# Chocs thermiques et mesures de diffusivité par voie solaire

# A.Meffre, X.Py, R.Olivès, N.Calvet, E.Guillot,

Laboratoire PROcédés Matériaux Energie Solaire PROMES-CNRS UPR 8521, Université de Perpignan UPVD, Rambla de la Thermodynamique, Tecnosud – 66100 Perpignan Cedex

**Résumé** – Au cours de cette étude sera présenté un outil de caractérisation thermophysique en cours de développement au laboratoire PROMES-CNRS. Malgré une source solaire variable, ce dispositif permet d'imposer à la surface d'un échantillon, une température constante ou pseudo-sinusoïdale. Il est alors possible, d'une part de soumettre les matériaux à d'importants chocs thermiques sur la face irradiée et d'autre part d'identifier la diffusivité thermique des matériaux réfractaires.

### **Nomenclature**

Cp Capacité calorifique, J.kg<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>

T Température, K

β Coefficient d'expansion thermique, 10<sup>6</sup>.K<sup>-1</sup>

λ Conductivité thermique, W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>

ρ Masse volumique, kg.m<sup>-3</sup>

α Diffusivité thermique, mm².s<sup>-1</sup>

# 1. Introduction

L'optimisation des centrales électro-solaires nécessite l'utilisation d'un stockage thermique pour pallier les intermittences de la source d'énergie (nuages et alternances jour/nuit). Les technologies de stockage utilisées industriellement depuis les années 80 (sels fondus) ne sont plus acceptables aux vues des règles strictes environnementales actuelles [1]. Il est donc nécessaire de développer de nouveaux matériaux à impact environnemental réduit, disponibles en grande quantité, peu coûteux et capables de subir des variations brutales de température sans être détériorés. Le laboratoire PROMES CNRS a donc développé un montage expérimental permettant de réguler le flux solaire concentré à la surface d'un matériau récepteur/stockeur. Le dispositif permet d'imposer une température de consigne contrôlée à la surface d'un matériau malgré les fluctuations de la source solaire. En augmentant la fréquence et l'amplitude de la consigne, il est alors possible de déterminer les contraintes limites auxquelles un matériau de stockage par chaleur sensible peut être soumis sans subir de dégâts macroscopiques. On montre ainsi que certaines céramiques très bon marché peuvent résister à des sollicitations dynamiques extrêmes sous air entre 500 et 1000°C et à des vitesses de chauffe allant jusqu'à 2500°C/min. Ces expériences sont nécessaires pour comparer et améliorer les performances des différents matériaux utilisées dans les procédés solaires.

En comparant le profil expérimental de température dans le matériau à celui issu de la modélisation par éléments finis (COMSOL®), il est possible d'identifier la diffusivité thermique des matériaux. Cette identification ne sera rendue possible, qu'après avoir identifié les paramètres du dispositif et validé le modèle. Cette étape indispensable a été effectuée à partir d'un échantillon préalablement caractérisé par la méthode « laser flash ». Cette méthode de mesure requiert des échantillons dont les dimensions peuvent être inferieures aux hétérogénéités structurales du matériau. Il est donc intéressant que les mesures puissent se faire sur des volumes supérieurs à la taille de ces défauts.

## 2. Présentation du matériau

Le matériau étudié appelé COFALIT®, est fabriqué par la société INERTAM [2] située en France dans les Landes. Il est obtenu par vitrification de déchets amiantés par torche à plasma à 1400°C. En sortie de four, le vitrifiât est coulé dans des lingotières métalliques (1\*1\*0,5 m) à l'intérieur desquelles il va se solidifier. La microstructure et les propriétés mécaniques dépendent fortement de la vitesse de refroidissement et de l'orientation du flux. Cependant les propriétés thermiques présentées dans le tableau ci-dessous sont représentatives de l'ensemble des COFALIT et permettent de comparer ce type de matériau à ceux utilisés ou envisagés dans les centrales solaires.

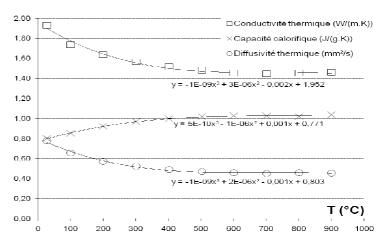
Matériaux de stockage	Températures Limites °C)		ρ	λ	Ср	ρ.Cp. Δ T (kWh <sub>T</sub> /m³)	prix/kg	prix/kWh <sub>t</sub>	
par chaleur sensible	Froid	Chaud	(kg/m³)	(W/m.K)	(kJ/kg.K)	ΔT=100°C	(€/kg)	(€/kWh <sub>T</sub> ΔT=100°C	
Sel Fondus	265	565	1870	0.52	1.6	83	0.625	14.06	
Céramique Réfractaire	_	1200	3500	1.35	0.866	84	4.5-8	187.07	
Béton haute température	_	400	2750	1	0.916	70	0.08	3.14	
Cofalit®	_	1200	3120	2 - 1.5	0.9	78	0.008	0.32	

Tab 1: Comparaison des principaux matériaux de stockage sensible de chaleur.

La capacité de stockage thermique du Cofalit<sup>®</sup> est équivalente à celles des céramiques réfractaires ou d'un béton haute température. Sa conductivité thermique est plus importante et son coût extrêmement faible, de 10 à 500 fois plus faible que pour les autres. Ce faible prix est d'autant plus bénéfique, que des milliers de tonnes de matières sont nécessaires pour stocker suffisamment d'énergie permettant fonctionnement d'une centrale de 10 MW<sub>elec</sub> pendant 12 heures. De plus le Cofalit<sup>®</sup> est un matériau entièrement recyclé. L'analyse du cycle de vie de ce produit est donc tout à fait en accord avec la production d'énergie renouvelable contrairement aux trois autres matériaux. Ces données montrent clairement le fort potentiel de ces céramiques réfractaires et justifient l'étude de leur domaine d'utilisation.

## 3. Mesure « laser flash »

Plus la température de stockage est élevée, meilleur est le rendement énergétique de la centrale électrosolaire. Il est donc impératif de mesurer l'évolution des propriétés **COFALIT**® thermiques du fonction de la température d'autant aue le stockage sensible s'effectue sur un  $\Delta T$ . Ci-contre sont présentées les courbes de diffusivité thermique, de capacité calorifique et de conductivité thermique déterminées



*Fig 1 : Propriétés thermo physiques=f(T^{\circ}C)* 

par la méthode « laser flash ». L'expérience a été réalisée sous air à 10°C.min. En général dans les matériaux qui présentent une faible conductivité thermique, le transfert de chaleur est principalement assuré par les vibrations du réseau cristallin [3]. Entre 20°C et 600°C, la conductivité et la diffusivité diminuent en passant respectivement de 2 à 1,5 (W/(m.K)) et de 0,8 à 0,45 (m²/s). A l'inverse, la capacité calorifique augmente de 800 à 1010 (J/ (kg.K)). Entre 600°C et 900°C, les propriétés thermiques sont stables, ce qui représente un intérêt pour les applications industrielles (régulation dimensionnement…).

# 4. Mesure de la résistance aux chocs thermiques surfaciques

# 4.1. Méthode expérimentale

Les matériaux de stockage thermique dans les centrales solaires sont soumis à de forts gradients de température et à des cycles répétés de stockage/déstockage. Il convient donc de mesurer leurs résistances aux chocs thermiques. Pour cela, nous avons mis au point un dispositif expérimental permettant de réguler le flux thermique issu d'une parabole à axe vertical. En plaçant la surface d'un échantillon au point focal de la parabole puis en définissant une rampe de température, il est désormais possible de contrôler la température surfacique de l'échantillon. En quelques secondes, la température de la surface irradiée peut atteindre plusieurs centaines de degrés.

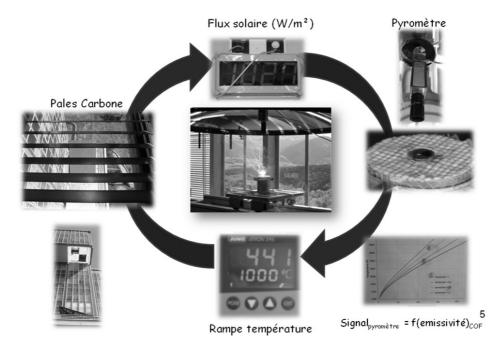
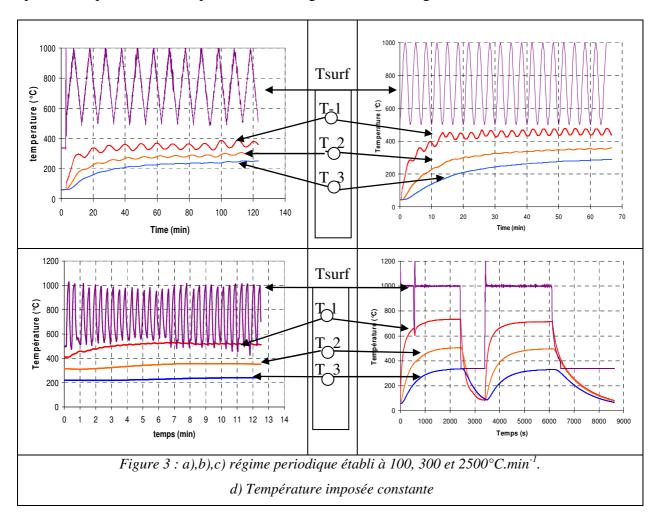


Figure 2 : Dispositif expérimental

La régulation de la température peut se faire en régime constant ou périodique. Le régime périodique bien que plus riche en information (amplitude, déphasage) est plus complexe à modéliser. Pour cette raison, le régime périodique a été utilisé pour étudier la résistance à des chocs thermiques modulés en fréquence alors que l'expérience à température imposée constante a conduit à valider le modèle en identifiant les paramètres expérimentaux indépendant de l'échantillon caractérisé.

# 4.2. Mesures expérimentales

La température de fusion du COFALIT® est de 1250°C. L'étude s'effectue donc entre 20°C et 1000°C afin que l'échantillon conserve ces propriétés mécaniques. Ci-dessous sont présentées 4 courbes expérimentales représentant l'évolution du profil de température mesurées par pyrométrie sur la surface de l'échantillon et par contact (thermocouples K) à respectivement 1,3 et 5 cm de la surface irradiée. Sur les courbes a, b et c la température de consigne et donc de surface oscille entre 500°C et 1000°C selon trois vitesses de rampe 100°C.min<sup>-1</sup> °C.min<sup>-1</sup>, 300 °C.min<sup>-1</sup> et 2500°C.min<sup>-1</sup>. La courbe d) représente l'évolution du profil en réponse à une température de consigne constante et égale à 1000°C.



Sous air, le matériau a résisté en conservant son intégrité macroscopique à plusieurs dizaines de chocs thermiques surfaciques d'amplitude égale à 500°C. Ces premiers tests en régime pseudo-périodique établi confirment le caractère réfractaire des ces matériaux. Par la suite, ces expériences couplées à des mesures de module d'Young et DRX fourniront des informations sur la durée de vie des matériaux.

Sur la courbe d), il s'agit d'imposer en surface une température constante. Cette expérience a permis de faire subir manuellement un choc thermique surfacique d'une amplitude de 950°C sous air comprimé. En résistant à des contraintes thermomécaniques aussi violentes, le matériau prouve l'étendue de son domaine d'utilisation. Plus le domaine d'utilisation en température sera étendu, plus la puissance du déstockage sera importante. Cela est nécessaire pour amortir n'importe qu'elle intermittence et ainsi préserver la durée de vie des centrales tout en fournissant une énergie lisse, stable et prévisible.

## 4. Modélisation

Déterminer la conductivité thermique d'un matériau réfractaire inconnu n'est réalisable, par identification, qu'après une étape indispensable de caractérisation du réacteur et de son environnement. Pour cela, une première expérience effectuée avec un matériau préalablement caractérisé a servi de référence. Après identification des paramètres du réacteur et de l'environnement, il est possible de remplacer l'échantillon de référence par un matériau dont la conductivité est inconnue et de l'identifier.

#### 5.1. Présentation du modèle

Dans un premier temps, le modèle COMSOL® a été validé en régime constant selon les conditions de Dirichlet (température constante imposée en surface, milieu semi infini, parfaitement isolé sur les bords et initialement à la même température en tout point). Ensuite, il a été complexifié de façon à approcher au mieux la réalité de l'expérience [Tab2] et [figure 4]. Les courbes simulées et expérimentales de l'évolution de la température à 10, 25 et 40 mm de la surface sont présentées ci-dessous.

Hypothèses	Conditions limites	Conditions Initiales			Axiale	
Milieu semi infini	$LimT(x,t) = T_i$ $x \to \infty$	$T(x,0) = T_i = 20^{\circ}C$			Matériau	
Matériau homogène	$T(0,t) = T_0$	Géométrie de l'échantillon				
Contact parfait	Pertes par convection $h \Delta T = \lambda dT/dt$	Ø <sub>cofalit</sub> = 25 mm			Isolant	
Propriétés physiques fonction de la température	Pertes radiatives	L = 200mm		•	Enveloppe Acier	

Tab 2 : Définition du modèle

Fig 4 : Champ de température

Symétrie Axiale

### 5.2. Comparaison et validation du modèle

La figure 5 présente la comparaison des profils de température expérimentaux et simulés lors de l'expérience consistant à imposer une température constante en face avant. Les paramètres utilises dans la modélisation ne sont pas des paramètres lisses mais issus de données constructeur ou corrélées. Les courbes en traits pleins représentent la modélisation. Les courbes en pointilles épais traduisent l'expérience. Les courbes en pointillés fins symbolisent l'intervalle de 5% autour des profils modélisées. Entre 1800 et 2400 s, l'écart relatif entre les températures simulées et expérimentales se révèle inferieur a 5%.

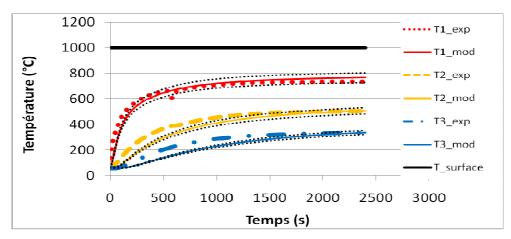


Figure 5 : Dispositif expérimental

Les paramètres du réacteur et de son environnement sont donc correctement estimés. Sur cet intervalle de temps, le modèle est validé et permet l'identification de la diffusivité thermique de matériaux inconnus. Par contre, pour effectuer une véritable mesure en utilisant la solution analytique, les conditions expérimentales doivent se rapprocher au mieux des conditions limites et initiales définies dans le modèle mathématique. Pour cela, les pertes thermiques doivent être limitées au maximum par exemple en ajoutant des parois réfléchissantes autour de l'échantillon et en travaillant sous vide.

## 6. Conclusion

Un nouvel outil de caractérisation par voie solaire a été développé au laboratoire PROMES-CNRS. Cet outil est utile pour la caractérisation de l'ensemble des matériaux soumis au flux solaire concentré. Il a permis de prouver l'aptitude du Cofalit<sup>®</sup> à résister à de nombreux chocs thermiques surfaciques sous air. Le caractère réfractaire de ce matériau est donc confirmé ainsi que le fort potentiel qu'il représente en tant que matériaux de stockage par chaleur sensible. Simultanément à ces mesures, ce banc expérimental servira à mesurer les propriétés thermophysiques des matériaux. Apres avoir comparé la modélisation à l'expérience, le modèle a été validé et les paramètres intrinsèques au réacteur ont été identifiés. Etant donné la taille des échantillons, les mesures seront tout à fait adaptées aux matériaux hétérogènes. Pour augmenter la précision des mesures, le dispositif sera amélioré afin de s'affranchir au maximum des pertes thermiques. La prochaine étape consistera à identifier puis à mesurer la conductivité thermique de divers échantillons. Enfin, pour déterminer la durée de vie des matériaux soumis à des chocs thermiques surfaciques, un protocole expérimental (E, DRX, MEB) sera mis au point, il permettra de caractériser l'endommagement en fonction du nombre de cycles.

## Références

- [1] U. Herrmann et al 2004, Two-tank molten salt storage for parabolic trough Solar Power Plants. Energy, 29, 883-893
- [2] Inertam, http://www.inertam.com/
- [3] N.Tessier-Doyen et al 2003, Etude expérimentale et numérique du comportement thermomécanique de matériaux réfractaires modèle.

### Remerciements

Ce travail est financé par le programme de recherche Français « SESCO » du Programme ANR impliquant les laboratoires du CNRS : PROMES (Perpignan) et CEMHTI (Orléans) et la société Europlasma/ Inertam (Bordeaux/ Morcenx).