

Данное исследование было сфокусировано на процессе электровосстановления в неводном растворе диметилформамида, содержащем ReO_4^- концентрацией 10 г/л. В связи с тем, что перренат-ион (ReO_4^-) – слабый комплексный агент, ожидалось, что эти ионы сосуществуют в растворе совместно с NH_4^+ , Li^+ , Cl^- .

Для установления процентного содержания рения применялись методы выбраковки результатов рентгенофлуоресцентного анализа (рисунок 5). Сделано это было для того, чтобы исключить влияние отклика свинца (т.е. материала, из которого выполнен катод) из результатов анализа полученных рентгенограмм.

Для расчета массы выделившегося на катоде вещества использовалась формула закона Фарадея, согласно которой:

$$m(\text{Re}) = \frac{M(\text{Re})}{nF} It \quad (1)$$

где F – константа Фарадея.

Выход по току рассчитывался по формуле:

$$\eta = \frac{m(\text{эксп})}{m(\text{теор})} 100\% \quad (2)$$

Количество тока, затраченное на процесс электролиза, рассчитывалось по формуле:

$$Q = I \times t \quad (3)$$

Параметры процессов электролиза на свинцовых катодах, проведенные в растворах диметилформамида с перренат-аммонием концентрацией 10 г/л и их результаты обобщены в таблице 1.

Таблица 1 – Параметры и результаты процесса электролиза растворов ДМФА, содержащих 10 г/л NH_4ReO_4

Потенциал рабочего электрода, мВ	Сила тока, мА	Количество электричества, А·ч	Выход по току, %	Масса катодного осадка, мг	Массовое содержание рения или его соединения, %
-400,00	-26,70	0,02747	0	24,00	Не обнаружено
-1300,00	-4,38	0,00209	0	6,00	Не обнаружено
-1600,00	-12,42	0,00593	0	24,00	Не обнаружено
-1900,00	-16,92	0,00424	61,97	25,00	10,51
-2500,00	-14,85	0,00709	15,13	33,00	3,25
-2900,00	-45,64	0,02180	3,75	67,00	1,22

Таким образом установлено, что выделение рения протекает наиболее интенсивно при электролизе в катодной области потенциалов свинцового электрода, соответствующей 1900 мВ.

Заключение

Предложенный механизм предназначен для последовательной интерпретации информации, полученной посредством циклической вольтамперометрии, СЭМ и РФЛА. В свою очередь, сравнение полученной информации с другими исследованиями, проведенными в кислой или щелочной среде водных растворов, представляется на наш взгляд в достаточной степени спекулятивным. В то время как достоверные спектроскопические данные о реакциях, протека-

ющих во время электроосаждения, отсутствуют, предполагаемые механизмы реакций с участием перренат-ионов в водных растворах могут быть совершенно иными, а их применение в данном случае нецелесообразно. Тем не менее стоит отметить, что получение спектроскопической информации в процессе электроосаждения оксидов рения очень интересная задача, требующая последующего решения.

Фундаментальные исследования, посвященные разработке высокоэффективных методов производства оксидов рения с низкой себестоимостью, такие как электрохимический синтез, с большой долей вероятности могут привести в будущем к разработке технологий получения различных уникальных соединений рения.