



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 109781579 A

(43)申请公布日 2019.05.21

(21)申请号 201811635247.5

(22)申请日 2018.12.29

(71)申请人 有研工程技术研究院有限公司
地址 北京市怀柔区雁栖经济开发区兴科东大街11号

(72)发明人 郭秀梅 武媛方 李志念 叶建华
袁宝龙 卢淼 王树茂 蒋利军

(74)专利代理机构 北京众合诚成知识产权代理有限公司 11246
代理人 黄家俊

(51)Int.Cl.
G01N 7/04(2006.01)

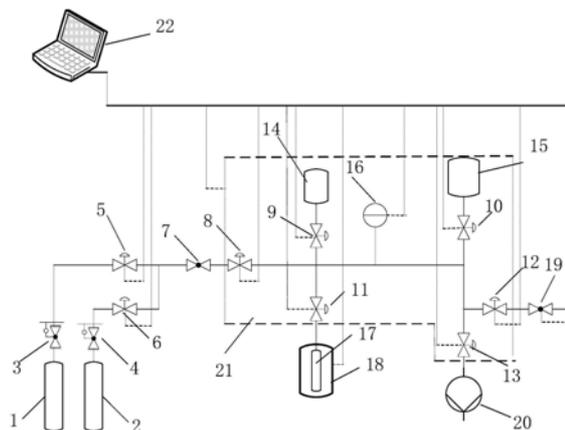
权利要求书4页 说明书9页 附图1页

(54)发明名称

一种储氢材料循环寿命自动测试仪及测试方法

(57)摘要

本发明公开了属于储氢技术领域的一种储氢材料循环寿命自动测试仪及测试方法,其中自动测试仪包括与系统主体相连的气源部分、样品罐部分和排空系统,温度控制系统设置于系统主体和样品罐部分外,且电脑、温度控制系统、系统主体、气源部分、样品罐部分和排空系统都与数据采集系统和自动控制系统相连;测试方法在装样、样品罐部分体积标定、系统主体抽真空和参数设定之后,即可自动进行后续的储氢材料活化和充放氢循环操作。本发明自动控制充放氢压力、阀门开闭,避免人为操作系统、记录数据导致的测试结果偏差,可节约长时连续循环测试时的人力和时间成本,提高测试效率和测试准确性。



1. 一种储氢材料循环寿命自动测试仪,其特征在于,包括:电脑(22)、气源部分、系统主体、样品罐部分、排空系统、温度控制系统、数据采集系统和自动控制系统,其中系统主体包括:用于吸氢动力学测试时蓄存氢气用的第一蓄压罐(14)、放氢动力学测试时蓄存氢气用的第二蓄压罐(15)、监测系统压力用的压力变送器(16)、第三气动阀(8)、第四气动阀(9)、第五气动阀(10)、第六气动阀(11)、第七气动阀(12)、第八气动阀(13)、主三通、辅三通、主四通和管路,主三通的第一路通过管路装有压力变送器(16),主三通的第二路分别通过管路与主四通相连,主四通通过管路分别与第三气动阀(8)、第四气动阀(9)和第六气动阀(11)相连,辅三通的两个出口分别通过管路与主三通的第三路和第二蓄压罐(15)相连,辅三通的另一个出口通过管路分别与第七气动阀(12)和第八气动阀(13)相连;第四气动阀(9)通过管路与第一蓄压罐(14)相连,第五气动阀(10)通过管路与第二蓄压罐(15)相连;

气源部分与第三气动阀(8)相连;样品罐部分与第六气动阀(11)相连;排空系统中的放空部分和真空部分分别与第七气动阀(12)和第八气动阀(13)相连;样品罐部分主要包括内部放置有储氢材料的反应室(17);

电脑(22)与数据采集系统和自动控制系统相连,且电脑(22)上装有触摸显示屏;

数据采集系统和自动控制系统通过电缆与第一蓄压罐(14)、第二蓄压罐(15)、压力变送器(16)、第三气动阀(8)、第四气动阀(9)、第五气动阀(10)、第六气动阀(11)、第七气动阀(12)、第八气动阀(13)、气源部分、样品罐部分、排空系统和温度控制系统相连;

温度控制系统包括样品罐温控器(18)和系统主体温控器(21),电脑(22)通过样品罐温控器(18)控制样品罐部分的温度,通过系统主体温控器(21)控制系统主体的温度。

2. 根据权利要求1所述的一种储氢材料循环寿命自动测试仪,其特征在于,所述气源部分包括用于向装置提供氢气的氢气瓶(1)、第一减压阀(3)和第一气动阀(5),以及用于向装置提供氦气的氦气瓶(2)、第二减压阀(4)和第二气动阀(6),第一气动阀(5)和第二气动阀(6)汇合后与用于控制充气速率的第一气体流量控制阀(7)相连;氢气瓶(1)内的气体为高纯氢气或氢气标准气;氦气瓶(2)内的气体为高纯氦气;

氢气瓶(1)、第一减压阀(3)、第一气动阀(5)、氦气瓶(2)、第二减压阀(4)和第二气动阀(6)都通过电缆与数据采集系统和自动控制系统相连。

3. 根据权利要求1所述的一种储氢材料循环寿命自动测试仪,其特征在于,所述第二蓄压罐(15)的内容积至少为第一蓄压罐(14)的2倍,储氢材料放氢时的最终压力保持在0.1MPa。

4. 根据权利要求1所述的一种储氢材料循环寿命自动测试仪,其特征在于,所述样品罐温控器(18)由内嵌热电偶的开瓣式金属块、半导体制冷片和散热风扇组成,金属块中心为放置反应室(17)的凹槽,半导体制冷片粘贴于金属块表面,散热风扇固定于制冷片外侧;半导体制冷片、散热风扇通过通信电缆与数据采集系统和自动控制系统相连,从而实现了对反应室(17)的自动加热和冷却。

5. 根据权利要求1所述的一种储氢材料循环寿命自动测试仪,其特征在于,所述系统主体温控器(21)由加热体和热电偶组成,其中加热体和热电偶安装于系统主体中的第一蓄压罐(14)、放氢动力学测试时蓄存氢气用的第二蓄压罐(15)、监测系统压力用的压力变送器(16)、第三气动阀(8)、第四气动阀(9)、第五气动阀(10)、第六气动阀(11)、第七气动阀(12)和第八气动阀(13)上,加热体通过通讯电缆与信号采集系统和自动控制系统相连,用于稳

定系统主体部分的温度,避免环境温度波动对测试结果的影响,加热体为加热套、加热线圈或加热带。

6. 根据权利要求1所述的一种储氢材料循环寿命自动测试仪,其特征在于,所述放空部分主要包括用于控制气体放空速率的第二气体流量控制阀(19);放空部分用于向大气排放高压氢气;

第二气体流量控制阀(19)与数据采集系统和自动控制系统相连。

7. 根据权利要求1所述的一种储氢材料循环寿命自动测试仪,其特征在于,所述真空部分主要包括真空泵(20);真空部分用于将其他管路进行抽真空,

真空泵(20)与数据采集系统和自动控制系统相连。

8. 根据权利要求1所述的一种储氢材料循环寿命自动测试仪,其特征在于,所述电脑(22)使自动控制系统与数据采集系统相互配合,通过分析数据采集系统采集的数据信号对反应室(17)内储氢材料充放氢状态进行判断,并通过自动控制系统控制控制储氢材料与氢气的反应,实现对储氢材料循环充氢和放氢操作,并将采集到的压力、温度数据通过自动控制系统中的PLC及模块进行计算分析,实时输出充放氢数据和曲线至触摸显示屏上。

9. 一种根据权利要求1所述一种储氢材料循环寿命自动测试仪的测试方法,其特征在于,包括以下步骤:

步骤1、装样:将储氢材料装填入反应室(17)中密封;

步骤2、样品罐部分体积标定,又分为:

步骤21、关闭第四气动阀(9)、第五气动阀(10)、第六气动阀(11)、第七气动阀(12)和第八气动阀(13),打开第一气动阀(5)和第三气动阀(8)将高纯氢气引入测试装置的系统主体管路,引入后关闭第三气动阀(8),通过压力变送器(16)记录系统压力 P_1 ;

步骤22、打开第六气动阀(11),向样品罐部分内充入氢气,记录压力变送器(16)压力 P_2 ,采用等容法,根据气体状态方程 $n = PV/RT$,其中, n 为 H_2 物质的量, P 为压力, V 为体积, T 为热力学温度, R 为气体摩尔常数,通过已知的系统主体管路的体积 V_1 和装置内氢气压力的变化来标定样品罐部分体积 V_s ,具体公式为:

$$V_s = \frac{(P_1 - P_2) \times V_1}{P_2}$$

步骤23、为保证计算 V_s 的准确性,本步骤重复4~6次;

步骤3、系统主体抽真空:

关闭第三气动阀(8)和第七气动阀(12),开启第四气动阀(9)、第五气动阀(10)、第六气动阀(11)、第八气动阀(13)和真空泵(20)进行系统主体抽真空,抽真空时间 $\geq 20\text{min}$,真空度优于 10^{-1}Pa ;

步骤4、参数设定:

在触摸显示屏上输入主要参数,主要参数包括:系统参数、储氢材料活化参数和循环吸放氢参数;

系统参数为:第一蓄压罐(14)内的体积、第二蓄压罐(15)内的体积、系统主体管路的体积、样品罐部分内的体积、系统主体的温度和储氢材料的重量;

储氢材料活化参数为:样品罐部分活化抽真空温度、活化抽真空时间、活化吸氢温度、吸氢时间、活化放氢温度、抽真空时间和活化次数;

循环吸放氢参数为:循环吸放氢测试时的吸氢温度、吸氢时间、放氢温度、放氢时间、抽真空时间、循环次数;

其中活化次数 ≥ 3 次,系统主体温度为 $20\sim 35^{\circ}\text{C}$,储氢材料的重量为 $1\sim 5\text{g}$;

步骤5、进行储氢材料活化和充放氢循环操作。

10. 根据权利要求9所述的一种储氢材料循环寿命自动测试方法,其特征在于,所述步骤5分为:

步骤51、根据之前在电脑(22)触摸显示屏上设置的系统参数和储氢材料活化参数,自动进行储氢材料活化性能测试至完成设定的活化次数;一般情况下,为保证材料充分活化,本步骤进行3次;

其中步骤51分为:

步骤511、加热抽真空:关闭第三气动阀(8)、第四气动阀(9)、第五气动阀(10)和第七气动阀(12),开启第六气动阀(11)和第八气动阀(13),开启真空泵(20),对样品罐部分进行抽真空,此时反应室(17)的温度为设定的活化抽真空温度;

步骤512、充氢:关闭第五气动阀(10)、第六气动阀(11)、第七气动阀(12)和第八气动阀(13),开启氢气瓶(1)、第一减压器(3)、第一气动阀(5)、第三气动阀(8)和第四气动阀(9),使氢气通过第一气体流量控制阀7缓慢流向系统主体管路和第一蓄压罐(14),利用压力变送器(16)监测压力上升情况,当压力达到设定值时,关闭第三气动阀(8),待压力值稳定后输出系统压力为 P_1 ;

步骤513、吸氢:开启第六气动阀(11),使系统主体管路和第一蓄压罐(14)中的氢气流入样品罐部分中,此时,样品罐部分内储氢材料与氢气发生反应,通过压力变送器(16)监测系统内压力下降,当压力下降至一定值并不再变化时,关闭第六气动阀(11),输出此时压力值为 P_2 ;

步骤514、放氢:关闭第四气动阀(9),开启第五气动阀(10),反应室(17)内的储氢材料开始向放氢,通过压力变送器(16)监测压力上升情况,当压力值上升且稳定后,输出压力值为 P_3 ,关闭第六气动阀(11);

步骤515、排空:开启第七气动阀(12),使系统内氢气通过第二气体流量控制阀(19)缓慢排向大气,当压力达到 $0.2\sim 0.3\text{MPa}$ 时,关闭第七气动阀(12),依次开启真空泵(20)和第八气动阀(13),对系统进行抽真空 20min ;

继续重复步骤511~步骤515,直至完成输入的活化次数;

步骤52、根据之前在电脑(22)触摸显示屏上设置的系统参数和循环吸放氢参数,自动进行储氢材料活化性能测试直至完成设定的循环次数;其中步骤52分为:

步骤521、充氢:关闭第五气动阀(10)、第六气动阀(11)、第七气动阀(12)和第八气动阀(13),开启氢气瓶(1)、第一减压器(3)、第一气动阀(5)、第三气动阀(8)和第四气动阀(9),使氢气通过第一气体流量控制阀缓慢流向系统主体管路和第一蓄压罐(14),利用压力变送器(16)监测压力上升情况,当压力达到设定值时,关闭第三气动阀(8),待压力值稳定后输出系统压力为 P_1 ;

步骤522、吸氢:开启第六气动阀(11),使系统主体管路和第一蓄压罐(14)中的氢气流入样品罐部分中,此时,样品罐部分内储氢材料与氢气发生反应,通过压力变送器(16)监测系统内压力下降,当压力下降至一定值并不再变化时,关闭第六气动阀(11),输出此时压力

值为 P_2 ;整个吸氢过程中,反应室(17)的温度稳定在设定的活化吸氢温度;

步骤523、放氢:关闭第四气动阀(9),开启第五气动阀(10),反应室(17)内储氢材料开始向第二蓄压罐(15)放氢,通过压力变送器(16)监测压力上升情况,当压力值上升且稳定后,输出压力值为 P_3 ,关闭第六气动阀(11);

步骤524、排空:开启第七气动阀(12),使系统内氢气通过第二气体流量控制阀(19)缓慢排向大气,当压力达到0.2~0.3MPa时,关闭第七气动阀(12),依次开启真空泵(20)和第八气动阀(13),对系统进行抽真空20min;

继续重复步骤521~步骤524,直至完成输入的循环次数;

在步骤513、步骤514、步骤522和步骤523中,反应室(17)的温度稳定在设定的活化放氢温度。

一种储氢材料循环寿命自动测试仪及测试方法

技术领域

[0001] 本发明属于储氢技术领域,具体涉及一种储氢材料循环寿命自动测试仪及测试方法。

背景技术

[0002] 氢能具有可再生、取材广泛、发热值高、燃烧性能好、无毒无污染等优良特性,可替代传统化石燃料,被视为21世纪最具发展潜力的清洁能源。研究和开发氢能源,首先要解决氢气的安全储存和运输问题。储氢材料是一类能可逆地吸放氢气,使氢在氢气和氢化物之间可逆转换的材料。使用储氢材料储氢能很好地解决高压钢瓶储氢存在的耗能高、安全性差等问题。根据GB/T24499中的分类,目前已使用的储氢材料包括金属氢化物、络合氢化物、化学氢化物、有机液体及物理吸附储氢材料等多种,它们在储氢性能上各具特点。但是,储氢材料循环使用寿命是决定储氢材料能否实际应用的一个关键参数。如果储氢材料在循环吸放氢过程中,由于歧化、毒化、发生不可逆反应等导致材料储氢容量的下降,使材料的循环使用寿命降低,将会极大影响材料在实际应用中的使用性能。通常情况下,对于燃料电池车用储氢材料,要求其储氢材料的使用寿命至少在2000次以上,从而保证燃料电池车的长时、高效运行。因此,对储氢材料进行综合储氢性能测试时,材料的循环使用寿命是需要重点关注的重要技术参数。而对材料进行数千次充放氢循环测试,需要消耗大量的人力和时间成本,因此需要开发出全自动的储氢材料循环充放氢测试装置。

[0003] 测试储氢材料循环使用寿命,也就是测试储氢材料吸放氢容量随循环吸放氢次数的衰减情况。而其吸放氢量的测试一般基于体积法原理,即根据公式:

$$[0004] \quad n_{H_2} = \frac{P \times V}{Z \times R \times T}$$

[0005] 计算,其中, n_{H_2} 为氢气变化量,R为气体摩尔常数,Z为气体状态方程实际修正函数。

[0006] 我国专利号ZL200810205106.X的专利《一种全自动储氢材料性能测试仪及其测试方法》吴铸、孔祥成等公开了一种储氢材料的全自动性能测试仪,该设备主要用于对储氢材料的吸放氢P-C-T曲线进行测试,重点关注了材料吸放氢P-C-T曲线测试方法等方面的内容,只能完成某一温度下的单次吸氢或单次放氢自动操作,一个吸氢和放氢循环过程中,需通过人工将储氢罐在吸氢后由水浴中取出,然后再放入加热炉中进行放氢,无法实现对储氢材料无人工干预的循环、连续充放氢操作,如采用此设备进行储氢材料的循环寿命测试,测试效率较低。

[0007] 因此,为了加快储氢材料循环寿命测试进程,且节约时间和人力成本,急需一种快速、简单、有效的储氢材料循环寿命测试方法,以获得储氢材料吸放氢容量随循环次数的变化规律。

发明内容

[0008] 针对背景技术中所提到的问题,本发明公开了一种一种储氢材料循环寿命自动测试仪及测试方法,其特征在于,包括:电脑、气源部分、系统主体、样品罐部分、排空系统、温度控制系统、数据采集系统和自动控制系统,其中系统主体包括:用于吸氢动力学测试时蓄存氢气用的第一蓄压罐、放氢动力学测试时蓄存氢气用的第二蓄压罐、监测系统压力用的压力变送器、第三气动阀、第四气动阀、第五气动阀、第六气动阀、第七气动阀、第八气动阀、主三通、辅三通、主四通和管路,主三通的第一路通过管路装有压力变送器,主三通的第二路分别通过管路与主四通相连,主四通通过管路分别与第三气动阀、第四气动阀和第六气动阀相连,辅三通的两个出口分别通过管路与主三通的第三路和第一蓄压罐相连,辅三通的另一个出口通过管路分别与第七气动阀和第八气动阀相连;第四气动阀通过管路与第一蓄压罐相连,第五气动阀通过管路与第二蓄压罐相连;

[0009] 气源部分与第三气动阀相连;样品罐部分与第六气动阀相连;排空系统中的放空部分和真空部分分别与第七气动阀和第八气动阀相连;样品罐部分主要包括内部放置有储氢材料的反应室;

[0010] 电脑与数据采集系统和自动控制系统相连,且电脑上装有触摸显示屏;

[0011] 数据采集系统和自动控制系统通过电缆与第一蓄压罐、第二蓄压罐、压力变送器、第三气动阀、第四气动阀、第五气动阀、第六气动阀、第七气动阀、第八气动阀、气源部分、样品罐部分、排空系统和温度控制系统相连;

[0012] 温度控制系统包括样品罐温控器和系统主体温控器,电脑通过样品罐温控器控制样品罐部分的温度,通过系统主体温控器控制系统主体的温度。

[0013] 所述气源部分包括用于向装置提供氢气的氢气瓶、第一减压阀和第一气动阀,以及用于向装置提供氦气的氦气瓶、第二减压阀和第二气动阀,第一气动阀和第二气动阀汇合后与用于控制充气速率的第一气体流量控制阀相连;氢气瓶内的气体为高纯氢气或氢气标准气;氦气瓶内的气体为高纯氦气;

[0014] 氢气瓶、第一减压阀、第一气动阀、氦气瓶、第二减压阀和第二气动阀都通过电缆与数据采集系统和自动控制系统相连。

[0015] 所述第二蓄压罐的内容积至少为第一蓄压罐的2倍,储氢材料放氢时的最终压力保持在0.1MPa。

[0016] 所述样品罐温控器由内嵌热电偶的开瓣式金属块、半导体制冷片和散热风扇组成,金属块中心为放置反应室的凹槽,半导体制冷片粘贴于金属块表面,散热风扇固定于制冷片外侧;半导体制冷片、散热风扇通过通信电缆与数据采集系统和自动控制系统相连,从而实现了对反应室的自动加热和冷却。

[0017] 所述系统主体温控器由加热体和热电偶组成,其中加热体和热电偶安装于系统主体中的第一蓄压罐、放氢动力学测试时蓄存氢气用的第二蓄压罐、监测系统压力用的压力变送器、第三气动阀、第四气动阀、第五气动阀、第六气动阀、第七气动阀和第八气动阀上,加热体通过通讯电缆与信号采集系统和自动控制系统相连,用于稳定系统主体部分的温度,避免环境温度波动对测试结果的影响,加热体为加热套、加热线圈或加热带。

[0018] 所述放空部分主要包括用于控制气体放空速率的第二气体流量控制阀;放空部分用于向大气排放高压氢气;

- [0019] 第二气体流量控制阀与数据采集系统和自动控制系统相连。
- [0020] 所述真空部分主要包括真空泵;真空部分用于将其他管路进行抽真空,
- [0021] 真空泵与数据采集系统和自动控制系统相连。
- [0022] 所述电脑使自动控制系统与数据采集系统相互配合,通过分析数据采集系统采集的数据信号对反应室内储氢材料充放氢状态进行判断,并通过自动控制系统控制控制储氢材料与氢气的反应,实现对储氢材料循环充氢和放氢操作,并将采集到的压力、温度数据通过自动控制系统中的PLC及模块进行计算分析,实时输出充放氢数据和曲线至触摸显示屏上。
- [0023] 一种储氢材料循环寿命自动测试方法,其特征在于,包括以下步骤:
- [0024] 步骤1、装样:将储氢材料装填入反应室中密封;
- [0025] 步骤2、样品罐部分体积标定,又分为:
- [0026] 步骤21、关闭第四气动阀、第五气动阀、第六气动阀、第七气动阀和第八气动阀,打开第一气动阀和第三气动阀将高纯氢气引入测试装置的系统主体管路,引入后关闭第三气动阀,通过压力变送器记录系统压力 P_1 ;
- [0027] 步骤22、打开第六气动阀,向样品罐部分内充入氢气,记录压力变送器压力 P_2 ,采用等容法,根据气体状态方程 $n = PV/RT$,其中, n 为 H_2 物质的量, P 为压力, V 为体积, T 为热力学温度, R 为气体摩尔常数,通过已知的系统主体管路的体积 V_1 和装置内氢气压力的变化来标定样品罐部分体积 V_s ,具体公式为:
- [0028]
$$V_s = \frac{(P_1 - P_2) \times V_1}{P_2}$$
- [0029] 步骤23、为保证计算 V_s 的准确性,本步骤重复4~6次;
- [0030] 步骤3、系统主体抽真空:
- [0031] 关闭第三气动阀和第七气动阀,开启第四气动阀、第五气动阀、第六气动阀、第八气动阀和真空泵进行系统主体抽真空,抽真空时间 $\geq 20\text{min}$,真空度优于 10^{-1}Pa ;
- [0032] 步骤4、参数设定:
- [0033] 在触摸显示屏上输入主要参数,主要参数包括:系统参数、储氢材料活化参数和循环吸放氢参数;
- [0034] 系统参数为:第一蓄压罐内的体积、第二蓄压罐内的体积、系统主体管路的体积、样品罐部分内的体积、系统主体的温度和储氢材料的重量;
- [0035] 储氢材料活化参数为:样品罐部分活化抽真空温度、活化抽真空时间、活化吸氢温度、吸氢时间、活化放氢温度、抽真空时间和活化次数;
- [0036] 循环吸放氢参数为:循环吸放氢测试时的吸氢温度、吸氢时间、放氢温度、放氢时间、抽真空时间、循环次数;
- [0037] 其中活化次数 ≥ 3 次,系统主体温度为 $20 \sim 35^\circ\text{C}$,储氢材料的重量为 $1 \sim 5\text{g}$;
- [0038] 步骤5、进行储氢材料活化和充放氢循环操作。
- [0039] 所述步骤5分为:
- [0040] 步骤51、根据之前在电脑触摸显示屏上设置的系统参数和储氢材料活化参数,自动进行储氢材料活化性能测试至完成设定的活化次数;一般情况下,为保证材料充分活化,本步骤进行3次;

[0041] 其中步骤51分为：

[0042] 步骤511、加热抽真空：关闭第三气动阀、第四气动阀、第五气动阀和第七气动阀，开启第六气动阀和第八气动阀，开启真空泵，对样品罐部分进行抽真空，此时反应室的温度为设定的活化抽真空温度；

[0043] 步骤512、充氢：关闭第五气动阀、第六气动阀、第七气动阀和第八气动阀，开启氢气瓶、第一减压器、第一气动阀、第三气动阀和第四气动阀，使氢气通过第一气体流量控制阀7缓慢流向系统主体管路和第一蓄压罐，利用压力变送器监测压力上升情况，当压力达到设定值时，关闭第三气动阀，待压力值稳定后输出系统压力为 P_1 ；

[0044] 步骤513、吸氢：开启第六气动阀，使系统主体管路和第一蓄压罐中的氢气流入样品罐部分中，此时，样品罐部分内储氢材料与氢气发生反应，通过压力变送器监测系统内压力下降，当压力下降至一定值并不再变化时，关闭第六气动阀，输出此时压力值为 P_2 ；

[0045] 步骤514、放氢：关闭第四气动阀，开启第五气动阀，反应室内的储氢材料开始向放氢，通过压力变送器监测压力上升情况，当压力值上升且稳定后，输出压力值为 P_3 ，关闭第六气动阀；

[0046] 步骤515、排空：开启第七气动阀，使系统内氢气通过第二气体流量控制阀缓慢排向大气，当压力达到0.2~0.3MPa时，关闭第七气动阀，依次开启真空泵和第八气动阀，对系统进行抽真空20min；

[0047] 继续重复步骤511~步骤515，直至完成输入的活化次数；

[0048] 步骤52、根据之前在电脑触摸显示屏上设置的系统参数和循环吸放氢参数，自动进行储氢材料活化性能测试直至完成设定的循环次数；其中步骤52分为：

[0049] 步骤521、充氢：关闭第五气动阀、第六气动阀、第七气动阀和第八气动阀，开启氢气瓶、第一减压器、第一气动阀、第三气动阀和第四气动阀，使氢气通过第一气体流量控制阀缓慢流向系统主体管路和第一蓄压罐，利用压力变送器监测压力上升情况，当压力达到设定值时，关闭第三气动阀，待压力值稳定后输出系统压力为 P_1 ；

[0050] 步骤522、吸氢：开启第六气动阀，使系统主体管路和第一蓄压罐中的氢气流入样品罐部分中，此时，样品罐部分内储氢材料与氢气发生反应，通过压力变送器监测系统内压力下降，当压力下降至一定值并不再变化时，关闭第六气动阀，输出此时压力值为 P_2 ；整个吸氢过程中，反应室的温度稳定在设定的活化吸氢温度；

[0051] 步骤523、放氢：关闭第四气动阀，开启第五气动阀，反应室内储氢材料开始向第二蓄压罐放氢，通过压力变送器监测压力上升情况，当压力值上升且稳定后，输出压力值为 P_3 ，关闭第六气动阀；

[0052] 步骤524、排空：开启第七气动阀，使系统内氢气通过第二气体流量控制阀缓慢排向大气，当压力达到0.2~0.3MPa时，关闭第七气动阀，依次开启真空泵和第八气动阀，对系统进行抽真空20min；

[0053] 继续重复步骤521~步骤524，直至完成输入的循环次数；

[0054] 在步骤513、步骤514、步骤522和步骤523中，反应室的温度稳定在设定的活化放氢温度。

[0055] 本发明的有益效果是：

[0056] 1、使用本发明的储氢材料循环寿命自动测试仪装置可实现对储氢材料多次循环

充放氢的全自动控制,在循环充放氢过程中,自动控制充放氢压力、阀门开闭,避免人为操作系统、记录数据导致的测试结果偏差,可节约长时连续循环测试时的人力和时间成本,提高测试效率和测试准确性。

[0057] 2、样品罐温控器为半导体温控器,实现对反应室的直接升温 and 降温操作,无需手动将反应室在水域系统和加热炉之间反复移动,节约了人力和时间成本;半导体温控器的温度误差在 $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$,与常规的水域冷却方式相比,明显提高了温度控制的稳定性,提高了测试数据的准确度。

附图说明

[0058] 图1为本发明一种储氢材料循环寿命自动测试仪实施例的结构图。

[0059] 其中,1-氢气瓶;2-氦气瓶;3-第一减压器;4-第二减压器;5-第一气动阀;6-第二气动阀;7-第一气体流量控制阀;8-第三气动阀;9-第四气动阀;10-第五气动阀;11-第六气动阀;12-第七气动阀;13-第八气动阀;14-第一蓄压罐;15-第二蓄压罐;16-压力变送器;17-反应室;18-样品罐温控器;19-第二气体流量控制阀;20-真空泵;21-系统主体温控器;22-电脑。

具体实施方式

[0060] 下面结合附图和具体的实施例对本发明及运行过程做进一步详细的说明。

[0061] 如图1所示的为本发明实施例,包括:电脑22、气源部分、系统主体、样品罐部分、排空系统、温度控制系统、数据采集系统和自动控制系统;其中系统主体是装置对材料进行充放氢过程的主要执行机构,包括:用于吸氢动力学测试时蓄存氢气用的第一蓄压罐14、放氢动力学测试时蓄存氢气用的第二蓄压罐15、监测系统压力用的压力变送器16、第三气动阀8、第四气动阀9、第五气动阀10、第六气动阀11、第七气动阀12、第八气动阀13、主三通、辅三通、主四通和管路,主三通的第一路通过管路装有压力变送器16,主三通的第二路分别通过管路与主四通相连,主四通通过管路分别与第三气动阀8、第四气动阀9和第六气动阀11相连,辅三通的两个出口分别通过管路与主三通的第三路和第二蓄压罐15相连,辅三通的另一个出口通过管路分别与第七气动阀12和第八气动阀13相连;第四气动阀9通过管路与第一蓄压罐14相连,第五气动阀10通过管路与第二蓄压罐15相连;

[0062] 系统主体通过第三至第八气动阀的开闭实现对其他部分的联通和隔断,从而实现对材料的充氢和放氢操作;

[0063] 第二蓄压罐15的内容积至少为第一蓄压罐14的2倍,储氢材料放氢时的最终压力保持在0.1MPa;

[0064] 在本事实例中,压力变送器16的耐压范围为0~50MPa。

[0065] 气源部分与系统主体的第三气动阀8相连;气源部分包括氢源部分和氦源部分。氢源部分包括用于提供高纯氢气或用于测试储氢材料抗毒化能力的含杂质气体的氢气瓶1、第一氢气减压阀3和第一气动阀5;氦源部分包括用于提供样品罐部分体积标定用高纯氦气的氦气瓶2、第二减压器4和第二气动阀6,氢源部分和氦源部分并联,通过第一气体流量控制阀7和第三气动阀8进入系统主体部分,进而通过系统主体部分进入反应室17;第一和第二减压器用于对氢气瓶和氦气瓶中的高压氢气进行减压,避免损害第一气体流量控制阀;

[0066] 氢气通过减压器、流量控制阀实现对压力和流量的控制,使充入系统主体的氢气压力缓慢上升,避免高压快充导致系统压力超过设定的目标充氢压力。

[0067] 氦源部分主要用于标定放置储氢材料后储氢罐的体积,采用氦气代替氢气进行体积标定,主要是为了防止活性较高的储氢材料在体积标定过程中吸收氢气,造成体积标定的不准确,且与其他惰性气体相比,氦气分子量与氢气最接近,从而保证标定结果的准确性。

[0068] 样品罐部分包括放置储氢材料的反应室17及其与第六气动阀11相连的气体管路;吸、放氢过程中通过半导体温控器对样品罐部分进行低温和高温的稳定控制;

[0069] 排空系统包括用于向大气排放高压氢气的放空部分和用于将其他管路进行抽真空的真空部分,放空系统包括第二气体流量控制阀19及与第七气动阀12相连的管路,真空部分包括真空泵20及与第八气动阀13相连的管路,放空部分与真空部分并联;

[0070] 系统主体和样品罐部分内氢气排空时,首先开启第四气动阀9至第六气动阀11,先通过第七气动阀12和放空部分(第二气体流量控制阀19)将高压氢气缓慢排向大气中,待系统内压力达到0.2~0.3MPa时,关闭第七气动阀12,打开第八气动阀13,利用真空部分(真空泵20)对系统和样品罐部分抽真空,以此将循环寿命自动测试仪和储氢材料内残留的气体抽出,使储氢材料彻底放氢;

[0071] 电脑22与数据采集系统和自动控制系统相连,且电脑22上装有触摸显示屏;

[0072] 数据采集系统和自动控制系统通过电缆与第一蓄压罐14、第二蓄压罐15、压力变送器16、第三气动阀8、第四气动阀9、第五气动阀10、第六气动阀11、第七气动阀12、第八气动阀13、气源部分、样品罐部分、排空系统、温度控制系统、氢气瓶1、第一减压阀3、第一气动阀5、氦气瓶2、第二减压阀4、第二气动阀6、第二气体流量控制阀19和真空泵20相连;

[0073] 电脑22通过样品罐温控器18控制反应室17的温度,通过系统主体温控器21控制系统主体的温度,数据采集系统通过系统主体和反应室17的温度和压力数据实时采集并反馈到自动控制系统,自动控制系统通过PLC及模块控制反应室17中储氢材料与氢气的反应;

[0074] 电脑22通过分析数据采集系统采集的数据信号对储氢材料充放氢状态进行判断,并通过自动控制系统控制所有阀门的开闭、样品罐部分温度的升降,进而控制所述样品罐部分内的储氢材料与氢气的反应,实现对储氢材料循环充氢和放氢操作,并将采集到的压力、温度数据进行计算分析,实时输出充放氢数据和曲线至触摸显示屏;

[0075] 压力变送器16和各温度信号通过通信电缆传输至数据采集系统,同时显示于电脑22的触摸显示屏上,自动控制系统分析数据信息后自动控制气动阀门的开闭,并且自动控制温控器电源的开闭。采用等容法,通过气动阀的开闭变换系统主体部分体积,并通过已知体积的系统主体和样品罐部分中压力的变化,根据气体状态方程 $n = PV/ZRT$,对储氢材料中吸收和释放的氢气体积进行计算。

[0076] 温度控制系统包括样品罐温控器18和系统主体温控器21;

[0077] 样品罐温控器18由内嵌热电偶的开瓣式紫铜块的主体、半导体制冷片和散热风扇组成,紫铜块上方中心为放置反应室的凹槽,半导体制冷片粘贴于金属块两侧,散热风扇固定于半导体制冷片外侧,用于半导体制冷片进行冷热交换时使其进行快速热传导;半导体制冷片、散热风扇通过通信电缆与数据采集系统和自动控制系统相连,从而实现对反应室17的自动加热和冷却。

[0078] 系统主体温控器21由包缠于系统主体各部分上的加热套和热电偶组成；具体的，加热体和热电偶安装于系统主体中的第一蓄压罐14、放氢动力学测试时蓄存氢气用的第二蓄压罐15、监测系统压力用的压力变送器16、第三气动阀8、第四气动阀9、第五气动阀10、第六气动阀11、第七气动阀12和第八气动阀13上，加热体通过通讯电缆与信号采集系统和自动控制系统相连，用于稳定系统主体部分的温度，避免环境温度波动对测试结果的影响；

[0079] 加热体为加热套、加热线圈或加热带。

[0080] 在本实施例的电脑22的触摸显示屏上，可实现对系统主体管路、蓄压罐、样品罐部分等体积的输入、储氢材料的重量、初始吸氢压力、放氢排空压力、吸、放氢温度、吸放氢时间、抽真空时间、系统主体的温度等进行设定。还可通过手动点击触摸显示屏的方式控制所有气动阀门的开闭，从而实现特殊需求时传统人工测试或用于紧急状态的操作。

[0081] 本实施例中，所有用于连接的管道、阀门都采用不锈钢材料，样品罐温控器18采用紫铜制造；

[0082] 本实施例的测试方法包括以下步骤：

[0083] 步骤1、装样：称取2~5g的储氢合金颗粒，装入反应室17中，并密封；

[0084] 步骤2、样品罐部分体积标定，又分为：

[0085] 步骤21、关闭第四气动阀9、第五气动阀10、第六气动阀11、第七气动阀12和第八气动阀13，打开第一气动阀5和第三气动阀8将高纯氢气引入测试装置的系统主体管路，引入后关闭第三气动阀8，通过压力变送器16记录系统压力 P_1 ；

[0086] 步骤22、打开第六气动阀11，向样品罐部分内充入氢气，记录压力变送器16压力 P_2 ，采用等容法，根据气体状态方程 $n = PV/RT$ ，其中， n 为 H_2 物质的量， P 为压力， V 为体积， T 为热力学温度， R 为气体摩尔常数，通过已知的系统主体管路的体积 V_1 和装置内氢气压力的变化来标定样品罐部分体积 V_s ，具体公式为：

$$[0087] \quad V_s = \frac{(P_1 - P_2) \times V_1}{P_2}$$

[0088] 步骤23、为保证计算 V_s 的准确性，本步骤重复4~6次；

[0089] 步骤3、系统主体抽真空：

[0090] 关闭第三气动阀8和第七气动阀12，开启第四气动阀9、第五气动阀10、第六气动阀11、第八气动阀13和真空泵20进行系统主体抽真空，抽真空时间 $\geq 20\text{min}$ ，真空度优于 10^{-1}Pa ；

[0091] 步骤4、参数设定：

[0092] 在触摸显示屏上输入主要参数，主要参数包括：系统参数、储氢材料活化参数和循环吸放氢参数；

[0093] 系统参数为：第一蓄压罐14内的体积、第二蓄压罐15内的体积、系统主体管路的体积、样品罐部分内的体积、系统主体的温度和储氢材料的重量；

[0094] 储氢材料活化参数为：样品罐部分活化抽真空温度、活化抽真空时间、活化吸氢温度、吸氢时间、活化放氢温度、抽真空时间和活化次数；

[0095] 循环吸放氢参数为：循环吸放氢测试时的吸氢温度、吸氢时间、放氢温度、放氢时间、抽真空时间、循环次数；

[0096] 其中活化次数 ≥ 3 次，系统主体温度为 $20\sim 35^\circ\text{C}$ ，储氢材料的重量为 $1\sim 5\text{g}$ ；

[0097] 步骤5、进行储氢材料活化和充放氢循环操作：

[0098] 步骤51、根据之前在电脑22触摸显示屏上设置的系统参数和储氢材料活化参数，自动进行储氢材料活化性能测试至完成设定的活化次数；一般情况下，为保证材料充分活化，本步骤进行3次；

[0099] 其中步骤51分为：

[0100] 步骤511、加热抽真空：关闭第三气动阀8、第四气动阀9、第五气动阀10和第七气动阀12，开启第六气动阀11和第八气动阀13，开启真空泵20，对样品罐部分进行抽真空，此时反应室温度为设定的活化抽真空温度；

[0101] 步骤512、充氢：关闭第五气动阀10、第六气动阀11、第七气动阀12和第八气动阀13，开启氢气瓶1、第一减压器3、第一气动阀5、第三气动阀8和第四气动阀9，使氢气通过第一气体流量控制阀7缓慢流向系统主体管路和第一蓄压罐14，利用压力变送器16监测压力上升情况，当压力达到设定值时，关闭第三气动阀8，待压力值稳定一段时间记录此时系统压力为 P_3 ；

[0102] 步骤513、吸氢：开启第六气动阀11，使系统主体管路和第一蓄压罐14中的氢气流入样品罐部分中，此时，样品罐部分内储氢材料与氢气发生反应，通过压力变送器16监测系统内压力下降，当压力下降至一定值并不再变化时，关闭第六气动阀11，记录此时压力值为 P_2 ；整个吸氢过程中，反应室17的温度稳定在设定的活化吸氢温度；

[0103] 步骤514、放氢：关闭第四气动阀9，开启第五气动阀10，反应室17内储氢材料开始向放氢，通过压力变送器16监测压力上升情况，当压力上升至一定值并保持不变时，记录压力值为 P_3 ，关闭第六气动阀11；整个放氢过程中，反应室17的温度稳定在设定的活化放氢温度；

[0104] 步骤515、排空：开启第七气动阀12，使系统内氢气通过第二气体流量控制阀19缓慢排向大气，当压力达到0.2MPa时，关闭第七气动阀12，依次开启真空泵20和第八气动阀13，对系统进行抽真空20min；

[0105] 继续重复步骤511~步骤515至输入的活化次数(3次)后，完成活化过程。

[0106] 步骤52、根据之前在电脑22触摸显示屏上设置的系统参数和循环吸放氢参数，自动进行储氢材料活化性能测试直至完成设定的循环次数；其中步骤52分为：

[0107] 步骤521、充氢：关闭第五气动阀10、第六气动阀11、第七气动阀12和第八气动阀13，开启氢气瓶1、第一减压器3、第一气动阀5、第三气动阀8和第四气动阀9，使氢气通过第一气体流量控制阀缓慢流向系统主体管路和第一蓄压罐14，利用压力变送器16监测压力上升情况，当压力达到设定值时，关闭第三气动阀8，待压力稳定一段时间后，记录此时系统压力为 P_1 ；

[0108] 步骤522、吸氢：开启第六气动阀11，使系统主体管路和第一蓄压罐14中的氢气流入样品罐部分中，此时，样品罐部分内储氢材料与氢气发生反应，通过压力变送器16监测系统内压力下降，当压力下降至一定值并不再变化时，关闭第六气动阀11，记录此时压力值为 P_2 ；整个吸氢过程中，反应室17的温度稳定在设定的活化吸氢温度；

[0109] 步骤523、放氢：关闭第四气动阀9，开启第五气动阀10，反应室17内储氢材料开始向第二蓄压罐15放氢，通过压力变送器16监测压力上升情况，当压力上升至一定值并保持不变时，记录压力值为 P_3 ，关闭第六气动阀11；整个放氢过程中，反应室17的温度稳定在设

定的活化放氢温度；

[0110] 步骤524、排空：开启第七气动阀12，使系统内氢气通过第二气体流量控制阀19缓慢排向大气，当压力达到0.2MPa时，关闭第七气动阀12，依次开启真空泵20和第八气动阀13，对系统进行抽真空20min；

[0111] 继续重复步骤521~步骤524，直至完成输入的循环次数。

[0112] 以LaNi₅合金在30℃吸氢、60℃放氢的循环充放氢过程对本实施方式进一步说明：

[0113] 步骤1、装样：将2g LaNi₅储氢材料装填入反应室17中密封。

[0114] 步骤2、样品罐部分体积标定：

[0115] 步骤21、关闭第四至第八气动阀9~13，打开氢气瓶和第一气动阀6和第三气动阀8，向系统主体管路部分通入0.2MPa左右的氢气，记录此时系统压力P₁；

[0116] 步骤22、开启第六气动阀11，记录此时压力P₂；关闭第六气动阀11；

[0117] 步骤23、重复以上操作4次，通过第六气动阀11开启前后系统压力变化，采用气体状态方程，根据已知的系统管路体积计算样品罐部分装填样品后的空体积。

[0118] 步骤3、系统主体抽真空：关闭第三气动阀8和第七气动阀12，开启第四气动阀9、第五气动阀10、第六气动阀11和第八气动阀13，开启真空泵20，对整个管路抽真空至10⁻¹Pa以下。

[0119] 步骤4、参数设定：

[0120] 将已知的主要参数输入计算机22上的触摸显示屏中，主要参数包括：第一蓄压罐14和第二蓄压罐15的体积、系统主体管路体积、样品罐部分体积、系统主体温度30℃、储氢材料的重量2g；储氢材料活化吸氢温度30℃、活化放氢温度60℃、活化时间60min、抽真空时间60min、活化次数3次等；循环吸放氢测试时的吸氢温度30℃、吸氢时间20min、放氢温度60℃、放氢时间20min、抽真空时间20min、循环次数100次等。

[0121] 步骤5、进行储氢材料活化和充放氢循环操作：

[0122] 当充放氢条件设置完成后，系统即可自动对LaNi₅储氢材料进行储氢材料活化性能测试和循环充放氢试验，并获得材料的循环吸、放氢动力学曲线数据。

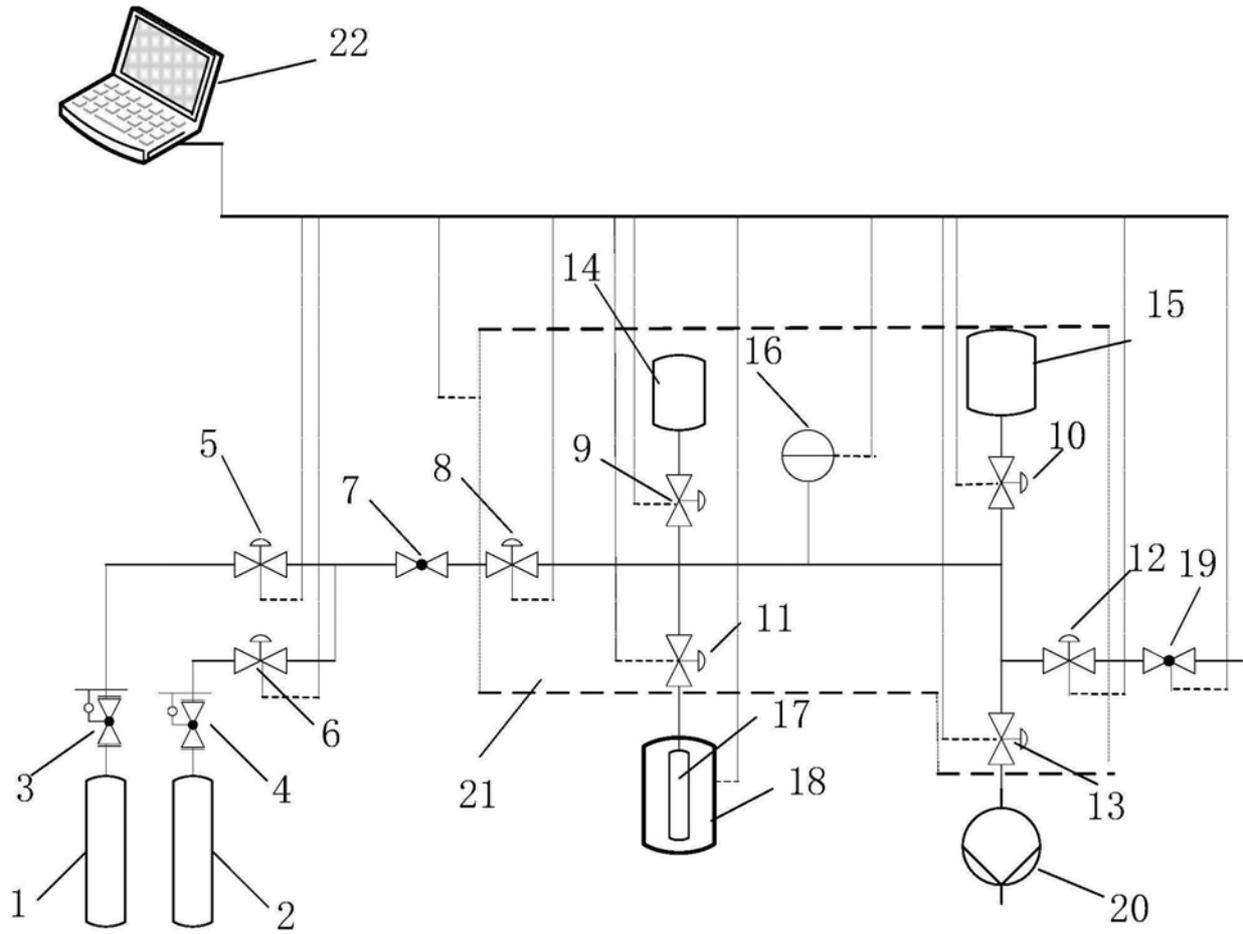


图1