

# Caractérisation thermo-physique d'un matériau à changement de phase (MCP) avec surfusion incluant l'évaluation du flux dissipé lors de la phase de recalescence

Gilles FRAISSE<sup>1\*</sup>, Mickael PAILHA<sup>1</sup>, David CLOET<sup>1</sup>, Laurent ZALEWSKI<sup>2</sup>, Said Fatma NOUR<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Laboratoire Procédés Energie Bâtiment (LOCIE), UMR 5271 (CNRS), USMB, Chambéry

<sup>2</sup>Laboratoire de Génie Civil et géo-Environnement (LGCgE), ULR 4515, Univ. Artois, F-62400 Béthune

**Résumé** - Une cavité parallélépipédique contenant un MCP est soumise sur ses deux faces à un flux de chaleur afin d'identifier ses propriétés thermo-physiques. Le chauffage est assuré par deux plaques résistives, tandis que le refroidissement naturel de la cavité dépend du coefficient de pertes thermiques lié à l'isolation entourant la cavité. La température au sein du MCP est considérée uniforme compte tenu de la faible épaisseur de la cavité, ce qui permet de déterminer à l'aide d'un modèle 1R1C les paramètres des lois de comportement analytiques  $h(T)$  et le flux dissipé au cours de la recalescence.

## Nomenclature

$C_p$	Chaleur spécifique équivalente, $\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \text{K}^{-1}$	<i>Indices et exposants</i>
$C$	Capacité thermique, $\text{J} \cdot \text{K}^{-1}$	<i>adia</i> Adiabatique
$h$	Enthalpie, $\text{J} \cdot \text{kg}^{-1}$	<i>exp</i> Expérimental
$M$	Masse, kg	<i>f</i> Fusion
$K$	Coefficient de perte, $\text{W} \cdot \text{K}^{-1}$	<i>int</i> Intérieur du local
$S$	Surface d'échange, $\text{m}^2$	<i>L,S</i> Liquide, solide
$T$	Température, °C	<i>reca</i> Recalescence
		<i>sens</i> Sensible

## Symboles grecs

$\Phi$	Flux, W
$\varphi$	Densité de flux, $\text{W} \cdot \text{m}^{-2}$

## 1. Introduction

Les matériaux à changement de phase (MCP) présentent des comportements thermodynamiques pouvant être complexes particulièrement en présence de surfusion. Ces MCP détiennent un réel intérêt pour stocker de la chaleur sur du long terme. La rupture de surfusion enclenche la cristallisation du matériau qui entraîne une remontée en température dans le matériau due à la libération de la chaleur latente au cours de la phase de recalescence. Les phénomènes de fusion et cristallisation peuvent être caractérisés selon différentes approches. Elles sont basées soit sur des lois de comportement traduisant les cinétiques de cristallisation avec l'évaluation de la fraction solide en fonction du temps et de la température (modèles du type Avrami ou Nakamura par exemple) [1] [2] ou par mesure de flux sur un échantillon soumis à des sollicitations thermiques permettant d'identifier notamment la courbe caractéristique enthalpie-température. Cette seconde approche est possible sur des volumes de MCP très différents, de quelques milligrammes dans le cas de la DSC [3] à plusieurs centaines de grammes dans le cas de l'identification par méthodes inverses sur banc expérimental fluxmétrique [4]. Dans tous les cas, une caractérisation précise de la courbe enthalpie-température lors des phases de fusion et solidification complètes ou partielles constitue un

enjeux scientifique important pour évaluer correctement la performance énergétique de dispositifs avec stockage latent.

## 2. Le dispositif expérimental

### 2.1. Description

La cavité est constituée de deux plaques de cuivre carrées (11cm de côté) collées avec de la résine époxy sur un cadre plexiglas d'épaisseur 0,5cm et de largeur 1cm, permettant de remplir un volume MCP de 40,5cm<sup>3</sup>. Un renfort mécanique de l'assemblage est assuré avec des brides (quatre profilés d'aluminium en U de largeur 1cm), laissant une surface libre de cuivre sur chaque face de 9cm de côté sur lesquelles sont positionnés deux capteurs de flux ainsi que deux plaques résistives à l'extérieur permettant de chauffer le MCP (figure 1). La puissance électrique est fournie par une alimentation en courant continu (ITT, AX322). La boîte contenant la cavité en cuivre est isolée avec 5 cm de laine de verre + 5 cm de polyuréthane. Un renfort d'étanchéité est réalisé avec un film alimentaire. La boîte est recouverte d'un couvercle également isolé avec de la laine de verre et du polyuréthane. La cavité équipée des fluxmètres et plaques chauffantes est insérée dans la laine de verre grâce à un espace libre de même dimension.

La mesure de température est réalisée avec 3 thermocouples de type T positionnés contre la plaque de cuivre à l'intérieur de la cavité (1 sur chaque face) et à l'extérieur de la boîte pour mesurer la température du local. Les thermocouples ont été préalablement étalonnés grâce à une cuve d'étalonnage et un programme LabVIEW d'acquisition des données. Les mesures de flux thermiques sur chaque face de la cavité sont réalisées avec deux fluxmètres Captec. Les plaques résistives sont réalisées avec une machine-outil à commande numérique (CNC). Un circuit électrique est ainsi imprimé sur une plaque de cuivre qui est ensuite découpée aux dimensions souhaitées.

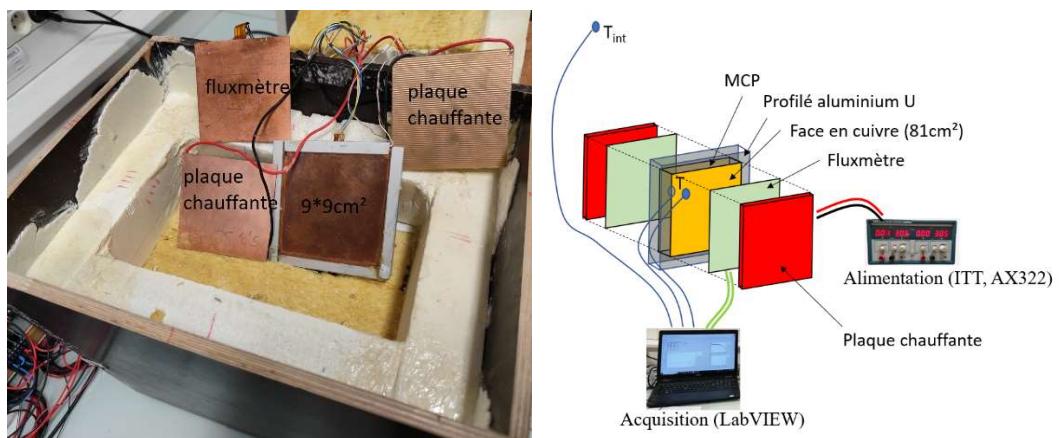


Figure 1 : Le dispositif expérimental avec les différents composants (à gauche) et leur positionnement (à droite)

### 2.2. Protocole expérimental

Les deux MCP (RT58 et PEG6000) sont chauffés puis refroidis dans des conditions de fusion et solidification complètes :

- Chauffage : puissance fixée en faisant varier l'intensité et la tension,
- Refroidissement : alimentation électrique arrêtée lorsque la température du MCP atteint environ 70°C (MCP liquide). Le refroidissement se fait naturellement, sans modifier les

conditions d'isolation de la boîte. L'acquisition s'arrête lorsque la température du MCP est proche de la température du local.

Les mesures des deux températures au sein de la cavité sont très proches. Les résultats donnés par la suite correspondent à une moyenne des deux valeurs. La condition aux limites est un flux de chaleur fixé sur chaque face. Les conditions aux limites en mode chauffage et refroidissement sont assez différentes des approches habituelles qui fixent généralement soit une température, soit une rampe de température ( $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ).

### 3. Modélisation

Le modèle considère une température de la cavité et du MCP uniforme compte tenu de la faible épaisseur de la cavité (0,5cm) et malgré la faible conductivité du MCP, ce qui exclut l'utilisation de la conductivité thermique du MCP par la suite. Il s'agit d'un modèle analogique à 1 capacité et 1 résistance (désigné 1R1C) se résumant à l'équation de bilan (1) dans laquelle on retrouve la chaleur spécifique équivalente  $Cp$  du MCP. Compte tenu de la simplicité du modèle, la résolution peut être faite avec un tableur. Nous avons discrétisé l'équation (1) en considérant un pas de temps de 50s. Une approche de modélisation similaire est considérée dans [5] pour étudier la cristallisation du xylitol surfondu lors du bullage pour activer la décharge d'un stockage de chaleur. Néanmoins, nous considérons ici que l'inertie de la cavité influence aussi l'évolution de la température, et que le changement de phase se fait sur une plage de température.

$$(C + M \cdot Cp) \frac{dT}{dt} = \varphi \cdot S + K \cdot (T_{int} - T) \quad (1)$$

La capacité de la cavité  $C$  ( $\text{J.K}^{-1}$ ) incluant l'ensemble du dispositif (isolation et enveloppe en contreplaqué) sans le MCP et le coefficient de pertes  $K$  ( $\text{W/K}$ ) ont été estimés grâce à une première expérimentation avec un flux fixé constant par les deux résistances électriques. La mesure de la densité de flux  $\varphi$  au cours du temps sur chaque face (surface  $S=81\text{cm}^2$ ) et de l'évolution de la température  $T$  de la cavité en cuivre vide a permis d'identifier les valeurs pour le banc expérimental sans MCP ( $C=244,6\text{J.K}^{-1}$  et  $K=0,0285\text{W.K}^{-1}$ ). La densité de flux  $\varphi$  correspond à un apport de chaleur ( $\varphi>0$ ) en période de chauffage et aux pertes sur les deux faces pendant le refroidissement ( $\varphi<0$ ). L'objectif de notre travail est de voir si un modèle très simple lié à notre configuration (faible épaisseur de la cavité) peut permettre de déterminer l'évolution de l'enthalpie  $h(T)$  du MCP, la chaleur spécifique équivalente  $Cp(T)$  et la fraction liquide  $f(T)$  qui peuvent être déduites l'une de l'autre en connaissant les chaleurs spécifiques solide  $Cps$  et liquide  $Cpl$  et la chaleur latente  $L$  du MCP :

$$Cp(T) = Cps + (Cpl - Cps) \cdot f(T) + L \cdot \frac{df(T)}{dT} = \frac{dh(T)}{dT} \quad (2)$$

### 4. Les résultats

#### 4.1. Détermination des lois de comportement

L'approche classique par mesure de flux [6] consiste à déterminer les paramètres thermophysiques dans un premier temps par bilan énergétique ( $Cps$ ,  $Cpl$  et  $L$ ), puis à appliquer dans un second temps une rampe de température pour déterminer par méthode inverse la conductivité thermique et le profil de l'enthalpie en fonction de la température. Notre travail porte plus spécifiquement sur la seconde étape. Nous supposons donc connus  $Cps$ ,  $Cpl$  et  $L$  qui sont assez variables selon les sources bibliographiques aussi bien pour le RT58 que le PEG6000. Les valeurs utilisées dans notre étude sont  $Cps=Cpl=2100\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$  pour les deux MCP,

$L_{RT58}=169\text{kJ}.\text{kg}^{-1}$  et  $L_{PEG6000}=187,4\text{kJ}.\text{kg}^{-1}$ , valeurs déterminées dans les études antérieures [6]. Notre objectif est donc de déterminer l'enthalpie en fonction de la température  $h(T)$  et de modéliser la phase de recalescence avec une approche thermodynamique dans le cas du PEG6000.

La figure 2 montre l'évolution de la chaleur spécifique équivalente expérimentale  $Cp_{exp}$  pendant la phase de chauffage (densité de flux de l'ordre de  $175\text{W/m}^2$ ) dans le cas du RT58. Elle est obtenue directement avec l'équation (1) dans laquelle la variable  $T$  correspond à la valeur expérimentale,  $Cp$  est remplacé par  $Cp_{exp}$  et  $M_{RT58}=0,041\text{kg}$ . La densité de flux  $\varphi$  et la température intérieure  $T_{int}$  sont également obtenues expérimentalement (cf. figure 4). On peut observer sur la figure 2 deux « bosses », la première vers  $40^\circ\text{C}$  et la seconde un peu avant  $60^\circ\text{C}$ . En calculant la température du MCP avec l'équation (1), il est possible d'ajuster la solution analytique de la chaleur spécifique équivalente  $Cp(T)$  en la comparant avec la courbe expérimentale. L'expression analytique  $Cp(T)$  est donnée dans [6] (fraction liquide exprimée par la fonction  $erf$ ). L'article a mis en avant l'intérêt de prendre en compte deux bosses pour le RT58. La superposition des courbes de chaleur spécifique équivalente entre les valeurs obtenues expérimentalement et la solution analytique s'obtient assez facilement « manuellement » en ajustant dans un premier temps le pic de chaque bosse ( $T_f$ ), puis la variation autour de ces deux bosses ( $\Delta T_S$  et  $\Delta T_L$  côté solide et liquide comme indiqué sur la figure 2) ainsi que la quantité de chaleur latente affectée à chaque bosse. Avec la méthode proposée, il n'est ainsi pas nécessaire de recourir à un algorithme d'optimisation utilisé généralement en méthode inverse. La figure 2 illustre la signification des paramètres liés aux solutions analytiques pour la bosse n°2. Les paramètres identifiés pour les pics de fusion sont  $T_{f1}=39,7^\circ\text{C}$  et  $T_{f2}=59,3^\circ\text{C}$ , et les écarts de température  $\Delta T_{S1}=17,5^\circ\text{C}$ ,  $\Delta T_{L1}=21,1^\circ\text{C}$ ,  $\Delta T_{S2}=18,5^\circ\text{C}$  et  $\Delta T_{L2}=2,8^\circ\text{C}$ . Les chaleurs latentes associées à chaque bosse sont  $L_1=39839\text{J}.\text{kg}^{-1}$  et  $L_2=129161\text{J}.\text{kg}^{-1}$  ( $L_1+L_2=L_{RT58}$ ). Les paramètres identifiés dans l'expression analytique de la chaleur spécifique équivalente sont les mêmes que pour l'enthalpie  $h(T)$  représentée sur la figure 2. L'approche d'identification est identique avec le PEG6000 lors de la fusion. Les paramètres identifiés en fusion pour le PEG6000 sont :

- Fusion :  $T_{f1}=57,4^\circ\text{C}$  ;  $T_{f2}=62,3^\circ\text{C}$  ;  $\Delta T_{S1}=16,7^\circ\text{C}$  ;  $\Delta T_{L1}=2^\circ\text{C}$  ;  $\Delta T_{S2}=5,5^\circ\text{C}$  ;  $\Delta T_{L2}=1,9^\circ\text{C}$  ;  $L_1=39516\text{J}.\text{kg}^{-1}$  et  $L_2=147884\text{J}.\text{kg}^{-1}$  ( $L_1+L_2=L_{PEG6000}$ )

Au cours du refroidissement, les lois identifiées après la recalescence sont différentes car elles nécessitent des variations plus rapides. Elles ont été adaptées de [7] en considérant deux composants ( $L_1 + L_2 = L_{PEG6000} - L_{reca}$ ). La chaleur latente relative à la recalescence est  $L_{reca}$  défini dans la partie suivante.

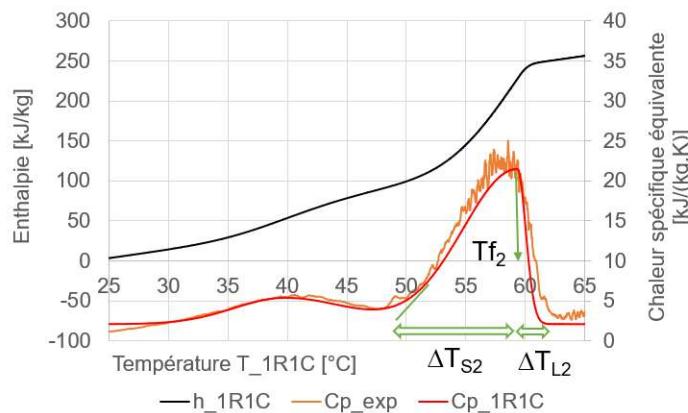


Figure 2 : Chaleur spécifique équivalente obtenue avec les données expérimentales et la solution analytique, et enthalpie en fonction de la température calculée avec le modèle 1R1C (cas du RT58)

## 4.2. Modélisation thermodynamique de la phase de recalescence (PEG6000)

La bibliographie montre que les travaux liés à la modélisation de la recalescence porte essentiellement sur la détermination des dynamiques de cristallisation avec l'identification de paramètres caractérisant l'évolution au cours du temps de la fraction solide. Notre approche est thermodynamique car nous évaluons le dégagement de chaleur pendant la phase de recalescence qui se traduit par une variation d'enthalpie et une augmentation de la température dépendant du niveau de pertes thermiques.

Le PEG 6000 présente une surfusion d'une douzaine de degrés dans des conditions adiabatiques (figure 5), contre seulement 1°C environ pour nos conditions expérimentales (figure 3). La recalescence débute au point B (figure 3) et nous supposons qu'elle se termine au point C lorsque la température est maximale comme proposé dans [5]. Entre B et C, la chaleur spécifique équivalente  $C_p$  est supposée égale à la chaleur spécifique sous forme sensible ( $C_{psens} = C_{ps} + (C_{pl} - C_{ps})f$ ). S'il n'y avait pas de pertes thermiques, la part de chaleur latente libérée  $L_{reca\_adia}$  pendant la phase de recalescence serait égale à la chaleur latente entre les points B et D (cf. figure 5). Comme le MCP échange avec l'extérieur pendant toute la phase de recalescence, la chaleur latente libérée entre B et C est en réalité supérieure ( $L_{reca}$ ). Le flux de chaleur libéré au cours du temps  $\Phi_{reca}$  pendant la phase de recalescence peut être obtenu expérimentalement en utilisant la température mesurée du MCP dans l'équation 3 sachant que la chaleur spécifique équivalente correspond à la valeur sensible  $C_{psens}$ .

$$(C + M \cdot C_{psens}) \frac{dT}{dt} = \Phi_{reca} + \varphi \cdot S + K \cdot (T_{int} - T) \quad (3)$$

La figure 3 montre l'évolution de  $\Phi_{reca}$  entre  $t=85850$ s et  $t=87900$ s. On observe logiquement un pic de flux dissipé comme dans [8] qui étudie un stockage de xylitol surfondu contenu dans un récipient en verre avec une double paroi permettant de faire circuler un fluide caloporteur. L'intégration de  $\Phi_{reca}$  sur cette période, divisé par la masse de PEG6000 (0,054kg) permet de calculer  $L_{reca}=45,9 \text{ kJ/kg}$ , soit 25,6% de  $L$ . Dans les conditions adiabatiques, nous aurions seulement  $L_{reca\_adia}=C_{psens} \cdot (T_D - T_B) = 23,1 \text{ kJ/kg}$ , soit 12,3% de  $L$ , et la différence d'enthalpie sensible correspondrait à  $C_{psens} \cdot (T_A - T_D)$ .

L'enthalpie  $h$  et la fraction liquide  $f$  au cours de la recalescence (entre B et C sur la figure 4) s'obtiennent avec les équations (4) et (5) :

$$dh = C_{psens} \cdot dT - \frac{\Phi_{reca} \cdot dt}{M} \quad (4)$$

$$df = -\frac{\Phi_{reca} \cdot dt}{M \cdot L} \quad (5)$$

Après la recalescence, la chaleur spécifique équivalente déterminée selon la démarche présentée dans la partie précédente est indiquée sur la figure 3. On constate que la dynamique de l'évolution de la température obtenue avec le modèle 1R1C (équation 1) est très proche des températures expérimentales pendant et après la recalescence.

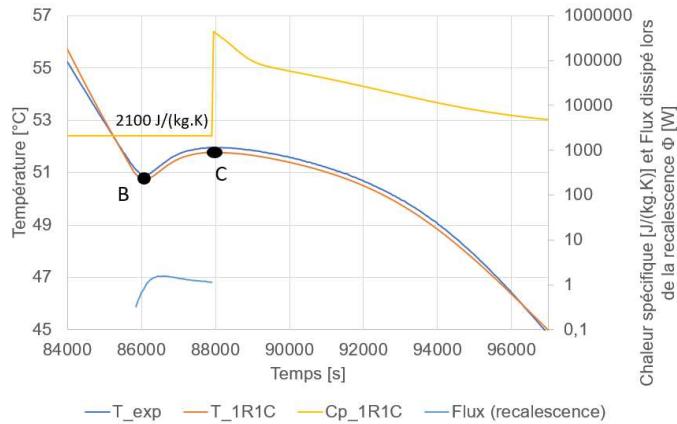


Figure 3 : Evolution des températures expérimentale  $T_{exp}$  du MCP et du modèle  $T_{IRIC}$  (axe vertical à gauche), et sur l'axe de droite en échelle logarithmique l'évolution de la chaleur spécifique équivalente  $Cp(T)$  et du flux de recalescence (cas du PEG6000)

#### 4.3. Evolution des températures (RT58 et PEG6000)

Les températures sont représentées sur la figure 4 pour le RT58 et le PEG6000 sur toute la durée chauffage-refroidissement (environ 40h). On peut observer que le modèle 1R1C traduit bien l'évolution expérimentale à la fois en chauffage et refroidissement. Les écarts observés sont assez faibles au regard de la simplicité du modèle considéré avec une limite très certainement liée à l'estimation des pertes thermiques (linéarité) et à l'inertie de l'ensemble du dispositif (une seule constante de temps sachant qu'il n'y a qu'une seule capacité). Les conditions aux limites imposées sont représentées sur la figure 4. Il s'agit de la densité de flux  $\varphi$  mesurée par les deux fluxmètres sur chaque face de l'échantillon et de la température intérieure du local  $T_{int}$ . Plusieurs créneaux de puissance électrique ont été réalisés dans le cas du PEG6000 avant d'atteindre 70°C. En complément de la méthode d'identification « manuelle » des paramètres de la fonction analytique  $Cp(T)$  proposée dans la partie 4.1, nous avons également utilisé la méthode du GRG (gradient réduit généralisé) non linéaire du solveur Excel pour identifier la valeur de  $K$  qui a été très légèrement ajustée entre la première configuration avec la cavité vide et les deux cas avec MCP. L'erreur est basée sur l'écart entre la température expérimentale  $T_{exp}$  et la température issue du modèle  $T_{IRIC}$ . En revanche, la capacité du dispositif expérimental  $C=244,6 \text{ J.K}^{-1}$  n'a pas été modifiée. Nous avons observé une réduction de masse de la cavité avec MCP assez faible à la fin de l'expérimentation par rapport au début (2,3% pour le RT58 et 0,34% pour le PEG6000).

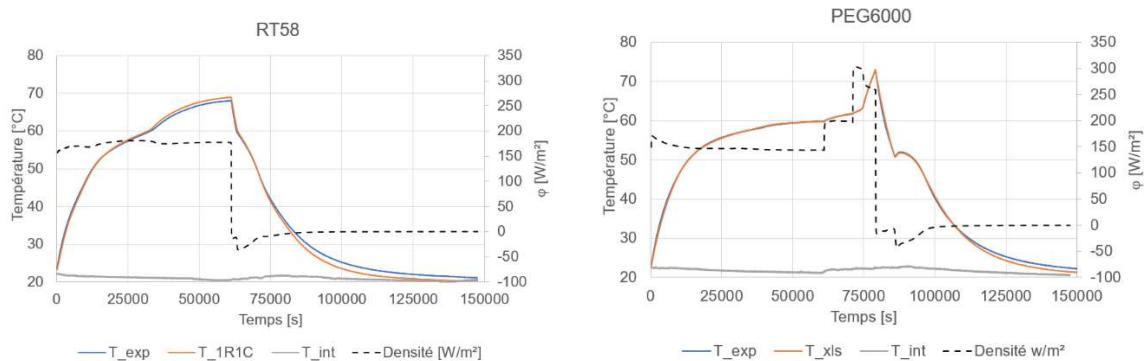


Figure 4 : Evolution de la température expérimentale  $T_{exp}$  et du modèle  $T_{IRIC}$ , de la température du local  $T_{int}$  et de la densité de flux mesurée sur les deux faces (RT58 à gauche et PEG6000 à droite)

#### 4.4. Enthalpie en fonction de la température

La figure 5 montre que l'enthalpie  $h(T)$  en fonction de la température obtenue avec le nouveau banc expérimental avec des conditions de flux de chaleur imposé sont similaires à [4] aussi bien pour le RT58 que le PEG6000. Ce résultat est obtenu pour des sollicitations assez différentes avec des rampes de température en chauffage puis refroidissement ( $20^{\circ}\text{C} \leftrightarrow 70^{\circ}\text{C}$ ) sur 18h. Dans notre étude, le flux de chauffage est imposé au moyen de deux résistances électriques et le refroidissement se fait naturellement avec les pertes thermiques. Le niveau de surfusion (entre A et B) est légèrement supérieur dans notre cas, sachant qu'il dépend de la vitesse de refroidissement ( $0,3$  à  $0,15\ ^{\circ}\text{C}/\text{min}$  de B à C) contre  $0,046\ ^{\circ}\text{C}/\text{min}$  dans [4]. Dans le cas du PEG6000 en fusion, nous observons une « bosse » plus légère entre  $55$  et  $60^{\circ}\text{C}$  dans notre cas sachant que la vitesse de chauffage est plus élevée (jusqu'à  $0,15\ ^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ) que dans [4] ( $0,046\ ^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ). Nous nous intéressons finalement à la cinétique de cristallisation des deux MCP. La vitesse de refroidissement (dérivée de la fraction solide) en fonction de la fraction solide est représentée sur la figure 5 à partir de l'évolution au cours du temps de la fraction liquide analytique identifiée  $f(T)$  et l'équation (5) pour le PEG6000 avant la recalescence. Le pic de recalescence est clairement observé pour le PEG6000. Les résultats obtenus sur la vitesse de solidification en fin de recalescence sont cohérents puisque la courbe est bien continue au point C (fraction liquide obtenue avec l'équation (5) pendant la phase de recalescence, puis avec la solution analytique  $f(T)$ ). Il faut noter que la solution analytique pour le PEG6000 atteint en fin de solidification une valeur légèrement inférieure à 1 qui est une difficulté inhérente à la méthode proposée dans [7] ; l'enthalpie est donc légèrement surestimée en phase solide.

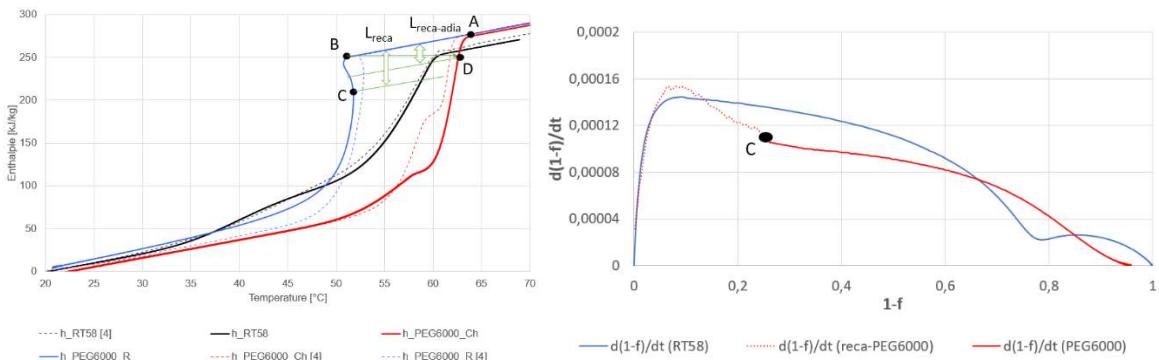


Figure 5 : Enthalpie (RT58 et PEG6000) en fonction de la température (figure de gauche), et vitesse de solidification lors du refroidissement en fonction de la fraction solide  $1-f$  (figure de droite)

## 5. Conclusion

Nous avons proposé une méthode basée sur une modèle simplifié 1R1C pour identifier la chaleur spécifique équivalente « expérimentale » obtenue à partir de données mesurées (température de cavité, flux en surface, température du local) dans une configuration où la température du MCP est supposée uniforme. Il est important de considérer les pertes thermiques latérales de l'échantillon ainsi que l'inertie des éléments autour du MCP (cavité métallique et boîte isolée) pour ne pas fausser l'évaluation de l'enthalpie du MCP. L'identification des paramètres de l'équation analytique de la chaleur spécifique équivalente  $Cp(T)$  s'obtient en visualisant les deux grandeurs en fonction de la température du modèle 1R1C. La simplicité du modèle permet d'avoir sur un simple tableur une comparaison immédiate de  $Cp(T)$  et  $Cp_{exp}$  lorsque les paramètres sont ajustés « manuellement » ( $T_f$ ,  $\Delta T_s$ ,  $\Delta T_L$  et  $L$ ). Ces paramètres sont suffisamment simples à interpréter pour obtenir assez rapidement des résultats satisfaisants. C'est une approche alternative aux approches habituelles basées sur des algorithmes

d'optimisation. Elle s'est montrée efficace puisque la comparaison des courbes d'enthalpie avec une autre méthode a prouvé la cohérence des résultats dans une configuration de fusion/solidification complètes.

Dans le cas du PEG6000, le flux dissipé au cours du temps pendant la phase de recalescence a également été défini avec les valeurs expérimentales  $T_{\text{exp}}$  grâce au modèle 1R1C sachant que la chaleur spécifique équivalente correspond à la chaleur sensible pendant cette période. L'énergie dissipée jusqu'à la fin de la recalescence (lorsque la température maximale est atteinte) correspond à l'intégrale du flux dissipé  $\Phi_{\text{reca}}(t)$ . Elle représente un pourcentage de chaleur latente supérieur à celui obtenu dans des conditions adiabatiques (respectivement 25,6% et 12,3% de L). Le flux dissipé  $\Phi_{\text{reca}}(t)$  et l'expression analytique de la chaleur spécifique équivalente  $C_p(T)$  issue de [7] permettent de bien représenter la dynamique d'évolution de la température du PEG6000 respectivement entre B et C, et après C. Les résultats sur la vitesse de solidification sont d'ailleurs cohérents puisque la courbe est continue en C.

Ce travail va être poursuivi en remplaçant les plaques chauffantes par des modules thermoélectriques qui permettront d'imposer des rampes de température à la fois en chauffage et refroidissement.

## Références

- [1] Mariam Jadal, Jérôme Soto, Nicolas Boyard, Didier Delaunay. Experimental determination of crystallization kinetic model of CENG-PCM composite material. Validation at macro and meso scales. Thermal Science and Engineering Progress Volume 33, 1 August 2022, 101336
- [2] Matthieu Zinet. Modélisation de la cristallisation des polymères dans les procédés de plasturgie : quantification des effets thermiques et rhéologiques. Thèse de l'INSA de Lyon, 2010. Français. tel-00555771
- [3] S Verheyen, P Augustijns, R Kinget, and G Van den Mooter. Melting behavior of pure polyethylene glycol 6000 and polyethylene glycol 6000 in solid dispersions containing diazepam or temazepam: a DSC study. Thermochimica Acta, 380(2) :153–164, December 2001
- [4] Thonon Maxime, Laurent Zalewski, Stephane Gibout, Erwin Franquet, Gilles Fraisse, Mickael Pailha. Experimental comparison of three characterization methods for two phase change materials suitable for domestic hot water storage. Applied Sciences. 2021, 11(21), 10229; <https://doi.org/10.3390/app112110229>
- [5] A. Godin, M. Duquesne, E. Palomo del Barrio, F. Achchaq, P. Monneyron. Bubble agitation as a new low-intrusive method to crystallize glass forming materials. International Conference On Materials And Energy 2015, ICOME 15, 19-22 May 2015, Tetouan, Morocco, and the International Conference On Materials And Energy 2016, ICOME 16, 17-20 May 2016, La Rochelle, France.
- [6] Thonon M., Fraisse G. , Zalewski L. , Pailha M. , Towards a better analytical modelling of the thermodynamic behaviour of phase change materials, Journal of Energy Storage. 32 (2020) 101826. <https://doi.org/10.1016/j.est.2020.101826>
- [7] Erwin Franquet, Stephane Gibout., Pierre Tittelein, Laurent Zalewski, Jean-Pierre Dumas, Experimental and theoretical analysis of a cement mortar containing microencapsulated PCM Applied Thermal Engineering, 73 (2014) 30-38.
- [8] Miguel Navarro, Gonzalo Diarce, Ana Lazaro, Ander Rojo, Monica Delgado. Comparative study on bubbling and shearing techniques for the crystallization of xylitol in TES systems. Results in Engineering 17 (2023) 100909.

**Remerciements :** Les auteurs souhaitent exprimer leur gratitude à l'institut Carnot Energies du futur pour son soutien financier.