

Institut für Luft- und Kältetechnik Dresden gGmbH

**DKV-Tagung 2020**

**Entwicklung eines Sublimations-WÜ für Tieftemperaturkühlung**

# ILK Dresden



## Institut für Luft- und Kältetechnik

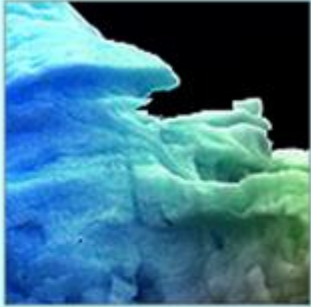
- ▶ Unabhängiges, gemeinnütziges Forschungsinstitut
- ▶ Gründung 1964
- ▶ Neugründung 1990
- ▶ ca. 150 Mitarbeiter ( > 70% mit Hochschul-Abschluss)
- ▶ > 3.000 m<sup>2</sup> Versuchsfläche
- ▶ F&E: ÖH (60%) / Industrie (40%)
  - Industriennahe Forschung
  - Dienstleistungen (Messungen, Planungen, Beratungen)
  - Prüfstände, Prototypanlagen
  - Vorlaufforschung
  - Technologietransfer







## HB1



### **Kryotechnik & Tieftemperaturphysik**

Cryocooler  
Kryostaten  
Wasserstoff  
He-II  
Biologie

## HB2



### **Kälte- & Wärmepumpentechnik**

Kühlschränke  
Wärmepumpen  
Verdichter  
Wärmetauscher  
Prüfstände  
Stoffdaten

## HB3



### **Luft- und Klimatechnik**

Klimatechnik  
Akustik  
Fluid Dynamik  
Luftreinhaltung

## HB4



### **Angewandte Werkstofftechn.**

KM/Öl/Werkstoff  
Analytik  
Lecksuche  
Photovoltaik  
Wärmespeicher

## HB5



### **Angewandte Energietechnik**

KWS mit Wasser  
Vakuumeis  
Entsalzung  
Absorption  
KWK-Kopplung

# Forschungsprojekt „Entwicklung eines Sublimations-WÜ für Tieftemperaturkühlung“



Fördermaßnahme im Rahmen „INNO-KOM“  
Modul „Marktorientierte Forschung und Entwicklung“



Bundesministerium  
für Wirtschaft  
und Energie

Bearbeitung: 07/2018 bis 12/2020

Kooperationsprojekt innerhalb des ILK zwischen Hauptbereichen 2 und 4

# Kälteerzeugung (mittels Kaltdampfprozess) bei Temperaturen unter -50°C

Bezeichnung	Kältemittel	NSP [°C]	T krit. [°C]	Brennbar	GWP <sub>100y</sub> [x]	Preis
Methan	R-50	-161	-83	ja	28 [1]	niedrig
Ethan	R-170	-89	32	ja	5,5 [2]	niedrig
Ethylen	R-1150	-104	9	ja	3,7 [2]	niedrig
Trifluormethan	R-23	-82	26	nein	12400 [1]	stark steigend
Tetrafluormethan	R-14	-128	-46	nein	6630 [1]	stark steigend
Hexafluorethan	R-116	-78	20	nein	11100 [1]	stark steigend
R-23/R-116 [46:54]	R-508B	-88	11	nein	13396 [2]	stark steigend
Fluormethan	R-41	-78	44	ja	116 [1]	extrem hoch
Fluorethen	R-1141	-72	55	ja	<1 [1]	
Distickstoffmonoxid	R-744A	-88	36	nein/oxidierend	265 [1]	niedrig
Xenon	R-831	-108	17	nein	-	extrem hoch
Krypton	R-784	-153	-64	nein	-	hoch

[1] IPCC AR5

[2] Neilorme.com/RefrigerantDataSheet.html

# TEWI calculation for refrigeration at -78.5°C (fictional refrigeration system 1 kW)

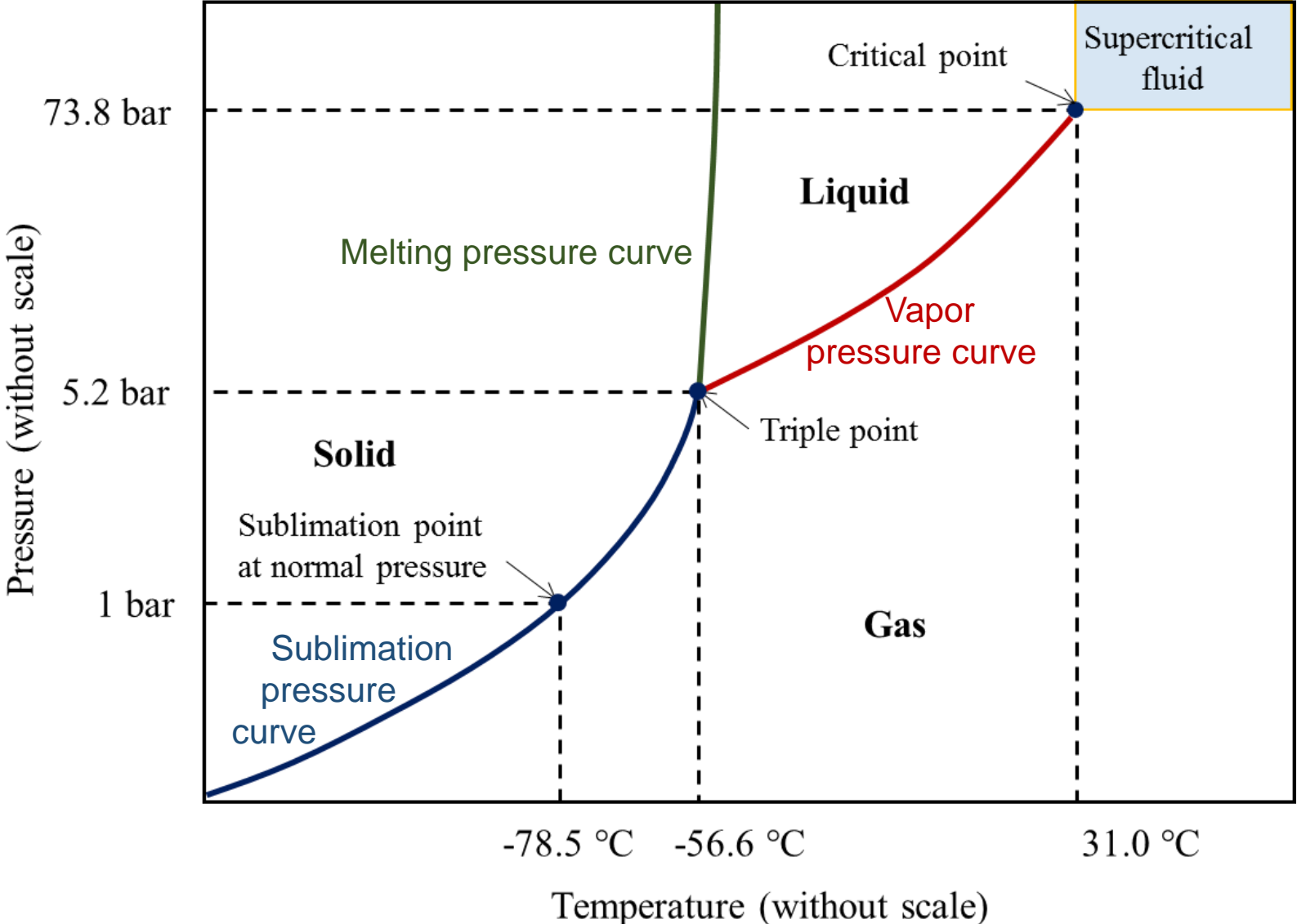
## Comparison of CO<sub>2</sub> dry ice sublimation with cascade R-404A / R-23

		(a) CO <sub>2</sub> -dry ice sublimation	(b) Cascade chiller R-23 / R-404A	
<b>Set point values</b>				
<b>Refrigerant</b>		R-744	R-23	R-404A
<b>GWP</b>		1	14,800	3,922
<b>m: refrigerant refill capacity</b>	kg	1	0.16	0.137
<b>L: leakage rate (practical value 2 % per year)</b>	kg/a	0.02	0.0032	0.00274
<b><math>\alpha_{\text{Recovery}}</math>: recovery factor / recycling</b>		0.9	0.9	0.9
<b>n: operation time of the system</b>	a	15	15	
<b>operation hours per day</b>	h/d	18	18	
<b>operation days per year</b>	d/a	365	365	
<b><math>E_{\text{year}}</math>: energy consumption of the system</b>	kW	1.253	0.61	0.73
<b><math>\beta</math>: CO<sub>2</sub>-emission per kWh energy</b>	kg/kWh	0.401	0.401	
<b>Direct and indirect parts of TEWI</b>				
<b>Direct part (leakage) [GWP x L x n]</b>	kg	0.3	710	161
<b>Direct part (end of life recovery loss) [GWP x m x (1-<math>\alpha_{\text{Recovery}}</math>)]</b>	kg	0.1	237	54
<b>Indirect greenhouse effect [n x <math>E_{\text{year}}</math> x <math>\beta</math>]</b>	kg	49,517	24,106	28,849
<b>TEWI value as sum of direct and indirect parts</b>				
<b>TEWI value</b>	kg	49,517	25,053	29,064
<b>TEWI value of the whole system (cascade)</b>	kg	49,517	54,117	

← IPCC AR4  
(GWP-Werte in F-Gase-VO)

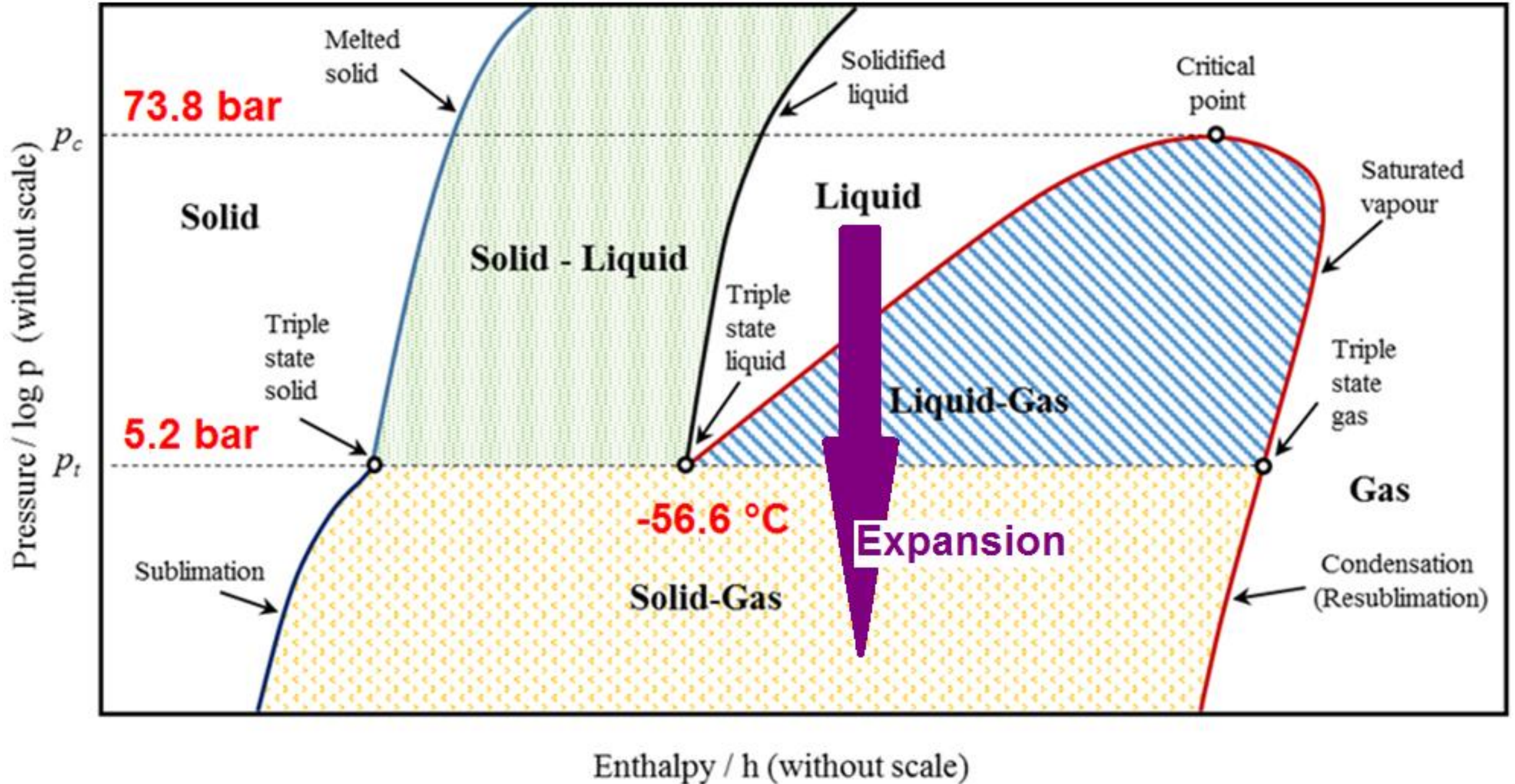
← [www.umweltbundesamt.de](http://www.umweltbundesamt.de)  
CO<sub>2</sub>-Emissionsfaktor für  
Strommix Deutschland 2019

# p,t-Diagramm für CO<sub>2</sub>



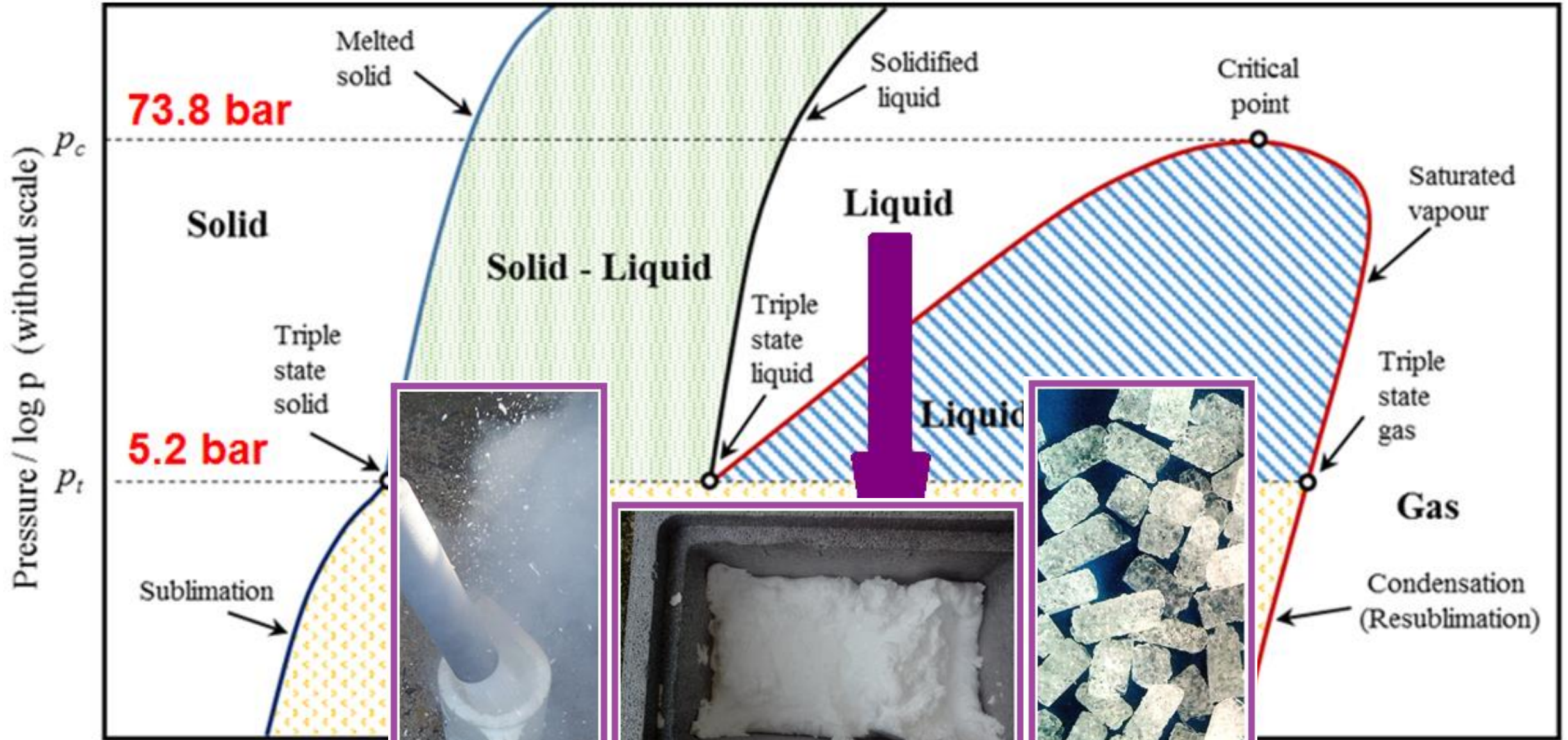


# log p,h-Diagramm für CO<sub>2</sub>

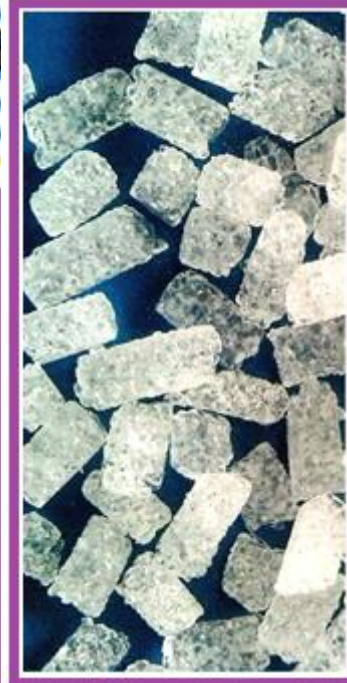




# log p,h-Diagramm für CO<sub>2</sub>

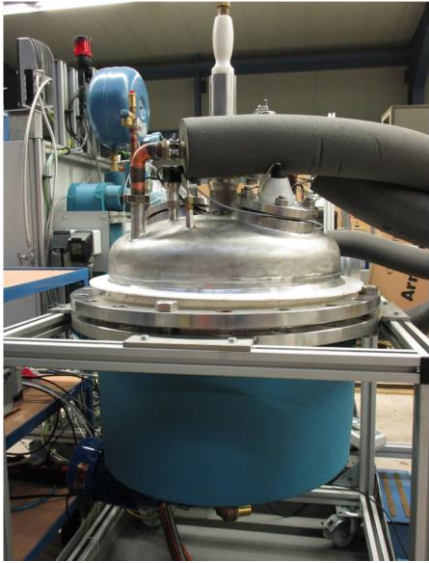


Formen von  
Trockeneis:

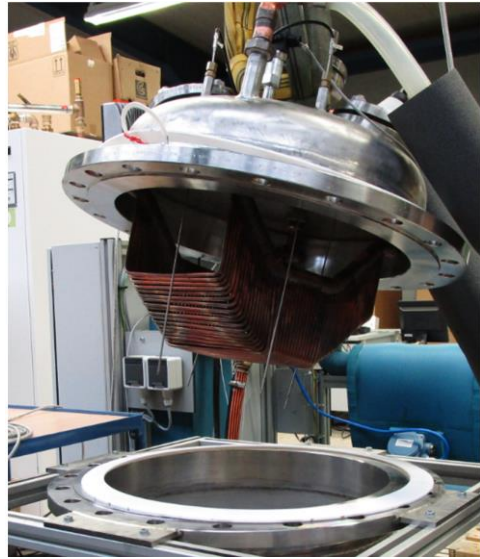




# Vorangegangene Untersuchungen verschiedener Sublimations-Varianten

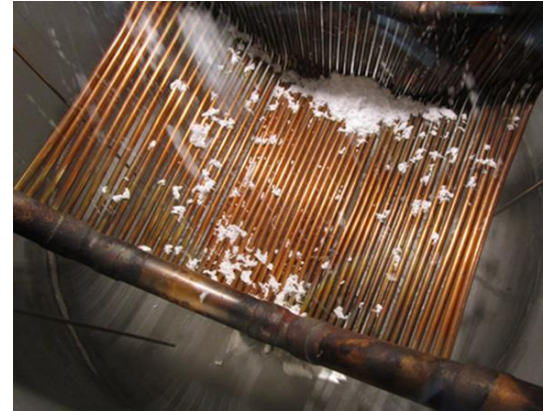


**Sublimations-  
Behälter**

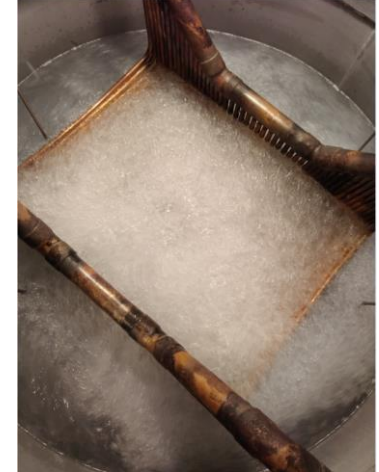


**Installation von  
verschiedenen WÜ**

experi-  
mentelle  
Unter-  
suchungen



**„Trocken-Sublimation“**  
- Schlechte Benetzung  
der WÜ-Oberfläche  
- Effizienz nur ca. 20%

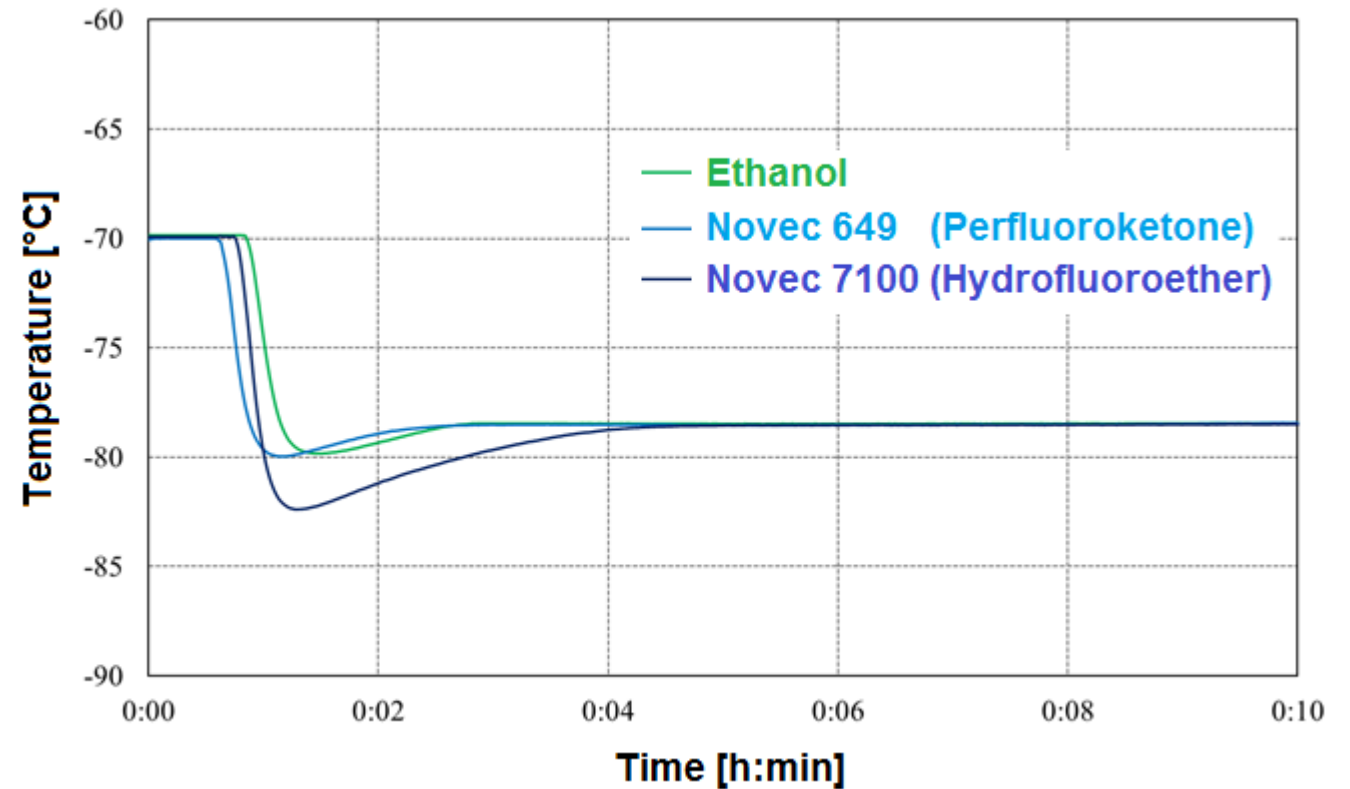


**„Lösung-Sublimation“**  
- Sublimation in einem  
geeigneten Fluid  
- gute Effizienz

# Voruntersuchungen zu einem geeigneten Fluid für die Lösung-Sublimation



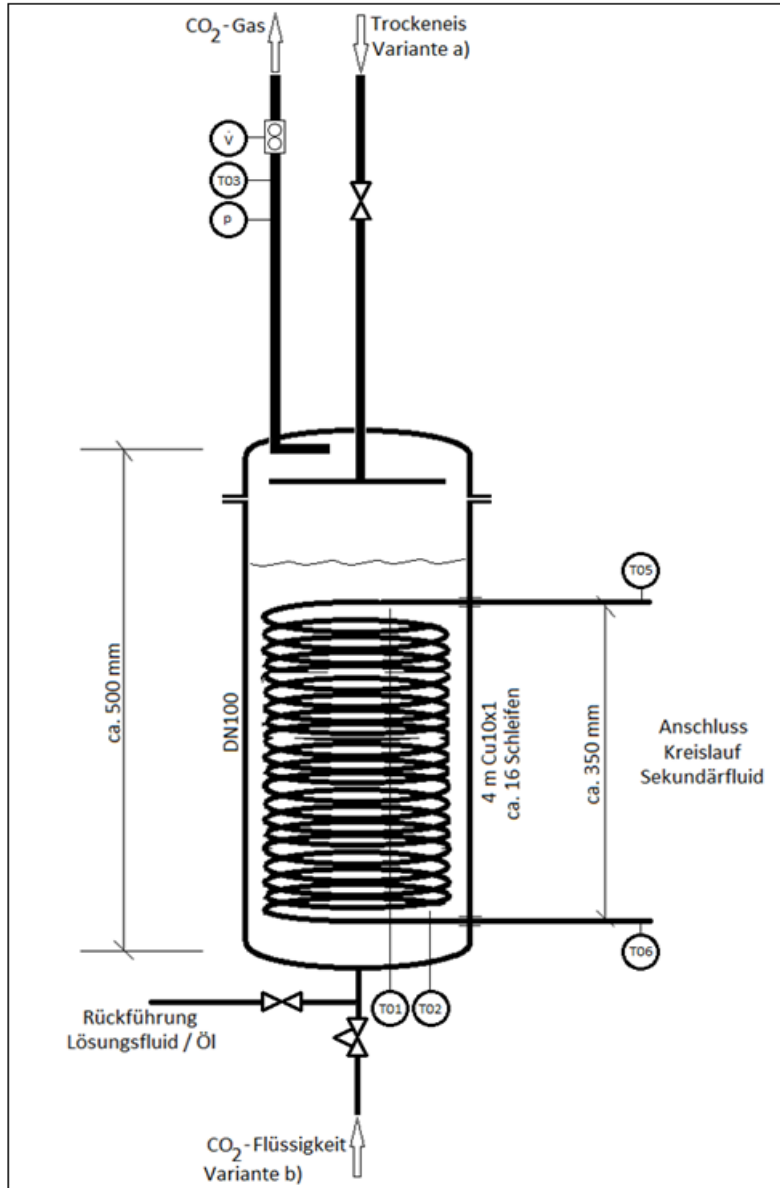
Autoklav-System für die Voruntersuchungen



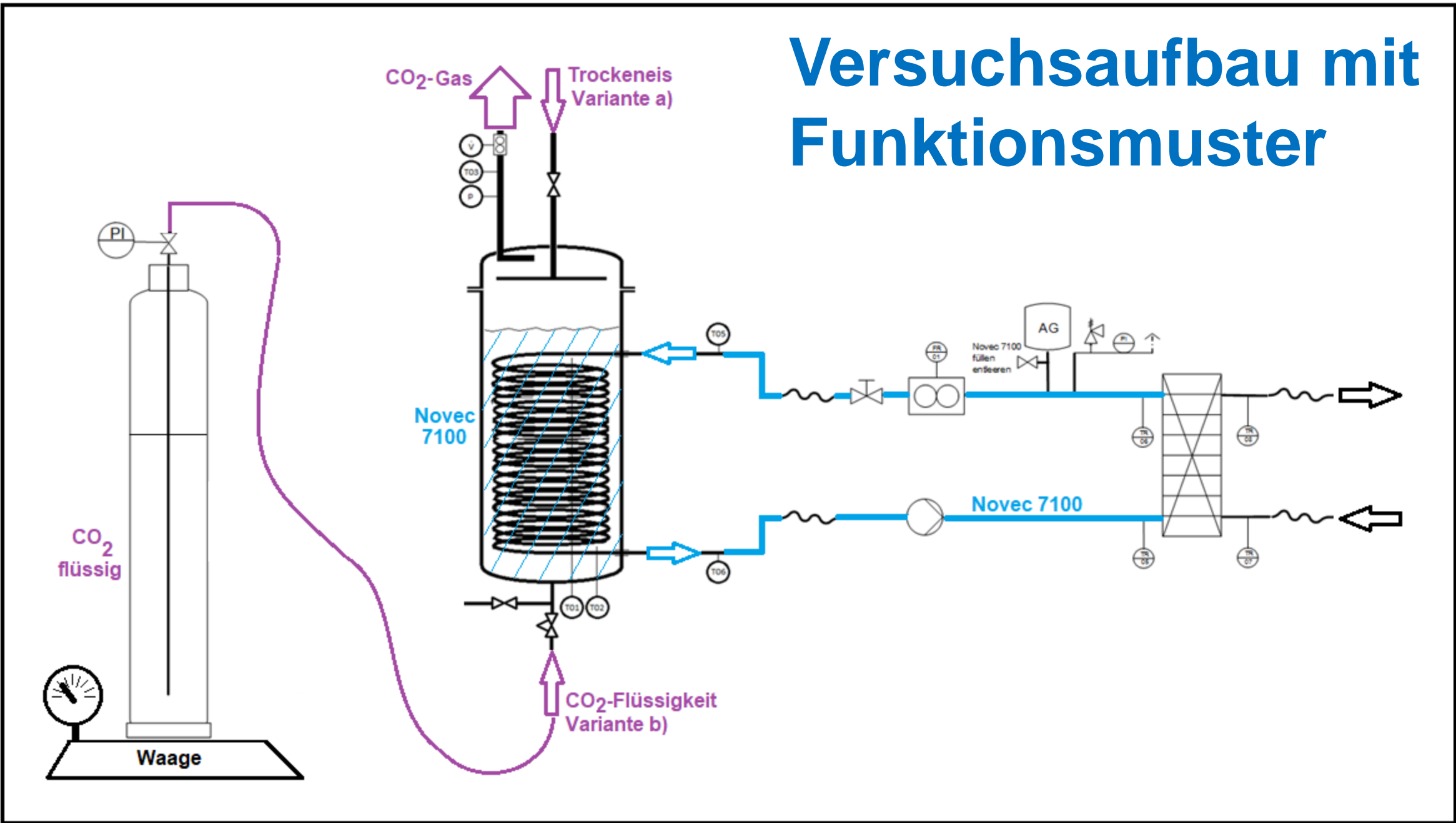
Abkühlkurven:  
CO<sub>2</sub>-Trockeneis im Gemisch mit verschiedenen Fluiden  
(Unterschreitung der Sublimationstemperatur (-78,5°C bei 1 bar)  
aufgrund des endothermen Lösungsenthalpie-Effekts)



# Funktionsmuster für Sublimations-WÜ (Lösung-Sublimation)

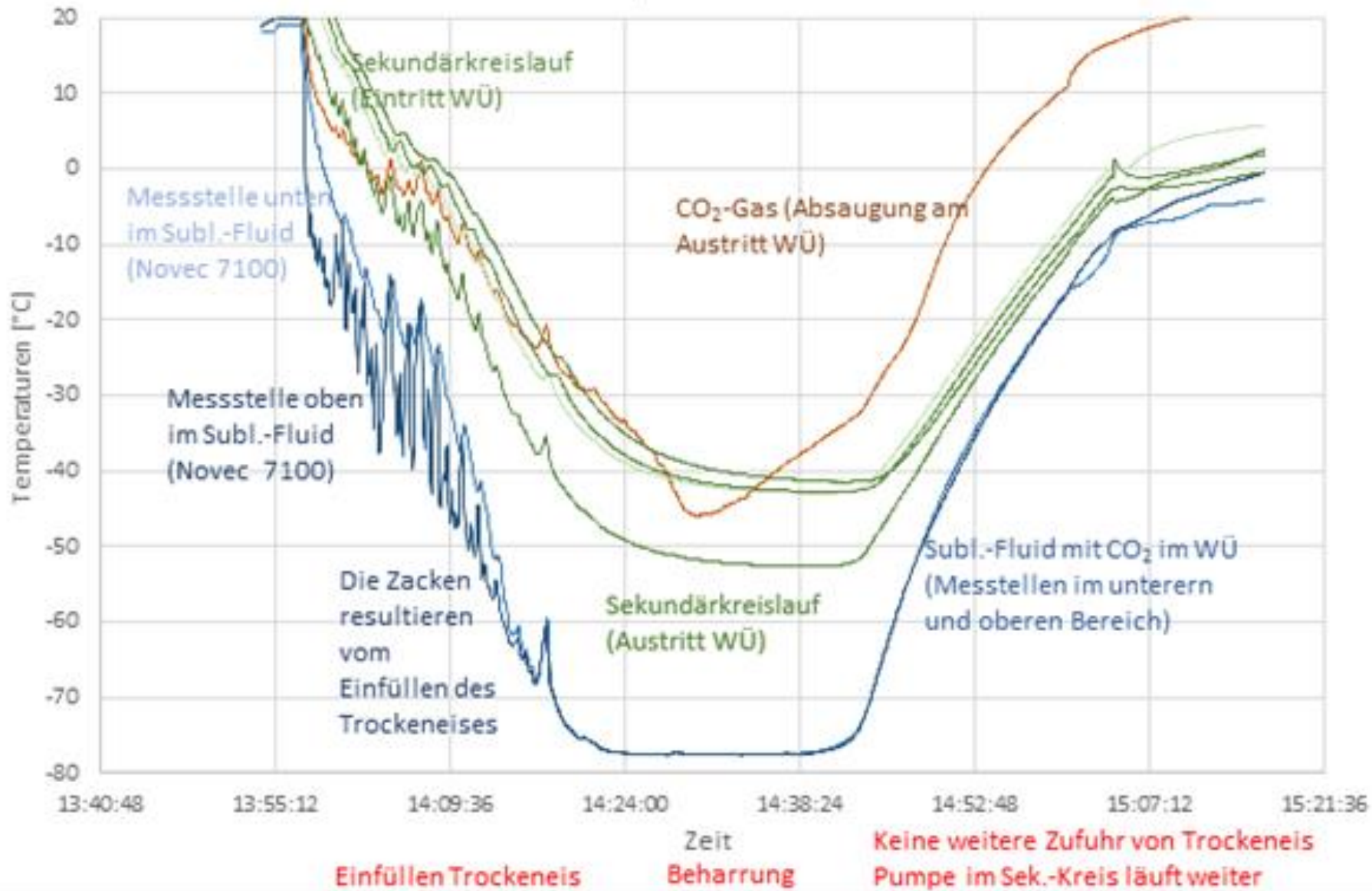


# Versuchsaufbau mit Funktionsmuster



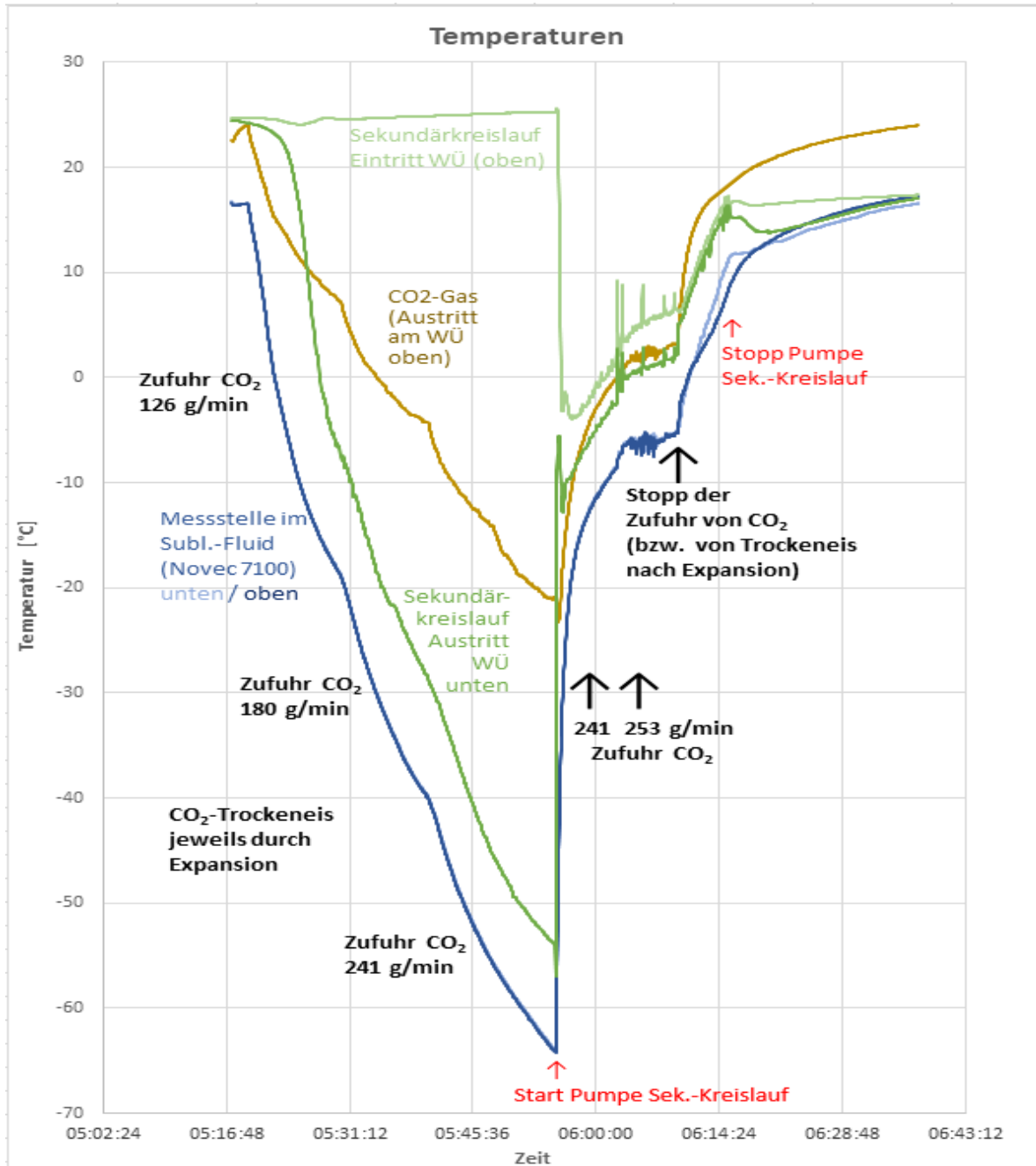
## Test Variante a)

Temperaturen



- Zufuhr der Trockeneis-Pellets von oben in den Behälter
- Permanente Zirkulation des Sekundärfluids
- Synchrone Abkühlung von Sublimationslösung und Sekundärfluid

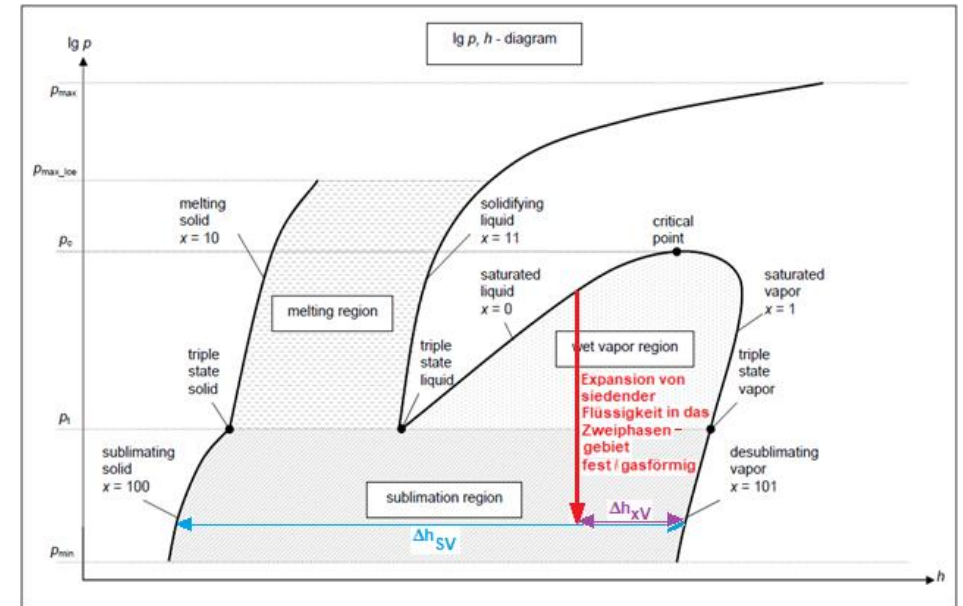
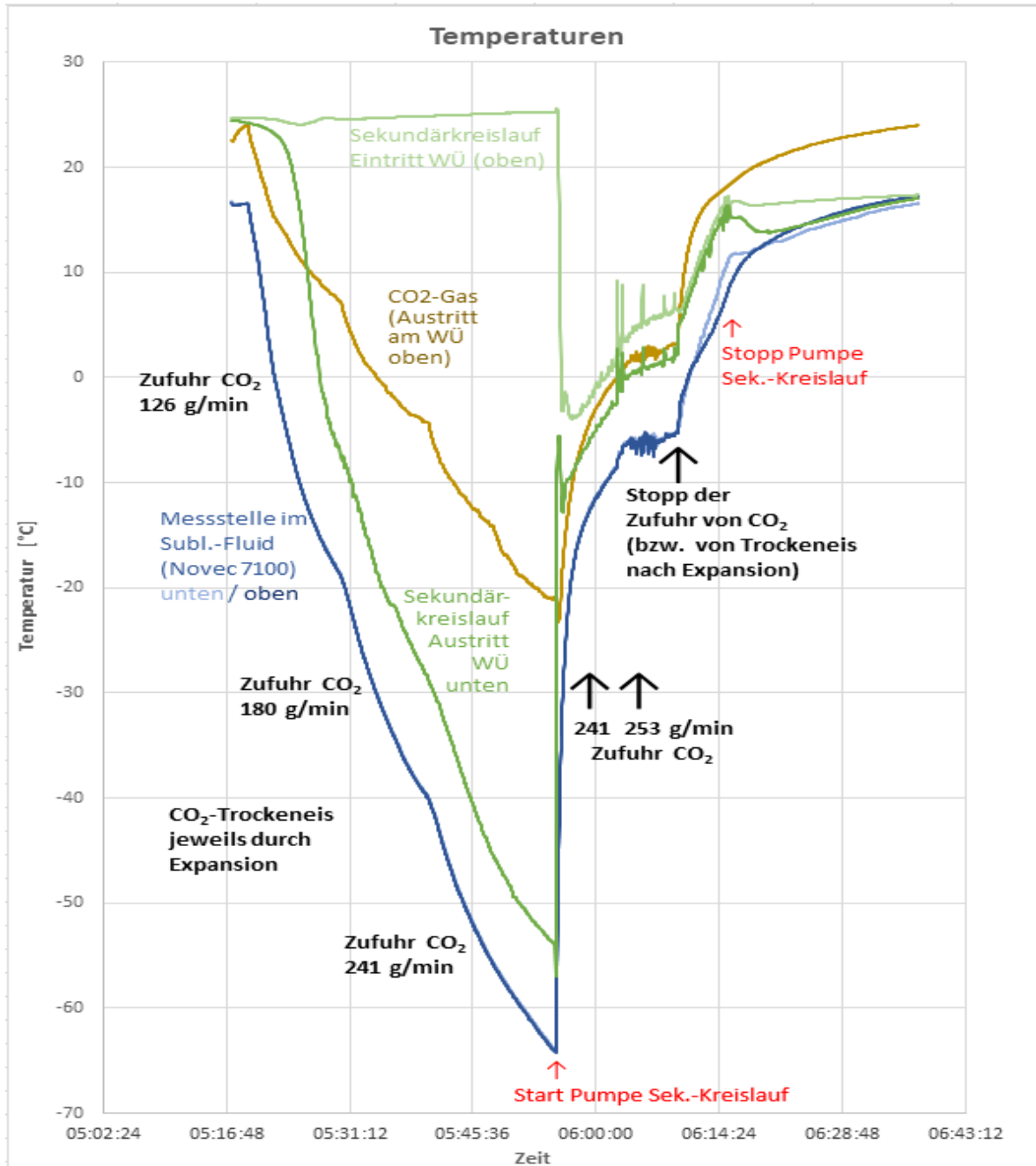




## Test Variante b)

- Zufuhr der CO<sub>2</sub>-Flüssigkeit von unten
- Bildung von Trockeneis/Gas durch Expansion der CO<sub>2</sub>-Flüssigkeit
- Durchmischung der Sublimationslösung (keine Temperaturschichtung)
- Einschalten der Zirkulationspumpe für Sekundärfluid nach Erreichen tiefer Temperatur der Sublimationslösung
- Schneller Temperaturanstieg bei Sublimationslösung und Sekundärfluid
- Abbremsen des Temperaturanstiegs durch erneute CO<sub>2</sub>-Zufuhr und Expansion zur Trockeneisbildung

# Test Variante b)



$t_{Umgebung}$	23 °C
$p_{CO_2\text{-Flasche}}$	61,4 bar
$h_{Flüssig}$	-240,1 kJ/kg
Drossel-Expansion auf 1 bar ( $t_{Sublimation} -78,6^\circ\text{C}$ )	
$x$ (bei $-78,6^\circ\text{C}$ )	0,7280
$\Delta h_{SV}$	573,02 kJ/kg
$\Delta h_{xV}$	155,84 kJ/kg

Berechnung mit Stoffwertberechnungsprogramm LibCO2.xlsx

# Test Variante b)

CO<sub>2</sub>-Trockeneis  
jeweils durch  
Expansion von  
flüssigem CO<sub>2</sub>

mittl. Temp.: -1,5°C  
mittl. cp: 1,3 kJ/(kg K)  
ΔT (Tmittl ... -78,6°C): 77,1 K

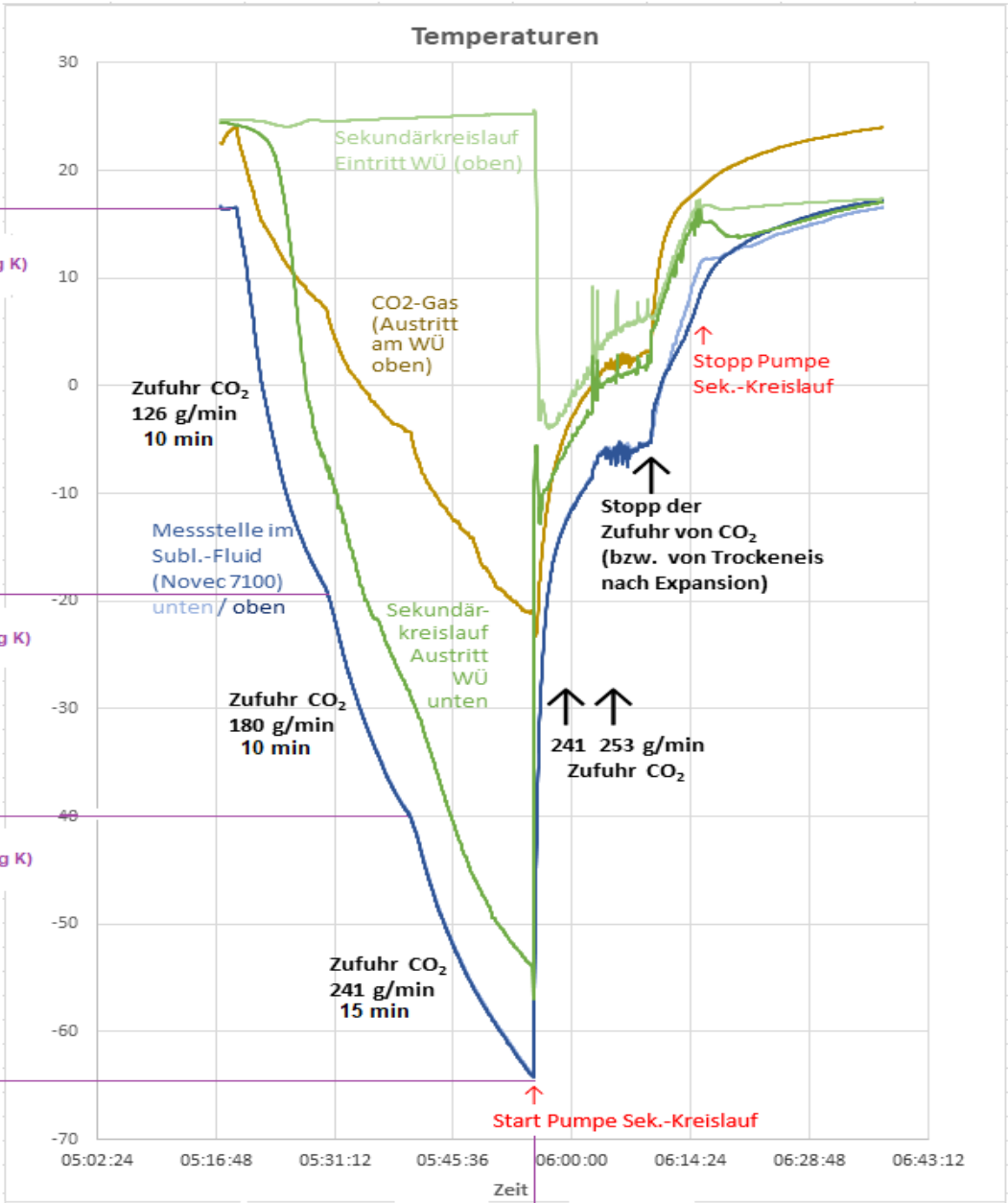
Q<sub>xv</sub>: 0,317 kW  
Q<sub>ep</sub>: 0,210 kW

mittl. Temp.: -30°C  
mittl. cp: 0,95 kJ/(kg K)  
ΔT (Tmittl ... -78,6°C): 48,6 K

Q<sub>xv</sub>: 0,453 kW  
Q<sub>ep</sub>: 0,138 kW

mittl. Temp.: -52°C  
mittl. cp: 0,83 kJ/(kg K)  
ΔT (Tmittl ... -78,6°C): 26,6 K

Q<sub>xv</sub>: 0,607 kW  
Q<sub>ep</sub>: 0,089 kW



Sublimationswärme des  
erzeugten Trockeneises: 0,28 kWh  
sensible Wärme  
(Erwärmung des kalten CO<sub>2</sub>-Gases): 0,08 kWh  
Σ Q<sub>xv</sub> + Q<sub>ep</sub> : 0,36 kWh

35 min	14 min
CO <sub>2</sub> -Zufuhr: ca. 6,9 kg	CO <sub>2</sub> -Zufuhr: ca. 2,8 kg
Δh <sub>xv</sub> : 155,84 kJ/kg	Δh <sub>xv</sub> : 155,84 kJ/kg



# Test Variante b)

Abkühlung von Umgebungstemperatur bis ca.  $-65^{\circ}\text{C}$   
(bis Start Pumpe Sekundärkreis)

CO<sub>2</sub>-Trockeneis  
jeweils durch  
Expansion von  
flüssigem CO<sub>2</sub>

mittl. Temp.:  $-1,5^{\circ}\text{C}$   
mittl. cp:  $1,3 \text{ kJ}/(\text{kg K})$   
 $\Delta T$  (Tmittl ...  $-78,6^{\circ}\text{C}$ ):  $77,1 \text{ K}$

Q<sub>xv</sub>:  $0,317 \text{ kW}$   
Q<sub>cp</sub>:  $0,210 \text{ kW}$

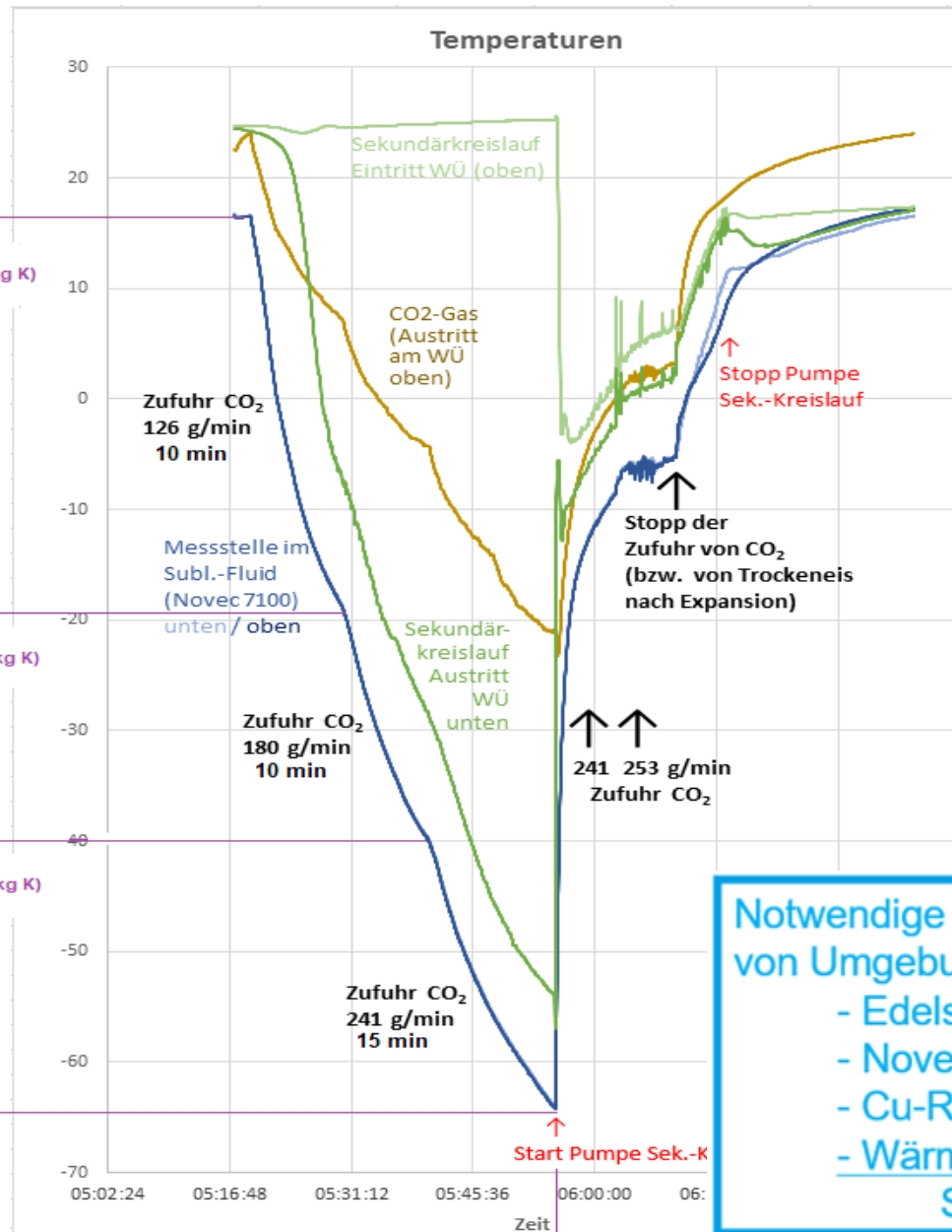
mittl. Temp.:  $-30^{\circ}\text{C}$   
mittl. cp:  $0,95 \text{ kJ}/(\text{kg K})$   
 $\Delta T$  (Tmittl ...  $-78,6^{\circ}\text{C}$ ):  $48,6 \text{ K}$

Q<sub>xv</sub>:  $0,453 \text{ kW}$   
Q<sub>cp</sub>:  $0,138 \text{ kW}$

mittl. Temp.:  $-52^{\circ}\text{C}$   
mittl. cp:  $0,83 \text{ kJ}/(\text{kg K})$   
 $\Delta T$  (Tmittl ...  $-78,6^{\circ}\text{C}$ ):  $26,6 \text{ K}$

Q<sub>xv</sub>:  $0,607 \text{ kW}$   
Q<sub>cp</sub>:  $0,089 \text{ kW}$

Sublimationswärme des  
erzeugten Trockeneises:  $0,28 \text{ kWh}$   
sensible Wärme  
(Erwärmung des kalten CO<sub>2</sub>-Gases):  $0,08 \text{ kWh}$   
 $\Sigma Q_{xv} + Q_{cp} : 0,36 \text{ kWh}$



35 min  
CO<sub>2</sub>-Zufuhr: ca. 6,9 kg  
 $\Delta h_{xv}$ :  $155,84 \text{ kJ}/\text{kg}$

14 min  
CO<sub>2</sub>-Zufuhr: ca. 2,8 kg  
 $\Delta h_{xv}$ :  $155,84 \text{ kJ}/\text{kg}$

CO<sub>2</sub>-Zufuhr: ca. 6,9 kg

Sublimationswärme des  
erzeugten Trockeneises:  $0,28 \text{ kWh}$

sensible Wärme  
(Erwärmung des kalten CO<sub>2</sub>-Gases):  $0,08 \text{ kWh}$

$\Sigma Q_{xv} + Q_{cp} : 0,36 \text{ kWh}$

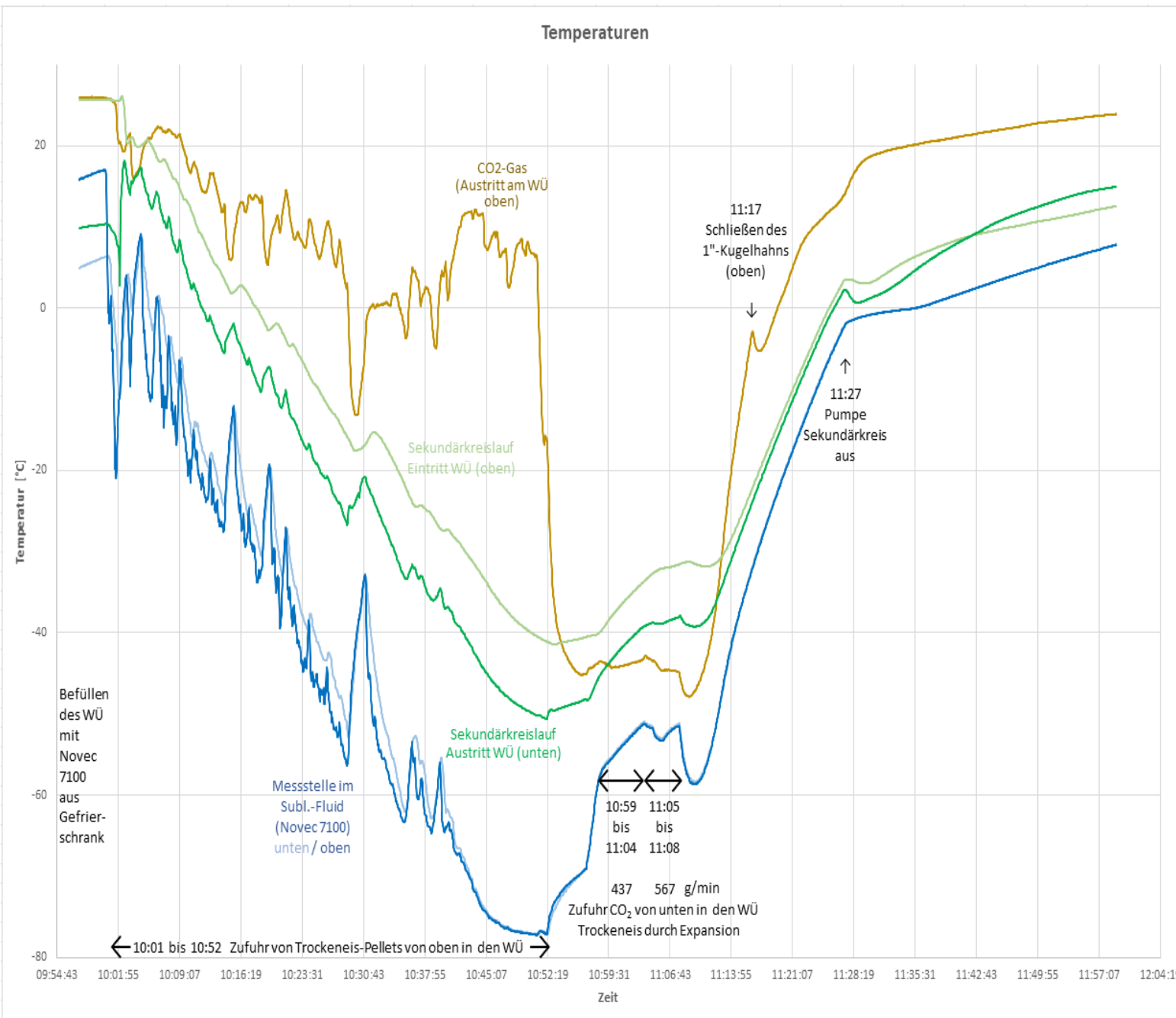
Notwendige Energie zur Abkühlung des Sublimator-WÜ  
von Umgebungstemperatur bis  $-78,5^{\circ}\text{C}$  (Sublimationstemperatur von CO<sub>2</sub> bei 1 bar):

- Edelstahlbehälter (ca. 10 kg)  $452 \text{ kJ}$   $0,125 \text{ kWh}$
- Novec7100 im Behälter (ca. 3,2 l)  $435 \text{ kJ}$   $0,121 \text{ kWh}$
- Cu-Rohrschlange im Behälter incl. Novec7100  $73 \text{ kJ}$   $0,020 \text{ kWh}$
- Wärmeverluste an Umgebung  $53 \text{ W}$   $0,044 \text{ kWh}$

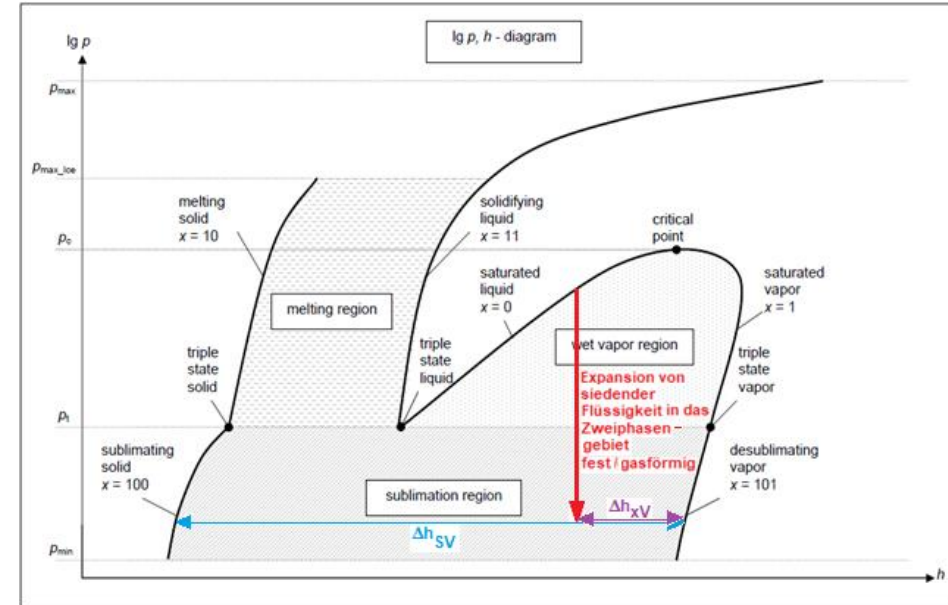
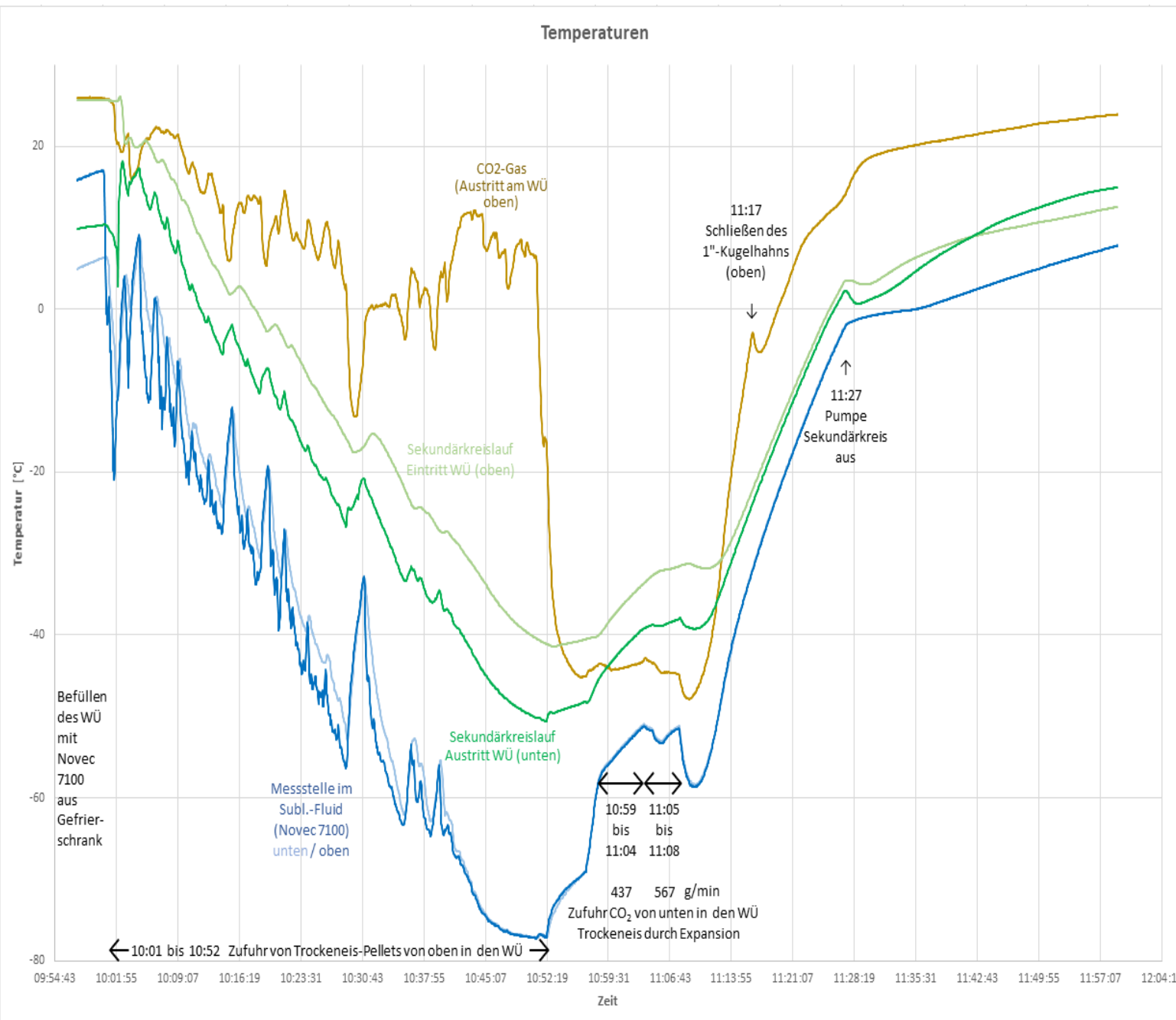
Summe  $0,310 \text{ kWh}$

## Test Varianten a) / b)

- Herunterkühlen von Sublimationslösung und Sekundärfluid durch Zufuhr Trockeneis pellets von oben (Variante a)
- Ab Erreichen von  $-78,5^{\circ}\text{C}$ :  $\text{CO}_2$ -Zufuhr von unten, Trockeneisbildung durch Expansion (Variante b)
- Abschwächung bzw. Abfangen der Erwärmung von Sublimationslösung und Sekundärfluid durch weitere  $\text{CO}_2$ -Zufuhr von unten



# Test Varianten a) / b)



$t_{\text{Umgebung}}$	21 °C
$p_{\text{CO}_2\text{-Flasche}}$	58,6 bar
$h_{\text{flüssig}}$	-247,4 kJ/kg
Drossel-Expansion auf 1 bar ( $t_{\text{sublimation}} -78,6^\circ\text{C}$ )	
$x$ (bei $-78,6^\circ\text{C}$ )	0,7152
$\Delta h_{sv}$	573,02 kJ/kg
$\Delta h_{xv}$	163,18 kJ/kg

Berechnung mit Stoffwertberechnungsprogramm LibCO2.xlsx

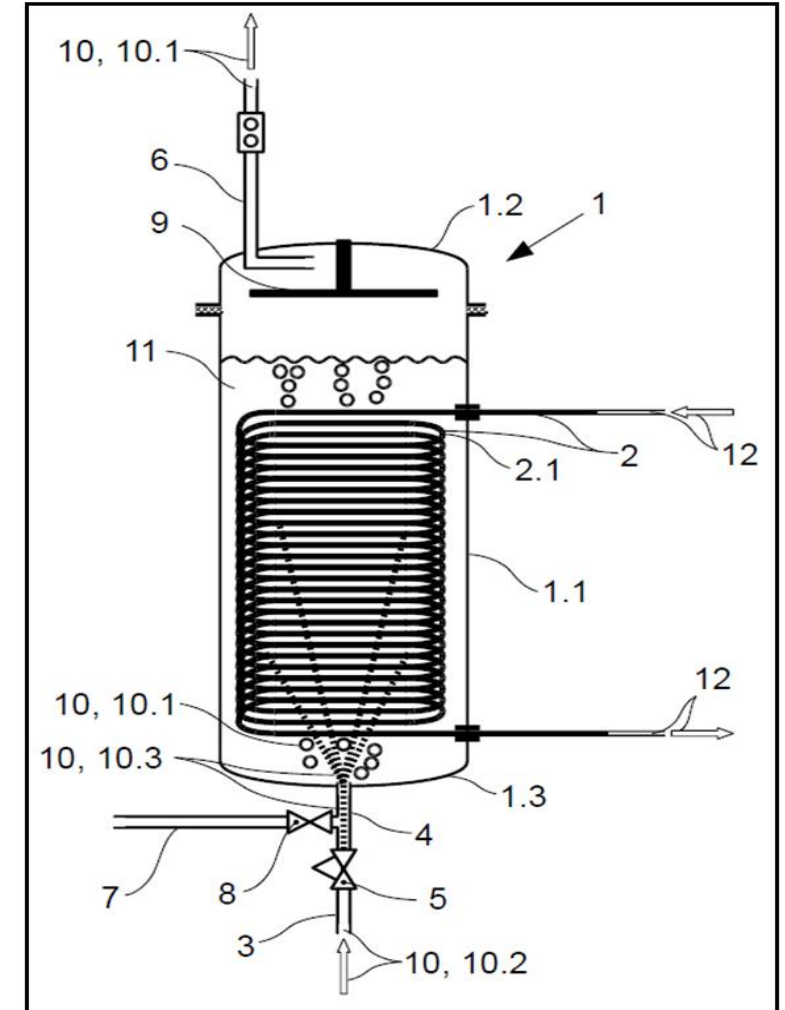


# Schutzrechte

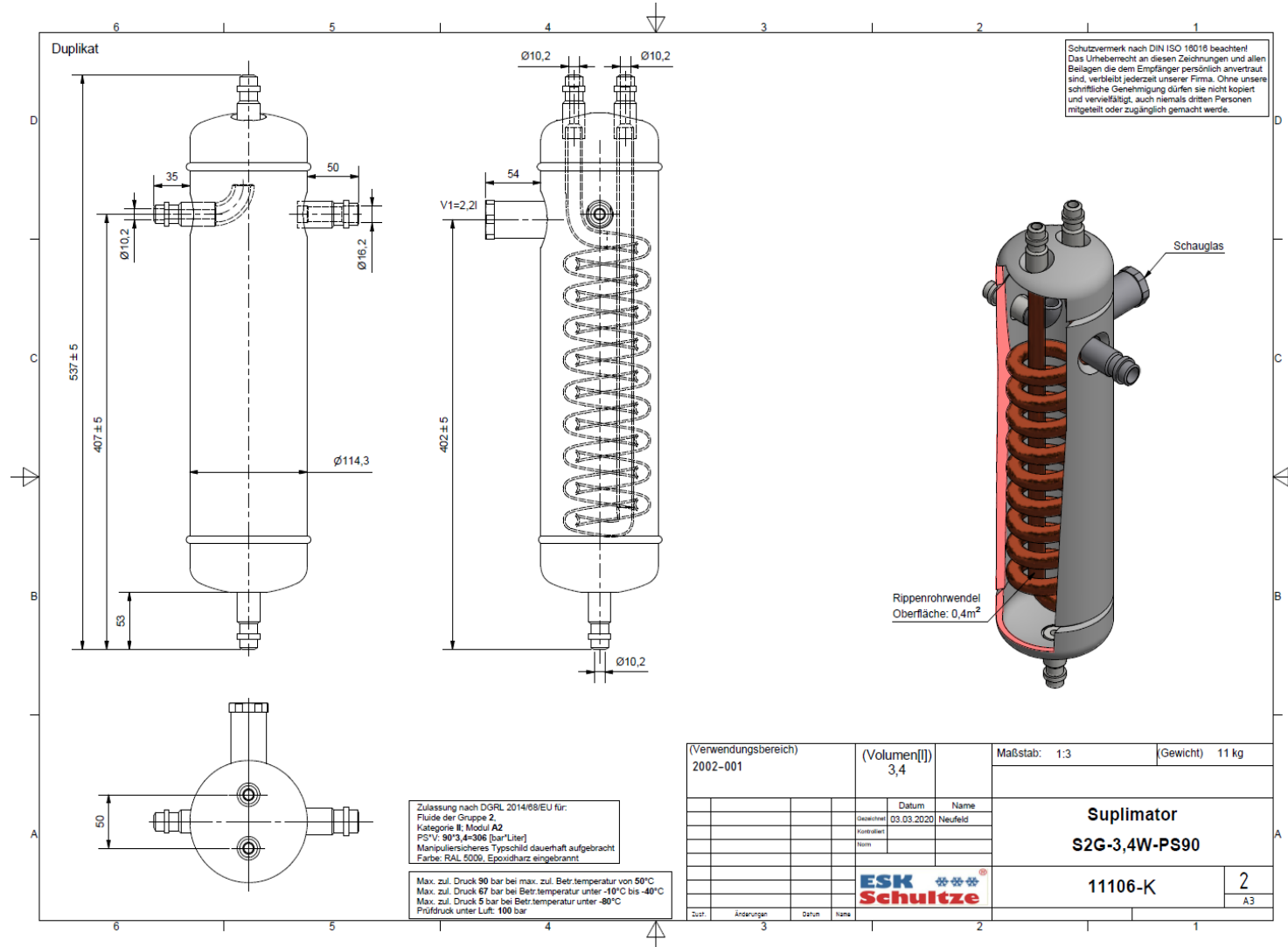
Deutsches Patent- und Markenamt München

04.09.2019

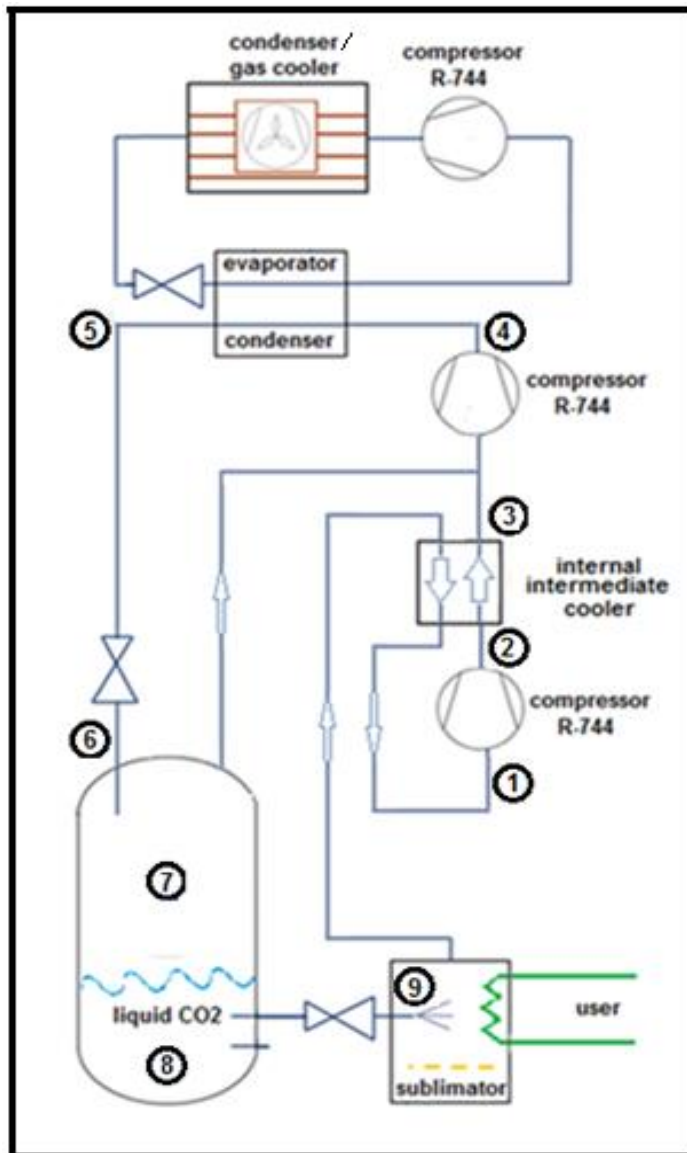
- Anmeldung Patent  
DE 10 2019 123 723.8  
"Sublimationskühler und Verfahren zur  
Tieftemperaturkühlung"
- Anmeldung Gebrauchsmuster  
DE 20 2019 104 889.1  
"Sublimationskühler"



# Industrielle Fertigung des Sublimations-WÜ



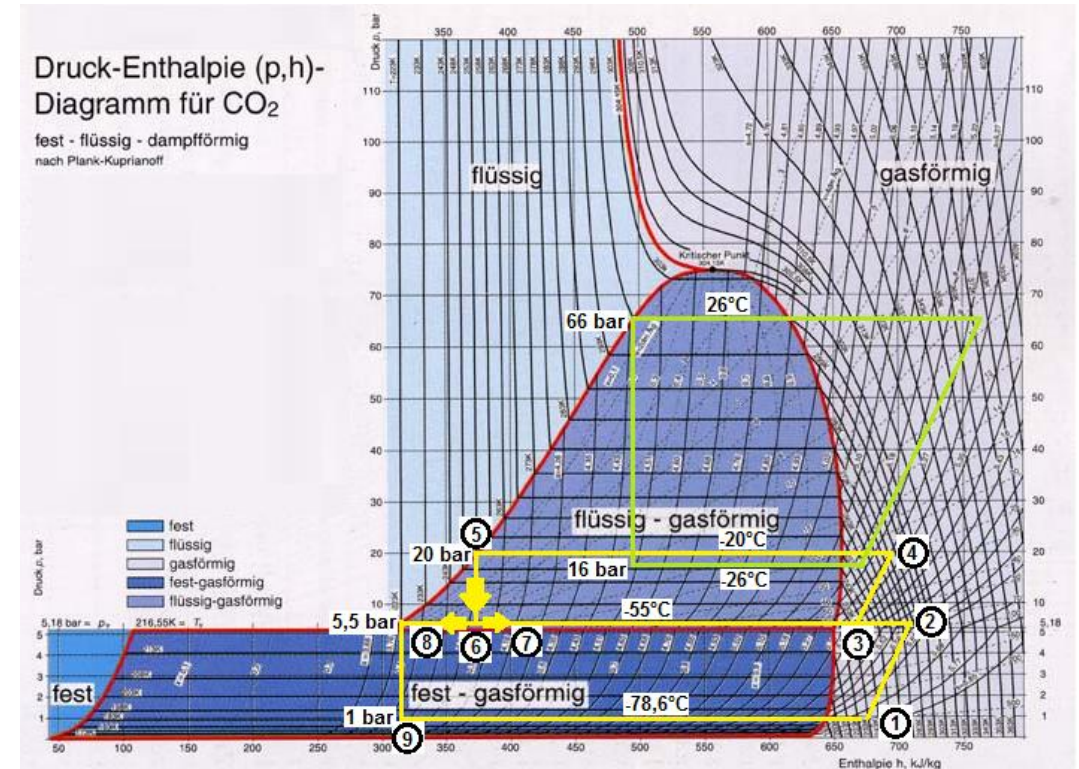
# Mögliche Schaltung für Kälteerzeugung unter $-50^{\circ}\text{C}$



## Kaskadenschaltung

Unterer Kältekreislauf:

- zweistufige Verdichtung,
- zweistufige Expansion,
- Mitteldruckflasche (MDF),
- Zwischenkühlung mit IWÜ



- Große Enthalpiedifferenz für Sublimation
- Teilmassenstrom Flash Gas bei  $p_M$  wird aus MDF in HD-Vdi geführt
- verbleibender Flüssiganteil wird über Expansionseinrichtung in Sublimator geleitet.





# Vielen Dank für Ihr Interesse

## Institut für Luft- und Kältetechnik

gemeinnützige Gesellschaft mbH

Bertolt-Brecht-Allee 20, D-01309 Dresden

**Peter Röllig**

Tel.: +49 351 / 4081-645

E-Mail: [peter.roellig@ilkdresden.de](mailto:peter.roellig@ilkdresden.de)

**Joachim Germanus**

-777

[joachim.germanus@ilkdresden.de](mailto:joachim.germanus@ilkdresden.de)

[www.ilkdresden.de](http://www.ilkdresden.de)