



УДК 542.87/004.428.4

А.А. Козлов

Российский химико-технологический университет им. Д.И. Менделеева, Москва, Россия

РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ ОБРАБОТКИ ДАННЫХ ЭКСПЕРИМЕНТОВ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОГО ВОССТАНОВЛЕНИЯ КИСЛОРОДА НА ГАЗОДИФФУЗИОННЫХ ЭЛЕКТРОДАХ

The method for information handling of data obtained in electrochemical measurements was developed. It allows data processing for Elins & IPC potentiostats. Writing VBA subprogram for automatic data acquisition and contraction volt-amperes curves. This makes possible to decrease the required time considerably.

Разработана методика обработки экспериментальных данных, полученных при помощи цифровых потенциостатов Elins и IPC в электрохимических исследованиях. Описана утилита для автоматического экспорта данных и построения вольтамперных кривых. Программа позволила значительно сократить время анализа экспериментальных данных.

В электрохимических экспериментах наиболее часто используется поляризационный метод исследования - регистрация вольтамперных кривых. При этом вольтамперные (поляризационные) кривые либо регистрируются автоматически на самопишущих потенциометрах, либо их построение проводится по результатам данных, полученных на аналоговых приборах поточно. В настоящее время происходит смена поколений приборов и вытеснение аналоговой техники.

При оцифровке аналогового сигнала на современных приборах возникает шум квантования, и, кроме того, все АЦП характеризуются некоторым шумом перехода (transition noise). Шум перехода проявляется, как мелькание последней цифры цифрового регистратора между двумя соседними значениями. При увеличении разрешающей способности цифрового измерителя, диапазон входного сигнала, соответствующий уровню шума перехода, может достичь или даже превысить значение сигнала, соответствующее единице младшего разряда, что приводит к искажению значений старших разрядов цифрового сигнала. Поэтому необходима визуализация получаемой цифровой информации для анализа.

Результатом электрохимических исследований с использованием современных цифровых приборов является большой массив данных, сохраняемых в виде текстовых файлов с разделителями. Единичные файлы такого типа достаточно легко импортируются в табличные редакторы и их обработка не вызывает сложности, но при систематических исследованиях ручной импорт данных требует значительного времени. С целью существенного сокращения времени на обработку большого массива данных необходима разработка специальной программы.

Такой подход был использован при проведении исследования процесса электрохимического восстановления кислорода на газодиффузионных электродах из различных углеродных материалов, в результате которой был получен массив экспериментальных данных, содержащий более четырехсот файлов. Опубликованная ранее методика анализа образующегося пероксида



водорода [1] включала: регистрацию поляризационной кривой восстановления пероксида водорода в потенциодинамическом режиме, экспорт данных в Microsoft Excel, построение вольтамперной кривой (ВАК) с обращением осей, т.к. в данном методе исследования применяется катодная развертка, определение высоты пика восстановления относительно фонового электролита. Для точного анализа требуется получить массив, содержащий не менее 100 точек, что обеспечивает определение потенциала пика с точностью ± 5 мВ. В среднем на экспорт данных одного эксперимента, построение ВАК, приведение ее к виду, представленному на рис.1, при наличии навыка в ручном режиме затрачивается около 2,5 минут на каждую кривую.

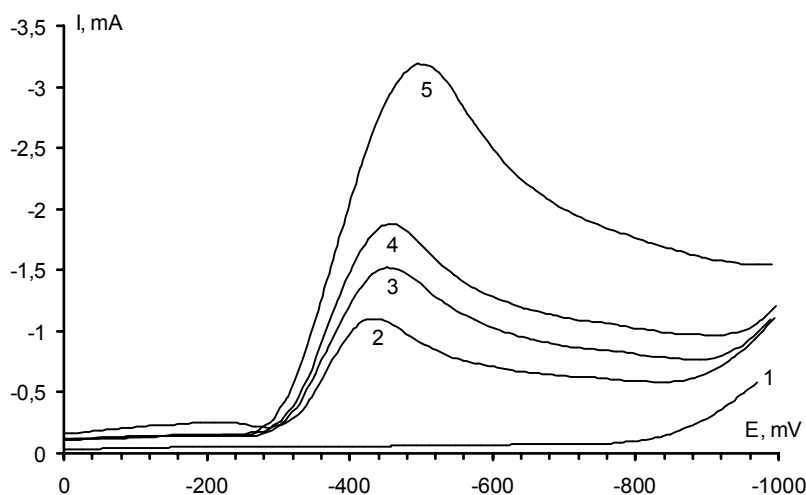


Рис. 1. Вольтамперные кривые восстановления растворов пероксида водорода на Pt в 0,9% NaCl: 1 - фоновый раствор, 2 – 5 – растворы пероксида водорода, полученные при различной силе тока

Для автоматизации процессов систематизации, экспорта и графической обработки полученных результатов была написана необходимая процедура.

Программа-конвертер написанная в среде VBA [2] для экспорта данных из файлов данных с расширением (*.dat), создаваемых программным обеспечением потенциостата IPC-Micro. Данная программа может быть использована для экспорта данных сохраненных любыми потенциостатами IPC и Elins. Программа инкапсулирована внутри файла формата Microsoft Excel, для запуска необходимо запустить макрос Main1. Программа работает в любой версии Microsoft Excel, начиная с Excel 97. Исполняемый код не сложно перевести в отдельный файл VBS (visual basic script) и изменить, чтобы он работал в другом табличном редакторе, например, Calc пакета OpenOffice.

При запуске программа выдает на экран «окно» формы OLE (Object Linking and Embedding) для выбора папки в которой находятся подпапки с данными (рис.2). Выбор папки производится наглядно в меню проводника, что упрощает работу с утилитой и позволяет избежать ошибок, в отличие от ручного введения полного адреса.



Макрос проводит поиск всех файлов данных, расположенных в выбранной папке и всех ее подпапках. Полные пути к найденным файлам выводятся на лист excel «сводная». После этого проводится определение количества поддиректорий с данными. Создается пустой файл excel с соответствующим количеством листов. Листы получают имя Data_Имя подпапки. Таким образом, данные из родительской выбранной папки помещаются на лист «Data_», остальные на листы «Data_NameSubDir», где NameSubDir – имя подпапки. Исходные .dat файлы содержат три столбца: время от запуска измерения, с; потенциал электрода, относительно электрода сравнения, мВ; ток в элетрохимической цепи, мА. Программой экспортируются последние два столбца. Экспортированные данные снабжаются заголовком-идентификатором, представляющим собой короткое имя файла. После экспорта проводится построение графиков для каждого листа рабочей книги отдельно. Графики строятся на осях $-E, mV - I, mA$ и помещаются на отдельные листы книги Excel с именами «Graph_NameSubDir». После проведения экспорта книга, содержащая макрос, автоматически закрывается. Остается активной книга, содержащая экспортированные данные и построенные графики, которая может быть сохранена стандартным путем. Полученный таким образом файл с данными не содержит кода VBA и поэтому может быть свободно перенесен на любую ПЭВМ, в том числе и с запретом на исполнение макросов и открыт там для дальнейшей обработки.

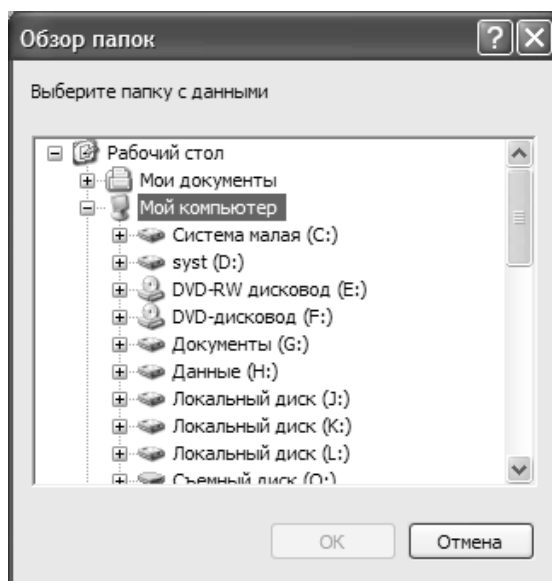


Рис. 2 Окно выбора папки с данными

Полное время на выполнение обработки массива из 408 файлов составило менее 3 минут на ПЭВМ, оснащенной процессором Athlon 2500+. Таким образом, экономия рабочего времени составила 17 ч.

Написанная процедура может быть использована для систематизации данных, получаемых в студенческом лабораторном практикуме по электрохимическим исследованиям в рамках спецкурсов по подготовке специали-



стов по технологии электрохимических производств. Дополнительный модуль программы создает общий массив данных, снабженных идентификатором, и выводит таблицу процентного совпадения, что позволяет находить дублирующиеся последовательности данных. В рамках студенческого практикума это позволяет проводить проверку всех полученных данных на уникальность.

Библиографические ссылки

1. Электрохимический анализ низких концентраций пероксида водорода в физиологическом растворе. / Л.С.Козлова, В.Т.Новиков, М.М.Гольдин // Электрохимия органических соединений: Тез. докл. XVI Всероссийского совещания по электрохимии органических соединений «ЭХОС-2006». Новочеркасск, 2006. С. 179
2. Кен Гетц, Майк Гилберт, Программирование на Visual Basic 6 и VBA. Руководство разработчика / пер. с англ. Киев: Издательская группа ВНУ, 2001. 902с.

УДК 541.135

Д.Ю. Тураев

Российский химико-технологический университет им. Д.И. Менделеева, Москва, Россия

ИЗВЛЕЧЕНИЕ КАТИОНОВ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ ИЗ КИСЛЫХ РАСТВОРОВ, СОДЕРЖАЩИХ СИЛЬНЫЕ ОКИСЛИТЕЛИ

The new additive for extraction of cations of heavy metals from acid solutions containing strong oxidizers, by their transfer in insoluble substances with liberation of equivalent quantity of cations of hydrogen is offered. The greatest degree of extraction is observed for copper cations. The additive allows to reduce essentially concentration of copper substances in acid solutions of pickling of copper, and also in the acid solutions containing hexavalent chrome, for example, in electrolyte of chromium plating.

Предложена новая добавка для извлечения катионов тяжелых металлов из кислых растворов, содержащих сильные окислители, путем их перевода в нерастворимые соединения с высвобождением эквивалентного количества катионов водорода. Наибольшая степень извлечения наблюдается для катионов меди. Добавка позволяет существенно снижать концентрацию соединений меди в кислых растворах травления меди, а также в кислых растворах, содержащих шестивалентный хром, например, в электролите хромирования.

В гальваническом производстве применяется ряд кислых и слабокислых растворов и электролитов. Свежеприготовленные растворы и электролиты могут изначально содержать дополнительно значительное количество катионов тяжелых металлов (электролит сернокислого меднения, раствор травления меди на основе соляной кислоты и хлорида двухвалентной меди) или не содержать их (стандартный электролит хромирования на основе хромового ангидрида и серной кислоты, сернокислый или азотнокислый рас-