative foam structure using blocked-off region approach integrated with finite volume method. *International Journal of Thermal Science* 208, 89-99.
- Patel, V., & Talukdar, P. (2018). Determination of radiative properties of representative and real open cell foam structures using the finite volume method. *International Journal of Thermal Sciences* 132, 117-128.
- Patrick, D., Piquero, T., Martegoutte, J., & Schuster, F. (2017). *Brevet n° FR17611375*.

- Petrasch, J., Wyss, P., & Steinfeld, A. (2007). Tomography-based Monte Carlo determination of radiative properties of reticulate porous ceramics. *Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer* 105, 180-197.
- Pitz-Paal, R., Hoffschmidt, B., Böhmer, M., & Becker, M. (1997). Experimental and numerical evaluation of the performance and flow stability of different types of open volumetric absorbers under non-homogeneous irradiation. *Solar Energy* 60, 135-150.
- Pitz-Paal, R., Morhenne, J., & Fiebig, M. (1991). A new concept of selective solar receiver for high temperature applications. *Solar Energy Materials*, 24, 293-306.
- Polzin, C., Günther, D., & Seitz, H. (2015). 3D printing of Porous Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and SiC ceramics. *Journal of Ceramic Science and Technology* 06, 141-146.
- Posnansky, M., & Pylkkänen, T. (1991). Development and testing of a volumetric gas receiver for high-temperature applications. *Solar Energy Materials* 24, 204-209.
- Price, H., Whitney, D., & Beebe, H. (1996). SMUD Kokhala power tower study. In: *International Solar Energy Conference*, 273-279.
- Pritzkow, W. (1991). Pressure Loaded Volumetric Ceramic Receiver. *Solar Energy Materials*, 24, 498-507.
- Riedel, R., Mera, G., Hauser, R., & Klonczynski, A. (2006). Silicon-Based Polymer-Derived Ceramics: Synthesis Properties and Applications - A Review. *Journal of the Ceramics Society of Japan* 144, 425-444.
- Rochais, D., Le Houëdec, H., Enguehard, F., Jumel, J., & Lepoutre, F. (2005). Microscale thermal characterization at temperatures up to 1000°C by photoreflectance microscopy - Application to the characterization of carbon fibers. *Journal of Physics D: Applied Physics* 38, 1498-1503.
- Rochais, D., Le Meur, G., Basini, V., & Domingues, G. (2008). Microscopic thermal characterization of HTR particle layers. *Nuclear Engineering and Design* 238, 3047-3059.
- Roldan, M., Smirnova, O., Fend, T., Casas, J., & Zarza, E. (2014). Thermal analysis and design of a volumetric solar absorber depending on the porosity. *Renewable Energy* 62, 116-128.
- Romero-Alvarez, M., & Zarza, E. (2007). Concentrating solar thermal power. *Energy conversion*, 19. LLC: Taylor & Francis Group.
- Rousseau, B., De Sousa Meneses, D., Echegut, P., & Thovert, J. (2011). Textural parameters influencing the radiative properties of a semitransparent porous media. *International Journal of Thermal Sciences*, 178-186.
- Rousseau, B., Guevelou, S., Domingues, G., Vicente, J., Caliot, C., & Flamant, G. (2013). Prediction of the radiative properties of reconstructed alpha-SiC foams used for concentrated solar applications. *Symposium K - Materials for Sustainable Development* 1545.

- Sabodanni re, J. (2006). Nouvelles technologies de l' nergie 1 : les  nergies renouvelables. *Lavoisier*.
- Sandra, F., Ballester, A., NGuyen, V., Tsampas, M., Vernoux, P., Balan, C., . . . Bernard, S. (2016). Silicon carbide-based membranes with high soot particle filtration efficiency, durability and catalytic activity for CO/HC oxidation and soot combustion. *Journal of Membrane Science* 501, 79-92.
- Schmidt, J., & Colombo, P. (2017). Digital light processing of ceramic components from polysiloxanes. *Journal of the European Ceramic Society*.
- Schmidt, M., Durif, C., Diz Acosta, E., Salameh, C., Plaisantin, H., Miele, P., . . . Bernard, S. (2017). Molecular-Level Processing of Si-(B)-C Materials with Tailored Nano/Microstructures. *Chemistry A European Journal* 23, 17103-17117.
- Schnering, H., & Nesper, R. (1991). Nodal surfaces of Fourier series: Fundamental invariants of structured matter. *Zeitschrift f r Physik B Condensed Matter*, 83, 407-412.
- Singh, S., Ramakrishna, S., & Singh, R. (2017). Material issues in additive manufacturing: A review. *Journal of Manufacturing Processes* 25, 185-200.
- Sreeja, R., Swaminathan, B., Painuly, A., Sebastian, T., & Packirisamy, S. (2010). Allylhydridopolycarbosilane (AHPCS) as matrix resin for C/SiC ceramic matrix composites. *Materials Science and Engineering B* 168, 204-207.
- Studart, A. (2006). Processing Routes to Macroporous Ceramics: A Review. *Journal of American Ceramic Society* 89, 1771-1789.
- Tan, H., Luo, J., & Xia, X. (2002). Transient coupled radiation and conduction in a three-layer composite with semitransparent specular interfaces and surfaces. *Journal of Heat Transfer* 124, 470-481.
- Teske, S., & Leung, J. (2016). Solar Thermal Electricity - Global Outlook 2016. *Technical report, Estela, Greenpeace, SolarPACES*.
- Trovalet, L. (2011). R solution num rique des transferts par rayonnement et conduction au sein d'un milieu semi-transparent pour une g om trie 3D de forme complexe. *Th se de Doctorat, Universit  Henri Poincar  de Nancy*.
- Tseng, C., Swanson, A., Viskanta, R., Sikorski, R., & Chen, M. (2012). Effect of foam properties on radiative properties of open-cell silicon carbide foams. *Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer* 113, 1503-1507.
- Varady, M., & Fedorov, A. (2002). Combined radiation and conduction in glass foams. *Journal of Heat Transfer* 124, 1103-1109.
- Vicente, J., Daurelle, J., & Rigollet, F. (2006). Thermal conductivity of metallic foam : simulation on real x-ray tomographed porous medium and photothermal experiments,. *In Proceedings of 13th International Heat Transfer Conference*.

- Vignoles, G. (2016). A hybrid random walk method for the simulation of coupled conduction and linearized radiation transfer at local scale in porous media with opaque solid phases. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 93, 707-719.
- Vivet, N., Chupin, S., Estrade, E., Piquero, T., Pommier, P., Rochais, D., & Bruneton, E. (2011). 3D Microstructural characterization of a solid oxide fuel cell anode reconstructed by focused ion beam tomography. *Journal of Power Sources* 196, 7541-7549.
- Wang, H., Li, X., Ma, J., Li, G., & Hu, T. (2012). Fabrication of multi-walled carbon nanotube-reinforced carbon fiber/silicon carbide composites by polymer infiltration and pyrolysis process. *Composites Science and Technology* 72, 461-466.
- Wang, M., & Pan, N. (2008). Modeling and prediction of the effective thermal conductivity of random open-cell porous foams. *International Journal of Heat and Mass Transfer* 51, 1325-1331.
- Wellele, O., Orlande, H., Ruperti Jr., N., Colaco, M., & Delmas, A. (2006). Coupled conduction-radiation in semi-transparent materials at high temperatures. *Journal of Physics and Chemistry of Solids* 67, 2230-2240.
- Wu, H., Liu, W., He, R., Wu, Z., Jiang, Z., Song, X., . . . Wu, S. (2017). Fabrication of dense zirconia-toughened alumina ceramics through a stereolithography-based additive manufacturing. *Ceramics International* 43, 968-972.
- Wu, Z., & Wang, Z. (2013). Fully coupled transient modeling of ceramic foam volumetric solar air receiver. *Solar Energy*, 89, 122-133.
- Wu, Z., Caliot, C., Flamant, G., & Wang, Z. (2011). Coupled radiation and flow modeling in ceramic foam volumetric solar air receivers. *Solar Energy* 85, 2374-2385.
- Yajima, S., Hayashi, J., & Omori, M. (1975). Continuous Silicon Carbide Fiber Of High Tensile Strength. *Chemistry Letters* 4, 931-934.
- Yin, J., Lee, S., Feng, L., Zhu, Y., Liu, X., Huang, Z., . . . Han, I. (2015). The effects of SiC precursors on the microstructures and mechanical properties of SiC/SiC composites prepared via polymer impregnation and pyrolysis process. *Ceramics International* 41, 4145-4153.
- Zanchetta, E., Cattaldo, M., Franchin, G., Schwentenwein, M., Homa, J., Brusatin, G., & Colombo, P. (2015). Stereolithography of SiOC Ceramic Microcomponents. *Advanced Materials*.
- Zanganeh, G., Pedretti, A., Zavattoni, S., Barbato, M., & Steinfield, A. (2012). Packed-bed thermal storage for concentrated solar power-pilote-scale demonstration and industrial scale design. *Solar Energy*, 86, 3084-3098.
- Zhao, J., & Liu, L. (2007). Spectral element approach for coupled radiative and conductive heat transfer in semitransparent medium. *Journal of Heat Transfer* 129, 1417-1424.
- Zhao, Y., & Tang, G. (2016). Monte Carlo study on extinction coefficient of silicon carbide porous media used for solar receiver. *International Journal of Heat and Mass Transfer* 92, 1061-1065.

Zocca, A., Gomes, C., Staude, A., Bernardo, E., Günster, J., & Colombo, P. (2013). SiOC ceramics with ordered porosity by 3D-printing of a preceramic polymer. *Journal of Materials Research* 28, 2243-2252.

Zunjarrao, S., Rahman, A., & Singh, R. (2013). Characterization of the Evolution and Properties of Silicon Carbide Derived From a Preceramic Polymer Precursor. *Journal of American Society* 96, 1869-1876.



# Résumé

---

Résumé.

# Abstract

---

Abstract.