TECHNISCHE UNIVERSITÄT DRESDEN

DRESDEN concept

Johannes Doll, Henrik-Gerd Bischoff, Christoph Haberstroh

Fakultät Maschinenwesen // Institut für Energietechnik
Bitzer-Professur für Kälte-, Kryo- und Kompressorentechnik

Weiterentwicklung eines Laborverflüssigers für Wasserstoff

DKV-Tagung 2022 in Magdeburg // 17.11.2022

TECHNISCHE UNIVERSITÄT DRESDEN

HZDR HELMHOLTZ ZENTRUM DRESDEN ROSSENDORF

HyLiq

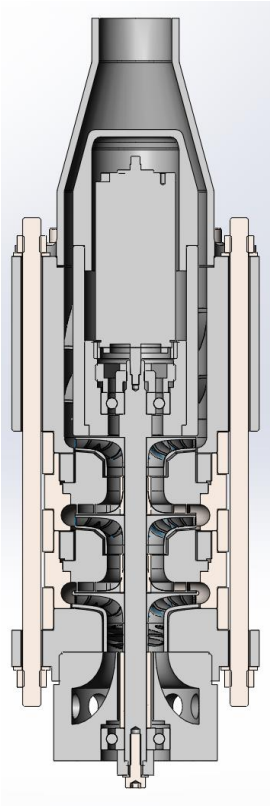
Konsortium

SciDre Scientific Instruments Dresden GmbH

IFW Leibniz-Institut für Festkörper- und Werkstoffforschung Dresden

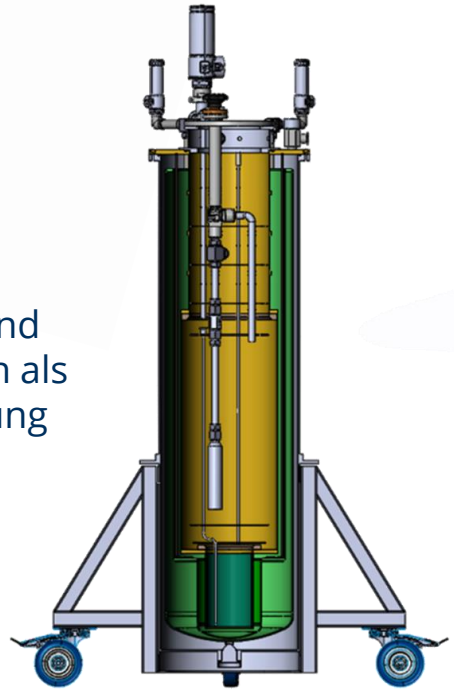
HTW Hochschule für Technik und Wirtschaft Dresden University of Applied Sciences

Flüssigwasserstoff im Laborbetrieb



Mehrstufige Turbopumpe

Supraleitende Füllstandssonde



Kryostate und Dewarkannen als Testumgebung

Probleme LH_2 -Bezug:

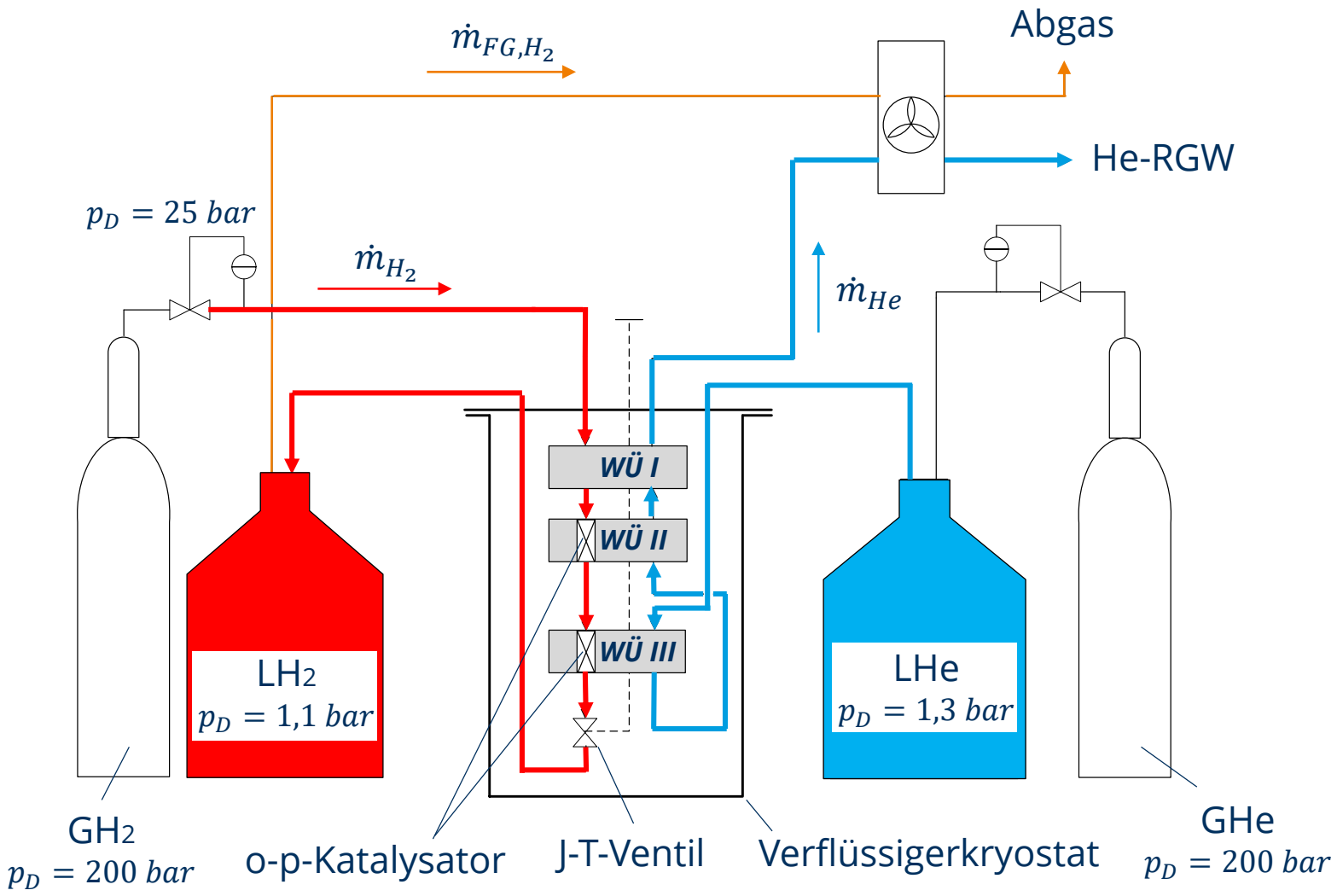
- Nutzung **mittlerer Mengen LH_2** ($50 \ \dots \ 100 \ l_{LH_2}$)
- **Versorgungslücke** zwischen Verflüssigung mittels Cryocooler und Trailerlieferung
- Gaskälteprozess zu aufwendig

Lösung:

- **einfacher** und **kompakter** Laborverflüssiger
- Nutzung **Flüssighelium** als Kälteträger

Ausgangslage

Verflüssigungsprozess



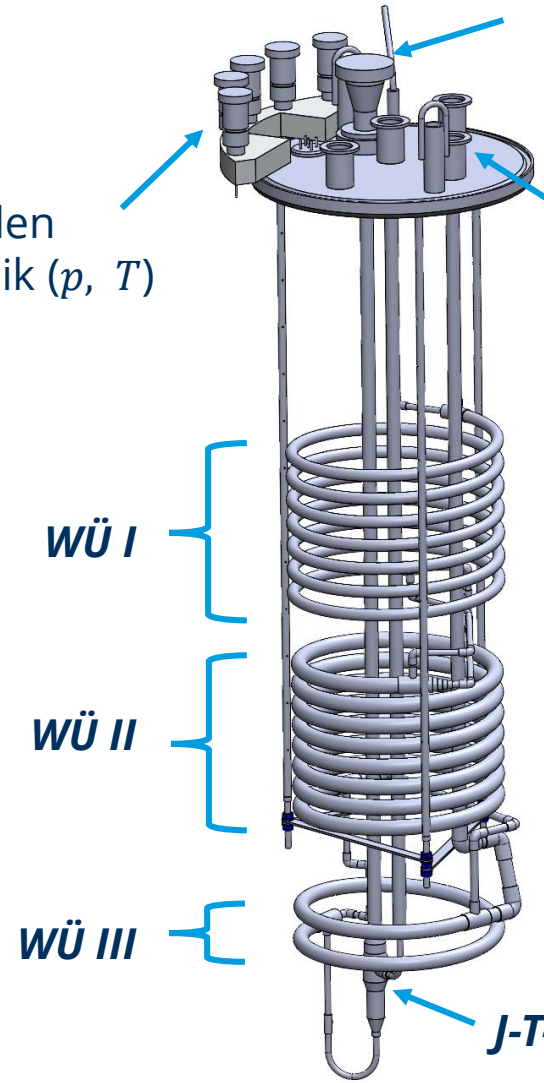
Auslegungsparameter	
$p_{H_2,\,ein}$	25 bar
$p_{He,ein}$	1,3 bar
$\dot{V}_{LH_2}$	**10 l/h**
$\dot{V}_{LHe}$	≈ 21 l/h

Chronik:

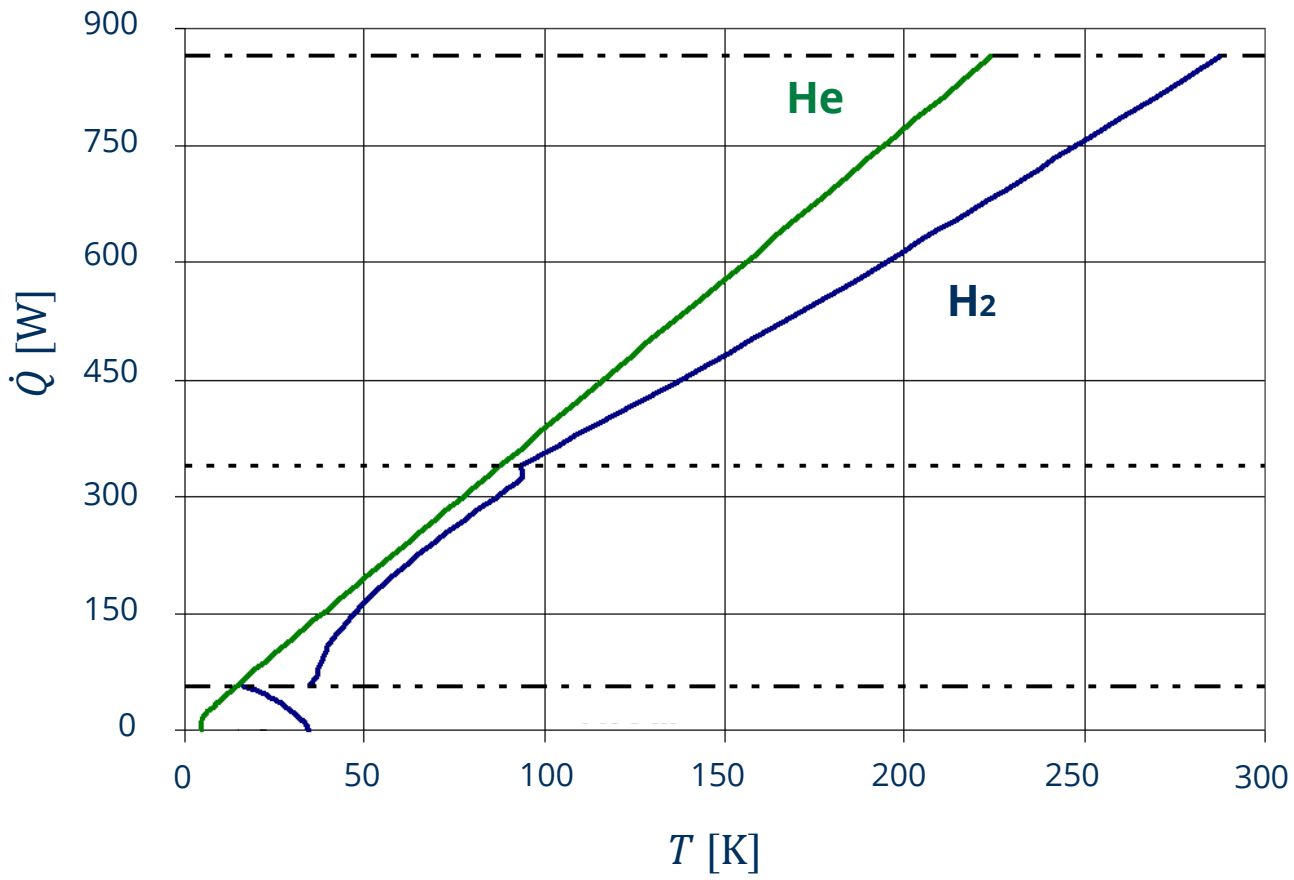
- Belegarbeit T. Eisel (2002)
- Bau: D. Kirsten
- H_2-Verflüssigung ab 2004

Laboraufbau

(Foto: T. Winkler, TUD)



Wärmeübertragung



WÜ I

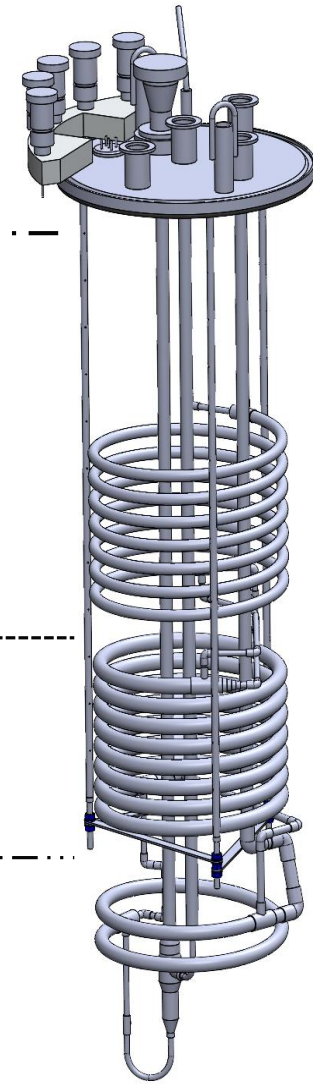
Gegenstrom

WÜ II

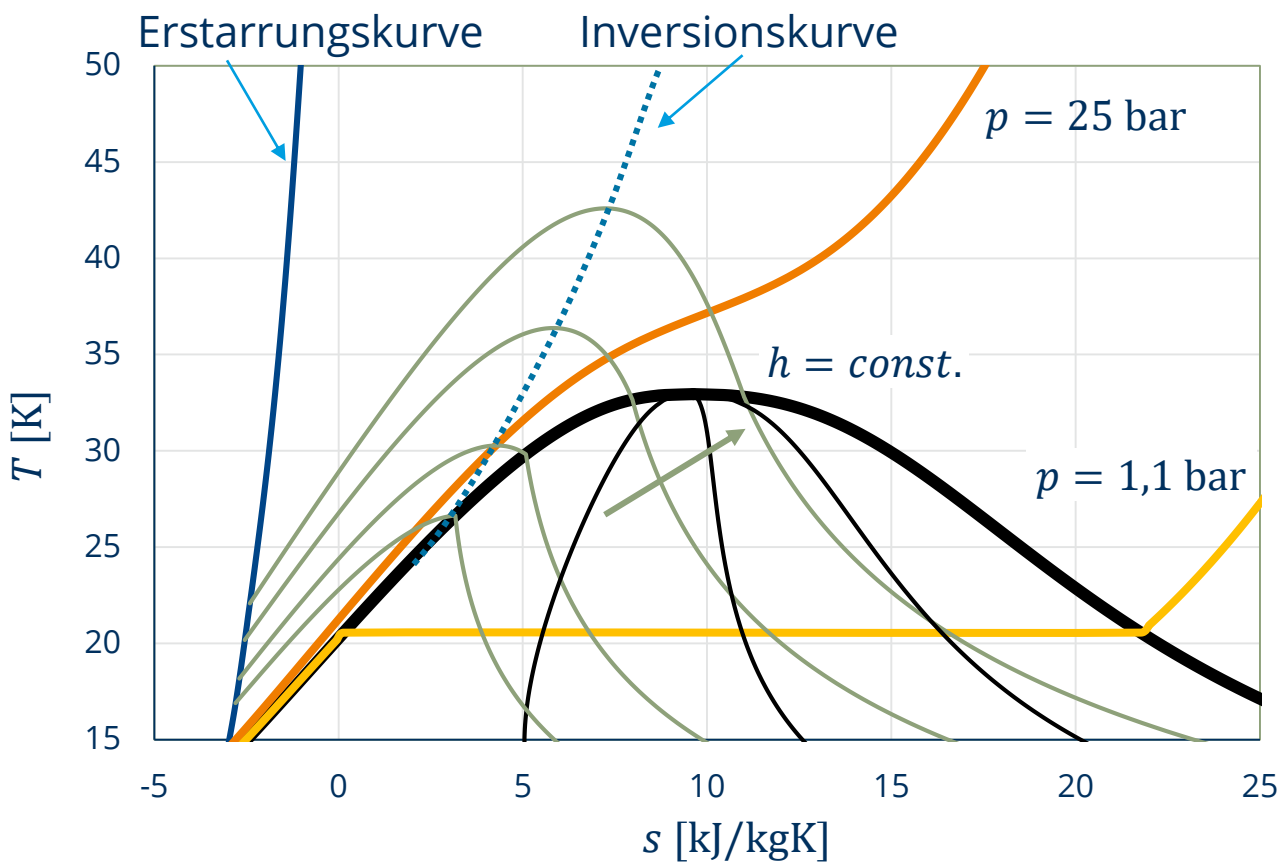
Gegenstrom
o-p-Kat.

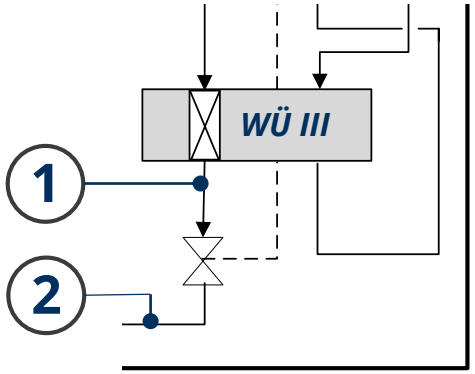
WÜ III

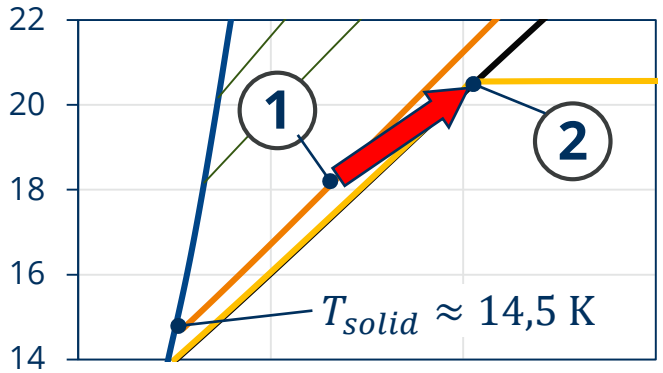
Gleichstrom
o-p-Kat.



Isenthalpe Entspannung des Wasserstoffs







→ Möglichst hohe Unterkühlung vor J-T-Ventil für maximalen Flüssigkeitsanteil im Produkt, <u>aber</u> dadurch Verblockungsgefahr

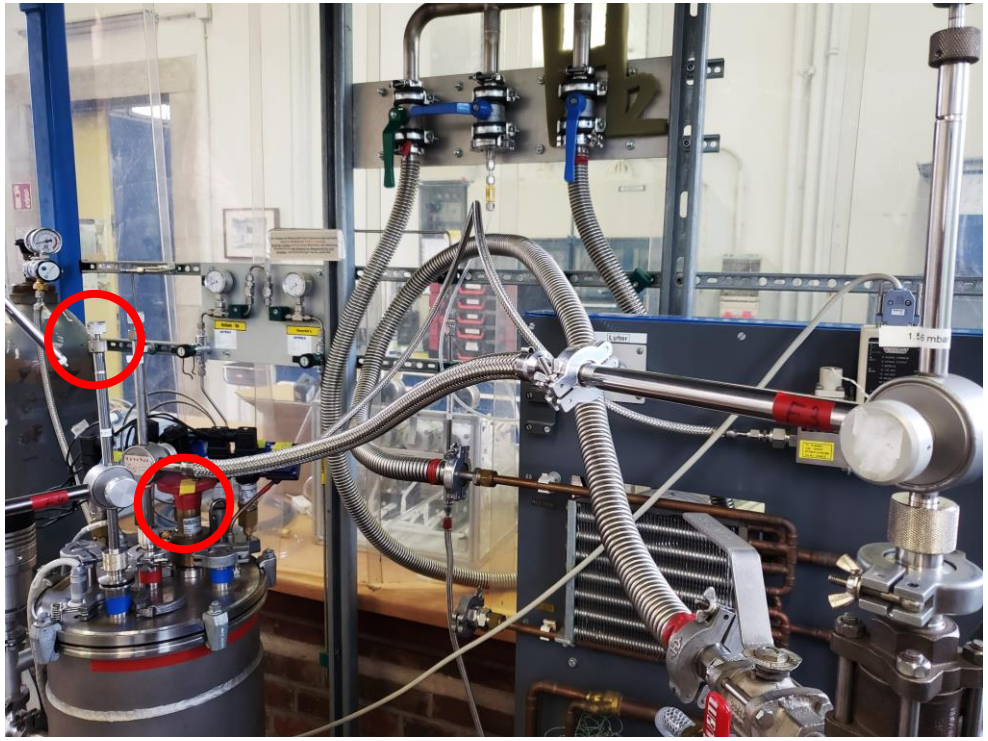
Probleme der ursprünglichen Verflüssigungsanlage

1. Ausschließlich manuelle Bedienung im Betrieb

- Überwachung der Temperaturen von zwei Stoffströmen
- Manuelle Massenstromregelung (mind. zwei Ventile)
- Durchführung setzt Anlagenerfahrung voraus

2. Verblockung des Wasserstoffkanals

- Lange Regenerationszeiten bei Verblockung
- Proaktives Handeln mit geschultem Blick erforderlich
- Schädigung der Rohre möglich



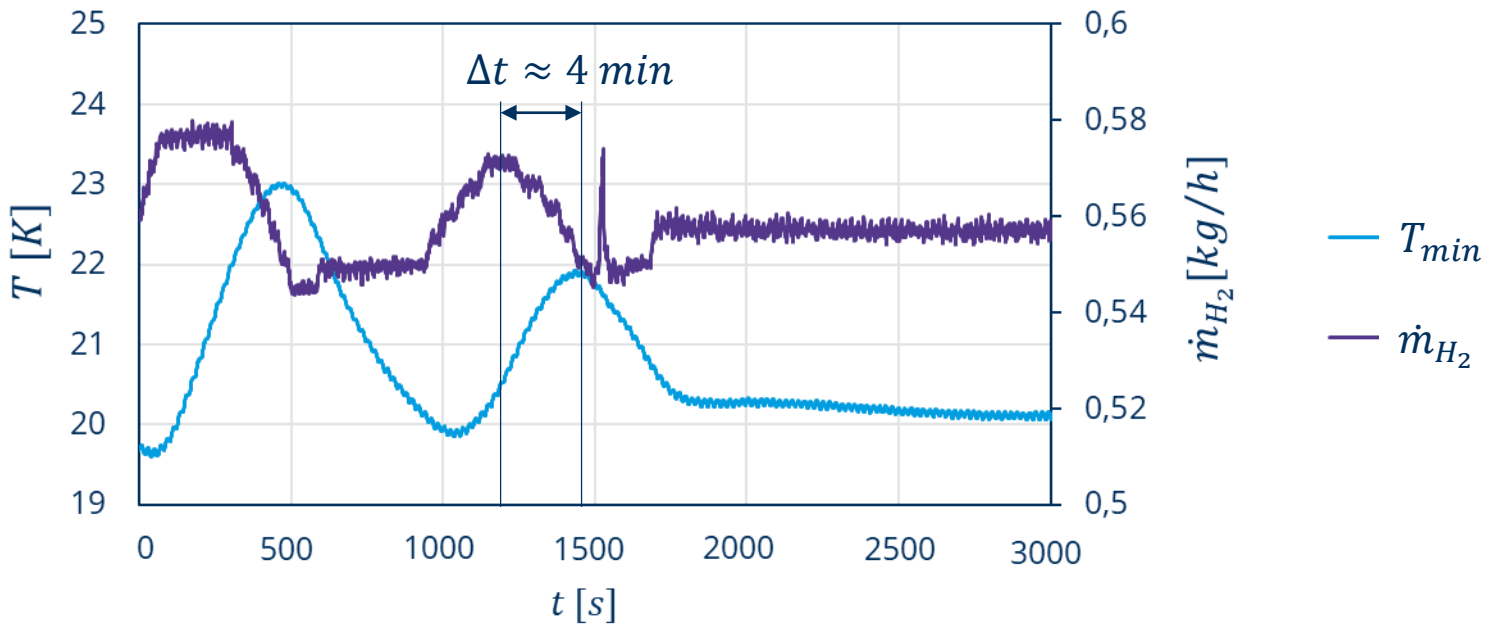
(Foto: T. Winkler, TUD)

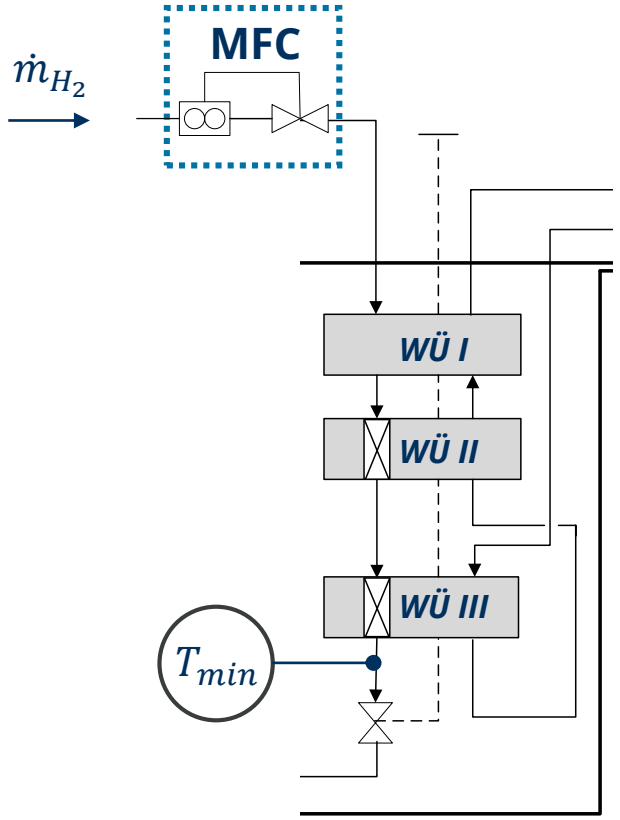
Weiterentwicklung

Automatisierte Regelung des Wasserstoffstroms

Integration MFC an Eintritt des Wasserstoffstrangs

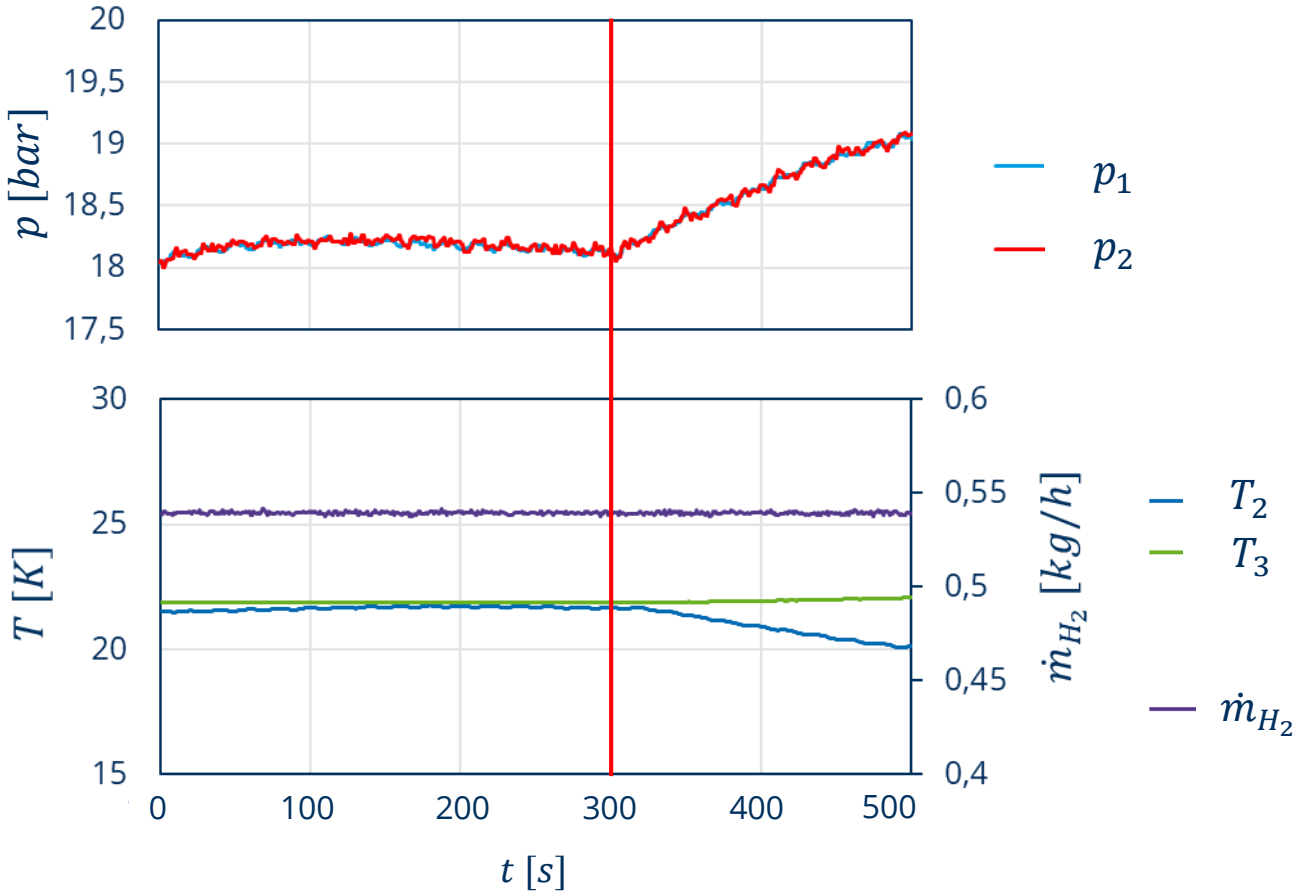
- PI-Regler in LabVIEW
- Regelung $\dot{m}_{H_2} = f(T_{min})$
- ↓ P-Anteil, ↑ I-Anteil

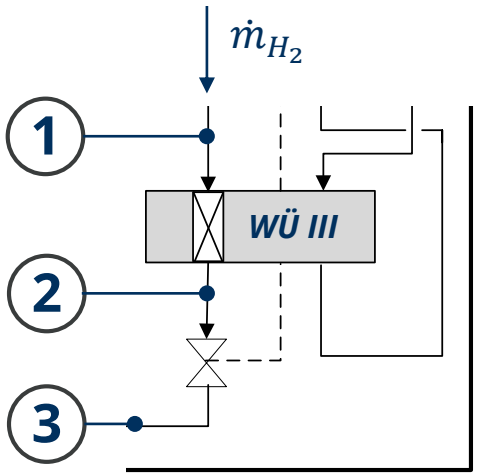




Verblockungsmechanismus

Phase 1: Agglomeration von Eispartikeln am Ventilsitz



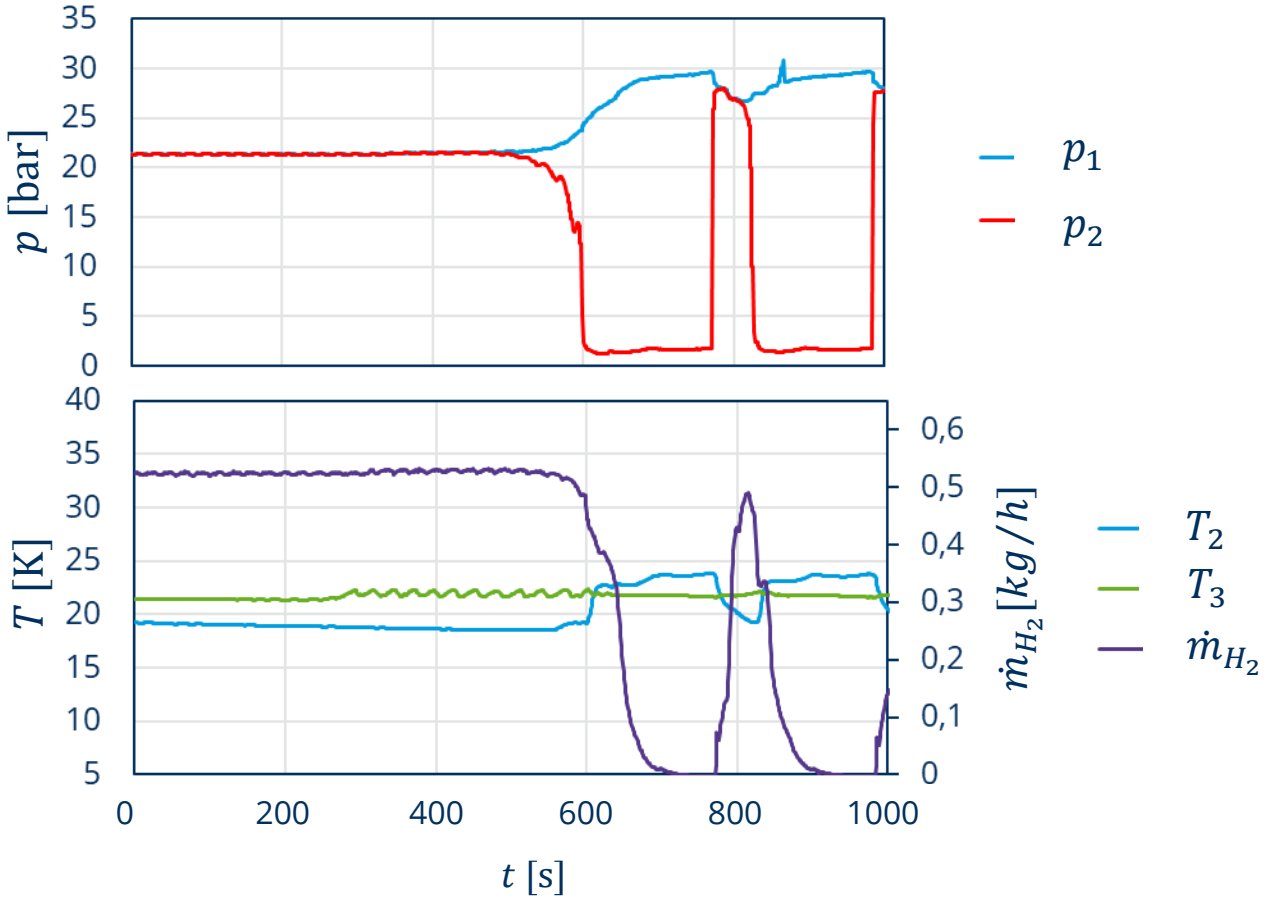


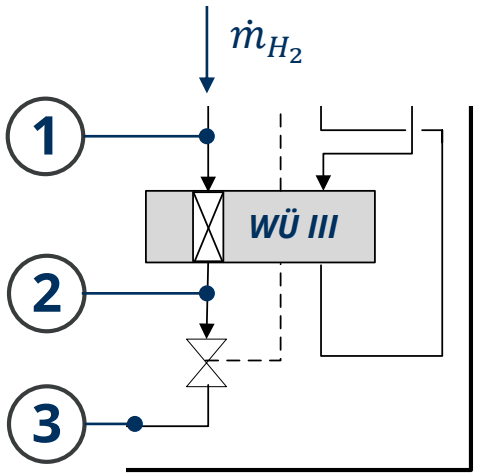
Wenn $T_2 < 22$ K:

- Ansammlung von sH2 am Ventilsitz
- Druckanstieg vor Ventil durch Querschnittsverengung
- $\dot{m}_{H2}$ vorerst konstant
- ohne Reaktion Übergang in Phase 2

Verblockungsmechanismus

Phase 2: Verblockung WÜ III

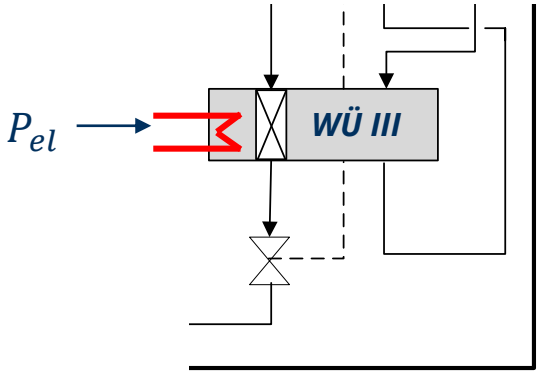




- Verblockung erreicht WÜ III
- p_2 und $\dot{m}_{H_2}$ brechen ein
- Zusammenbruch des Prozesses
- Zügiges Anwachsen der Eiszone

Integration Heizer

- Auslegung auf 50 W Heizleistung
- spiralförmig verteilt auf WÜ III



- Zuschnitt NiCr-Draht (32 AWG) angepasst auf 50 Ω (ca. 1,51 m)
- Stycast 2850FT (Cat 9) Grundierung und Versiegelung ($\varepsilon = 1$)
- MLI als Strahlungsschild

✓ schnellere und zielgerichtete Reaktion bei Verblockung möglich

✓ stabile Prozessführung beim Einkühlen

Zusammenfassung und Ausblick

Zusammenfassung

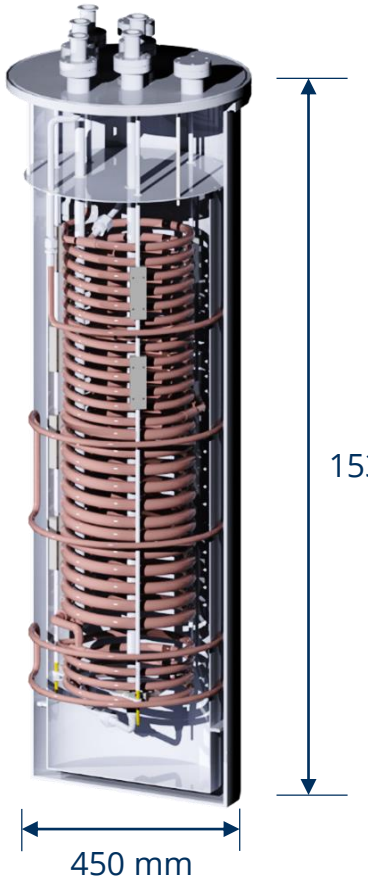
- ✓ Implementierung einer halbautomatischen Steuerung für den Anfahr- und Dauerbetrieb
- ✓ Erhöhung der Systemstabilität durch elektrischen Heizer

Ausblick

Konstruktion eines weiteren Verflüssigers

Erhöhung der Verflüssigungsleistung auf 25 l/h
(Flüssigheliumbedarf von 53 l/h)

- ✓ Auslegung Wärmeübertrager
- ✓ o-p-Katalysatorauslegung
- ✓ Auswahl MSR-Technik
- O Fertigung
- O Inbetriebnahme



www.hyliq.org

Vergleich Verflüssigungsmethoden

Spezifischer Elektroenergieeinsatz

Verflüssigung mittels Cryocooler

- Leybold MD10i
- $P_{el} = 8\ kW$
- 1. Stufe: $\dot{Q}_o = 120\ W$ @ 80 K
- 2. Stufe: $\dot{Q}_o = 18\ W$ @ 20 K
- Verflüssigungskapazität: $0{,}534\ l/h$

$$\boldsymbol{e = 14{,}98\ kWh/l_{LH2}}$$

Laborverflüssiger (TUD)

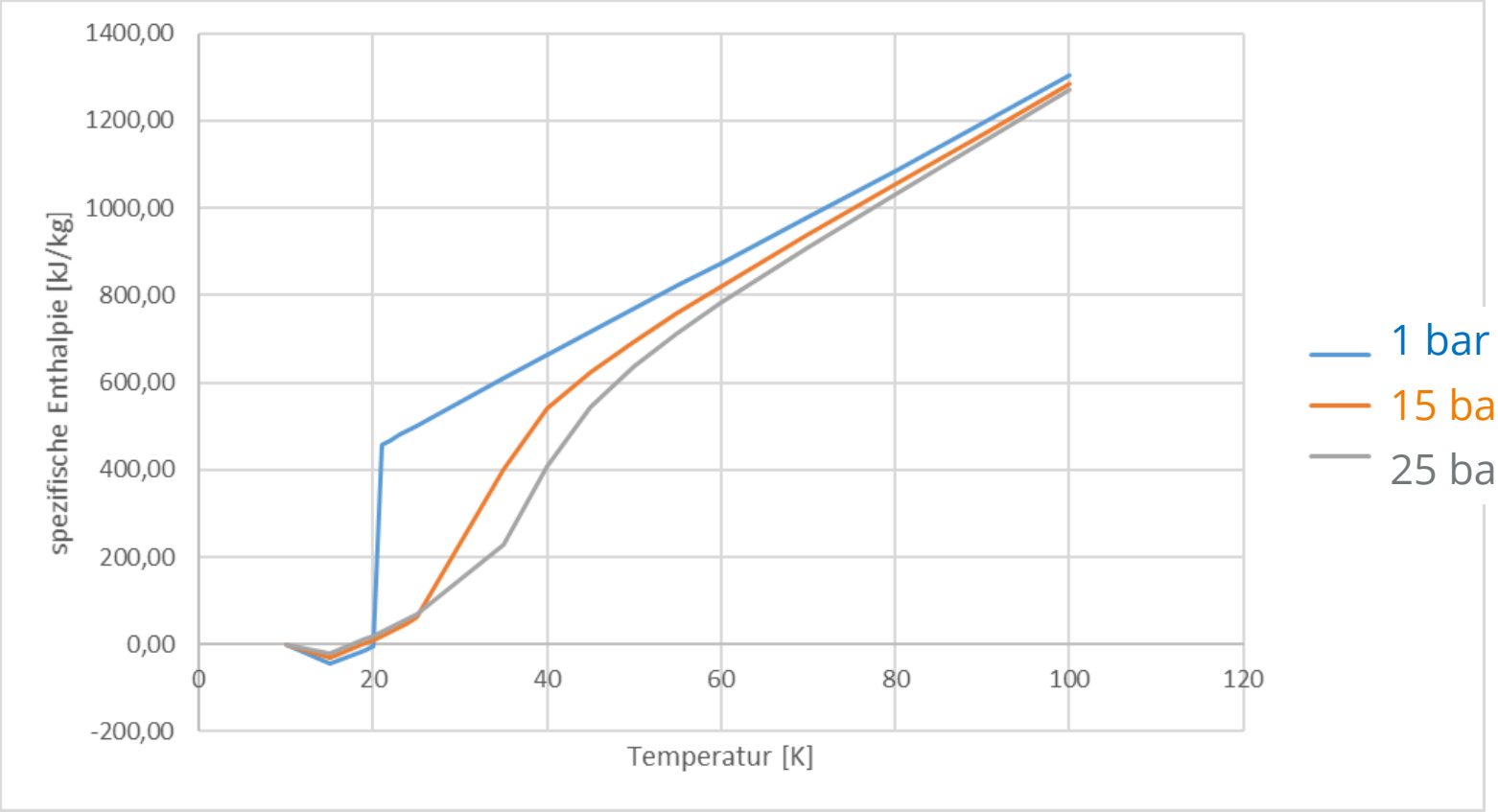
$$e_{He} = 2\ kWh/l_{LHe}$$

(Linde L140, 90 kW Kompressor)

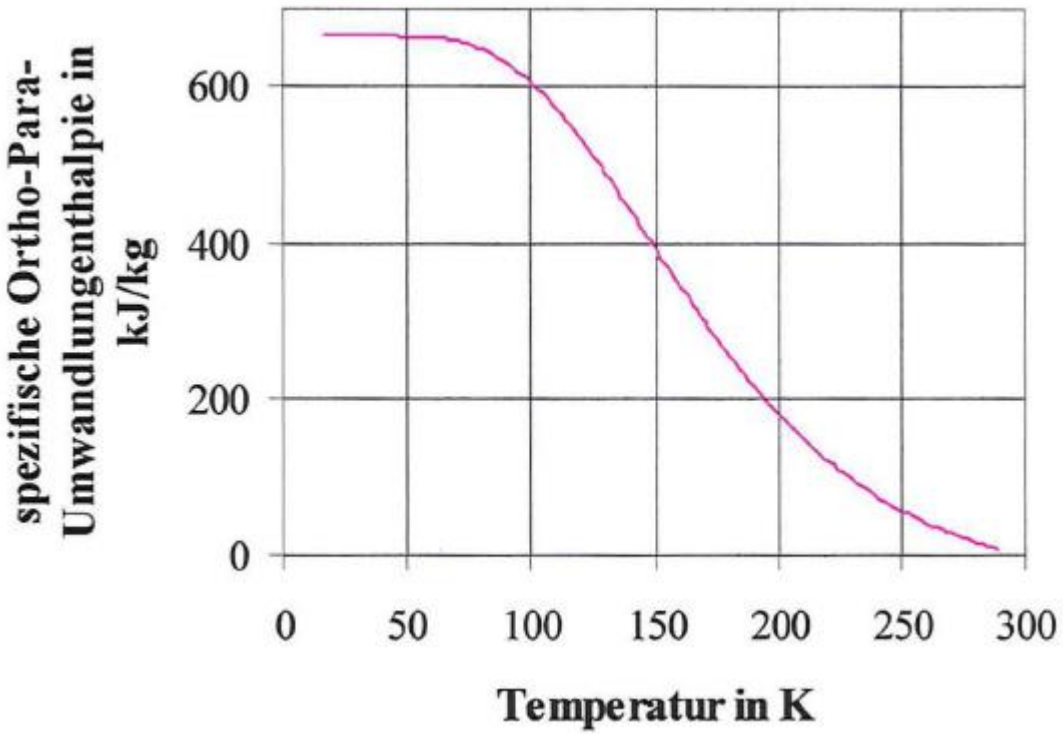
$$i = \frac{\dot{V}_{LHe}}{\dot{V}_{LH_2}} = 2{,}1$$

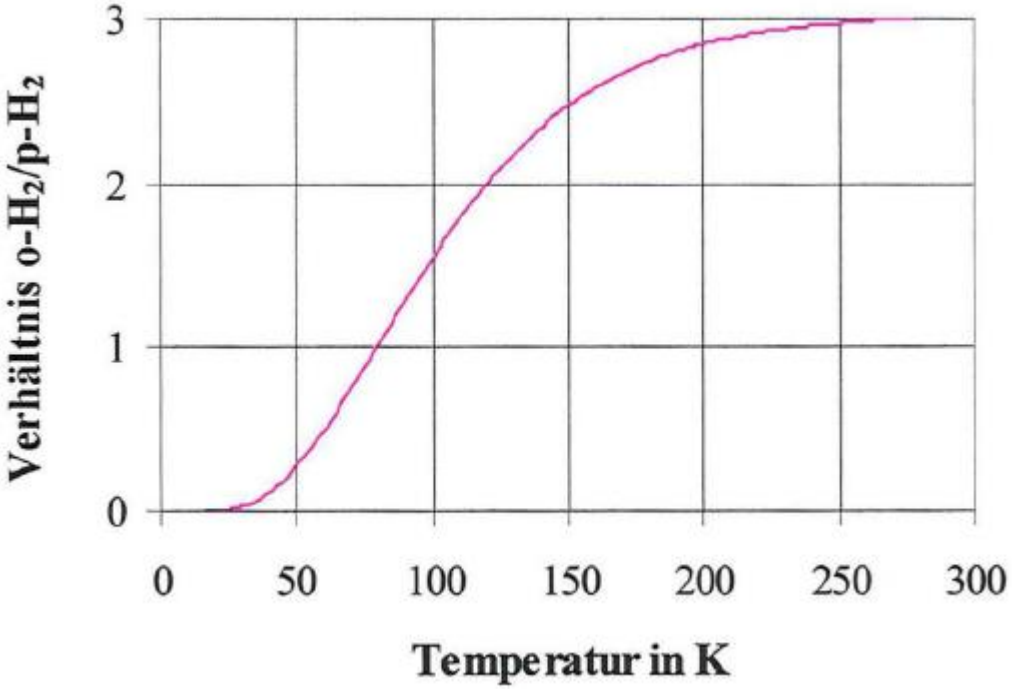
$$\boldsymbol{e = 4{,}2\ kWh/l_{LH_2}}$$

Überkritischer vs. subkritischer Betrieb

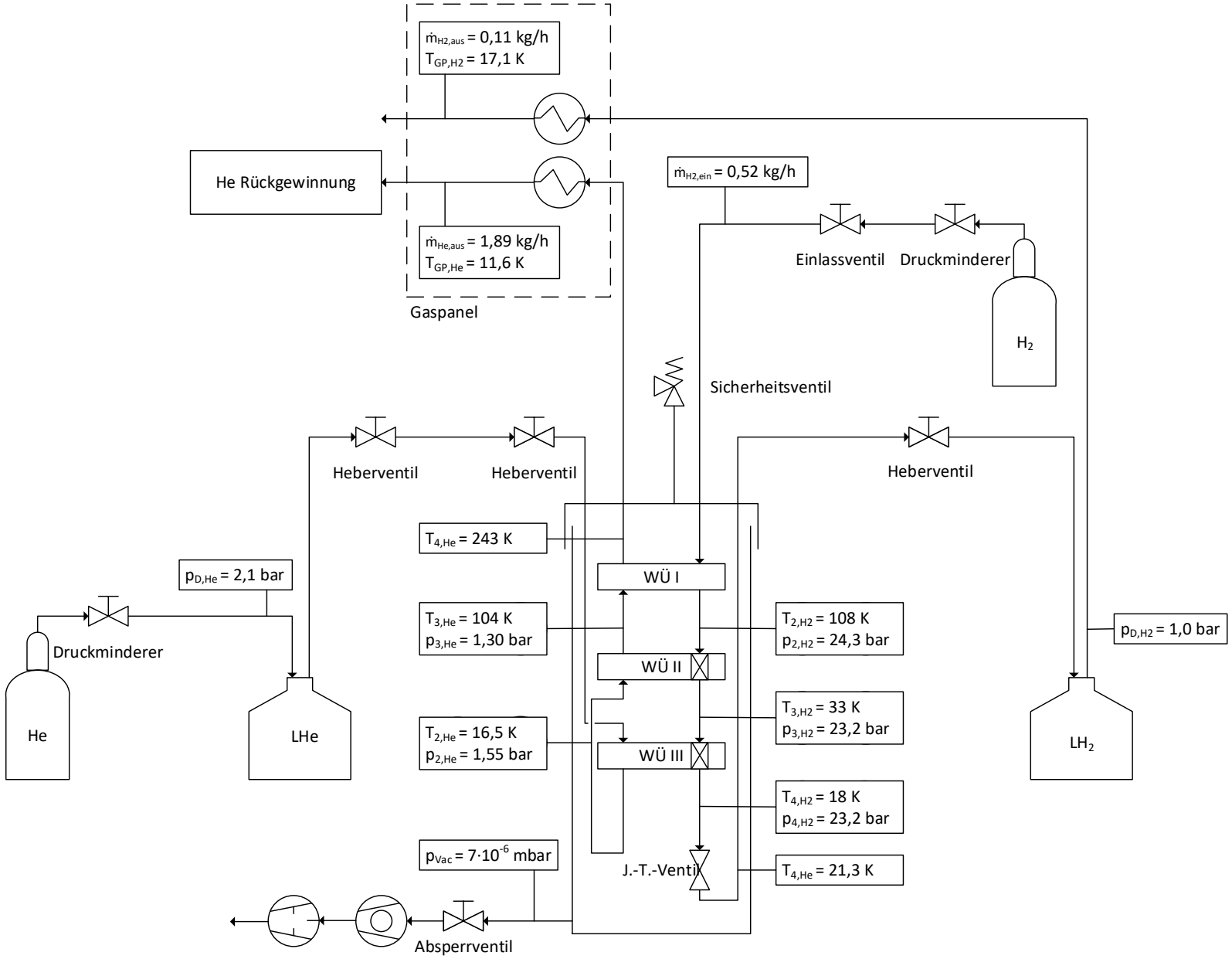


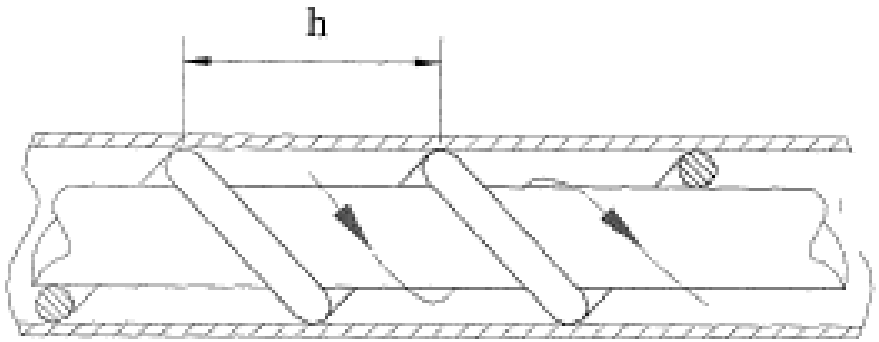
o-p-Umwandlung



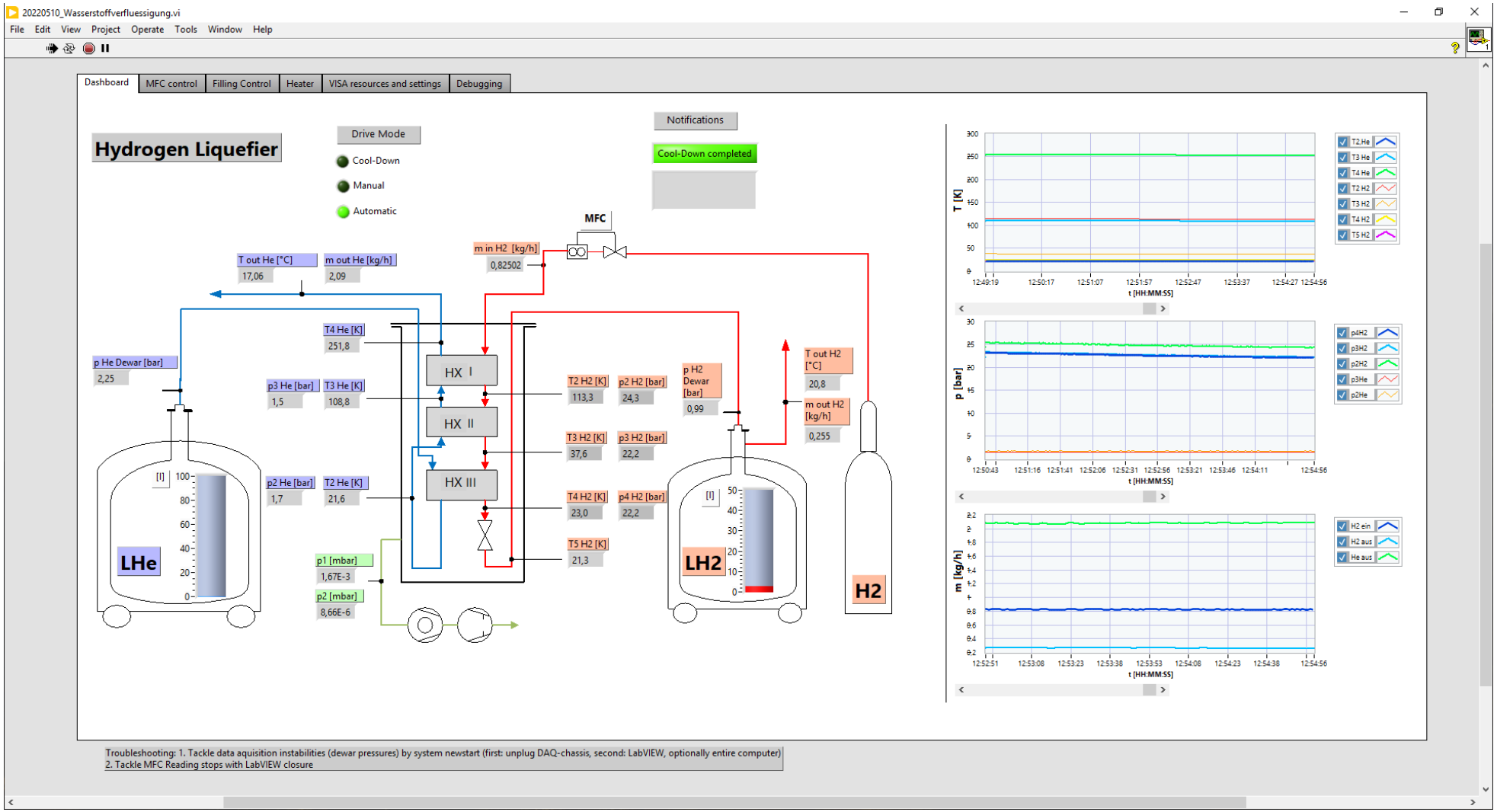


T. Eisel, „Konstruktion einer einfachen Anlage zur Verflüssigung von Wasserstoff", Großer Beleg, TU Dresden, 2002

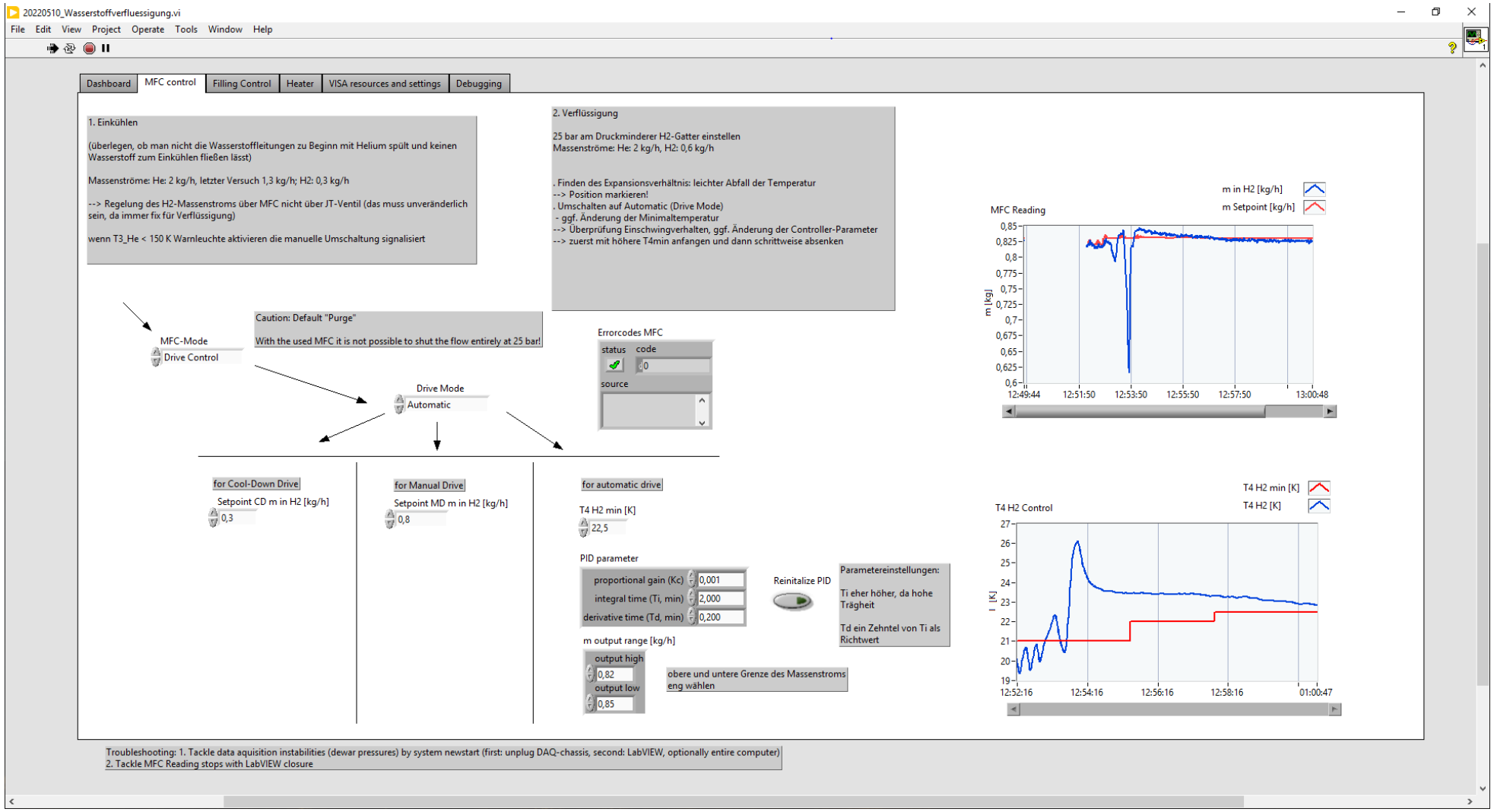
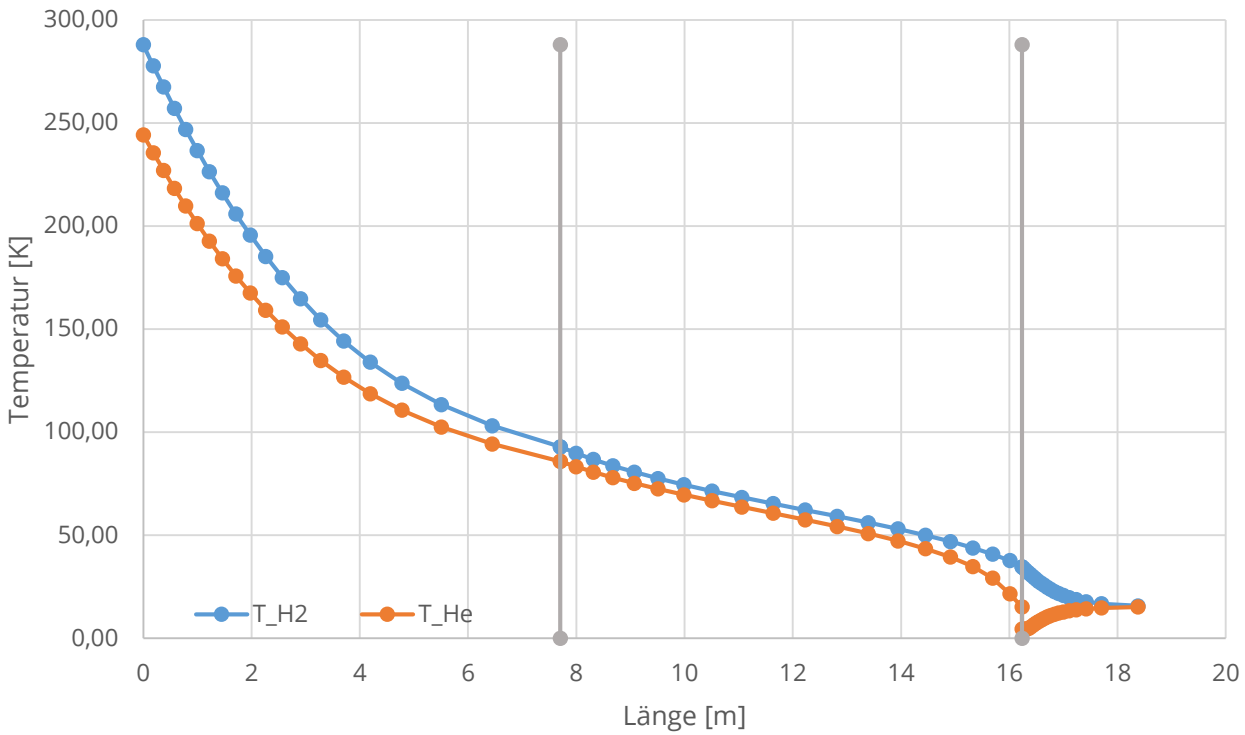

$\dot{m}_{H2,aus}$ = 0,11 kg/h
$T_{GP,H2}$ = 17,1 K
He Rückgewinnung
$\dot{m}_{He,aus}$ = 1,89 kg/h
$T_{GP,He}$ = 11,6 K
Gaspanel
$\dot{m}_{H2,ein}$ = 0,52 kg/h
Einlassventil
Druckminderer
H_2
Sicherheitsventil
Heberventil
Heberventil
Heberventil
$T_{4,He}$ = 243 K
$p_{D,He}$ = 2,1 bar
WÜ I
$T_{3,He}$ = 104 K
$p_{3,He}$ = 1,30 bar
$T_{2,H2}$ = 108 K
$p_{2,H2}$ = 24,3 bar
$p_{D,H2}$ = 1,0 bar
Druckminderer
WÜ II
He
LHe
$T_{2,He}$ = 16,5 K
$p_{2,He}$ = 1,55 bar
WÜ III
$T_{3,H2}$ = 33 K
$p_{3,H2}$ = 23,2 bar
LH_2
$T_{4,H2}$ = 18 K
$p_{4,H2}$ = 23,2 bar
p_{Vac} = 7·10^{-6} mbar
J.-T.-Ventil
$T_{4,He}$ = 21,3 K
Absperrventil



T. Eisel, „Konstruktion einer einfachen Anlage zur Verflüssigung von Wasserstoff", Großer Beleg, TU Dresden, 2002


20220510_Wasserstoffverfluessigung.vi
File Edit View Project Operate Tools Window Help
Dashboard
MFC control
Filling Control
Heater
VISA resources and settings
Debugging
Hydrogen Liquefier
Drive Mode
Cool-Down
Manual
Automatic
Notifications
Cool-Down completed
MFC
m in H2 [kg/h]
0,82502
T out He [°C]
17,06
m out He [kg/h]
2,09
T4 He [K]
251,8
p He Dewar [bar]
2,25
p3 He [bar]
1,5
T3 He [K]
108,8
HX I
HX II
HX III
T2 H2 [K]
113,3
p2 H2 [bar]
24,3
p H2 Dewar [bar]
0,99
T3 H2 [K]
37,6
p3 H2 [bar]
22,2
T4 H2 [K]
23,0
p4 H2 [bar]
22,2
T5 H2 [K]
21,3
T out H2 [°C]
20,8
m out H2 [kg/h]
0,255
p2 He [bar]
1,7
T2 He [K]
21,6
p1 [mbar]
1,67E-3
p2 [mbar]
8,66E-6
LHe
LH2
H2
T [K]
p [bar]
m [kg/h]
t [HH:MM:SS]
T2 He
T3 He
T4 He
T2 H2
T3 H2
T4 H2
T5 H2
p4H2
p3H2
p2H2
p3He
p2He
H2 ein
H2 aus
He aus
Troubleshooting: 1. Tackle data aquisition instabilities (dewar pressures) by system newstart (first: unplug DAQ-chassis, second: LabVIEW, optionally entire computer)
2. Tackle MFC Reading stops with LabVIEW closure

20220510_Wasserstoffverfluessigung.vi
File Edit View Project Operate Tools Window Help
Dashboard
MFC control
Filling Control
Heater
VISA resources and settings
Debugging
Mass Balance of Hydrogen Line
Total transferred H2 mass [kg]
0,15
Remaining H2 mass in system [kg]
0,12
Potential liquid volume [l]
2
Accumulated Mass of Helium Flow
m sum He [kg]
0,38
Initial liquid volume [l]
100
Remaing Liquid in Dewar [l]
100
Performance Control via Balance
Mass of H2 Dewar
Mass
m [kg]
00:33:19
00:41:25
00:46:25
00:51:25
00:56:25
01:01:25
01:06:25
01:11:25
01:16:25
01:21:25
01:26:55
Mass of H2 Dewar [kg]
95,2
Mass constant or increasing after cool-down?
OK
Converted Liquid Volume:
Plant Performance:
liquid hydrogen volume [l]
Liquid volume [l]
1,41163
Liquefaction capacity [l/h]
Troubleshooting: 1. Tackle data aquisition instabilities (dewar pressures) by system newstart (first: unplug DAQ-chassis, second: LabVIEW, optionally entire computer)
2. Tackle MFC Reading stops with LabVIEW closure


20220510_Wasserstoffverfluessigung.vi
File Edit View Project Operate Tools Window Help
Dashboard
MFC control
Filling Control
Heater
VISA resources and settings
Debugging
1. Einkühlen
(überlegen, ob man nicht die Wasserstoffleitungen zu Beginn mit Helium spült und keinen Wasserstoff zum Einkühlen fließen lässt)
Massenströme: He: 2 kg/h, letzter Versuch 1,3 kg/h; H2: 0,3 kg/h
--> Regelung des H2-Massenstroms über MFC nicht über JT-Ventil (das muss unveränderlich sein, da immer fix für Verflüssigung)
wenn T3_He < 150 K Warnleuchte aktivieren die manuelle Umschaltung signalisiert
2. Verflüssigung
25 bar am Druckminderer H2-Gatter einstellen
Massenströme: He: 2 kg/h, H2: 0,6 kg/h
. Finden des Expansionsverhältnis: leichter Abfall der Temperatur
--> Position markieren!
. Umschalten auf Automatic (Drive Mode)
- ggf. Änderung der Minimaltemperatur
--> Überprüfung Einschwingverhalten, ggf. Änderung der Controller-Parameter
--> zuerst mit höhere T4min anfangen und dann schrittweise absenken
MFC-Mode
Drive Control
Caution: Default "Purge"
With the used MFC it is not possible to shut the flow entirely at 25 bar!
Errorcodes MFC
status
code
0
source
Drive Mode
Automatic
for Cool-Down Drive
Setpoint CD m in H2 [kg/h]
0,3
for Manual Drive
Setpoint MD m in H2 [kg/h]
0,8
for automatic drive
T4 H2 min [K]
22,5
PID parameter
proportional gain (Kc)
0,001
integral time (Ti, min)
2,000
derivative time (Td, min)
0,200
Reinitalize PID
Parametereinstellungen:
Ti eher höher, da hohe Trägheit
Td ein Zehntel von Ti als Richtwert
m output range [kg/h]
output high
0,82
output low
0,85
obere und untere Grenze des Massenstroms eng wählen
MFC Reading
m in H2 [kg/h]
m Setpoint [kg/h]
m [kg]
0,85
0,825
0,8
0,775
0,75
0,725
0,7
0,675
0,65
0,625
0,6
12:49:44
12:51:50
12:53:50
12:55:50
12:57:50
13:00:48
T4 H2 Control
T4 H2 min [K]
T4 H2 [K]
T [K]
27
26
25
24
23
22
21
20
19
12:52:16
12:54:16
12:56:16
12:58:16
01:00:47
Troubleshooting: 1. Tackle data aquisition instabilities (dewar pressures) by system newstart (first: unplug DAQ-chassis, second: LabVIEW, optionally entire computer)
2. Tackle MFC Reading stops with LabVIEW closure

H2-Verflüssiger 2.0