

# 基于 LabVIEW 的氢同位素单质气体定量分装系统

程宏辉<sup>1</sup> 李康<sup>1</sup> 韩兴博<sup>2\*</sup> 刘卫<sup>2</sup> 李晓林<sup>2</sup>

(1.扬州大学 机械工程学院 江苏 扬州 225127; 2.中国科学院 上海应用物理研究所 上海 201800)

**摘要:** 氕(H)、氘(D)、氚(T)是氢的三种同位素,其对应的单质气体( $H_2$ ,  $D_2$ ,  $T_2$ )在能源、化工等领域中具有广泛的应用。在这些应用中经常会涉及到上游原料供应单位根据下游客户需求量进行有关气体的定量分装操作。为此,研制了一套基于质量流量控制器的氢同位素单质气体定量分装系统,并且介绍了该定量分装过程的原理、步骤和分装量计算方法。该分装系统的测控程序采用 LabVIEW 软件编程实现,其中流量积分时间的控制是通过硬件定时方法实现,以保证较高的时间精度。最后,采用质量比较法对该系统的分装精度进行了评估,结果表明:该系统测控程序设计合理,能够精准控制氢同位素单质气体的分装量,其定量分装精度可达 0.001 g。

**关键词:** 定量分装; LabVIEW; 氢同位素

中图分类号: TH715;

文献标识码: A

文章编号: 1001-7119(2018)09-0142-06

DOI: 10.13774/j.cnki.kjtb.2018.09.028

## Labview-based Quantitative Split Charging System for Hydrogen Isotope Elemental Gases

Cheng Honghui<sup>1</sup>, Li Kang<sup>1</sup>, Han Xingbo<sup>2\*</sup>, Li Wei<sup>2</sup>, Li Xiaolin<sup>2</sup>

(1.College of Mechanical Engineering, Yangzhou University, Yangzhou Jiangsu 225127, China;

2.Shanghai Institute of Applied Physics, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800, China)

**Abstract:** Protium (H), deuterium (D), and tritium (T) are three kinds of hydrogen isotopes. The corresponding elemental gases ( $H_2$ ,  $D_2$ ,  $T_2$ ) are widely used in the fields of energy, chemical industry, and etc. In the applications, quantitative split charging operations for the gases, which are conducted by the upstream raw material supplier according to the customer demand, are often involved. Therefore, one quantitative split charging system based on mass flow controller for hydrogen isotope elemental gases was developed. The principle and steps of quantitative split charging process, and the calculation method of split charging quantity were introduced. The measurement and control program of the system was developed by using LabVIEW software. In the program, the control of flow integration time was achieved by hardware timing method to assure high time accuracy. Finally, split charging accuracy of the system was evaluated by mass comparison method. The experimental results showed that (1) the design of the measurement and control program was reasonable; (2) the system could precisely control the split charging mass of hydrogen isotope elemental gases with its accuracy up to 0.001 g.

**Keywords:** quantitative split charging; Labview; hydrogen isotope

收稿日期: 2017-10-25

基金项目: 国家自然科学基金面上项目(11475145, 11405252); 中科院战略先导研究项目((XDA02020200) 资助。

作者简介: 程宏辉(1980—), 博士, 副教授。研究方向: 特种储氢材料及其测试技术。E-mail: 1871930476@qq.com

\* 通信作者: 韩兴博(1986—), 博士, 助理研究员。研究方向: 特种储氢材料。

当今世界面临能源危机和环境污染的双重压力,因此寻找可代替化石能源的清洁能源正成为全社会努力的目标。其中,氢能由于具有来源丰富、安全性好等优点而受到广泛关注。氢在自然界中存在 3 种同位素,分别是氕(H)、氘(D)和氚(T)。氕较为常见,在化工、冶金等领域中都有广泛的应用,如燃料电池<sup>[1,2]</sup>、合成氨及炼铁<sup>[3]</sup>等。而在核磁共振光谱<sup>[4]</sup>、示踪<sup>[5]</sup>、核反应堆快中子的减速<sup>[6]</sup>以及自发光光源<sup>[7]</sup>等方面,氘和氚则起着重要的作用。

在上述这些应用中,经常会涉及到氢同位素单质气体的储存和分装问题。现有文献报道主要关注储存问题<sup>[8,9]</sup>,而有关于分装的文献报道,尤其是对氢同位素单质气体定量分装的报道十分少见。所谓定量分装其实就是将氢同位素单质气体从一个大型储罐按照一定的质量要求分装到多个小型储罐中,是上游原料供应商按照下游用户需求来确定气体量的必然操作。由于氘气和氚气价格相对比较昂贵,而且预计会在不久的将来获得广泛的应用,所以定量分装操作在氢能应用中将是一个重要的环节。以往,人们一般利用称重法实现定量分装,就是对储罐充装前后的重量进行称重,取其差值确定为充装量。但由于氢分子自身分子量很小,而储罐自身重量相比很重,因此该方法在实际运用中存在分装定量精度不高、难以控制、自动化程度不高、通用性不强、成本高昂等问题,亟待开发新技术予以解决。

基于上述需求分析,本实验室搭建了一套基于流量控制器的氢同位素单质气体定量分装系统,以达到快速、高效、准确地实现定量分装的效果,其中的测控程序采用 LabVIEW 软件开发完成。

### 1 定量分装系统工作原理

所搭建的定量分装系统的结构如图 1 所示,其硬件组成主要包括以下部分:储氢罐、控容气瓶、阀门、管道、过滤器、压力和温度传感器、质量流量控制器、真空泵组、测控系统以及电脑主机,能够保证在分装过程中不引入杂质气体,能够回收管道中残余的氘气,避免昂贵资源的浪费以及对环境的放射性污染。

该系统采用流量控制器实现对氢同位素单质气体的定量分装,可以对定量充装过程中的氢气流速以及累计流量进行控制。氢气在定量分装的过程中由于发生负焦耳-汤姆逊效应,其温度会升高,并且有些小型储罐中可能会填充有储氢合金,则氢气充

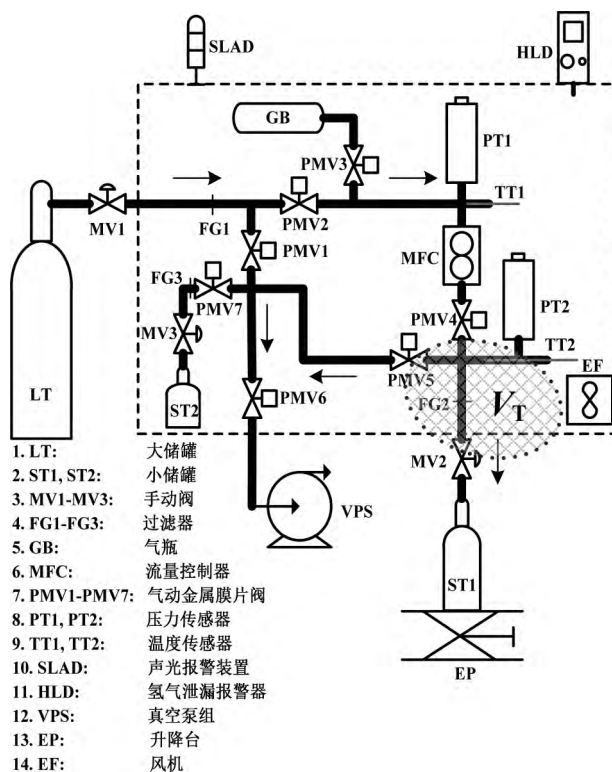


图 1 定量分装系统的结构示意图

Fig.1 Schematic diagram of the quantitative split charging system

入时由于合金吸氢会放出大量的热,随着温度的升高储氢合金吸氢速度将会减慢,所以流量控制器控制的氢气流速一般不是恒定值,那么累计的体积流量需要根据流量控制器实时测得的体积流量以及运行时间通过积分得到,即

$$Q_v = \int_0^t f \cdot q_v dt \quad (1)$$

其中  $Q_v$  表示累计体积流量,  $t$  表示流量控制器运行时间,  $q_v$  表示流量控制器实测得到的瞬时体积流量,  $f$  表示气体转换因子。另外,要精确的计算出分装质量还需要扣除连接管道中残余气体的影响。图 2 所示为该系统的的工作原理图,表明充装前后,连接管线中气体量发生了变化,那么实际充入的小型储罐的气体质量为:

$$m = \rho \cdot Q_v + M(n_{T,1} - n_{T,3}) \quad (2)$$

其中  $\rho$  为气体的密度;  $M$  为气体分子量;  $n_{T,1}$ 、 $n_{T,3}$  分别为充氢前后连接管线中气体摩尔量。实际分装过程中,每次充气之前都需要对连接管线和小型储罐都要进行抽真空处理,以防止杂质气体混入其中,因此可以确定  $n_{T,1} = 0$ ,那么充入小型储罐的气体质量计算公式可简化为:

$$m = \rho \cdot Q_v - M \cdot n_{T,3} \quad (3)$$

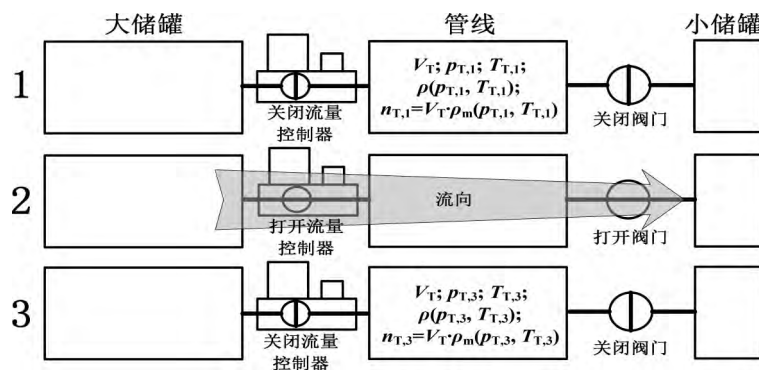


图 2 流量控制器法定量分装的工作原理

Fig.2 Working principle of flow-controller quantitative split charging

## 2 分装系统的测控程序设计

基于 LabVIEW 软件编写的测控程序包含两个窗口,分别是前面板(相当于传统程序的操作界面)和框图程序(相当于传统程序的源代码)。该测控程序的前面板(图 3)的设计主要基于以下三个原则:(1)功能模块化并减少不同功能之间的相互耦合;(2)满足易学易记的要求并保证使用的安全性;(3)符合大众审美和逻辑操作习惯。测控程序的前面板功能主要包括阀门状态的控制和显示、压力、温度、流量、实测充装时间的显示,瞬时流速和累计充装质量的设定,实时计算充装质量和充气进度的

显示。

测控程序的程序框图在编制过程中采用了结构化和模块化的基本思路,包括模拟量采集、控制输出、分装质量计算、历史曲线显示等几个功能模块。将每个模块做成一个子 VI,主程序通过调用这些 VI,完成不同的功能。

(1) 模拟量采集 VI: 压力和温度传感器、流量控制器输出 0-5 V 信号,可以直接接入数据采集卡的 AI 端口。根据实际校准结果和量程范围,确定待测物理量与电压的函数关系。最初选择通过 NI USB-6210 数据采集结合 DAQ 助手,以及时域数学积分模块实现累计流量的计算。但是,在调试时发现运行时间存在显著误差,最高与实际相差 6 s,因为

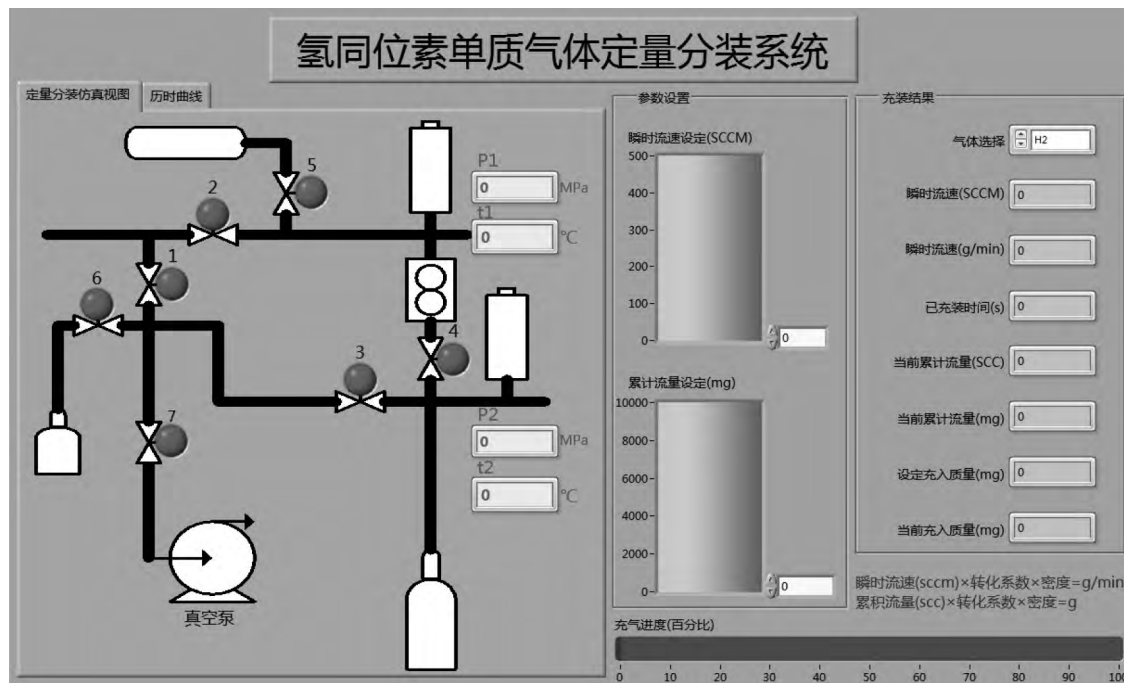


图 3 测控程序的前面板

Fig.3 Front panel of the measurement and control program

USB 系列数据采集卡只有软件定时,没有硬件定时<sup>[10]</sup>。软件定时的误差比较大。随后改用具有硬件定时功能的 NI PCIe-6321 数据采集卡,并用 DAQmx 定时函数实现定时,在多态 VI 选择器下拉菜单中选择采样时钟,采样模式选择硬件定时单点模式。该模式可以实现每次采样都利用硬件定时连续进行并且没有缓冲区,在 Windows 操作系统下能够保证毫秒级的准确定时。利用 DAQmx 系列函数进行有关的数据处理获得实时的参数信号。模拟量采集程序如图 4 所示。

(2) 控制输出 VI: 流量控制器的输入 0~5 V 信号,可以直接接入数据采集卡的 AO 端口,根据流量控制范围,确定流量大小与输入电压的函数关系。气动阀的开关状态与数据采集卡 DO 端口的高低电平存在对应关系。因此,主要利用 DAQmx 系列函数对数据采集卡的 AO 和 DO 端口的电压进行写入控制,以控制流速和阀门开关。

(3) 分装质量计算 VI: 对当前累计流量的计算主要通过采用一元数值积分函数结合 3 个层叠式顺序结构来实现。其中,完成积分运算是通过第 3 个层叠式结构。为方便查看,将第 3 个层叠式顺序结构改为平铺式顺序结构,如图 5 所示。第 3 个层叠式结构包含五帧,第 1 帧的作用是将瞬时流量值通过替换数组子集写入单次数组中;第 2 帧的作用是将单次数组中的数据积分得到单次累计量;第

3 帧的作用是通过反转一维数组把上次瞬时流量值替换为最新值;第 4 帧的作用是把单次累计值写入累计数组中;第 5 帧的作用是计算所有累计量的和,并把此值放在累计数组的第 1 行。

关于连接管线区域的气体摩尔量,程序采用库函数节点的方法调用了美国 NIST 开发的热物性计算软件 REFPROP 中的 refprop.dll, HYDROGEN.FLD 和 DEUTERIUM.FLD 文件完成氢气和氘气摩尔量计算<sup>[11]</sup>。目前,没有任何关于氘气状态方程的公开报道,而根据对氢气和氘气的分析推测氘气更类似于理想气体,考虑到分装过程的压力和温度均在比较温和的范围内,因此采用理想气体状态方程计算氘气摩尔量是目前可以接受的选择。分装质量计算程序如图 6 所示。

(4) 历史曲线 VI: LabVIEW 软件提供了强大的数据图形化显示控件和文件 I/O 函数用以满足不同的显示需求和文件操作。本测控系统软件主要采用波形图表,创建表格快捷 VI,以及报表生成系列函数,完成对所有有关物理量,压力、温度、瞬时流速、当前累计流量、当前充入质量随时间变化的曲线图和具体数值的显示,及对应数据文件的存储。这些曲线图和具体数值的显示可以方便操作者观察实际充装过程细微变化规律,而对应的数据文件可以方便操作者进行其他离线分析。这些对将来进一步优化分装系统非常有帮助。

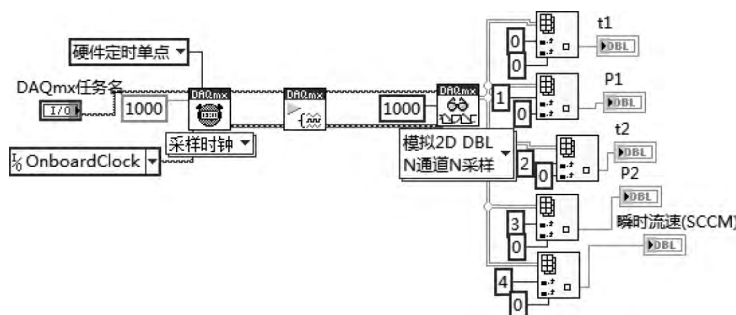


图 4 模拟量采集程序

Fig.4 Analog acquisition program

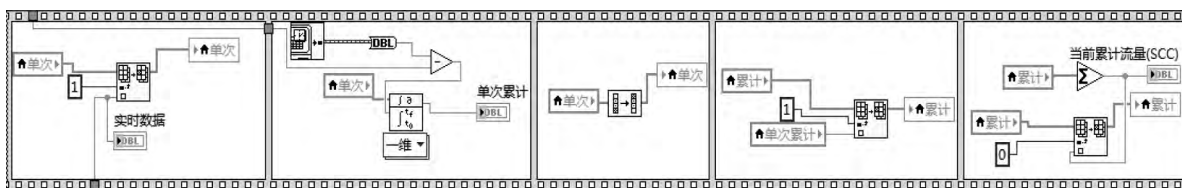


图 5 第三个层叠式结构的程序框图

Fig.5 Block diagram of the third stacked sequence structure

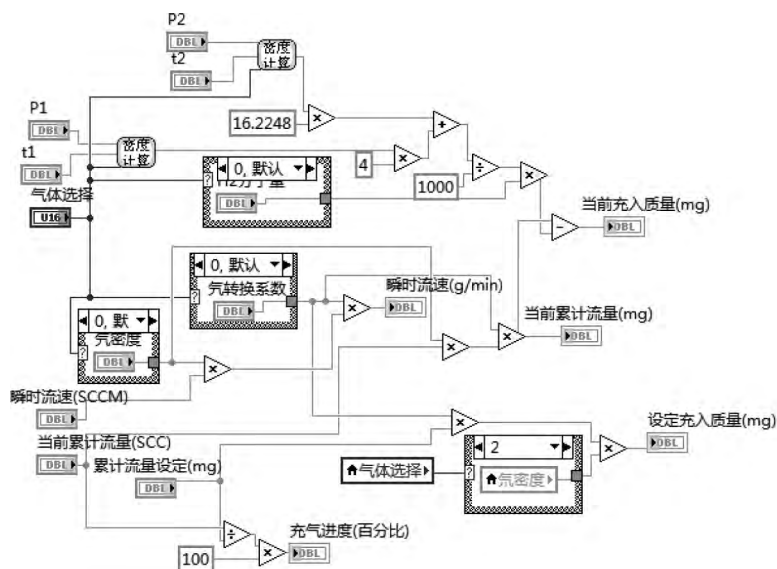


图 6 质量计算程序

Fig.6 Mass calculation program

### 3 分装系统的性能评估

氢同位素单质气体的密度非常小,且在常温常压下钢瓶内储氢材料的重量储氢密度比较小,而利用传统的直接称重比较的方法很难在大量程范围内保证绝对精度。根据调研分析表明,通过质量比较仪可以获得两个物体之间高精度的质量差,因此质量比较法是目前评估该系统分装精度的最佳方法。所谓质量比较法就是通过质量比较仪采用 ABBA 循环法进行比较测量,其中 A 表示参考质量, B 表示测试质量,其排列顺序表示放在质量比较仪砝码盘上的先后顺序,以 1 个 ABBA 循环为 1 次测试,通过多次测试,取 B 减 A 的差值作为测量结果。具体实验过程如下:选用德国 Sartorius 公司生产的 CCE5004 电子质量比较仪来进行质量比较实验<sup>[12]</sup>,该比较仪的量程为 5.1 kg,

可读性为 0.2 mg。在开始分装精度评估前,质量比较仪和分装系统均预热 1 h,使设备状态稳定。准备 6 组标称容积为 0.1、0.2、0.3、0.5、1 L 和 1.5 L 的钢瓶。而每组又包括两个相同标称容积的气瓶,其中 1 个(A)作为参考质量,另 1 个(B)作为测试质量。在 B 充装前后,对 A 和 B 之间的质量差分别检测 10 次,那么气体充装质量即可通过充装后 AB 质量差均值减去充装前 AB 质量差均值得到。在气瓶(B)与设备相连后充装之前,对气瓶及连接管线抽真空到  $10^{-5}$  Pa。然后,在流量控制器的瞬时体积流量设定在 100~300 sccm 下对气瓶进行气体充装。表 1 所示为不同气体进行定量分装后本设备显示的分装质量结果,以及通过质量比较实验计算出的分装质量结果。通过比较表 1 中的有关数据可以看出该系统的定量分装精度达到 0.001 g,具有较高的精度能够满足常规使用要求。

表 1 通过质量比较法对分装系统进行精度评估的实验数据

Table 1 Experimental data of accuracy evaluation for the split charging system by mass comparison method

气瓶标称容积/L	气体种类	本设备显示分装质量/g	分装前质量差均值/g	分装后质量差均值/g	比较仪计算分装质量/g
0.1	T <sub>2</sub>	0.0317	6.1135	6.1446	0.0311
0.2	T <sub>2</sub>	0.0671	-8.4159	-8.3484	0.0675
0.3	D <sub>2</sub>	0.0634	-9.8779	-9.8148	0.0631
0.5	D <sub>2</sub>	0.0932	9.5136	9.6071	0.0935
1	H <sub>2</sub>	0.0915	-26.6895	-26.5977	0.0918
1.5	H <sub>2</sub>	0.1393	22.2168	22.3559	0.1391

## 4 结论

1) 经过实验验证表明: 利用 LabVIEW 软件所编写的氢同位素单质气体定量分装系统的测控程序, 其界面友好, 操作方便, 设计合理, 可以正常运行, 能够完成有关气体的定量分装操作。

2) 质量比较实验结果表明: 基于流量控制器法的氢同位素单质气体定量分装系统可以精确控制分装量, 其精度可达到 0.001 g, 满足常规使用要求。

### 参考文献:

- [ 1 ] Hua T , Ahluwalia R , Eudy L , *et al.* Status of hydrogen fuel cell electric buses worldwide. *Journal of Power Sources* , 2014; 269: 975—993.
- [ 2 ] Eberle U , Müller B , von Helmolt R. Fuel cell electric vehicles and hydrogen infrastructure: status 2012. *Energy & Environmental Science* , 2012; 5 ( 10 ) : 8780—8798.
- [ 3 ] Rodriguez J A , Hanson J C , Stacchiola D , *et al.* In situ/operando studies for the production of hydrogen through the water-gas shift on metal oxide catalysts. *Physical Chemistry Chemical Physics* , 2013; 15( 29 ) : 12004—12025.
- [ 4 ] Whittemore N A , Mishra R , Kheterpal I , *et al.* Hydrogen-deuterium ( H/D ) exchange mapping of A $\beta$ 1-40 amyloid fibril secondary structure using nuclear magnetic resonance spectroscopy. *Biochemistry* , 2005; 44( 11 ) : 4434—4441.
- [ 5 ] Ben H , Jarvis M W , Nimlos M R , *et al.* Application of a pyroprobe-Deuterium NMR system: deuterium tracing and mechanistic study of upgrading process for lignin model compounds. *Energy & Fuels* , 2016; 30 ( 4 ) : 2968—2974.
- [ 6 ] Ferziger J H , Zweifel P F. *The Theory of Neutron Slowing Down in Nuclear Reactors: International Series of Monographs in Nuclear Energy*. New York: Elsevier , 2013( : 221-232 ) .
- [ 7 ] Ball M L. Light Emitting Firearm Magazine Indicator: U. S. Patent Application 13/748 803. 2013-1-24.
- [ 8 ] Lü L J , Cheng H H , Han X B , *et al.* Investigation on hydrogen absorption/desorption properties of as-cast La<sub>(1-x)</sub>MgxNi<sub>4.25</sub>Al<sub>0.75</sub> ( x = 0.0 , 0.1 , 0.2 , 0.3 ) alloys for tritium storage. *Nuclear Science and Techniques* , 2016; 27( 2 ) : 1—9.
- [ 9 ] Jat R A , Singh R , Parida S C , *et al.* Structural and hydrogen isotope storage properties of Zr-Co-Fe alloy. *International Journal of Hydrogen Energy* , 2015; 40 ( 15 ) : 5135-5143.
- [ 10 ] National Instruments. Learn 10 functions in NI-DAQmx and handle 80 percent of your data acquisition applications. 2016. 5. 23. <http://www.ni.com/product-documentation/2835/en/#>.
- [ 11 ] National Institute of Standards and Technology. REFPROP. 2016. 12. 08. <http://www.nist.gov/srd/nist23.cfm>.
- [ 12 ] Sartorius Company. Operating instructions for Sartorius CCE series electronic mass comparators. 2015. 3. 05. <https://www.sartorius.com.cn/fileadmin/fm-dam/DDM/Lab-Products-and-Services/Lab-Weighing/Mass-Comparators/Manuals/MAN-CCE-e.pdf>.