

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO  
FACULTAD DE QUIMICA



*“ Química Analítica del Escandio ”*

*Berta Hernández Pérez*

Q U I M I C O

1 9 7 8



Universidad Nacional  
Autónoma de México



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

CLAS TESIS 1978  
ABO M. C. 226 230  
FECHA \_\_\_\_\_  
PROC 222  
# \_\_\_\_\_



Jurado asignado según el tema:

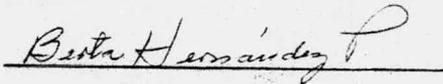
|               |  |
|---------------|--|
| PRESIDENTE    | Ing. Quím. Carlos Kobeh Hedere                       |
| VOCAL         | Ing. Quím. Alberto Obregón Pérez                     |
| SECRETARIO    | Quím. Alicia Benitez de Altamirano                   |
| 1er. SUPLENTE | Ing. Quím. Jorge Mencarini Peniche                   |
| 2º. SUPLENTE  | Ing. Quím. Met. Rosa Magda Unda Rodríguez de Calero. |

Sitio donde se desarrolló el tema:

Biblioteca del: Instituto de Geología.  
Instituto de Química.  
Facultad de Química.  
Centro de Estudios Avanzados.

Sustentante:

Berta Hernández Pérez.

  
\_\_\_\_\_

Asesor del tema:

Ing. Quím. Alberto Obregón Pérez.

  
\_\_\_\_\_

Con amor a mi esposo.

A mis hijos luz de mi vida.

A mis padres.

A mi hermana.

A mis maestros.

# C O N T E N I D O

## PARTE I

|                                    |         |
|------------------------------------|---------|
| OBJETIVO . . . . .                 | Pag. 4  |
| INTRODUCCION . . . . .             | Pag. 5  |
| ESTADO NATURAL . . . . .           | Pag. 8  |
| PROPIEDADES FISICAS Y QUIMICAS . . | Pag. 11 |
| OBTENCION . . . . .                | Pag. 17 |
| COMPUESTOS . . . . .               | Pag. 20 |
| USOS . . . . .                     | Pag. 28 |

## PARTE II

|                                 |          |
|---------------------------------|----------|
| METODOS ANALITICOS . . . . .    | Pag. 30  |
| MATERIALES O MUESTRAS . . . . . | Pag. 49  |
| TABLAS DE EXTRACTOS . . . . .   | Pag. 53  |
| EXTRACTOS POR VOLUMEN . . . . . | Pag. 69  |
| BIBLIOGRAFIA . . . . .          | Pag. 133 |

## O B J E T I V O

El presente trabajo pertenece a una serie de monografías que se están elaborando en la Facultad de Química, destinadas a la revisión de la química analítica de los elementos.

El objetivo de esta monografía es, entonces, poner al -- alcance de todas aquellas personas interesadas, los conoci- -- mientos más recientes en el campo de la química analítica.

La primera parte de este trabajo contiene información general sobre las características y propiedades del ESCANDIO. En la segunda parte, la principal, se presenta la revisión -- ejecutada en la revista especializada Analytical Abstracts de los años 1969 a 1976. Esta segunda parte incluye una serie de tablas elaboradas por volumen, en las que se clasifican según el método de análisis y el material o muestra en que se prac-tica, los extractos de trabajos originales que publica la revista mencionada y por último una selección de extractos ordenados por métodos analíticos de acuerdo a su importancia y -- aplicabilidad en nuestro país.

## I N T R O D U C C I O N

El elemento químico escandio, Sc, de número atómico 21 y masa atómica 44.956, es un metal, fue finalmente aislado en 1879 por L.F. Nilson de minerales encontrados en Escandinavia; mientras estudiaba el iterbio derivado de la gadolinita y euxenita, obtuvo 0.3 g de una nueva tierra la cual fue caracterizada por sus espectros, su bajo equivalente químico, y débil basicidad. Fue llamado el elemento "escandio" en honor de su país, ya que fue encontrado originalmente en la península de Escandinavia.

Poco después, P.T.Cleve obtuvo 0.8 g de escandio de 4 Kg de gadolinita, y 1.2 g de 3 Kg de keilhavita.

En 1811 Schetelig descubrió en Noruega un verdadero mineral de escandio, la thortveitita, en 1920 Lacroix entre las rocas pegmatitas de Madagascar, encontró junto con otros minerales diversos como la monacita, xenotina, berilio, etc. - la thortveitita que contiene 37% de  $Sc_2O_3$ .

Hay diferencia de opinión de si poner al escandio o no - ponerlo incluido en la familia de los elementos de las tierras raras. En cualquier caso, está siempre asociado con las tierras raras. G. Urbain y H. Lacombe creyeron que el escandio no sería incluido en las tierras raras por el hecho de que forma un cianoplatinato semejante a aquellos de las tierras del cerio, y otro, el cual se asemeja al de las tierras del itrio. A diferencia de las tierras del itrio el escandio forma un sulfato alcalino doble escasamente soluble, y en este el escandio se asemeja más a las tierras del cerio. En su baja basicidad sin embargo, el escandio se asemeja a las tie

rras del itrio. El sulfato de escandio está hexahidratado y es muy soluble en agua. R. J. Meyer enfatizó que en ésta y en otras cualidades el escandio se asemeja al berilio.

El escandio se ajusta muy bien en el lugar asignado por D. I. Mendeleev para el "ekaboro" que en 1871 predijo la existencia del elemento número 21 (el primer elemento de transición del primer período largo) en base a la ley periódica.

P. T. Cleve enfatizó las analogías entre la predicción y verificación, como se muestra en la siguiente tabla.

#### COMPARACION DE LO PREDICHO Y PROPIEDADES OBSERVADAS DEL Sc.

Ekaboro, Eb

Escandio, Sc

Peso atómico 44

Peso atómico 44.9

Formará un óxido  $Eb_2O_3$  de gravedad específica 3.5; más básico que el aluminio menos básico que el itrio o el magnesio, no es soluble en álcalis; y hay duda sobre si descompondrá el cloruro de amonio.

Las sales serán incoloras, y dará precipitados gelatinosos con hidróxido de potasio, y carbonato de sodio. Las sales no cristalizarán bien.

Oxido de escandio  $Sc_2O_3$  tiene una gravedad específica 3.86; es más básico que el aluminio y menos básico que el itrio, o el magnesio. No es soluble en álcalis; y no descompone el cloruro de amonio.

Las sales de escandio son incoloras, y dan precipitados gelatinosos con hidróxido de potasio y carbonato de sodio. El sulfato cristaliza con dificultad.

El carbonato será insoluble en agua; y probablemente -- precipité como una sal básica.

El sulfato alcalino doble - probablemente no sea alum--bre.

El cloruro anhidro,  $\text{EbCl}_3$ , será menos volátil que el - cloruro de aluminio, y su - solución acuosa se hidrolizará más rápidamente que la del cloruro de magnesio.

El ekaboro probablemente no sea descubierto espectroscópicamente.

El carbonato de escandio es - insoluble en agua, y pierde - rápidamente dióxido de carbo--no.

El sulfato alcalino doble no--es alumbre.

El cloruro de escandio,  $\text{ScCl}_3$  empieza a sublimar a  $850^\circ$  y - el cloruro de aluminio empie--za a sublimar por encima de - los  $100^\circ$ . En solución acuosa--la sal es hidrolizada.

El escandio no ha sido reconocido por análisis de espectro.

## E S T A D O   N A T U R A L

El escandio es poco abundante pero ampliamente distribuído en la corteza terrestre, con frecuencia se le considera como uno de los elementos más raros, se ha demostrado sin embargo (U. M. Goldsmidt) que se encuentra en la corteza terrestre por lo menos en 5 ppm. Así que no se trata de un elemento escaso, su abundancia es la misma que la del arsénico y el doble que la del boro.

El escandio es el constituyente fundamental de sólo un mineral conocido, la thortveitita, analizada y reconocida por -- J. Schetelig, que es un silicato de escandio y de las tierras del itrio, su composición es:

|       |                         |
|-------|-------------------------|
| 34 %  | $\text{Sc}_2\text{O}_3$ |
| 45 %  | $\text{SiO}_2$          |
| 10 %  | $\text{Y}_2\text{O}_3$  |
| 5 %   | $\text{Al}_2\text{O}_3$ |
| 3 %   | $\text{Fe}_2\text{O}_3$ |
| 1.5 % | $\text{La}_2\text{O}_3$ |

y pequeñas cantidades de óxidos de cobre, magnesio, manganeso y torio.

La thortveitita se encuentra en granitos pegmatitas, y -- ella ocurre en algunas rocas de estaño, de tungsteno, y de las tierras raras. El escandio se encontró en la euxenita y después en la gadolinita (como silicato), el escandio se encuen--

tra en muchos minerales de las tierras raras, en ciertos minerales de zirconio, en berilios, titanatos, niobiatos, titanio micas y especialmente en la casiterita y wolframita. Se encontró 0.0056 a 0.0178 % de  $Sc_2O_3$  en piroxenitas. También se encuentra en escasas cantidades en la mayoría de las rocas cristalinas, y en cantidades mayores (0.2 %) en algunos minerales como la wolframita, euxenita, itrotitanita, de los cuales es difícil separarlo. El color azul de una variedad de berilio - (aguamarina) se debe a vestigios de escandio. El escandio se encuentra también en la monacita como fosfato.

El itrio y el lantano están siempre asociados con el escandio, y una afinidad geoquímica puede existir entre el escandio y el hierro en rocas sedimentarias. La detección y estimación de escandio en agua de mar requiere análisis de activación neutrónica; la sensibilidad de este análisis es medida en partes por billón.

No hay grandes depósitos de este elementos y es muy difícil obtenerlo en un estado de pureza aceptable.

Según H. N. Russell es más abundante en el sol donde es el elemento 23 en abundancia (en la tierra no es más que el 50. De observaciones espectroscópicas se infiere que el escandio ocurre en forma relativamente abundante en el sol y en las estrellas. M. N. Saha observó evidencias de él en el espectro cromosférico solar de alto nivel. Dado que las líneas del espectro del escandio son observadas en el espectro de las estrellas en diversas etapas de desarrollo -por ejm., en una  $\alpha$ -Persei, la cual es más joven que nuestro sol, y en las estrellas rojas  $\alpha$ -Orionis y  $\alpha$ -Herculis, las cuales son más --

viejas que nuestro sol. G. Eberhard argulló que el escandio - debe estar universalmente distribuído sobre la tierra. En consecuencia con esto, él encontró que el espectro de arco de 459 minerales y rocas mostraron que pequeñas cantidades de escandio estaban presentes en 204, la evidencia en 74 era dudosa; y el elemento estaba ausente en 181. Finalmente concluyó que el escandio en pequeñas cantidades es uno de los elementos más - ampliamente distribuído sobre la corteza terrestre.

PROPIEDADES FÍSICAS DEL ESCANDIO

Peso atómico natural 44.956

Color: gris amarillento

Estado físico: sólido

Radio atómico: 1.62 A

Radio iónico:  $r_{\text{Sc}^{3+}} = 0.68 \text{ A}$

Volumen atómico:  $15.028 \text{ cm}^3/\text{mol}$

Gravedad específica a  $20^\circ\text{C}$ : rayos X  $3.02 \text{ g/cm}^3$ ;  
arc-fundido  $3.0 \text{ g/cm}^3$

Punto de fusión: alta pureza,  $1811^\circ\text{C}$  ( $3260^\circ\text{F}$ )

Punto de ebullición:  $2870^\circ\text{C}$  ( $5198^\circ\text{F}$ )

Sublimación: El Sc metálico sublima a  $1600^\circ\text{C}$  y  $10^{-4} \text{ mmHg}$

Presión de vapor:  $\log P_{\text{Sc}} (\text{mmHg}) = -\frac{17180}{T(^{\circ}\text{K})} + 8.298$

Calor específico (a  $0^\circ\text{C}$ );  $6.01 \text{ cal/mol}/^\circ\text{C}$

Calor de fusión:  $3.37 \text{ kcal/mol}$

Calor de vaporización y sublimación:  $78.6$  a  $81.0 \text{ kcal/mol}$

Electronegatividad: 1.3 (escala de Pauling)

Potencial de la. ionización:  $6.56 \text{ e.v.}$

Potencial de electrodos:  $-2.08$

Estructura cristalina:  $\alpha\text{-Sc}$  (de temp. ambiente a  $1335^\circ\text{C}$ )

hcp,  $a = 3.308 \text{ A}$ ,  $c = 5.2653 \text{ A}$

$-\text{Sc}$  (de  $1335^\circ\text{C}$  a punto de fusión)

bcc,  $a = 4.53 \text{ A}$

Coefficiente lineal de expansión térmica: (promedio a  $400^\circ\text{C}$ ) =  
 $11.4 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$ .

## PROPIEDADES QUÍMICAS DEL ESCANDIO

El escandio cuya configuración electrónica es  $1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^6 3d 4s^2$  es un congénere del aluminio, pero es mucho más básico en sus propiedades, en muchas de las cuales resulta muy parecido al itrio y a los lantánidos. Sin embargo, su radio, -- bastante más pequeño (el radio del ión escandio (III) es  $\sim 0.7\text{\AA}$ , que debe compararse con 0.85 - 1.06 para el itrio y los lantánidos) permite explicar las diferencias en sus propiedades químicas.

La presencia de un sólo electrón  $d$  en el penúltimo piso de su átomo, lo separa de los elementos regulares o representativos. Pero por no presentar huecos electrónicos en sus iones terpositivos, que son los únicos que posee, sus compuestos divergen también de los metales de transición en algunas propiedades que muestran los compuestos, así, sus sales no son coloridas como muchas de las de los últimos y de la mayoría de los lantánidos, ni presentan carácter paramagnético. Tampoco ofrece la diversidad de estados de oxidación que en general poseen los demás metales de transición; ni tiende, como muchos de éstos, a formar soluciones sólidas y compuestos intermetálicos; aunque forme complejos. El escandio da compuestos semejantes a los de los metales alcalino térreos (familia precedente en la tabla periódica); y muestra gran semejanza química con los del aluminio, el cual también posee el estado de oxidación  $3+$ .

Sus propiedades químicas no se conocen muy bien. Esto se debe en parte a la falta de depósitos grandes de este elemento-

y también a la dificultad de obtenerlo en un estado de pureza aceptable.

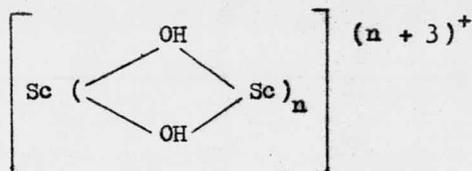
El escandio sólo posee el estado de oxidación 3+ en el cual dá el óxido,  $Sc_2O_3$ , los halogenuros,  $ScX_3$  y los oxohalogenuros  $ScOX$ , así como numerosas sales de oxoácidos.

Se ha examinado cuidadosamente la posibilidad de la existencia del estado de oxidación dipositivo pero no hay evidencia alguna de ella.

Especialmente el escandio tiene poco señaladas las propiedades químicas de los lantánidos. El ión escandio 3+, posee alto poder deformador, y entra en mayor número de compuestos complejos que el itrio.

El escandio es un metal reductor como indica su potencial de óxido-reducción. El itrio presenta carácter más metálico -- que el escandio, de acuerdo con su mayor número atómico (dentro de la familia); por más que el hidróxido  $Sc(OH)_3$  sólo sea débilmente básico.

Como es más pequeño, el ión escandio posee una mayor tendencia a la hidrólisis que los iones de los lantánidos. Se ha demostrado que se forman especies poliméricas del tipo



cuyas cadenas aumentan de longitud a medida que aumenta el pH. Se puede esperar que el ión escandio, estrechamente relacionado con el aluminio y con los elementos de la primera serie de transición, forme complejos mucho más fácilmente que los lantánidos. En soluciones de ácido perclórico, por ejemplo, se forman complejos tales como  $\text{ScCl}_2^+$  y  $\text{ScCl}^{2+}$  al agregar iones  $\text{Cl}^-$ .

A continuación se enumeran algunas diferencias significativas entre las propiedades químicas del escandio y de los lantánidos trivalentes:

1. El escandio forma un sulfato doble  $\text{K}_2\text{SO}_4 \cdot \text{Sc}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$  que es muy insoluble en solución de  $\text{K}_2\text{SO}_4$ . También es posible precipitarlo como fluoruro doble de potasio y de escandio, como tartrato doble de amonio y de escandio y por el fosfato ácido disódico.
2. En presencia del ión tiocianato da el tiocianato amarillo,  $\text{Sc}(\text{NSC})_3$ , que se puede extraer con éter.
3. El complejo del escandio con la ternoiltrifluoroacetona puede extraerse de sus soluciones acuosas con exceso de ternoiltrifluoroacetona en un solvente como el benceno y para una acidez correspondiente a pH 1.5 a 2.0, a diferencia de lo que sucede en el caso de los complejos correspondientes a los lantánidos. La extracción por solventes del quelato con oxina mediante cloroformo puede realizarse cuantitativamente en una sola operación. El acetilacetato de escandio puede sublimarse ( $\sim 200^\circ$ ), mientras que los acetilacetatos de los lantánidos se descomponen.

4. El escandio no parece formar un hidróxido definido, - sino que sólo forma un óxido hidratado,  $\text{Sc}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ , - pero se conoce un óxido hidratado definido que contiene  $\text{OH}^-$ , que es el  $\text{ScO}(\text{OH})$ , similar en estructura al  $\text{AlO}(\text{OH})$ . El "hidróxido" se disuelve fácilmente en  $\text{NaOH}$  concentrado; de estas soluciones es posible cristalizar  $\text{Na}_3[\text{Sc}(\text{OH})_6] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ . Este complejo se hidroliza si la concentración del  $\text{NaOH}$  es inferior a 8M. El óxido de escandio es más básico que el óxido de aluminio pero menos básico que los óxidos de los lantánidos. Si el óxido se calienta con  $\text{Li}_2\text{O}$  o  $\text{Na}_2\text{O}$ , se forman los compuestos  $\text{Li}(\text{Na})\text{ScO}_2$ , fácilmente hidrolizables.

Como es de prever, el escandio<sup>3+</sup> parece a los lantánidos en muchos aspectos; por ejemplo, forma un oxalato insoluble, y el fosfato, carbonato y fluoruro son igualmente insolubles. Sin embargo, el fluoruro es fácilmente soluble en exceso de  $\text{HF}$  ó de  $\text{NH}_4\text{F}$  y se conocen fluorocomplejos definidos, como, por ejemplo  $\text{ScF}_6^{3-}$ . El cloruro,  $\text{ScCl}_3$ , sublima a temperatura mucho menor que los cloruros de los lantánidos, pero al estado de vapor es monomérico y no posee ninguna actividad como catalizador de Friedel y Crafts, a diferencia del  $\text{AlCl}_3$ , que también es volátil.

## ESTRUCTURA

Estructura atómica.- Posee la estructura atómica de los metales de transición ó sea con defecto de electrones o huecos -- electrónicos en su penúltimo piso, así que en los enlaces de sus átomos, con otros, intervienen no solo electrones del piso externo, sino también del subyacente y en los cuales el -- electrón diferencial de átomos de números atómicos consecutivos se va añadiendo al penúltimo piso. El escandio posee sólo un electrón en el orbital  $d$  del penúltimo piso y 2 electrones en el orbital  $s$  del último.

Los iones  $3+$  característicos del escandio poseen estructura regular; al perder el átomo los electrones  $3d^1$  y  $4s^2$  de los pisos penúltimo y último, se han quedado con la configuración de 8 electrones en su piso externo. Explicándose así, que dichos iones no presenten el paramagnetismo propio de los iones de los lantánidos (a excepción de el  $La^{3+}$ ).

Estructura cristalina.- Presenta dos variedades a la temperatura ordinaria: una tiene red de empaque cúbico centrada en las caras y otra de empaque hexagonal (según Meisel, 1939): son referidas, respectivamente a los tipos cobre y magnesio.

## O B T E N C I O N

## ORIGEN, EXTRACCION Y REFINO DEL ESCANDIO (Según M.F.Sittig)

ORIGEN: Thortveitita  $(Sc, Y)_2 SiO_7$

PROCESOS EXTRACTIVOS: 1) Operación: tostación con carbono.

2) Producto intermedio: carburo de Sc

3) Productos empleados en el refino: oxido de escandio, después fluoruro de escandio.

OPERACION DE REFINO: electrólisis del cloruro fundido.

La obtención se basa en la reducción del óxido de escandio del cloruro ó fluoruro, obtenido de minerales que lo contienen.

El  $Sc_2O_3$  es convertido en cloruro tratándolo con  $Cl_2$  y  $S_2Cl_2$ .

El tricloruro de escandio que se obtiene, junto con una mezcla eutéctica de cloruros de potasio y de litio es fundido y sometido a electrólisis ( $750^\circ$ ) por corriente de unos 3.5 voltios y 2.5 amperios; después se reduce mediante zinc a fusión.

Se obtiene así, escandio de pureza entre 94 y 98%. De minerales silicatos puede extraerse el Sc, tratándolo con un fluoruro; después se calienta y lixivia la masa y se precipita luego el escandio en forma de hidróxido. El escandio no ha podido ser obtenido en grado de extrema pureza, al menos industrialmente.

P. y G. Urbain extrajeron escandio de la thortveitita de Madagascar por el siguiente proceso:

El mineral es fácilmente atacado cuando se funde con sosa y la sílice contenida en él es eliminada cuando el residuo es-

extraído con agua. El residuo insoluble es tratado con  $H_2SO_4$ , y la solución de sulfatos se precipita con HF. El fluoruro de escandio y de las tierras raras son lavados y descompuestos - con  $H_2SO_4$  en exceso. El escandio puede ser precipitado en un estado muy puro por medio de sulfato de potasio, después el sulfato será transformado en nitrato. El amonio nunca precipita todo el escandio de líquidos que lo contienen, pero la precipitación del fosfato de escandio es cuantitativa en un medio amoniacal, previendo que el carbonato de amonio esté ausente. Después se disuelven todos los precipitados de escandio y la solución obtenida se descompone por calentamiento, los hidroxicarbonatos serán precipitados usualmente. Las tierras del itrio conteniendo escandio serán concentradas en el licor madre de los precipitados de los sulfatos dobles de potasio y son transformadas con amonio en hidróxidos. Estos son tratados finalmente con un ligero exceso de acetilacetona. Solamente unas trazas de escandio son encontradas en la solución madre y el resto de las tierras son convertidas en acetilacetatos cristalinos. Cuando estos son tratados con cloroformo todo el escandio es disuelto y queda un residuo de acetilacetato de itrio. La separación final es efectuada por sublimación al vacío a  $\pm 200^{\circ}$ , el compuesto de escandio es el único volátil.

R.J. Meyer empleó el siguiente proceso para extraer el escandio de la wolframita.

Los residuos remanentes después de la extracción del estaño son fundidos con carbonato de sodio y una vez fríos los productos son extraídos con agua. El tungstato de sodio se va

en la solución. El residuo lavado se disuelve con HCl y las --  
tierras raras son precipitadas con ácido oxálico ó HF. Un exce-  
so del precipitante se requiere para mantener el fierro y el -  
manganeso en solución. El precipitado de las tierras raras con-  
tienen de 90 a 95% de escandio; y éste se calcina, luego se di-  
suelve en HCl y la solución se hierve durante media a una hora  
con fluorosilicato de sodio, entonces el escandio precipita co-  
mo fluoruro. Trazas de las tierras del itrio pueden ser removi-  
das por reprecipitación con tiosulfato de sodio. El escandio -  
es disuelto en HCl. El exceso de ácido es eliminado por evapo-  
ración, y precipita el tiosulfato de escandio básico a 100°.  
El precipitado se lava y se descompone con HCl y se repite el-  
proceso. El precipitado lavado está entonces libre de tierras-  
de itrio, se disuelve en HCl y reprecipita como oxalato, y se-  
calcina a óxido. El escandio así obtenido está contaminado con  
torio (0.5%) y para separarlo se seguirán los métodos adecua--  
dos.

## C O M P U E S T O S

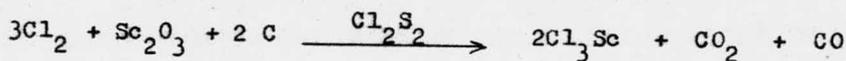
## OXIDOS E HIDROXIDOS:

El trióxido de escandio,  $Sc_2O_3$ , es un polvo blanco; de peso específico 3.86. Insoluble en agua; atacable en caliente por los ácidos. Se obtiene en forma de monohidrato por reacción entre amoníaco y una solución de cloruro de escandio (entre 25 y  $100^\circ$ ). Da el óxido anhidro, calentado a  $450^\circ$ , calor de formación entre 415 y 539 kcal/mol (según V.I. Lebeder, 1949).

El hidróxido de escandio,  $Sc(OH)_3$  se obtiene en un precipitado coloidal, blanco, al reaccionar una sal de escandio con un álcali. Por calentamiento se disocia y da el  $ScO(OH)$ . El hidróxido de escandio posee carácter básico superior al del  $Al(OH)_3$ ; pero, puede producir escandiatos de tipo  $K_2Sc(OH)_5$ , que se descomponen con facilidad. De las soluciones para la separación de los lantánidos, el hidróxido de escandio precipita cuando el pH es de 4.9 (los lantánidos precipitan a 6.3 ó más-) Interviene en la extracción del escandio.

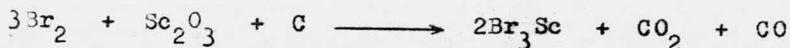
## HALOGENUROS:

El cloruro de escandio,  $ScCl_3$ ; cristales incoloros; de punto de fusión  $339^\circ$ ; sublimándose ya a unos  $800^\circ$ , soluble. Presenta un hexahidrato, que por calentamiento pasa al hidrato  $(ScCl_3) \cdot 3H_2O$ , y al hidroxiclорuro hidratado de composición  $Sc(OH)_2Cl \cdot xH_2O$ . Se obtiene por reacción entre el óxido de escandio, cloro y vapor de cloruro de azufre.



La mezcla íntima formada por  $\text{Sc}_2\text{O}_3$  y dos o tres veces la cantidad necesaria de C, se hace reaccionar a una temperatura de  $1000 - 1300^\circ$ , en un tubo de cuarzo con una corriente de  $\text{Cl}_2$  cargado de  $\text{Cl}_2\text{S}_2$  (frasco lavador a  $40^\circ$ ). El  $\text{ScCl}_3$  sublima y se deposita en la parte fría del tubo de reacción. Al enfriarse expulsa el  $\text{Cl}_2$  y el  $\text{Cl}_2\text{S}_2$  con corriente de nitrógeno. Sus propiedades son: escamas grandes y delgadas, de brillo nacarado e irisado, y muy higroscópico, de punto de fusión de  $960^\circ$ ; y punto de ebullición  $967^\circ$  y sublima ya apreciablemente a  $300^\circ$  su densidad es de 2.38 a  $20^\circ$ . Cristaliza en romboedros hexagonales.

Bromuro de escandio:



El bromuro de escandio se obtiene por un procedimiento análogo al del cloruro de escandio, utilizando una corriente de  $\text{N}_2$  que contenga  $\text{Br}_2$ . Para lograr una velocidad de reacción aceptable, se debe calentar la mezcla de óxido-carbon a una temperatura de  $1200^\circ$ . Si no se dispone de un horno eléctrico, se logra fácilmente esta temperatura con un soplete de gas y aire rodeando el tubo de cuarzo con ladrillos refractarios porosos (ladrillos de diatomita). Sus propiedades son: Escamas grandes y delgadas, de brillo nacarado e irisado, y muy higroscópicos. punto de fusión  $960^\circ$ , temperatura de sublimación  $929^\circ$  a  $> 60$  Torr.

Fluoruro de escandio:



En una cápsula de platino se evapora una solución saturada de  $\text{Sc(OH)}_3$  ó  $\text{Sc}_2\text{O}_3$  en ácido fluorhídrico al 40%; se filtra el precipitado formado y se seca después al vacío, a  $150-180^\circ$ . Sus propiedades son: polvo blanco, muy poco soluble en agua, bastante soluble en las soluciones de carbonato alcalino o carbonato amónico. El fluoruro de escandio se disgrega completamente por fusión alcalina. Estructura hexagonal.

OXISALES:

Sulfato de escandio:  $\text{Sc}_2(\text{SO}_4)_3$ . Cristales incoloros; peso específico 2.58, se descompone por el calor. Coeficiente de solubilidad 10.3 a  $25^\circ$ . Se obtiene del nitrato de escandio con ácido clorhídrico y luego por reacción con el ácido sulfúrico. Posee un hexahidrato que efloresce en el aire y pasa a tetrahidrato: a  $100^\circ$  produce un dihidrato y se deshidrata totalmente a  $250^\circ$ . También se conoce un heptahidrato, un hidroxisulfato y sulfatos dobles como  $\text{K}_3(\text{Sc}(\text{SO}_4)_3)$  y  $\text{Na}_3(\text{Sc}(\text{SO}_4)_3) \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ .

Nitrato de escandio:  $\text{Sc}(\text{NO}_3)_3$ . Grandes cristales prismáticos presenta el tetrahidrato al cristalizar de las soluciones calientes de hidróxido de escandio y ácido nítrico. Por deshidratación a  $100^\circ$  y en el vacío se obtiene la sal anhidra. Si se calienta a temperaturas superiores se descompone en  $\text{N}_2\text{O}_5$  y van formándose primero el hidroxinitrato  $\text{ScOH}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  y - - -

$\text{ScONO}_3$ . Del nitrato se obtiene el óxido por ignición lenta. No dá nitratos dobles.

Carbonato de escandio:  $\text{Sc}_2(\text{CO}_3)_3 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$

Obtenido por reacción entre una sal de escandio y un carbonato soluble. Al parecer se trata de un hidroxicarbonato, de fórmula  $\text{Sc}(\text{OH})\text{CO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ . Forma carbonatos dobles, entre ellos, se cuentan los del tipo,  $\text{KSc}(\text{CO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ .

Además, tienen cierta importancia los fosfatos, seleniatos, tiocianatos, boratos, vanadatos, fluorosilicatos, y también el nitruro de escandio.

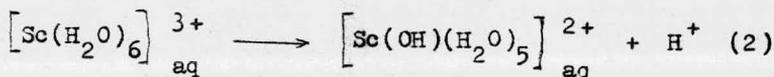
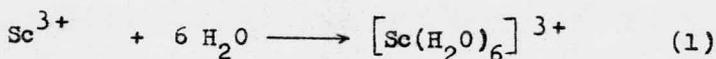
Oxalato de escandio: cristaliza con 5 moléculas de  $\text{H}_2\text{O}$ . Al ser disuelto con  $\text{H}_2\text{SO}_4$  y tratados con  $\text{K}_2\text{SO}_4$  en exceso se precipita el sulfato de escandio y potasio con algo de sulfato doble de cerio que después de separarlos por filtración se atacan con ácido fluorhídrico para convertirlos en fluoruros. El fluoruro de escandio se disuelve en las disoluciones concentradas de los fluoruros alcalinos formando una fluorsal, mientras que el fluoruro de cerio y también los de itrio y torio, no se disuelven en estas condiciones y, por consiguiente, puede efectuarse la separación del escandio, que luego se purifica por repetidas cristalizaciones fraccionadas.

Muchas sales orgánicas de escandio han sido preparadas, por ejm., el formiato, acetato, acetilacetato, propionato, butirato, isobutirato, isovalerato, oxalato, succinato, picrato, benzoato, o- y m-toluenos, fenilacetato, mono-cloroacetato,

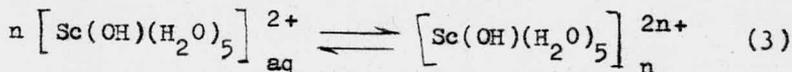
malonato, malato, fumarato, tartrato, racemato, mesotartrato, -  
 $\alpha$  (3) dibromopropionato, citrato, ftalato, tetraclorofosfato, 2ni  
trofenil 4'-tolilamina-4-sulfonato, y otros más.

C O M P L E J O S

Puesto que los tres electrones de su nivel más exterior - funcionan como electrones de valencia, el escandio forma complejos representados por  $ScX_3$  y  $Sc_2X_3$ , dependiendo de si X es un anión monovalente o bivalente. En suma, el catión trivalente  $Sc^{3+}$ , tiene una afinidad para el agua como los elementos de las tierras raras, de acuerdo con las ecuaciones (1) y (3) ocurren cuando el  $Sc^{3+}$  está en agua. El catión hidratado-formado en (1) se ioniza en agua, como se muestra en (2), para dar un ión hidrógeno.

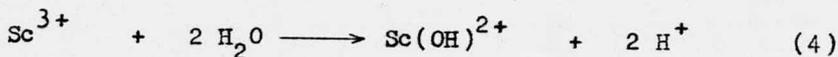


El enlace agua-ión escandio se comporta como si fuera un ácido que es solo ligeramente más débil que el ácido acético. El catión divalente resultante tiende a polimerizarse como se muestra en (3), cuando  $n=1, 2, 3, \dots$



El ión hidroxilo lo mismo que el enlace de agua en un complejo acuoso con un ión escandio puede ser reemplazado por mu-

chos aniones comunes. Tales reacciones con iones cloruros, sulfato ó acetato pueden producir  $\text{Sc(OH)}_2\text{Cl}\cdot\text{XH}_2\text{O}$ ,  $\text{Sc(OH)SO}_4\cdot\text{XH}_2\text{O}$  y  $\text{Sc(OH)(CH}_3\text{SO}_2)\cdot 7.1 \text{H}_2\text{O}$ . Para la ecuación (4) el valor de la primera constante de hidrólisis es  $K_1 = 1.5 \times 10^{-4}$ .



otros complejos formados con  $\text{Sc}^{3+}$  son: a) haluro,  $\text{ScF}^{2+}$ ; b) sulfato,  $\text{ScSO}_4^+$ ; c) tiosulfato,  $\text{Sc(S}_2\text{O}_3)_3^{3-}$ ; d) oxalato  $\text{ScC}_2\text{O}_4^+$  y  $\text{Sc(C}_2\text{O}_4)_2^-$ ; y e) acetato  $\text{Sc(C}_2\text{H}_3\text{O}_2)^{2+}$ ,  $\text{Sc(C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2^+$ ,  $\text{Sc(C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_3$ , y  $\text{Sc(C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_4^-$ .

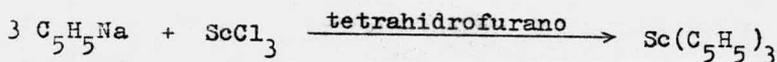
## ORGANOCOMPUESTOS

El triciclopentadienil derivado ha sido preparado a partir del trifluoruro por la reacción con bis(ciclopentadienil)magnesio-fundido.

Triciclopentadienilescandio  $\text{ScC}_{15}\text{H}_{15}$   $(\text{C}_{5}\text{H}_5)_3\text{Sc}$

Síntesis: De  $\text{ScF}_3$  con  $(\text{C}_{5}\text{H}_5)_2\text{Mg}$  fundido. 83% de rendimiento.

La información reportada de los compuestos alquil de escandio es casi incorrecta y se cree que el único genuino organo derivado de este metal es el reportado como cliclopentadienilescandio. Este se ha obtenido también de los haluros anhidros del metal y el ciclopentadienilo de sodio como compuesto cristalino.



A diferencia de muchos metales de transición-ciclopentadienilos, sus propiedades sugieren que son esencialmente iónicos, así son insolubles en solventes no polares y reaccionan con cloruro ferroso para dar ferroceno. Son sensibles al aire y al agua, y pueden ser sublimados al vacío a  $\pm 200^\circ$ . El triciclopentadienilescandio tiene peso molecular de 240.25 y son -- cristales amarillos.

El trietilescandioeterato  $(\text{C}_2\text{H}_5)_3\text{Sc} \cdot (\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{O}$

cuyo peso molecular es 206.17 es un líquido y es soluble en solventes orgánicos.

El triacetilacetoneilescandio  $\text{ScC}_{15}\text{H}_{21}\text{O}_6$   $(\text{C}_5\text{H}_7\text{O}_2)_3\text{Sc}$

cuyo peso molecular es 312.02 y forma cristales.

## U S O S

El escandio metálico:- El escandio 47 tiene una vida media satisfactoria para ser usado como trazador.- La presencia de - 2.5 a 25 atom. % de escandio en el ánodo aumenta el voltaje, - la estabilidad del voltaje, y la vida útil de un acumulador al calino de níquel.- El fierro colado nodular puede ser fabricado si se agrega de 1 a 5 lb de escandio por tonelada de fierro, - el escandio se disuelve en el fierro en 0.25 a 2.5 min. No hay vaporización, flama, reacción violenta, ni salpicadura, y el - escandio puede estar algo impuro. El comportamiento del escandio en fierro colado es por lo tanto análogo al del cerio.

El sulfato de escandio:- Los tratamientos con soluciones de sulfato de escandio es un medio económico para mejorar la germinación de semillas de muchas especies de plantas, incluyendo maíz, remolacha, chicharos, trigo, y girasol. Ocho días después de que el maíz ha sido tratado con esta solución, las raíces y los tallos incrementaron el peso seco del germen en - 37 y 78 % respectivamente. El incremento para las otras plantas es de 9 a 25 %. Las concentraciones son opcionales para el  $\text{Sc}_2(\text{SO}_4)_3$  entre  $10^{-3}$  M y  $10^{-8}$  M dependiendo de la planta.

El óxido de escandio:- El óxido y otros compuestos del escandio son usados como catalizadores en la conversión del ácido acético a acetona, en la fabricación del propanol y en la conversión del ácido dicarboxílico a cetonas y a compuestos cíclicos. El óxido se encuentra en el mercado y puede adquirirse a un precio aproximado de \$ 300.00 el gramo.

Las reducidas cantidades que de dicho elemento se obtienen no han tenido hasta el presente otras aplicaciones que las teóricas de confirmar su situación en la escala natural de los elementos.

P A R T E II

## MÉTODOS ANALÍTICOS MODERNOS PARA LA DETERMINACION Y SEPARACION DE ESCANDIO.

Se presenta un estudio de métodos para la determinación y separación de escandio, el cual incluye trabajos publicados de 1960 a 1976. (17)

Métodos de determinación por precipitación y gravimetría:-

El amoníaco y el ácido oxálico son grupos precipitantes de baja especificidad. El amoníaco puede ser usado para separar escandio solamente de elementos alcalinos y alcalino-terreos. El ácido oxálico es el precipitador para las tierras raras; por medio de él el escandio puede ser separado sólo de pequeñas cantidades de zirconio y aluminio. El tiosulfato de sodio, alizarinsulfonato de sodio, y el ácido fluorhídrico son usados para la separación del escandio del grupo del itrio, Ti, Zr, Hf y Th.

Los elementos del grupo del Ce y otros son precipitados junto con el escandio. El escandio puede ser separado del Ti, Zr, Hf, Th y elementos del grupo del cerio con ácido tartárico. Los elementos del grupo del itrio forman sales ligeramente solubles con este ácido. Casi ninguno de estos reactivos asegura la precipitación cuantitativa del escandio y los precipitados formados no tienen una composición regular.

Ha sido establecido que el ácido bencenselénico y el ácido bencensulfónico forman precipitados con el escandio en medio neutro y débilmente ácido, el cual, es adecuado para la de terminación de escandio. Por medio del ácido bencenselénico el

escandio es separado cuantitativamente del zirconio con una -- razón máxima Sc:Zr de 1:10. El precipitado tiene una composición regular y la sensibilidad del método es  $5 \mu\text{g}$  de Sc/ml.

El ácido bencensulfínico precipita al escandio junto con el Zr y Th, esto puede ser usado para separar el escandio de los elementos del grupo del itrio en la proporción de 1:50, y también del aluminio y pequeñas cantidades de fierro. El precipitado puede ser calcinado a óxido. La sensibilidad del método es  $2 \mu\text{g}$  de Sc/ml. La precipitación por ácido naftalénsulfínico permite al escandio ser separado de 20 a 25 veces en exceso de elementos de las tierras raras; Th, Zr, y Ti interfieren en la determinación.

El ácido nitrobenzoico y el ácido 2-quinolincarboxílico -- han sido propuestos para la determinación de escandio y torio. El ácido nitrobenzoico precipita al Th a un pH de 1.7; después de la precipitación del Th, a pH 2.8 - 3.0 precipita el escandio. La razón máxima de Th:Sc es igual a 1:2.2. El ácido quinolincarboxílico también precipita al torio desde el principio a un pH 3.4 y después, el escandio a pH 4.8 - 7.0. La presencia de sodio y potasio exagera los resultados en un 20-30%, su efecto de interferencia es eliminado totalmente por re-precipitación del precipitado de escandio.

La precipitación por ácido fenilfosfónico debe ser llevada a cabo a pH 1; el precipitado tiene la composición regular  $\text{Sc}_2(\text{C}_6\text{H}_5\text{PO}_3)_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ . La forma gravimétrica  $\text{Sc}_2(\text{C}_6\text{H}_5\text{PO}_3)_3$ , es -- obtenida después de secar a  $120-160^\circ\text{C}$ . El ácido fenil fosfónico permite separar al escandio de los elementos de las tierras raras por enmascaramiento con ácido cítrico o tartárico. Los elementos alcalinos y alcalino-térreos, Zn, Co, Ni, Cd, y Cu --

no interfieren en la determinación. Junto con el escandio el Th, Zr, Hf, Nb, Ta y Ti son precipitados.

Un número de ácidos aromáticos fosfónicos han sido examinados para la determinación gravimétrica del escandio, en todos los casos la composición de los precipitados es  $ScR \cdot H_2O$ .

La factibilidad de precipitación cuantitativa del escandio con 35 veces en exceso de ácido fenilacético ha sido establecida. A un pH 4.0 - 6.5 0.4 - 19 mg de escandio es precipitado completamente.

Un método ha sido obtenido con éxito para separar el escandio de Mn, Ni, Co, y Zn por medio del ácido cinámico. La precipitación es llevada a cabo en presencia de sales de amonio a un pH de 2.5. Si la precipitación es hecha a pH 1.8-2.0 el escandio puede ser separado de 10 veces en exceso los elementos de las tierras raras. Cloruros y sulfatos interfieren en la precipitación. Cuando el pH de la solución es  $\leq 3.0$  el precipitado tiene una composición correspondiente a  $Sc(C_6H_5CH:CHCOO)_3$ . Con un incremento en el pH, la calcinación del precipitado a óxido es requerida.

La precipitación con ácido difénico permite al escandio ser separado de 3 veces en exceso de itrio y lantano. A un pH de 3.5 - 7.0 un precipitado de  $ScOHC_{14}H_8O_2$  se forma. (17)

Pueden separarse y determinarse trazas de escandio de cualquier lantánido, Y, Al, Mg ó Ca en 2000 veces en exceso por el método de precipitación de escandio con cationes tetraetilamonio. (18)

Pequeñas cantidades (1.75 a 105 mg) de escandio pueden -- precipitarse con ácido bencílico 0.1 M en ácido clorhídrico diluido (pH 2.5), el Th y tierras raras interfieren. (19)

#### Métodos volumétricos:-

Los métodos volumétricos de determinación de escandio están basados principalmente en el uso de Complexone III. Un incremento en selectividad es obtenido por elección de los indicadores metálicos. El Murexide permite que el análisis sea hecho en presencia de Zr, Al, Mg, Ca, Ba, Pb, Mn, pequeñas cantidades de Ti, y elementos de las tierras raras a un pH de 3.0 a 7.5. Los metales alcalinos y alcalino-térreos, Cu, Hg, Ag, Sb, Co, Ni, Pt y también  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$ ,  $\text{F}^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$  y  $\text{NO}_3^-$ , etc. no interfieren en la titulación del escandio en la presencia de rojo de alizarina ó thoron. El pH óptimo para la titulación de escandio con rojo de alizarina o thoron es de 4.5 a 6.5.

Un método a sido propuesto para estimar Al, Sc, Y y La -- usando ácido Chrome Bright Blue B como indicador. El método es inconveniente puesto que el aluminio es titulado a pH de 2.0 a 5.0 en una solución hirviente, el escandio a pH 5.0 - 7.0 y -- 50-60°, y el itrio y el lantano en frío y a pH 6.0-7.0.

El método del arsenato para la determinación yodimétrica de escandio en presencia de aluminio (20) y en presencia de -- fierro (21) es un método indirecto basado en la titulación yodimétrica del  $\text{AsO}_4^{3-}$  combinado con el Sc en una cantidad equivalente.

A pH 4.5 - 7.5 el escandio puede ser titulado con tiron - [4,5-dihidroxibencen-1,3, ácido disulfónico (sal disódica)] en presencia de Cianina Eriocromo R (C.I.Mordant Blue 3) como in-

dicador. (22)

También puede titularse directamente el escandio con EDTA y con ácido Fe-N-fenilbenzohidroxiamico como indicador a pH 5. El límite de trabajo es mayor a 3.8 mg de Sc. Grandes cantidades de Be, Mg, Ca, y Ba y pequeñas cantidades de  $Mn^{II}$  y  $U^{VI}$  no interfieren, pero  $PO_4^{3-}$ ,  $F^-$ ,  $CN^-$  y citratos sí interfieren. -- Cuando hay torio (4 a 20 mg) se titula primero selectivamente a pH 2. (23)

En el método de titulación de soluciones no acuosas de sales de escandio, el cual está basado en la titulación ácido-base en medio no acuoso, la separación previa de los elementos es innecesaria. Una mezcla (1:1) de dimetilformamida y alcohol isopropílico es usado como el solvente diferenciante y el titulador es una solución de KOH en alcohol isopropílico. En tal sistema, los nitratos, bromuros y percloratos de los elementos se conducen como ácidos de diferente fuerza y pueden ser titulados sucesivamente. (24)

El indicador naranja de xilenol es generalmente usado en determinaciones complejométricas, en su presencia puede ser determinado a un pH de 2.0 y el aluminio a pH 4.5 en una mezcla de los dos; también el escandio a pH 1.8 - 2.2 y el total de los elementos de las tierras raras a pH 5.0 - 5.5.

Si el escandio:tierras raras están en razón mayor a 1:65- estos elementos pueden ser enmascarados con ácido sulfosalicílico. El naranja de xilenol ha sido usado para la determinación separación, en una mezcla de Th, Sc, y elementos ligeros de las tierras raras, por titulación con ácido 2,2-diaminociclo hexatetracético y ácido trietilentetraminhexacético a un pH diferente.

Un método complejométrico ideado para la determinación de escandio, La, Y, y Mg en aleaciones está basado en la titulación de Y y La a pH 6.5 y Sc a pH 4.5 en la presencia de arsenazo como indicador.

#### Métodos fotométricos:-

La 8-hidroxiquinolina y sus derivados, buenos conocidos como precipitantes para escandio, fueron usados también como reactivos fotométricos. La 8-hidroxiquinolina es más sensible que sus derivados. La ley de Beer es observada con el escandio a concentraciones de 0.2 - 30  $\mu\text{g/ml}$  a pH 9.5. Los azocompuestos del tipo hidroxiquinolina; el ácido 8-hidroxiquinolina-5-sulfónico, 7-(2-naftilazo-5-sulfo)-8-hidroxiquinolina-5-ácido-sulfónico, 7-(5,7-disulfo-2-naftilazo)-8-hidroxiquinolina-5-ácido sulfónico tienen sensibilidad equivalente (0.2 - 2.4  $\mu\text{g/ml}$ ) a pH 4 - 5. Las tierras raras, Al, Ga, In, Fe, y Ti interfieren en la determinación; por lo tanto en el análisis de rocas y minerales se recomienda su extracción con tenciltrifluoroacetona.

Las condiciones para la determinación fotométrica de escandio en presencia de itrio y lantano con Murexide, también como las condiciones para su determinación conjunta, ha sido investigada. Los límites del pH de la solución de escandio es 3.5 - 4.0; para itrio y lantano 4.0 - 7.5, y para los demás elementos 6.0. Las concentraciones determinables de escandio son 0.145 - 6.5  $\mu\text{g/ml}$ , metales alcalinos y alcalino-térreos, Al, As, Hg, y Mn no interfieren en la determinación.

Derivados de 2,3,7-trihidroxi-6-fluorona forman compuestos coloridos con escandio, de estos derivados los más sensi-

bles son el propilfluorona y salicilfluorona. El mínimo detectable de escandio es  $0.04 \mu\text{g/ml}$ . Métodos han sido logrados para la determinación de escandio en silicatos, tungsteno y otros minerales y en cenizas de carbón después de la preliminar separación del Al, Sn, W, Nb, Ta, V, Mo y Ti.

Reactivos del tipo de trifenilmetano son usados para la determinación de elementos de las tierras raras.

Un reactivo muy bien investigado para el escandio es el naranja de xilenol. El complejo es formado a un pH de 1.5 - 5.0. La sensibilidad es  $0.1 \mu\text{g/ml}$ . Pequeñas cantidades de elementos de las tierras raras, Zn, Cd, Al, Mn,  $\text{Fe}^{\text{II}}$  no interfieren en la determinación. Otros métodos han sido desarrollados para determinar el escandio en magnesio, cenizas de carbón y minerales, también como en soluciones en presencia de torio.

Alta sensibilidad y selectividad son las características del metiltimol azul, un análogo del naranja de xilenol. Forman los complejos a un  $\text{pH} > 1.3$ . La ley de Beer es observada sobre un límite de concentración de escandio para 4 a  $90 \mu\text{g}$  en 25 ml. Elementos de las tierras raras, Co, Ni, Mn, Mg y Ca en cualquier cantidad no interfieren en la determinación. Un método de determinación de escandio en minerales sin su previa separación ha sido logrado.

El violeta de pirocatecol es usado principalmente como el indicador en determinaciones complejométricas. Se encontró que a pH 5.0 - 5.7 el escandio forma un complejo colorido con este reactivo. Iones de citrato, oxalato y tartrato, EDTA, también como Al, Th, Cu, y Ga interfieren en la determinación.

Entre los compuestos monoazo propuestos está el Magneson-Lumomagneson, Lumogallion y radón; el mejor pH es 4.7 - 5.5.



Grandes cantidades de elementos de las tierras raras, Th, Zr y Hf interfieren en la determinación. Cuando el pH es reducido la selectividad aumenta notablemente, pero la sensibilidad disminuye considerablemente.

Basado en compuestos monoazo, bisazocolorantes han sido sintetizados; sulfonazo, estilbazocromo, arsenazo III, clorofosfonazo III y sulfoclorofenol, los cuales son reactivos sensibles y completamente selectivos para el escandio. El arsenazo III tiene alta especialidad sensitiva la cual permite al escandio ser determinado en cantidades menores a  $0.01 \mu\text{g/ml}$ . Elementos de las tierras raras, Th, Zr, U, Bi, Cu, Ca y Fe interfieren en la determinación. La selectividad y sensibilidad de la determinación puede mejorarse con clorofosfonazo abajo de  $0.01 - 0.75 \mu\text{g}$  de escandio por ml por formación de compuestos extraíbles con difenilguanidina, tetrafenilarsonio y dioctilamina. El alcohol n-butyl, ciclohexano y ciclo exanol, han sido usados para la extracción. Diez veces en exceso de Al y Zr, 20 veces los elementos de las tierras raras y grandes cantidades de  $\text{Fe}^{\text{II}}$  no interfieren en la determinación.

Para determinar escandio en presencia de grandes cantidades de tierras raras es conveniente usar sulfoclorofenol C. Sus reacciones coloridas con escandio y tierras raras ocurren con una diferencia en pH de 1.5 a 2.0 unidades. Además los complejos formados con sulfoclorofenol y escandio son fácilmente extraídos con butanol.

La interacción de escandio con Cromotropin 2C, Cromotropin 2B, y arsenazo I ha sido estudiada y se han desarrollado métodos para su determinación. Elementos de las tierras raras y otros interfieren en la determinación.

Se hizo un estudio comparativo de compuestos hidroxiazo - como reactivos para escandio. Bromonitro arsenazo, carboxiarsenazo, ácido 6-cloro-4-nitrofenol-azocromotrópico, ácido p-(3-bromo-4,5-dihidroxifenilazo)benzen sulfónico y ácido p-(3-cloro-4,5-dihidroxifenilazo)benzen sulfónico ha sido estudiado. - El bromonitroarsenazo tiene la mayor selectividad y sensibilidad. Ca, Zn, Pb, Mo, Sr, Fe, Ga, In, Mn, Co, Ni y V no interfieren en la determinación. La sensibilidad es  $0.1 \mu\text{g/ml}$ . La introducción de sustituyentes negativos ( $\text{NO}_2$ , Br) con la molécula de arsenazo incrementa la estabilidad del complejo formado.

Un estudio comparativo ha sido hecho de azo-derivados del ácido cromotrópico como reactivo para escandio, itrio y lantano. Para escandio el mejor reactivo es estilbenzocromo, y para itrio y lantano arsenazo I y III.

La interacción de escandio y ciertos elementos de las tierras raras con glioxal-bis-2-hidroxianil en etanol acuoso ha sido estudiada. El complejo de escandio es el único estable cuando el contenido de agua es incrementado en un 30%.

Una técnica ha sido desarrollada para determinar escandio en presencia de Y, Sm, y Er, los cuales son enmascarados por medio de  $\text{NO}_3^-$  y  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{U}^{\text{VI}}$ , Pb, Cu,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{CH}_3\text{COO}^-$  y  $\text{HCOO}^-$  interfieren en la determinación. La posibilidad de determinación de escandio con ácido monocromo Bordeaux a  $\text{pH} \geq 1$ , ha sido demostrada. El método es caracterizado por su alta sensibilidad. La ley de Beer es observada a concentraciones de 0.05 a  $3 \mu\text{g}$  de escandio por ml.

El ácido 3-5-pirocatecol disulfónico forma un complejo incoloro con escandio a  $\text{pH} < 6.5$  con  $\lambda_{\text{máx}} = 310 \text{ nm}$ . La ley de -

Beer es observada con concentraciones de escandio de 3 a 250 g/ml.

El escandio también reacciona con Pontacyl Violet 4BSN -- (sal de sodio del ácido p-amino-bencenazo-1,8-dihidroxi-naftalen 3,6-disulfónico) a pH 6.4 - 7.2 con la formación de un complejo colorido. La ley de Beer es observada dentro de límites de 0 - 1.2  $\mu\text{g Sc/ml}$ . El Al,  $\text{Fe}^{3+}$ , Cu, Ni,  $\text{Cr}^{3+}$ , Be, etc. interfieren.

El escandio puede ser determinado en etanol acuoso por medio de 3,5,7,4-tetrahidroxiflavona en la presencia de pequeñas cantidades de elementos de las tierras raras, la óptima concentración de escandio es 0.9 - 1.8  $\mu\text{g/ml}$ .

Un método desarrollado para determinación de escandio en presencia de tierras raras está basado en su reacción de fluorescencia con 8-hidroxiquinolina.

El producto de condensación salicilaldehído con semicarbazida-salicilalsemicarbazida- dá una reacción de luminiscencia (0.01 g en 5 ml) con escandio. Pequeñas cantidades de Al, Ga, Y, La, Sm, Zr, Th y Ge no interfieren en la determinación.

Un selectivo método fluorimétrico ha sido ideado para la determinación de escandio y galio con el producto de condensación de salicilaldehído y resorcilaldehído con derivados de hidracina y aminas aromáticas. Los compuestos complejo de escandio son extraídos primero con alcohol isoamílico. Los extractos de los compuestos de escandio con resorcilaldehído y salicilaldehído formilhidrazona, además la fenilhidrazona, de resorcilaldehído y o-acetilfenol fluoresce más intensamente.

Li, Na, Ag, Tl, Be, Mg, Ca, Sr, Ba, Cd, Mn, Pb, Hg, As, La, Ge y Cr en 200 veces en exceso no interfieren en la determinación

con salicilaldehído acetilhidrazona. Fe, Ti, Zr, U, Bi y Cu - interfieren.

Un método fluorimétrico ha sido descrito para determinar 0.045 - 0.255  $\mu$ g/ml con salicilaldehído semicarbazona. En presencia de vanadio y fierro es necesario una previa extracción del escandio con tributilfosfato.

Un número de reacciones fluorescentes de escandio con -- Acid Chrome Dark Blue 3K, Acid Chrome Blue-Black K, Acid Chrome Dark Blue, Rubine Lake SK, Acid Monochrome Bourdeaux S y -- Purpurin se describen. Estos reactivos son comparados con sodio alizarin sulfonato y salicilidene-o-aminofenol.

Los reactivos para escandio los cuales contienen un ión-cloruro son sensibles. Por medio de ellos es posible detectar escandio de pH 5 a 8 en un volumen de 0.1 ml a una dilución - de 1:300,000 y 1:200,000 en presencia de torio y elementos de las tierras raras.

Ha sido investigada la posibilidad de la determinación -- por fotometría de flama del escandio, usando un Zeiss (flamómetro) con un filtro de color. Un método ha sido propuesto para la determinación usando un filtro de interferencia de color con transmisión máxima a 608 nm. Elementos de las tierras raras Al y Th interfieren en la determinación.

Ha sido notado que excitación anormal del elemento ocurre en el cono interior de la flama. Esto conduce a la aparición de líneas espectrales del elemento con un alto potencial de - excitación. Basado en la radiación del cono de la flama interior, un método flamométrico de determinación de escandio ha sido desarrollado.

Un método de determinación de escandio en la flama de  $C_2H_2-NO_2$  se ha desarrollado. La sensibilidad puede ser incrementada introduciendo en la flama una solución de escandio 8-hidroxiquinolina en butanol.

Varios métodos son conocidos para determinar escandio en rocas y minerales y su producto de conversión por análisis de espectro de emisión.

En determinación de escandio en rocas por el método de activación neutrónica primeramente se requiere la eliminación preliminar de los elementos asociados.

Métodos de determinación por extracción:-

La extracción por éter de escandio de soluciones conteniendo el ión tiocianato es muy empleada; en este caso la separación practicamente completa de Mg, Ca, Mn, Y y de lantánidos tienen lugar. Fe, Al, Be, In, y parte de zirconio interfieren.

El escandio es extraído cuantitativamente por cloroformo en la presencia de 8-hidroxiquinolina de soluciones débilmente ácidas y alcalinas (de pH 5 a 1 N de NaOH). Una solución de 5,7-dinitro-8-hidroxiquinolina en ciclohexano extrae considerablemente mejor el escandio.

Un método se ha ideado para separar 3 - 15  $\mu g$  de Sc de 10 - 100  $\mu g$  de Th. Está basado en extracción por cloroformo del complejo de escandio con 5,7-dicloro-8-hidroxiquinolina a pH 3.2 - 3.4 y el complejo de torio a pH 5 - 5.8. La determinación es hecha con naranja de xilenol.

La extracción de escandio con una mezcla de  $\beta$ -hidroxiquinolina y reactivos organofosforosos neutros (tri-n-octilfosfina óxido y dibutil fosfonato) en hexano ha sido estudiado. Ha sido establecido que ambos de estos extractantes neutros muestran la misma intensidad de efecto cinérgico.

La extracción del escandio como cloruro a partir de HCl - 5 y 10 N por éteres y ésteres, hidrocarburos y sus derivados - halogenados, alcoholes y fosfatos orgánicos ha sido estudiado. Los fosfatos orgánicos extraen el escandio cuantitativamente. Cuando la acidez de la fase acuosa aumenta con respecto al HCl el grado de la extracción aumenta. Mucha atención ha sido dada recientemente a la extracción de Sc por compuestos organofosforosos. Fosfato de monobutilo, de monohexilo y de monoocilo -- pueden separarlo del Y. Un método ha sido ideado para la separación del escandio de los productos de descomposición de los concentrados de wolframita (0.3 - 0.4% de Sc), escoria de las fundiciones de escandio (0.05 - 0.1% de Sc) y óxido negro por una mezcla de ácidos alquil fosfónicos con querosina ó alcohol les industriales.

Los fosfatos de monoalquilo extraen el escandio solamente de soluciones ácidas débiles (hasta 0.1N); para los fosfatos de dialquilo la reducción en el factor de distribución con un incremento en la acidez de 0.1 - 2N es característica. Con un incremento posterior en la acidez el factor de distribución se eleva.

La extracción de escandio por fosfinatos de dialquilo ha sido estudiado en relación con su estructura. Un incremento en la longitud del radical en un grupo alcoxi no afecta las propiedades de extracción, pero un incremento en un grupo alquilo

las reduce de alguna manera.

El fosfato de tributilo ha sido sugerido como un agente de extracción para remover el escandio de los elementos de las tierras raras, Al, Ca, Mg y Y.

En la composición del compuesto extraído fue establecida como  $\text{ScCl}_3 \cdot \text{TBP}$ . Los resultados han sido confirmados por medio de isótopos radiactivos y espectroscopía I. R. Finalmente, fue establecido que el solvato  $\text{ScCl}_3 \cdot 3\text{TBP}$  es extraído de un medio de HCl y el  $\text{Sc}(\text{NO}_3)_3 \cdot 3\text{TBP}$  de un medio de  $\text{HNO}_3$ . El poder de extracción es reducido en el siguiente orden  $\text{HClO}_4 > \text{HNO}_3 > \text{HCl}$ .

Han sido desarrollados procedimientos para separar el escandio del Zr y Th, y también métodos para aislarlo de los productos de descomposición del mineral de tungsteno por extracción con fosfato de tributilo.

Muchos artículos han sido dedicados a un estudio de la extracción del escandio por las  $\beta$ -dicetonas. El acetilacetona y el tenoiltrifluoroacetona extraen el escandio en la forma de un compuesto  $\text{ScA}_3$  donde HA son  $\beta$ -dicetonas. Un método ha sido desarrollado para separar el escandio del lantano y del cerio por medio de una solución al 5% de tenoiltrifluoroacetona en benceno con un pH de 1.5. El escandio es extraído de los compuestos de uranio con este reactivo en solución de xileno.

En la presencia de ácido tartárico para enmascarar al uranio, el escandio es extraído a pH entre 5 y 6 y entre 3 y 4. El Sc es reextraído con solución de  $\text{HNO}_3$  a pH 1; en estas condiciones el Th permanece en la fase orgánica; el V y el Ti son enmascarados con peróxido de hidrógeno.

Comparación de la extracción separación de escandio del itrio y elementos de las tierras raras con el uso de acetilacetona, dibenzoilmetano y tenoiltrifluoroacetona indicaron que solamente el último reactivo siempre que la extracción sea hecha de soluciones ácidas. Los compuestos de metales con dicetonas son volátiles, por lo tanto la determinación de escandio en cromatografía de gas en presencia de aluminio y berilio es posible, basado en su extracción con tenoiltrifluoroacetona y transformación del complejo obtenido en una forma gaseosa.

Un método de separación extractiva de los elementos de las tierras raras, Sc, Th y U por medio del ácido n-butírico ha sido desarrollado.

El escandio puede ser separado de los elementos de las tierras raras, V, Al, Cd, Zn y otros elementos por extracción con diantipirilmetano y los aniones  $\text{SCN}^-$ ,  $\text{I}^-$  y  $\text{NO}_3^-$ . Procedimientos complejométricos han sido ideados para determinar el escandio directamente en los extractos.

Para separar el escandio de elementos asociados se han usado métodos cromatográficos. La separación de escandio e itrio en Dowex - 1 x 8 anionita en la forma-Cl está basada en la absorción selectiva de itrio de una solución de etanol absoluto.

Para separar escandio de itrio y torio y también de Cu, Bi y U polvo de celulosa tratada con óxido tri-n-octilfosfina ha sido recomendado. En la separación de escandio, torio y lantánidos pesados, tri-n-butilfosfato impregnado en politetrafluoroetilen es usado como la fase estacionaria. Acidos minerales a varias concentraciones son usados para la fase móvil.

El método permite mezclas consistiendo de 1 - 99 mg Th, - - -  
5 - 100  $\mu$ g Sc, y 1 - 5 mg de lantánidos pesados que van a ser-  
separados.

Un método sugerido para separación de escandio de Al, Ca, Cd, Cr, Co, Cu, Ga, In, Mg, Ni, Zn, Y y elementos de las tie-  
rras raras está basado en su absorción por el catión de Dowex 50Wx8 en la forma-Cl. En elución con una solución acidificada-  
de sulfato de amonio, el escandio es eluido primero. El método asegura la separación cuantitativa de 0.86 mg de Sc a partir -  
de unas decenas de miligramos de un material extraño. Si es ne-  
cesario separar el escandio de Hg, V, Mo, Ti y Bi son introdu-  
cidas sustancias enmascaradoras.

Para separar cantidades del orden de miligramos de escan-  
dio a partir de 10 - 20 veces este peso de elementos de las --  
tierras raras la solución a ser analizada es pesada en una mez-  
cla 9:1 de ácido acético y 3N HCl, a través de anionita Dowex-  
lx8 en la forma-Cl y los elementos de las tierras raras son --  
eluidos con una mezcla de ácido acético glacial y HCl. El es--  
candio el cual permanece en la anionita es lavado con 1N HCl.

Para separar el escandio de materiales extraños cuando es  
determinado en rocas de silicatos es recomendado el paso conse-  
cutivo de la solución a través de una cationita y de una anio-  
nita. El método ha sido usado en el análisis de basalto, diaba-  
sa, andesita y cuarzo.

Un método ha sido descrito para separar Al, Cd, Mo, Nb, -  
Sn, Ta, Ti, y  $UO_2$  basados en su absorción en Dowex-50Wx8 en la  
forma de H o de etilén diamina, con una subsecuente selección-  
de los cationes por elución formando los complejos de fluoruro.  
Muchos métodos han sido desarrollados para separar el escandio

de las impurezas por distribución de cromatografía sobre papel.

Un método a sido propuesto para la determinación de escandio en minerales y cenizas de carbón el cual está basado en las operaciones consecutivas de: precipitación del OH, extracción con  $\text{CHCl}_3$  de los ferratos de cobre, y la co-precipitación del complejo con alizarin sulfonato de sodio. Un procedimiento analítico similar ha sido usado para determinar escandio en aguas de sulfato de fierro que contienen grandes cantidades de cobre y de zinc. El método permite que el escandio sea aislado cuando su contenido es de 623 - 790  $\mu\text{g/l}$ .

La separación del escandio del Y, Ac, y los lantánidos sobre papel es posible por medio de butanol saturado con una solución de  $\text{LiNO}_3$  7M y  $\text{HNO}_3$  2M. Las manchas del cromatograma son reveladas por fluorescencia en luz ultravioleta después de rociarlos con una solución de hidroxiquinolina.

Un método ha sido propuesto para la separación de escandio, elementos de las tierras raras, Zr, Th, y U por medio de cromatografía y electroforesis. Las manchas son reveladas con una solución al 0.1% de naranja de xilenol en etanol.

Este estudio se complementa con los extractos que a continuación se describen y que ponen al día la química analítica del escandio.

## METODOS ANALITICOS EMPLEADOS

A continuación se dan los números que identifican a un determinado método de análisis y que se utilizan en las tablas de extractos.

- 1 ACTIVACION NEUTRONICA
- 2 AMPEROMETRIA
- 3 COMPLEJOMETRIA
- 4 CROMATOGRAFIA
- 5 ESPECTROFOTOMETRIA (Absorción molecular:  
I.R.; Visible; U.V.)
- 6 ESPECTROFOTOMETRIA (Absorción atómica)
- 7 ESPECTROGRAFIA
- 8 EXTRACCION POR SOLVENTE
- 9 FLUORIMETRIA
- 10 FOTOMETRIA
- 11 FOTOMETRIA DE FLAMA
- 12 GRAVIMETRIA
- 13 INTERCAMBIO IONICO
- 14 POLARIMETRIA
- 15 POLAROGRAFIA
- 16 POTENCIOMETRIA
- 17 VOLUMETRIA
- 18 OTROS METODOS

MATERIALES O MUESTRAS

Acero  
Agua  
Agua de mar  
Agua de río  
Aguas contaminadas  
Aguas naturales  
Aire  
Aire contaminado  
Aleaciones de uranio  
Aluminio  
Al - Ga, Sc  
Al - Sc  
Al - silicón  
 $Al_2O_3 - SiO_2$   
Ambar  
Arcillas  
Arenas monacita  
As, Sb, Sc  
Arseniuro de Ga  
Asbestos  
Asfalto de playa  
  
Bauxita  
Berilio  
Be y C  
Bismuto  
  
Café y the  
Calcio  
Ca - Sc - Nd  
Ca, La, Pb, Mg, Zn  
Carbón mineral  
Carburo de boro  
Casiterita  
Catalizadores  
Cenizas de carbón  
Cigarrillos  
Cloruro de Sc  
Cobre y cadmio  
Cobre

Col  
Complejos  
Compuestos de Sc  
Cobre (aleaciones)  
Cromo, W

Diferentes cationes (28)  
Dióxido de Zr

Estaño  
Estaño Q.P.  
Estudios

Fe (alta pureza)  
Fe meteorítico  
Fe "puro"  
Fe - Sc  
Fe - Sc  
Fe y Zn  
Flor de trigo  
Fluoruro de Ca

Grafito  
Gd, Bi, Sc; Hg, Sc, Sn

Hígado de res  
Hojas de tabaco  
Hf - Sc  
Hf y Zr

Iones metálicos

La y Zr  
Lantano  
Lantánidos  
Lantánidos, Y  
La, Y y Sc

Margarina  
Materiales biológicos  
Materiales metalúrgicos  
Materiales refractarios  
Metales

Metales de transición  
Meteoritos  
Mezclas  
Mezclas Sc - La  
Mezclas V-Sc, Zr-Sc, Hf-Sc  
Minerales  
Minerales y rocas  
Micro determinaciones  
Molibdenita

Nd, Sc  
Níquel

Otros metales  
Oxido de calcio  
Oxido de lutecio  
Oxido de tierras raras

Papel bond  
Partículas atmosféricas  
Petróleo crudo  
Plomo  
Plutonio  
Polen

Quelatos

Rocas  
Rocas geológicas '  
Rocas y condritas  
Rocas y minerales  
Rocas y sedimentos  
Rocas silicatos  
Rocas y suelos con Fe<sup>2+</sup>

Sales de Sc  
Sales de Sc, Y, La  
Sales de Y  
Sangre  
Sc  
Sc - Ga  
Sc - Hf  
Sc - La  
Sc, Pr, Mg

Sc - Th - Zr

Sc - Y

Sc - Y - La

Sc - Zr

Sc y otros elementos

Selenita

Silicio

Soluciones preparadas

Soluciones de Sc, Ce, Bi, Ho, Yb

Suero sanguíneo

Tabaco

Tantalio

Tejido animal y vegetal

Th

Th - Sc

Th, Sc, Lantánidos

Tierras raras

Tierras raras Q.P.

Tierras raras, Th, U<sup>IV</sup>

Titanio

Ti, óxido de titanio

Torio

Vidrio

Vidrio silicato

Wolframita

Zr - Sc

Zirconio y U<sup>VI</sup>

| Material Analizado | M E T O D O S |      |      |     |      |      |     | REACTIVOS           |
|--------------------|---------------|------|------|-----|------|------|-----|---------------------|
|                    | 1             | 5    | 7    | 8   | 10   | 11   | 12  |                     |
| Berilio            |               |      |      |     |      |      | 595 | Acido Pirofosfórico |
| Nd, Sc             |               |      |      |     |      | 2928 |     |                     |
| Minerales y Rocas  | 2392          |      |      |     |      |      |     |                     |
| Sc, Sales de Y     |               |      |      |     | 2920 |      |     | Metil timol azul    |
| Compuestos de Sc   |               |      | 2393 |     |      |      |     |                     |
| Estudio            |               | 2391 |      |     |      |      |     | Metil timol azul    |
| Estudio            |               |      |      | 596 |      |      |     | Acetil acetona      |

| Material Analizado                 | M E T O D O S |      |      |      |     |     |      | R E A C T I V O S |   |
|------------------------------------|---------------|------|------|------|-----|-----|------|-------------------|---|
|                                    | 1             | 5    | 6    | 8    | 9   | 12  | 13   |                   | 17  |
| Soluciones Preparadas              |               |      | 1371 |      |     |     |      |                   | 8-hidroxiquinolina                          |
| Soluciones Preparadas              |               |      | 3359 |      |     |     |      |                   |   |
| La, Y y Sc                         |               |      |      |      |     | 771 |      |                   | Acido difénico                              |
| Oxidos de tierras raras            |               | 87   |      |      |     |     |      |                   | Formazón I                                  |
| Agua del mar                       |               |      | 3878 |      |     |     |      |                   |   |
| Soluciones Preparadas              |               |      |      |      | 772 |     |      |                   | Polihidroxi flavones                        |
| Soluciones Preparadas              |               |      |      |      | 773 |     |      |                   | $\beta$ -resorcilaldehido acetil hidrazona  |
| Soluciones Preparadas              |               | 3358 |      |      |     |     |      |                   | 3,4',5,7-Tetrahidroxiflavone                |
| Tierras raras                      |               |      |      |      |     |     | 2637 |                   | Tetrahidrofurano y óxido de trioctilfosfina |
| Tierras raras, Th, U <sup>VI</sup> | 3357          |      |      |      |     |     |      |                   | Arsenazo III                                |
| - Sc                               |               |      |      | 2676 |     |     |      |                   | Bis-(2 etil hexil) fosfato                  |
| As, Sb, Sc                         |               |      |      |      |     |     |      | 774               | Hexametilenditio carbamato                  |



| Material Analizado | M E T O D O S |      |      |      |      |   |    |      |      |    |    | R E A C T I V O S: |  |  |  |
|--------------------|---------------|------|------|------|------|---|----|------|------|----|----|--------------------|--|--|--|
|                    | 1             | 4    | 5    | 7    | 8    | 9 | 10 | 12   | 13   | 17 | 18 |                    |  |  |  |
| Fe y Zn            |               |      |      |      |      |   |    |      | 3685 |    |    |                    |  |  |  |
| Sc - Al            |               |      |      |      |      |   |    |      |      |    |    | 1109               |  |  |  |
| Tierras raras      |               |      | 117  |      |      |   |    |      |      |    |    |                    |  |  | Cromo Azurol S                             |
| Lantano            |               |      | 121  |      |      |   |    |      |      |    |    |                    |  |  | Arsenazo M                                 |
| Estudio            |               |      | 1105 |      |      |   |    |      |      |    |    |                    |  |  | C.I. Acid Red 29                           |
| Sc - Zr            |               |      | 1106 |      |      |   |    |      |      |    |    |                    |  |  | Glicine Cresol rojo                        |
| Rocas y Sedimentos |               |      | 1108 |      |      |   |    |      |      |    |    |                    |  |  | Bromo Pirogalol rojo                       |
| Sangre             |               |      | 1484 |      |      |   |    |      |      |    |    |                    |  |  |  |
| 28 cationes dis.   |               |      | 2122 |      |      |   |    |      |      |    |    |                    |  |  | C.I. Mordant Blue 55                       |
| Sol. preparadas    |               |      | 2123 |      |      |   |    |      |      |    |    |                    |  |  | Eriocromo Azurol G                         |
| Rocas Silicatos    |               |      | 4783 |      |      |   |    |      |      |    |    |                    |  |  |  |
| Bauxita            |               |      |      | 4772 |      |   |    |      |      |    |    |                    |  |  |  |
| Tierras Raras      |               | 1120 |      |      |      |   |    |      |      |    |    |                    |  |  | 1,1,1-Trifluor-5,5 dimetil exano-2,4-diona |
| Asbestos           | 279           |      |      |      |      |   |    |      |      |    |    |                    |  |  |  |
| Meteoritos         | 1321          |      |      |      |      |   |    |      |      |    |    |                    |  |  |  |
| Ambar              | 3166          |      |      |      |      |   |    |      |      |    |    |                    |  |  |  |
| Col                | 4096          |      |      |      |      |   |    |      |      |    |    |                    |  |  |  |
| Agua de Mar        | 4478          |      |      |      |      |   |    |      |      |    |    |                    |  |  |  |
| Grafito            | 4807          |      |      |      |      |   |    |      |      |    |    |                    |  |  |  |
| Sol. Preparadas    |               |      |      |      |      |   |    | 352  |      |    |    |                    |  |  | [4-(2-hidroxifeniliminometil)resorcinol]   |
| Estudio            |               |      |      |      |      |   |    | 1107 |      |    |    |                    |  |  | 5,7 dicloro-8-hidroxiquinolina             |
| Estudio            |               |      |      |      |      |   |    | 2124 |      |    |    |                    |  |  | Morin fenazona                             |
| Tierras Raras      |               |      |      |      |      |   |    |      | 4187 |    |    |                    |  |  |  |
|                    |               |      |      |      | 1110 |   |    |      |      |    |    |                    |  |  | Lumogallion IREA                           |
|                    |               |      |      |      | 1111 |   |    |      |      |    |    |                    |  |  | Oxido de triocetilfosfina                  |
|                    |               |      |      |      | 2125 |   |    |      |      |    |    |                    |  |  | Derivados de piridina                      |
|                    |               |      |      |      | 3743 |   |    |      |      |    |    |                    |  |  | Alquil octatos                             |
|                    |               |      |      |      | 3763 |   |    |      |      |    |    |                    |  |  | Lumogallion y fenazona                     |
|                    |               |      |      |      | 3764 |   |    |      |      |    |    |                    |  |  | 00'-dihidro-compuestos                     |
| Tierras Raras      |               |      |      |      |      |   |    |      |      |    |    | 118                |  |  | Acido oxálico                              |
| Plutonio           |               |      |      |      |      |   |    |      |      |    |    | 138                |  |  |  |
| Otros Metales      |               |      |      |      |      |   |    |      |      |    |    | 3767               |  |  |  |







| Material Analizado | M E T O D O S |      |      |      |   |      |    |  |      |  | R E A C T I V O S  |
|--------------------|---------------|------|------|------|---|------|----|--|------|--|--|
|                    | 1             | 4    | 5    | 7    | 9 | 17   | 18 |  |      |  |  |
| No específica      |               |      |      |      |   | 136  |    |  |      |  | Ac. Fe-N-fenilbenzohidroxíamico; EDTA.                                     |
| Y-Sc               |               | 141  |      |      |   |      |    |  |      |  | Ac. cloroacético   |
| Silicio            | 183           |      |      |      |   |      |    |  |      |  |  |
| Arcillas           | 188           |      |      |      |   |      |    |  |      |  |  |
| Rocas              | 1336          |      |      |      |   |      |    |  |      |  |  |
| No específica      |               |      | 1337 |      |   |      |    |  |      |  | Ac. 2-fenilcinconínico   |
| Dióxido de Zr      |               |      |      | 1387 |   |      |    |  |      |  |  |
| Rocas y Minerales  | 1411          |      |      |      |   |      |    |  |      |  |  |
| Café y Té          | 1952          |      |      |      |   |      |    |  |      |  |  |
| No específica      |               | 2272 |      |      |   |      |    |  |      |  |  |
| Metales            |               |      |      |      |   |      |    |  | 2286 |  | Diantipirínil metano   |
| Bauxita            |               |      |      |      |   |      |    |  | 2350 |  | Diantipirínil metano   |
| No específica      |               |      | 2359 |      |   |      |    |  |      |  | Sal disódica del Ac. rodizánico  |
| Aguas Naturales    | 2861          |      |      |      |   |      |    |  |      |  |  |
| No específica      |               | 3005 |      |      |   |      |    |  |      |  | 2-Tenoiltrifluoruro acetona  |
| Tierras Raras      |               | 3055 |      |      |   |      |    |  |      |  | Isobutiril pivaloil metano   |
| Asbestos           | 3195          |      |      |      |   |      |    |  |      |  |  |
| No específica      |               |      | 3689 |      |   |      |    |  |      |  | Resarson [5-cloro-3-(2.4-dihidroxiifenilazo) ac.-2-hidroxibenzen arsónico] |
| Fe (alta pureza)   | 3862          |      |      |      |   |      |    |  |      |  |  |
| Al, Ga, Sc         |               |      |      |      |   | 4544 |    |  |      |  | C.I. Mordant Blue 31   |

| Material Analizado    | M E T O D O S |      |      |     |      |      |      |    |      | R E A C T I V O S |  |
|-----------------------|---------------|------|------|-----|------|------|------|----|------|-------------------|--|
|                       | 1             | 3    | 4    | 5   | 9    | 10   | 12   | 13 | 18   |                   |  |
| Soluciones Preparadas |               |      |      |     | 59   |      |      |    |      |                   | C.I. Mordant Red 5.  |
| Níquel                |               |      |      |     |      |      |      |    |      | 152               | Arsenazo M [3-(2 arzonofenilazo)-6-(3-sulfofenilazo) ácido cromatrópico] |
| Y-Sc                  |               |      |      | 705 |      |      |      |    |      |                   |  |
| Rocas                 |               |      |      |     | 827  |      |      |    |      |                   |  |
| Sc - Ga               |               |      |      |     |      |      |      |    |      | 1434              |  |
| Wolframita            |               |      |      |     |      | 1490 |      |    |      |                   | Azofosfon [2-(2,4-dihidroxifenilazo)-ácido benceno fosfórico]            |
| Arenas Monazita       |               |      | 1491 |     |      |      |      |    |      |                   |  |
| Selenita              |               |      |      |     |      |      |      |    | 2074 |                   |  |
| Sol. Preparadas       |               |      |      |     |      |      | 2116 |    |      |                   | Acido Bencílico  |
| Grafito               | 2131          |      |      |     |      |      |      |    |      |                   |  |
| Rocas y Minerales     |               |      |      |     |      |      |      |    |      | 2698              |  |
| Rocas                 | 2740          |      |      |     |      |      |      |    |      |                   |  |
| Papel Bond            | 2871          |      |      |     |      |      |      |    |      |                   |  |
| Sol. Preparadas       |               | 3336 |      |     |      |      |      |    |      |                   | Tiocianato de sodio; Tributil fosfato                                    |
| Minerales y Rocas     |               |      |      |     | 3394 |      |      |    |      |                   |  |

| Material Analizado | M E T O D O S |      |     |      |   |      |      | R E A C T I V O S   |
|--------------------|---------------|------|-----|------|---|------|------|---|
|                    | 1             | 3    | 5   | 6    | 8 | 11   | 13   |   |
| Torio              |               |      |     |      |   |      | 102  |   |
| Minerales          |               |      |     |      |   |      | 669  |   |
| Sol. Preparadas    |               |      | 740 |      |   |      |      | Diantipirínmetano y SPADNS [3-(4-sulfonilazo) ácido cromatográfico] |
| Minerales y Rocas  | 883           |      |     |      |   |      |      |   |
| ScCl <sub>3</sub>  |               |      |     |      |   |      | 1494 |   |
| Th, Sc, Lantánidos |               |      |     |      |   | 1504 |      | 3.5 dibutil, 1 metil 4 propilpirazol                                |
| Suero Sanguíneo    | 1711          |      |     |      |   |      |      |   |
| Sol. Preparadas    |               |      |     |      |   |      | 2188 |   |
| Sc-Y               |               | 2187 |     |      |   |      |      | EDTA  |
| Minerales          |               |      |     |      |   | 3000 |      |   |
| Acero              | 3087          |      |     |      |   |      |      |   |
| Sol. Preparadas    |               |      |     | 3581 |   |      |      |   |



| Material Analizado                  | M E T O D O S |      |      |      |      |      |      |      | R E A C T I V O S                                       |
|-------------------------------------|---------------|------|------|------|------|------|------|------|---|
|                                     | 1             | 3    | 5    | 7    | 8    | 13   | 16   | 18   |   |
| Sangre                              | 217           |      |      |      |      |      |      |      |   |
| Aire contaminado                    | 1063          |      |      |      |      |      |      |      |   |
| Soluciones preparadas               |               | 1215 |      |      |      |      |      |      |   |
| Sc-Y                                |               |      | 1261 |      |      |      |      |      | ácido 4-hidroxinaftalen-1-sulfónico                     |
| Soluciones preparadas               |               |      |      |      |      |      | 1870 |      | azul metil Xilenol                                      |
| Agua de Río                         | 1716          |      |      |      |      |      |      |      |   |
| Hojas de Tabaco                     | 1484          |      |      |      |      |      |      |      |   |
| Ca                                  |               |      |      |      | 1846 |      |      |      | 2-hidroxi-2'-(2-hidroxi-1-naftilazo)-5-metilazo benceno |
| Sc, Pr, Mg                          |               |      |      |      |      |      |      | 2498 | EDTA  |
| Rocas                               | 2594          |      |      |      |      |      |      |      |   |
| Margarina                           | 2878          |      |      |      |      |      |      |      |   |
| Estudio                             |               |      |      | 3056 |      |      |      |      |   |
| Ca - Sc - Nd                        |               | 3140 |      |      |      |      |      |      |   |
| Fe - Sc (Sol.)                      |               |      |      |      |      | 3159 |      |      | Hexafluoroacetilacetona                                 |
| Sol. de Sc, Ce, Eu, holmio, Iterbio |               |      |      |      | 3160 |      |      |      |   |

| Mineral Analizado  | M E T O D O S |      |      |      |     |      |      |    |       | R E A C T I V O S |  |
|--------------------|---------------|------|------|------|-----|------|------|----|-------|-------------------|--|
|                    | 1             | 2    | 3    | 4    | 5   | 9    | 13   | 15 | 18    |                   |  |
| Mat. Refractario   | 4A4           |      |      |      |     |      |      |    |       |                   |  |
| Fe "puro"          | 1B155         |      |      |      |     |      |      |    |       |                   |  |
| Rocas Geológicas   | 3B151         |      |      |      |     |      |      |    |       |                   |  |
| Be y C             | 3B152         |      |      |      |     |      |      |    |       |                   |  |
| Ox. Lutecio        | 6B102         |      |      |      |     |      |      |    |       |                   |  |
| Hígado de Res      | 3D8           |      |      |      |     |      |      |    |       |                   |  |
| Hígado de Res      | 6F1           |      |      |      |     |      |      |    |       |                   |  |
| Aguas Contaminadas | 3H15          |      |      |      |     |      |      |    |       |                   |  |
| Sol. Preparadas    |               |      | 5B15 |      |     |      |      |    |       |                   | Cobre II-EDTA-4- (2-Tiazolilazo); Resorcinol |
| Complejos          |               |      | 6B93 |      |     |      |      |    |       |                   | Metiltimol azul; Difenilguanidina            |
| Estudio            |               | 1B65 |      |      |     |      |      |    |       |                   | N-cinnamoilfenil hidroxilamina               |
| Sales de Sc        |               | 6B92 |      |      |     |      |      |    |       |                   | EDTA   |
| Tierras Raras      |               |      |      | 5B76 |     |      |      |    |       |                   |  |
| Estudio            |               |      |      |      | 5A9 |      |      |    |       |                   | Trihidroxi fluoronas                         |
| Sol. Preparadas    |               |      |      |      |     | 3B55 |      |    |       |                   | 5-hidroxicromona                             |
| Estudio            |               |      |      |      |     |      | 3B13 |    |       |                   | Acidos minerales conc.                       |
| Lantánidos         |               |      |      |      |     |      |      |    | 6B103 |                   |  |
| Titanio            |               |      |      |      |     |      |      |    |       | 6B94              | Fosforil celulosa                            |

| Material Analizado                                | M E T O D O S |      |       |      |              |       |       |   |      |       |       |    |      | R E A C T I V O S : |  |       |  |
|---|---------------|------|-------|------|--------------|-------|-------|---|------|-------|-------|----|------|---------------------|--|-------|--|
|   | 1             | 2    | 3     | 4    | 5            | 6     | 8     | 9 | 10   | 13    | 17    | 18 |      |                     |  |       |  |
| Aire contaminado                                  | 1H3<br>4H8    |      |       |      |              |       |       |   |      |       |       |    |      |                     |  |       |  |
| Aluminio  | 5B84          |      |       |      |              |       |       |   |      |       |       |    |      |                     |  |       |  |
| Sangre Humana                                     | 5D6           |      |       |      |              |       |       |   |      |       |       |    |      |                     |  |       |  |
| Arseniuro de Ga                                   | 5B91          |      |       |      |              |       |       |   |      |       |       |    |      |                     |  |       |  |
| Rocas   | 1B204         |      |       |      |              |       |       |   |      |       |       |    |      |                     |  |       |  |
| Rocas y Suelos con Fe <sup>+2</sup>               | 4G4           |      |       |      |              |       |       |   |      |       |       |    |      |                     |  |       |  |
| Tabaco  | 6D4           |      |       |      |              |       |       |   |      |       |       |    |      |                     |  |       |  |
| Iones Metálicos                                   |               | 4B10 |       |      |              |       |       |   |      |       |       |    |      |                     |  |       | EDTA   |
| Sc - Y  |               | 5B99 |       |      |              |       |       |   |      |       |       |    |      |                     |  |       | Ac. N-fenilcinnamohidroxá--mico  |
| Ca, La, Pb, Mg, Zn                                |               | 3B66 |       |      |              |       |       |   |      |       |       |    |      |                     |  |       |  |
| Vidrio Silicato                                   |               |      | 4B234 |      |              |       |       |   |      |       |       |    |      |                     |  |       | EDTA   |
| Sol. Preparadas                                   |               |      |       | 2B18 |              |       |       |   |      |       |       |    |      |                     |  |       | 6,6,7,7,8,8, heptafluoruro 2,2-dimetil octano 3.5 diona                            |
| Mezclas V-Sc, Zr-Sc<br>Hf-Sc                      |               |      |       | 3B69 |              |       |       |   |      |       |       |    |      |                     |  |       |  |
| Sol. Preparadas                                   |               |      |       |      | 3B67         |       |       |   |      |       |       |    |      |                     |  |       | 5-etilamino-2-(2-piridilazo)-p-cresol  |
| Sol. Preparadas                                   |               |      |       |      | 4B83<br>6B61 |       |       |   |      |       |       |    |      |                     |  |       | Bromuro de etiltri-dodecilamnio y naranja de xileno<br>Gloxal bis-(2-hidroxi-anil) |
| Aleaciones de U                                   |               |      |       |      |              | 2B102 |       |   |      |       |       |    |      |                     |  |       |  |
| Sc - Zr   |               |      |       |      |              |       | 3B68  |   |      |       |       |    |      |                     |  |       | 1,10-fenantrolina  |
| Sc - Zr   |               |      |       |      |              |       | 5B101 |   |      |       |       |    |      |                     |  |       | 4-benzoil-3-metil-L-fenil pirazolín-s; heptil tetraetil fósforo diamidato          |
| Sol. Preparadas                                   |               |      |       |      |              |       |       |   | 1B47 |       |       |    |      |                     |  |       | Bases de Schiff aromáticas   |
| Sol. Preparadas                                   |               |      |       |      |              |       |       |   |      | 5B100 |       |    |      |                     |  |       |  |
| Tierras Raras Q. P.                               |               |      |       |      |              |       |       |   |      |       | 2B84  |    |      |                     |  |       |  |
| Mezclas   |               |      |       |      |              |       |       |   |      |       | 1B172 |    |      |                     |  |       |  |
| Salas de Sc, Y, La                                |               |      |       |      |              |       |       |   |      |       |       |    | 1B74 |                     |  |       |  |
| Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - SiO <sub>2</sub> |               |      |       |      |              |       |       |   |      |       |       |    |      |                     |  | 1B211 |  |



| Material Analizado | M E T O D O S |       |      |       |      | R E A C T I V O S                       |
|--------------------|---------------|-------|------|-------|------|---|
|                    | 1             | 2     | 5    | 8     | 9    |   |
| Aire Contaminado   | 5H4           |       |      |       |      |   |
| Asfalto de Playa   | 1C44          |       |      |       |      |   |
| Bismuto            | 4B142         |       |      |       |      |   |
| Cenizas de Carbón  | 6B8           |       |      |       |      |   |
| Plomo              | 4B124         |       |      |       |      |   |
| Tantalio           | 6B140         |       |      |       |      |   |
|                    |               | 2B84  |      |       |      |   |
| La y Zr            |               | 2B139 |      |       |      |   |
| Microtitulación    |               |       | 2B86 |       |      | Metil xilenol azul                      |
| Estudio            |               |       | 6B14 |       |      | Compuestos de piridil azometinos.       |
| Rocas              |               |       | 4B79 |       |      | Sulfonitrato R.                         |
| Zr - Sc            |               |       |      | 4B128 |      | Collidine; Ac. salicílico               |
| Lantánidos, Y      |               |       |      |       | 2B83 | Ac. salicílico; Ac. 2-fenil cin coníico |
| Estudio            |               |       |      |       | 6B14 | Comp. Piridil azometina                 |
| Estudio            |               |       |      |       | 4B73 | Monoazo derivados del Ac. cromotrópico  |

EXTRACTOS POR VOLUMEN  
ANALYTICAL ABSTRACTS

METODO 2. (AMPEROMETRIA)

Vol. 21.- 101

Titulación amperométrica de escandio y lantano con ferro-  
cianuro de potasio.

Zh. analit. Khim., 1970, 25 (1), 64-67 (en ruso).

Se ha establecido que dependiendo de la acidez del medio  
(en pH de 1 a 6), el escandio forma con  $K_2Fe(CN)_6$  el com-  
plejo  $Sc_4[Fe(CN)_6]_3$  ó  $ScMFe(CN)_6$ , donde M es el catión --  
del electrolito soportante ( $Li^+$ ,  $K^+$ ,  $Na^+$  ó  $NH_4^+$ ).

El lantano forma solamente complejos del tipo  $LaMFe(CN)_6$   
y su grado de reacción depende de la naturaleza y concen-  
tración del catión electrolito soportante. Una solución-  
de  $LiNO_3$ ,  $KNO_3$ , ó  $NH_4NO_3$  es usada como electrolito sopor-  
tante en la titulación de la cantidad de escandio y lan-  
tano y el  $M-NaNO_3$  es usado en la titulación del escandio  
solo (a pH 2.5 - 3.5). Para 0.12 a 0.42 mg de Sc en --  
 $NaNO_3$  el error fue  $< \pm 0.03$  mg. El lantano ó calcio no in-  
terfieren en 40 veces en exceso.

Vol. 28.- 1B65

Investigación de la formación de un complejo de escandio  
con N-cianomoilfenilhidroxilamina [N-fenil ácido cinamohi

drexámico] por medio de titulación amperométrica.  
Analyt. Lett., 1974, 7 (2), 125-132 (en alemán).

Vol. 28.- 6B92

Titulación amperométrica de escandio, itrio y algunas --  
tierras raras con EDTA en medio de ácido acético anhidro.  
Zh. Khim., 19GD, 1974, (7), Abstr. No. 7G76 (en ruso).  
Las sales de Y, Sc, La, Sm, Gd y Pr pueden ser tituladas  
amperométricamente en medio de ácido acético anhidro con  
teniendo de 5 a 10% de acetate de sodio anhidro; La solu-  
ción tituladora es de EDTA en ácido acético casi satura-  
da con acetate de sodio. Si la corriente correspondiente  
a la oxidación de EDTA es usada para indicar el punto de  
equivalencia, un sólo electrodo indicador giratorio de -  
carburo de tantalio a 1.0 V (contra s.c.e.) es empleado;  
alternativamente, 2 electrodos giratorios de platino a -  
0.8 V pueden usarse. Los metales pueden ser determinados  
sin error sistemático.

Vol. 29.- 3B66

Análisis de mezclas conteniendo escandio por titulación-  
complejométrica con indicación del punto final por ampe-  
rometría.  
Zh. analit. Khim., 1974, 29 (7), 1424-1426 (en ruso).

Vol. 29.- 4B10

Titulación amperométrica de iones metálicos con EDTA con  
uso de un electrodo-óxido indicador.  
Mikrochim. Acta, 1975, I (2-3), 171-185 (en alemán).

Vol. 29.- 5B99

Uso de N-fenil ácido cinamohidroxámico por titulación -- amperométrica de escandio e itrio.

Zh. analit. Khim., 1974, 29 (10), 1924-1928 (en ruso).

Una solución acuosa de 0.04 M de este reactivo (I) fue usada en la titulación amperométrica de 0.013 a 1.25 mg de Sc y/ó 0.012 a 1.17 mg de Y en 15 ml de solución. La corriente de oxidación de I fue medida con electrodo de grafito a 1.2 V contra el electrodo normal de hidrógeno y solución bufer de acetato amoniacal de pH 5 a 7 (para Sc) ó 6.5 a 8 (para Y) fue usada como electrolito sopor-tante. No hubo interferencia de los siguientes elementos (en las cantidades con respecto al Sc ó Y mostradas en los parentesis). Cr<sup>III</sup> (100); Be (10); Al (3); y La, In, Nd ó U (1). El error relativo fue  $< \pm 15\%$

Vol. 31.- 2B84

Uso del ácido N-p-tolilcinamohidroxámico para determina-ción amperométrica de escandio ó itrio.

Zh. analit. Khim., 1975, 30 (10), 1947-1950 (en ruso).

El reactivo nombrado (I) forma complejos 3:1 escasamente solubles en Sc<sup>III</sup> a pH 4.5 - 7.0 y con Y<sup>III</sup> a pH 6.5-7.5

El etanol mM a 10mM-I fue usado como titulador para la - determinación de  $4.5 \mu\text{M}$  a  $1.8 \mu\text{M}$ -Sc<sup>III</sup>, con un electrodo indicador de grafito operado a 0.65 V contra s.c.e. (sa-turated calomel electrode); la corriente de oxidación de I fue medida. A pH 5, arriba de 10 veces en exceso de La Nd ó Pr y a 4 veces molar de Y<sup>III</sup> no hubo interferencia.

Vol. 31.- 2B139

Titulación amperométrica de etilenediaminatetra-acetato-mezclas conteniendo iones de Zr, Sc, y La en aparatos -- con un electrodo de tantalio giratorio.

Zh., Khim., 196d, 1975, (14), Abstr. No. 14G140.

METODO 3. (COMPLEJOMETRIA)

Vol. 18.- 85

1-(2-piridilazo)-2-naftol como un posible indicador para la determinación complejométrica (quelato) de Sc y Y.

Microchem. J., 1968, 13 (3), 392-395.

Para la determinación de Sc en la mezcla binaria, la solución problema es ajustada a pH 4.5 y titulada con una solución 2mM-EDTA con 1-(2-piridilazo)-2-naftol como indi-cador. El ajuste de una segunda alícuota a pH 6.3 causa-que el Sc sea hidrolizado y precipitado y permite que el Y sea titulado similarmente. Concentraciones tan bajas - como 0.25 mM de Sc ó Y pueden ser determinadas, pero el-Cu, Fe, tierras raras y algunos otros metales interfie--ren.

Vol. 18.- 1540

Determinación complejométrica de escandio en presencia - de otros elementos.

Colln Czech. chem. Commun., 1968, 33 (11), 3892-3894.

El escandio (0.5 a 10 mg de  $Sc_2O_3$ ) puede ser titulado con 0.05 M-EDTA en solución bufer de formiato de pH 2.8 a 5

(de preferencia pH 3.7) con naranja de xilenol como indicador, pero muchos elementos interfieren. Al, Ga, Ti, Sn, Sb, W, Mo, Be, Zr, U y Cr, pueden ser enmascarados por adición de 1 a 3 ml de solución de ácido tartárico al 10%. El vanadato,  $\text{CrO}_4^{2-}$  y  $\text{Fe}^{3+}$  pueden ser enmascarados por reducción con ácido ascórbico a pH de 1 - 2 antes de la titulación; el  $\text{V}^{\text{IV}}$  producido puede ser enmascarado con ácido tartárico. El cobre puede ser enmascarado con tiourea ó hidroxilamina. El efecto del lantano puede ser minimizado por titulación a pH 3.0-3.2 y el Cu y Pb por titulación a pH 2.8. El peróxido de hidrógeno puede ser usado para enmascarar Ti, W, Mo, y U. El escandio puede ser separado de muchos elementos interferentes por co-precipitación del oxalato con lantano (5 a 10 mg) ó  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$  (20 a 50 mg). Si se requiere otra precipitación, el precipitado es disuelto en  $\text{HNO}_3$  y la solución es evaporada a sequedad, se agregan 0.2 g de ácido tartárico, se hace la solución amoniacal y el tartrato de escandio básico es coagulado por ebullición. El escandio puede ser separado de las tierras raras por precipitación, con piridina ó  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$  ó por extracción en presencia de  $\text{SCN}^-$ .

Vol. 20.- 917

Extracción del 1,10-fenantrolina tiocianato complejo de escandio.

Vest. mosk, gos, Univ., Ser. Khim., 1970, (1), 70-73.

De una solución de pH 4.2 a 4.5 en presencia de  $\text{SCN}^-$  y -

1,10-fenantrolina (I), el escandio puede ser extraído en  $\text{CHCl}_3$ -dicloroetano como un complejo  $\text{Sc-SCN}^- \text{I}$  (1:2:2).

Vol. 24.- 3336

Extracción de metales como complejos de tiocianato. III. *Chemia analit.*, 1972, 17 (5-6), 1209-1217 (en alemán). El procedimiento descrito en la parte I (*Analyt. Abstr.*, 1970, 19 2041) fue usado para determinar el rendimiento de extracción de los complejos de Ni,  $\text{Sn}^{\text{IV}}$ , Th, Sc, Be, Ba, Nd, Sm y Er, en algunos solventes orgánicos de acuerdo al pH. El terbutil fosfato fue encontrado como el mejor extractante. El berilio contenido fue determinado -- por titulación con solución de sulfosalicilato de sodio y los otros elementos por titulación con EDTA. (ver la parte II, *Analyt. Abstr.*, 1971, 20 2302).

Vol. 25.- 2187

Determinación complejométrica de escandio e itrio. *Zh. analit. Khim.*, 1972, 27 (6), 1090-1094 (en ruso). El método envuelve titulación amperométrica de escandio e itrio con EDTA, con uso de un electrodo-indicador giratorio de alambre de tantalio y un electrodo saturado de calomel. Para determinaciones de elementos individuales, el escandio es titulado (en un electrolito soportante de  $\text{HNO}_3$  (pH 1.8) a + 1.2 V, y el itrio (en un electrolito soportante de solución bufer de acetato (pH 4.5 a 5.0) a +1.1 V. La menor concentración titulable fue  $0.1 \mu\text{g}$  de -

escandio ó 1  $\mu$ g de itrio por mililitro. Pero controlando el pH a niveles apropiados, el escandio y el itrio en -- una sola solución pueden ser titulados sucesivamente; ~~en~~ análisis de mezclas de itrio con torio ó magnesio fueron posibles también. Fe<sup>III</sup>, Bi, Zr, In, Tl<sup>III</sup>, Ga, Sb<sup>III</sup> -- oxalatos y fluoruros interfieren con la titulación de Sc y Ce<sup>3+</sup>, Ni, Co, Bi, Tl<sup>III</sup> y Zr con itrio.

Vol. 27.- 1215

Derivados heterociclicos (azo-tintes) del ácido 4-hidro-xinaftalen-1-slfónico, como indicadores metalocrómicos. Colln Czech. chem. Commun., 1974, 39 (2), 396-415.

La preparación del 3-(2-piridilazo)-, 3-(2-benzotiazoli-lazo)- y 3-(2-quinolilazo)- derivados (I, II, III respec-tivamente) de estos ácidos son descritos.

Los tintes formados son soluciones acuosas, dimetilforma-mida, metanol y etanol, soluciones diluídas en agua y ca-si insolubles en 1-4dioxan y ciclohexano. El cambio de co-lor en la presencia de una variedad de cationes sobre el pH de 2 a 9.5 es dado, junto con la sensibilidad de una-selección de estas reacciones. La dependencia de la dis-tribución espectral de los colorantes en pH es también -descrita.

Vol. 28.- 6B93

Complejos de Sc, Y, y La con metiltimol azul y difenil--guanidina.

Zh. analit. Khim., 1973, 28 (10), 1943-1946 (en ruso)

Tales complejos son extraídos con butanol o alcohol iso-butílico de un medio de pH 6.5 a 3.5 (buffer acetato) y -muestran absorción máxima entre 520 y 600 nm; el coeficien

Vol. 29.- 4B234

Determinación complejométrica de óxido de escandio en vidrio silicato con naranja de xilenol, EDTA.

Zh. Khim., 19GD, (15), Abstr. No. 15G264 (en ruso).

Vol. 30.- 1B70

Extracción y determinación de torio y escandio en medio-nítrico con derivados diantipirnilmetano.

Zav. Lab. 1975, 41 (6), 655-657 (en ruso).

#### METODO 4 (CROMATOGRAFIA)

Vol. 19.- 1120

Cromatografía de gas de las tierras raras quelatos de pivaloiltrifluoroacetona [1,1,1-trifluoro-5,5 dimetilhexano-2,4-diona] .

Bull. chem. Soc. Japan, 1969, 42 (5), 1278-1281.

El análisis elemental y el espectro I.R. de estos quelatos indicaron que los compuestos son anhídros. Los quelatos son 1:3 metal a ligante y sus curvas de análisis termogravimétrico muestran casi 100% de volatilidad. Los gases-cromatogramas fueron obtenidos para los quelatos de Sc con uso de una columna de acero inoxidable (75 cm x 3 mm) empacada con 5% de Dow Corning high-vacuum silicone grease on chromosorb W (80 ml por min), La temperatura aproximada de 170<sup>o</sup> a 270<sup>o</sup> a 12<sup>o</sup> por min., y detección de conductividad térmica. Los resultados muestran que los tiempos de retención y la temperatura de volatilización-

de los quelatos disminuye con la disminución en el radio iónico del metal central.

Vol. 23.- 141

Separación de escandio de itrio y lantano por medio de - soluciones de ácido cloroacético y ácido sulfúrico.

Colln Czech. chem. Commun., 1971, 36 (11) 3752-3764 (en alemán).

De una solución en  $\text{HNO}_3$  diluido conteniendo también  $\text{Y}^{+3}$  y  $\text{La}^{+3}$ , el escandio fue separado por medio de una columna de Dowex 50W-X4 (50 a 100 mallas; forma  $\text{H}^+$ ) por elución con M-Ac.cloroacético -  $\text{NH}_3$  acuoso (pH de 2.0 a 2.2) o con  $0.2\text{M-H}_2\text{SO}_4$ . El  $\text{Sc}_2\text{O}_3$  obtenido por tratamiento del eluído tuvo una pureza de 99.99%.

Vol. 23.- 2272

Separación de trazas de cationes por cromatografía en columna en celulosa natural impregnada con óxido de trioctilfosfina.

J. radioanalyt. chem., 1972, 10 (1), 121-124 (en francés)

Vol. 23.- 3005

Cromatografía gas-líquido de algunos complejos de 2-tenoiltrifluoroacetona.

J. Chromat, 1972, 66 (1), 121-128 (en francés).

Vol. 23.- 3055

Cromatografía de gas de quelatos de tierras raras con -- isobutirilpivaloilmetano.

Analytica chim. Acta, 1972, 59 (1), 147-151.

Vol. 28.- 5B76

Extracción cromatográfica de escandio en tierras raras, uranio y zirconio.

J. Chromat., 1974, 96 (2), 262-265.

La silicagel (100 a 200 mallas)(120 g) fue mezclada con 150 mililitros de solución al 20% de Amberlita LA-2(SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>) en xileno. La mezcla fue evaporada a sequedad y 8 g de la gel fue hecha lechada con el solvente, 0.025 M-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> fue M en (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> y puesta en una columna (20 cm x 1 cm) Una solución de la muestra en el mismo solvente (20 ml)- fue aplicada y las tierras raras trivalentes fueron removidas por lavados de la columna con 30 ml del mismo solvente; el Sc<sup>3+</sup> fue eluido con ± 50 ml del solvente, y el ZrO<sup>2+</sup> y UO<sub>2</sub><sup>2+</sup> fueron eluidos con M-HClO<sub>4</sub>. La razón de flujo fue 1 ml por min. y la concentración de los cationes fue determinada por titulación con EDTA. De este modo cantidades del orden de mg de Sc<sup>3+</sup> fueron separados de más de 10 mg de Eu<sup>3+</sup>, Er<sup>3+</sup>, La<sup>3+</sup>, Y<sup>3+</sup>, UO<sub>2</sub><sup>2+</sup> ó ZrO<sup>2+</sup>. Todos estos cationes fueron recuperados en un 100%.

METODO 5. (ESPECTROFOTOMETRIA: Absorción Molecular; visible, I.R., U.V.)

Vol. 16.- 2391

Determinación de escandio por formación de complejo con metiltimol azul.

Zh. analit. Khim., 1967, 22 (8), 1183-1185.

El metiltimol azul forma un complejo 1:1 con Sc; la máxima absorción para el complejo es a 570 nm, y el coefi



ciente de extinción molar es 15000. A la solución testigo de escandio ( $\approx 2$  mM) se agregan 2 ml de mM-metiltimol azul, y la mezcla diluida a 25 ml con solución bufer de pH 2, y se mide la extinción; la ley de Beer se obedece para 0.09 a 1.26  $\mu$ g de Sc por mol. Los fosfatos y fluoruros interfieren, grandes cantidades de  $Fe^{3+}$  pueden ser reducidas con ácido ascórbico, y  $Al^{3+}$  debe ser enmascarado con ácido sulfosalicilico. Una mezcla de 0.1 M de ácido tartárico y 0.1 M de ácido cítrico (1 ml de cada uno) se usa para enmascarar Th, Zr, y Hf.

Vol. 17.- 37

Estudio espectrofotométrico de la interacción de iones de escandio con 3 ciano-1,5-bis-(2 hidroxí-5-sulfofenol) formazan.

Zh. analit. Khim., 1967, 22 (10), 1469-1474 (en ruso).  
Con este reactivo también llamado formazan I el escandio forma un complejo azul 1:1 aniónico; El coeficiente de extinción molar del complejo (a pH 5.2) es 13000 a 590 nm (de absorción máxima). Para determinar escandio en óxidos de tierras raras, disuelva 0.5 g de muestra (conteniendo 0.2 - 0.5% de Sc) en HCl, evapore la solución a sequedad incipiente, y disuelva el residuo en 100 ml de agua. Neutralice una alícuota de esta solución (10 a 50  $\mu$ g de Sc) a color naranja con naranja de metilo y 2 ml  $\pm$  de 2mM-reactivo y 10 ml de solución bufer de acetato (pH 3.8) y disuelva o diluya a 25 ml con agua. Después de 10 min. mida la extinción a 590 nm, luego un blanco al mismo pH. El error absoluto es  $\pm 0.04\%$ .

Vol. 17.- 3358

Determinación espectrofotométrica de escandio con 3,4',5,7-tetrahidroxiflavona [Kaempferol].

Analytical chim. Acta, 1968, 42 (2), 343-346.

El kaempferol forma con el escandio a pH 3 en medio etanólico al 50% un quelato amarillo 1:1, el cual puede ser usado para la determinación espectrofotométrica, a 415 nm, de 0.4 a 1.8 ppm de Sc. Hay serias interferencias de  $U^{IV}$ , Th, Mo,  $Fe^{III}$ , Ti, Zr, Be, Al, Ni, Co, V,  $PO_4^{3-}$ ,  $SO_4^{2-}$ , oxalatos, tartratos y citratos, pero el itrio y las tierras raras pueden ser toleradas en cantidades varias veces mayores que el Sc, y el  $Br^-$ ,  $NO_3^-$ ,  $Cl^-$  y  $ClO_4^-$  no interfieren en igual cantidad.

Vol. 18.- 86

Determinación espectrofotométrica; microdeterminación de escandio, itrio y lantano. Uso de azulol cromo S [C.I.-Mordant Blue 29] como un reactivo cromático.

Mikrochim, Acta, 1968, (5), 899-902.

A una solución conteniendo escandio (0.45 a 12.5 ppm), el itrio (0.45 a 10.0 ppm) ó lantano (0.46 a 8.4 ppm) -- agregue unas 4 veces en exceso la cantidad de mM Chrome-Azulol S y ajuste el pH a 5.0 (para el escandio) ó 6 (para el itrio ó el lantano). Mida el coeficiente de extinción a 500 nm (para itrio) ó 520 nm (para escandio ó lantano) y obtenga la cantidad de Sc, La ó Y de una gráfica calibrada. No hay interferencia de otros 24 cationes y muchos aniones.

Vol. 18.- 87

Determinación espectrofotométrica por extracción por solvente. Determinación de escandio y torio con arsenazo III

después de la extracción con dibutil fosfato.

Magy. Kém. Foly., 1968, 74 (9), 438-440 (en húngaro).

Vol. 18.- 825

Comportamiento cromogénico de eriocromo cianina RC [C.I. Mordant Blue 3] en la determinación espectrofotométrica de escandio, itrio ó lantano.

J. Indian chem. Soc., 1968, 45 (9), 817-820.

Vol. 19.- 117

Determinación espectrofotométrica de escandio con Chrome Azurol S y zefiramina.

Japan Analyst, 1968, 17 (12), 1486-1491 (en japones).

Zefiramina (I) incrementa la sensibilidad de la determinación espectrofotométrica de escandio con Chrome Azurol S (II). La gráfica de calibración a 625 nm es rectilínea para  $< 8 \mu\text{g}$  de Sc por 25 ml en presencia de 0.2N-HCl (0.5ml) y solución II al 0.30% (0.30 ml) y solución al 7% de hexamina (1 ml) y solución (I) al 0.5% (2 ml) a pH 5.5. El Fe y Cu son enmascarados con ácido ascórbico y 1,10-fenantrolina; Al, Ga, In,  $\text{PO}_4^{3-}$  y  $\text{F}^-$  interfieren. Pero el lantano ( $< 50 \mu\text{g}$  por 25 ml) y el itrio ( $< 20 \mu\text{g}$ ) pueden ser determinados similarmente a 510 nm a pH 6.5 y 6.7 respectivamente (sol. II, 1.0 y 0.5 ml; y sol. I, 1.2 y 1.0 ml -- respectivamente).

Vol. 19.- 1105

Estudio espectrofotométrico de los quelatos de Chromotrope 2 R [C.I. Acid Red 29] con escandio y con itrio.

Microchem. J., 1969, 14 (2), 190-198.

El quelato metal-colorido 1:1 fue estudiado. Para escandio el pH óptimo para la formación del quelato fue 4.5; para el itrio el pH óptimo fue 6.2. Bajo estas condiciones, la absorción máxima fue 560 nm para ambos quelatos y a 530 nm para el colorante solo.

Vol. 19.- 1106

Rojo glicinacresol como reactivo para la determinación de escandio y zirconio.

Zh. analit. Khim., 1969, 24 (2), 255-257 (en ruso).

Con este reactivo, el escandio y el zirconio (en medio acetato de pH 5.0 y 4.5 respectivamente) forman un complejo colorido adecuado para determinaciones espectrofotométricas. La absorción máxima de los complejos es respectivamente a 490 y 520 nm, el correspondiente coeficiente de extinción molar es 21,000 y 15,000. El mínimo determinable para Sc es  $\approx 0.95 \mu\text{g-ion}$  por litro. Interfieren Hf, In, Ga, Tl, Fe, Cu, Al, V, oxalatos y citratos.

Vol. 19.- 121

Determinación espectrofotométrica. Arsenazo M.

Zh. analit. Khim., 1969, 24 (1), 31-38 (en ruso)

Reacciones de lantano con trece 3,6,bisazo-derivados del ácido cromotrópico, los cuales contienen un grupo arsono- y un grupo hidroxilo adyacente a un grupo azo.

El reactivo más sensible fue el arsenazo M. [3-(2-arsono-fenilazo)-6-(3-sulfofenilazo) ácido cromotrópico].

Se describe la preparación de este reactivo.

Vol. 19.- 1108

El escandio contenido en rocas ígneas y algunos sedimentos oceánicos.

Bull. chem. Soc. Japan, 1969, 42 (6), 1561-1569.

La muestra se descompone con  $\text{HClO}_4$  - HF, el residuo evaporado es disuelto en HCl dil. y el escandio es separado de otros elementos por sucesivos intercambios catiónicos y aniónicos cromatográficamente en  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  en medio ácido.

El escandio es entonces co-precipitado con  $\text{Fe}(\text{OH})_3$ , y es separado del hierro por intercambio aniónico en medio HCl. Finalmente el escandio es determinado espectrofotométricamente a 610 nm con bromo pirogalol rojo (el complejo formado es 1:1). El material fue rocas de origen japonés.

Vol. 19.- 2122

Determinación espectrofotométrica de Sc con Cromal blue G. Bull. chem. Soc. Japan, 1969, 42 (7), 2051-2054.

El complejo 1:1 formado por el Sc y el Chromal blue G (C.I. Mordant Blue 55) muestra máxima absorción a 590 nm en solución bufer de acetato de pH 6.0. El coeficiente de extinción molar  $3.14 \times 10^4$  y se obedece la ley de Beer para más de 1.2 ppm de Sc. Altas concentraciones de aniones comunes se toleran. De 28 cationes examinados,  $\text{Cu}^{+2}$ ,  $\text{Co}^{+2}$ ,  $\text{Be}^{+2}$ ,  $\text{Fe}^{+3}$ ,  $\text{Cr}^{+3}$ ,  $\text{Y}^{+3}$  y algunas de la tierras raras interfieren.

Vol. 19.- 4783

Aplicación analítica y estudio espectrofotométrico del complejo escandio-indoferron  $\{5' - [\text{bis}(\text{carboximetil}) \text{amino metil}] - 2,6\text{-dibromo-3'-metil indofenol}\}$ . El complejo con escandio se forma 1:2. Material rocas silicatos.

Talanta, 1969, 16 (12), 1527-1533.

Vol. 20.- 1018

Azonol A [3-(4-antipirinizol) pentano-2-4-diona].

Un nuevo reactivo metalocrómico. Determinación espectrofotométrica de cobalto ó escandio.

Analytica chim. Acta, 1970, 49 (2), 231-240.

Vol. 20.- 1574

Determinación espectrofotométrica de escandio con eriochrome brilliant violet B [C.I. Mordant Violet 28].

Analytica chim. Acta, 1970, 49 (3), 597-602.

Vol. 21.- 100

Estudio espectrofotométrico de las reacciones de escandio con verde bromocresol, púrpura bromocresol y azul bromocresol.

Zh. analit. Khim. 1970, 25 (1), 68-71 (en ruso).

Ha sido encontrado que el verde bromocresol (I) forma con el escandio (pH 4.0 - 4.6) un complejo con una absorción máxima a 520 nm y un coeficiente de extinción molar de 6000. El púrpura bromocresol (II) forma un complejo con el escandio (pH 4.0 - 4.2); la absorción máxima es a 470 nm y es coeficiente de extinción molar es 8150. El complejo de escandio con azul bromocresol (III), es también formado a pH 4.0 - 4.2 ; la absorción máxima es a 480 nm y el coeficiente de extinción molar es 14000. La absorción máxima de III y II es a 590 y 440 nm respectivamente, y I tiene dos absorciones máximas, a 450 nm y 620 nm. La ley de Beer se cumple con 1 a 33  $\mu$ g de escandio por ml para el complejo I; 1 a 35  $\mu$ g de escandio por ml para el complejo

II; y 0.5 a 28  $\mu\text{g}$  de escandio por ml para el complejo III  
La razón molar de escandio a ligando en los tres comple--  
jos es 1:1.

Vol. 21.- 1769

Determinación espectrofotométrica sensible de escandio --  
(en rocas silicatos) con 4-(2-tiazolilazo)-resorcinol.

Analytica chim. Acta, 1970, 52 (1), 146-149.

Este reactivo (I) forma con el escandio un complejo te--  
niendo una absorción máxima a 540 nm (coeficiente de ex--  
tinción molar de 50600); el complejo es sensible para de--  
terminaciones de escandio, a pH 8.1, en el límite 0.12 a--  
1.6 ppm. Muchos iones interfieren, y el procedimiento de--  
sarrollado envuelve separación de escandio por intercam--  
bio iónico. Para análisis de tres rocas, el límite exacto  
fue de 2.0% a 8.4% (basado en el método del arsenazo.--  
Analytical Abstr. 1968, 15, 1937).

Vol. 22.- 3043

Determinación espectrofotométrica de escandio con 1,5-di--  
antipirínil-3-cianoformazan.

Microchem. J., 1971, 16 (2), 253-258.

A la muestra conteniendo escandio (0.05 a 0.5  $\mu\text{mõl}$ ) agre--  
gue M-examina (1 ml) y 0.1 M-KCN (1 ml). Ajuste el pH a--  
4.5  $\pm$  0.3 con 0.5 M-HClO<sub>4</sub>. Agregue 0.2 mM-etanólico 1,5--  
diantipirínil-3-cianoformazan (5 ml) y diluya la solución  
a 25 ml con H<sub>2</sub>O. Después de 10 min. mida el coeficiente --  
de extinción a 552 nm, después corra un reactivo en blan--  
co. Serias interferencias son causadas por Al, Bi, Fe<sup>III</sup>,  
Th, Zr, Hf, Y, U, La, V, Cr<sup>III</sup>, EDTA, oxalato, citrato, --  
tartrato, SO<sub>4</sub><sup>-2</sup>, PO<sub>4</sub><sup>-3</sup> y F<sup>-</sup>.

Vol. 23.- 1337

Extracción y determinación de escandio como un complejo con ácido 2-fenil cinconínico [cincofano] y rhodamina B [C.I. Basic violet 10].

Ukr. khim. Zh., 1971, 37 (12), 1277-1279 (en ruso).

Vol. 23.- 2359

Microdeterminación volumétrica de itrio ó escandio: Sal disódica del ácido rodizonico como agente acomplejante: Indicador ácido N-fenilantranílico.

Microchem. J., 1972, 17 (1), 68-71.

Vol. 24.- 705

Determinación espectrofotométrica de pequeñas cantidades de itrio y escandio en presencia uno del otro.

Zh. analit. Khim., 1971, 26 (8), 1505-1510 (en ruso).

Para determinar itrio en presencia de 10 veces en exceso molar de escandio, a la solución testigo se agregan 2 ml de 0.1% de arsenazo M [3-(2-arsonofenilazo)-6-(3-sulfofenilazo) ácido cromotrópico] en solución y  $\text{NaH}_2\text{PO}_4$  (para enmascarar el escandio), también 1 ml de solución al 0.5% de gelatin si la concentración de escandio es mayor a 80  $\mu\text{g}$  iones por litro (para prevenir la precipitación del  $\text{ScPO}_4$ ) ajuste el pH a  $3.35 \pm 0.1$  diluya con agua a 50 ml, y mida la extinción a 645 nm contra una solución bufer (pH 3.35) conteniendo 2 ml de solución de arsenazo M por 50 ml.

Algunas tierras raras, Bi, Zr, Hf, y Th interfieren. Los metales alcalinos y alcalino térreos, también  $\text{Fe}^{\text{II}}$ , Cu, Zn, Pb, Mn, y Co, los cuales forman complejo con el arsena

zo M en medio menos ácido, no interfieren con la determinación de itrio ó de escandio, el cual es determinado a pH 2.70 y 670 nm.

Vol. 25.- 740

Determinación espectrofotométrica de escandio como complejo con diantipirínilmetano y SPADNS [3-(4-sulfonilazo)-ácido cromatrópico].

Zh. analit. Khim., 1972, 27 (2), 261-265 (en ruso).

El método está basado en la medida de la extinción a 580 nm del complejo formado entre escandio y los reactivos -- señalados en el título. En una solución bufer de pH 7.6 a 8; se sigue la ley de Beer sobre el límite de 0.1 a 3µg - de escandio por ml. Algunas tierras raras, Zn, Cu, Ti<sup>IV</sup>, - Ni y EDTA interfieren; muchas especies iónicas comunes no interfieren.

Vol. 26.- 776

Formación del complejo escandio con Chrome Azurol S [C.I. Mordant Blue 29] y 4,4' diantipirínilmetano.

Zh. analit. Khim., 1973, 28 (4), 661-665.

Vol. 28.- 5A9

Propiedades analíticas de algunas trihidroxifluoronas y - sus complejos metálicos.

Zh., Khim., 19GD, 1974, (4), Abstr. 4G17 (en ruso).

Vol. 29.- 3B67

Estudio espectrofotométrico de complejos de escandio con ciertos azocompuestos heterocíclicos.

Zh., Khim., 19GD, 1974 (11), Abst No. 11G76 (en ruso)

Se presenta un estudio de la formación de complejos entre el escandio y 5-etilamino-2-(2-piridilazo) p-cresol.

Vol. 31.- 2B86

Sulfonftaleina colorida IV.- Metil xilenol azul como un - indicador metalocrómico para micro titulaciones quelatóm<sub>é</sub> tricas de tierras raras.

Chemiske Zvesti, 1975, 29 (5), 599-605.

Resultados de titulaciones espectrofotométricas y visua-- les con 0.01 M-EDTA mostraron que el La, Sm, y Er pueden-- ser titulados exactamente a pH 5.2 - 6.5, 5.0-5.5 y 4.5 a 5.5 respectivamente, en cualquier solución bufer de aceta-- to ó hexamina. El cerio puede ser titulado (preferible vi-- sualmente) a  $\text{pH} \approx 5.2$  en medio acetato y el escandio a  $\text{pH} \approx 2.5$  en cualquier dilución de  $\text{HNO}_3$  ó solución bufer de - formiato. El indicador fue también adecuado para la serie de determinaciones de escandio a  $\text{pH} \approx 2.1$  y La (ó Sm ó Er) a  $\text{pH} \approx 5.3$  en una mezcla binaria. En todas las instancias-- hubo un brusco cambio de color de azul a amarillo en el - punto final.

Vol. 31.- 6B14

Compuestos de piridilazometina como reactivos analíticos.

Colln Czech. chem. Commun., 1976, 41 (5), 1506-1515.

Reacciones de  $\alpha$ -(2-piridilimino)-0-cresol (I), 2-(2-piri-- dilmetileneamino) fenol (II) y  $\alpha$ -(2-piridilimino)-2-pico-- lina (III) con varios metales forman complejos coloridos-- ó fluorescentes. El escandio ( $0.4$  a  $2.5 \mu\text{g ml}^{-1}$ ) puede -- ser determinado selectivamente como complejo con (II) a - un pH 6.1 ( en bufer de acetato) en etanol 20% acuoso por espectrofotometría a 416 nm. El límite de detección es -  $0.08 \mu\text{g ml}^{-1}$  de escandio; los metales alcalinos y alcali-- no térreos no interfieren, pero el Be, Al, y Th pueden -- ser enmascarados con iones fluoruro.

Vol. 31.- 4B79

Extracción-espectrofotométrica, determinación de trazas de escandio en rocas.

Zh. analit. Khim., 1976, 31 (2), 292-297 (en ruso).

El escandio forma complejo 1:1 con sulfonitrato R [3-hidroxi-5-nitro-3-sulfofenilazo) naftaleno-2,7-ácido disulfónico] en KCl-HCl en medio bufer de pH 2; el complejo puede ser extraído en butanol de solución acuosa (de pH 2) conteniendo 1% de difenilguanidina, el extracto exhibe máxima absorción a 540 nm ( $\epsilon = 20,000$ ). La ley de Beer es seguida para 0.04 a  $0.8 \mu\text{g ml}^{-1}$  de escandio. No hay interferencia de los siguientes elementos en la razón molar mostrada (metal-Sc): Al, 15000; lantánidos, 400; Ca, Nb ó Ga, 100 a 200; y Th, V, Ti, ó Sn, 10 a 50. Para determinar escandio en rocas, los elementos que lo acompañan son removidos por evaporación con HF-HNO<sub>3</sub>, extraídos con H<sub>2</sub>O, precipitados con NH<sub>3</sub> acuoso y extracción con solución de cupferron en CHCl<sub>3</sub>. El método fue usado para determinación de 3.8 - 64 ppm de escandio en seis rocas diferentes.

El coeficiente de variación fue < 20% (10 - 20 resultados) y el límite menor de determinación fue 1 ppm de escandio. (1 g de muestra).

METODO 6 (ESPECTROFOTOMETRIA; Absorción Atómica)

Vol. 17.- 1371

Determinación de trazas de escandio por espectroscopía de absorción atómica.

Talanta, 1968, 15 (5), 421-424.

Condiciones óptimas han sido establecidas para la determinación de escandio con un espectrofotómetro Techtron --

AA4 y una flama de  $N_2O$ -acetileno. Una flama ligeramente rica en combustible es recomendada para asegurar la mejor sensibilidad. Un cátodo-hueco, una lámpara corriente de 10 a 12 mA y un ancho de ranura de 50 a 75  $\mu$ m son recomendados. Diferentes solventes orgánicos fueron examinados como medio de extracción de escandio; los mejores resultados obtenidos fueron con butanol conteniendo 2.5% de 8-hidroxiquinolina a pH 1 - 4.

Bajo estas condiciones, 0.06 ppm de escandio da 1% de absorción. Para una solución conteniendo 4 ppm de escandio, no hay interferencia de 100 ppm de U, Fe, Ni, Co, Cu, Mn, Zn, Mo, Pb, Cr, Na, Ca ó Mg.

Vol. 17.- 3359

Determinación de escandio por absorción atómica.

Talanta, 1968, 15 (8), 781-787.

Las mejores condiciones para la determinación de escandio fueron determinadas y los efectos de  $Cl^-$ ,  $SO_4^{2-}$ ,  $NO_3^-$  y  $F^-$ , solventes orgánicos y otros metales fueron investigados. Los fluoruros interfieren seriamente y deben estar ausentes; 2500 - 15000 ppm de  $SO_4^{2-}$  producen poca interferencia, pero 100 ppm bajan la sensibilidad;  $Cl^-$  ó  $NO_3^-$  tienen sólo un efecto menor. Metanol o etanol mejoran la sensibilidad, pero la acetona la reduce (750%). La sensibilidad (concentración de escandio produciendo 1% de absorción) es 0.8 ppm a 391.18 nm, y 1 ppm a 390.75 ó 402.37 nm, con uso de una flama de  $N_2O$ -acetileno y una lámpara y cátodo hueco.

Vol. 17.- 3878

Determinación de escandio en agua del mar por espectrofotometría de absorción atómica.

Talanta, 1968, 15 (8), 867-870.

El escandio es coprecipitado con  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  a pH 8 - 9 y el precipitado es disuelto en HCl concentrado, esta solución es pasada a través de una columna de De-Acidite FF-IP -- (forma  $\text{Cl}^-$ ) en donde el escandio es eluido en HCl concentrado y extraído con una solución de butanol de 8-hidroxiquinolina para su determinación a 391.35 nm; la respuesta es rectilínea con más de  $5 \mu\text{g}$  de escandio por ml de butanol. La recuperación es de 99 a 100%.

Vol. 26.- 2611

Determinación por absorción atómica de escandio en catalizadores usados en síntesis de amonio.

Zh. analit. Khim., 1972, 27 (10), 1952-1955 (en ruso).

Disuelva 2.5 g de catalizador pulverizado (conteniendo de 1 a 3% de escandio) en  $\text{HCl-HNO}_3$  (3:1), agregue 75 ml de etanol, diluya a 100 ml con  $\text{H}_2\text{O}$  y mida la absorción a 391 nm (flama de  $\text{N}_2\text{O}$ -acetileno).

METODO 7 (ESPECTROGRAFIA)

Vol. 19.- 4772.

Determinación espectrográfica de escandio en bauxita y sus productos de refinación.

Zav. Lab., 1969, 35 (12), 1466 (en ruso).

La muestra (10 a 15 mg) conteniendo 0.006 a 0.1% de  $\text{Sc}_2\text{O}_3$ .



es mezclada con dos veces su peso de bufer [carbón-SrCO<sub>3</sub> (1:1) conteniendo 0.6% de La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>]. Esto permite la determinación de escandio a ser sacado de una variedad de productos con la misma muestra. La mezcla es puesta en la cavidad de un electrodo de carbón, y el espectro es excitado en un arco de corriente directa de 20 amp. Las líneas adecuadas para el escandio (3353.73, 3368.95 y 4246.83 Å) son comparadas con líneas de La (3337.49, 3380.91, - - - 4246.58 ó 4263.58 Å).

Vol. 20.- 70

Determinación de trazas de escandio en óxido de calcio. Spectrosc. Lett., 1969, 2 (12), 377-382 (en alemán).

Vol. 20.- 2393

Análisis espectrográfico cuantitativo de casiterita. Zh., Khim., 196D, 1970, (11) Abstr. No. 116132 (en ruso).

Vol. 23.- 1387

Análisis espectrográfico cuantitativo de dióxido de zirconio estabilizado con óxidos de Ca, Y, ó Sc. Zh., Khim., 19GD, 1971, (18) Abstr. No. 18G147 (en ruso).

Vol. 30.- 6B13

Aumento en exactitud del análisis espectrográfico por enfriamiento de electrodos con un sistema de aire. En rocas y minerales. Zh. analit. Khim., 1975, 30 (7), 1280-1284 (en ruso).

METODO 8 (EXTRACCION POR SOLVENTE)

Vol. 16.- 596

Extracción de escandio por acetyl acetona. Las condiciones para la extracción de escandio (11 a 66 g-ion por litro) por 0.1M a 0.6M de acetyl acetona en decano, ciclohexano, benceno, clorobenceno, pentanol, alcohol isoamílico ó butilacetato fueron estudiados experimentalmente y matemáticamente. El benceno y el pentanol fueron encontrados como los mejores solventes.

Vol. 17.- 2676

Extracción de plomo y escandio por bis-(2-etilhexil) fosfato.

Zh., Khim., 196D, 1969, (4), Abstr. No. 4G27 (en ruso).

Vol. 18.- 2296

Extracción por solvente del complejo de escandio-2-tenoil trifluoroacetona.

Zh. analit. Khim., 1968, 23 (9), 1321-1326 (en ruso).

Se presenta un estudio sobre los efectos del pH, la concentración del 2-tenoiltrifluoroacetona, la naturaleza del extractante (benceno,  $\text{CCl}_4$  ó  $\text{CHCl}_3$ ) y el tiempo de contacto entre las fases de la extracción.

Vol. 18.- 2963

Extracción de iones metálicos por pirazoles 1,3,4,5-tetra y 3,4,5-trisustituídos.

Dokl. Akad. Nauk SSSR, 1969, 184 (1), 98-99 (en ruso)

Vol. 18.- 3825

Extracción de escandio en medio  $H_2SO_4$  - sulfato de amonio con aminas de alto peso molecular.

Japan Analyst. 1968, 17 (10), 1187-1192 ( en japonés ).

El escandio ( $< 10$  mg), Th y Zr son extraídos cuantitativamente con una solución al 10% de amberlita LA-2 en xileno (20 ml) en un medio  $0.1M-H_2SO_4$  (20 ml) conteniendo  $0.01 M (NH_4)_2SO_4$ ; Al, Cd,  $Co^{II}$ , Cu, Ga, Hg,  $Mn^{II}$ , Ni, Y, y las tierras raras no son extraídas, y el  $Fe^{III}$ , In y  $V^{IV}$  son re-extraídas con  $M-H_2SO_4$  y después separadas del Zr y  $U^{VI}$ .

Los últimos dos elementos son reextraídos con  $5M-HCl$  y solución al 10% de  $Na_2CO_3$  respectivamente.

Vol. 19.- 1110

Co-extracción de complejos de ciertos elementos con  $oo'$ -dihidroxi-azo-compuestos.

Dokl. Akad. Nauk SSSR, 1969, 186 (6), 1323-1324 (en ruso).

Vol. 19.- 1111

Efecto sinérgico en extracción por solvente en el sistema escandio- $\beta$ -dicetona-óxido de trioctilfosfina.

Bull. Inst. chem. Res. Kyoto Univ., 1968, 46 (6), 269-274.

El efecto del grupo terminal de ocho  $\beta$ -dicetonas su extracción de quelatos de escandio y la estabilidad de los aductos formados entre los quelatos y el óxido de trioctilfosfina fue estudiado. Para la serie de grupo terminal  $CH_3$ ,  $C_6H_5$  y  $CF_3$  las constantes de estabilidad aumentan en

este orden. El efecto estérico del grupo terminal fue pequeño.

Vol. 19.- 2125

Extracción de tiocianato de escandio por derivados de piridina.

Izv. Akad. Nauk SSSR, Ser. khim., 1969, (7), 1427-1432 -  
(en ruso).

Vol. 19.- 3743

Aplicaciones analíticas de alquilfosfatos. VI. Examen de las propiedades de extracción de dibutil y otros dialquil fosfatos ácidos.

Magy. kem. Foly., 1969, 75 (4), 166-172 (en húngaro).

Vol. 19.- 3763

La interacción de escandio con 2,2',4'-trihidroxiazocompuestos.

Zh. analit. Khim., 1969, 24 (5), 676-681 (en ruso)

Vol. 21.- 858

Grado de extracción, re-extracción y separación de algunos iones metálicos como sus complejos de ácido N-fenilbenzohidroxámico.

J. radioanalyt. Chem., 1970, 6 (1), 11-25 (en alemán).



Vol. 21.- 2467

Extracción de escandio de soluciones de sulfatos con extractantes organofosforosos neutros.

Zh., Khim., 19GD, 1971, (2), Abstr. No. 2G27 (en ruso).

Vol. 21.- 2498

Extracción, con ácido butírico, de escandio para su determinación (en minerales silicatos).

Zh. analit. Khim., 1970, 25 (5), 389-393 (en ruso)

Se demuestra que esa extracción en ácido butírico (en presencia de ácido sulfosalicílico) puede ser usada para la separación de escandio de Fe, Al, Ti, Zr, Be, Nb, Ta, Mo, W, Ca y Mn. Además, el escandio puede ser separado del --itrio y de las tierras raras por extracción en una solución de ácido butírico en alcohol isobutil en medio acuoso de  $\text{pH} \approx 4$ . Métodos fotométricos envolviendo el uso de --arsenazo III están descritos para determinaciones de escandio y de tierras raras en Mg en una muestra de 1 g de minerales silicatos.

Vol. 22.- 669

Separación extractiva de escandio de aluminio.

Chemia analit., 1971, 16 (2), 399-402 ( en polonés).

De los siete derivados de ác. o-arsanílico sintetizado, --N-(2-hidroxi-1-naftilmetiliden-o-ác. arsanílico (I) y 2-(2-hidroxi-1-naftilazo) ác. bencenoarsónico (II) puede ser usado para formar un complejo extraíble con Sc y así separar el Sc del Al.

Vol. 22.- 2163

Extracción de escandio con alquilaminas en solución de -- ácido sulfúrico.

Zh. prikl. Khim., Leningr., 1971, (6), 44, 1213-1216.

Vol. 25.- 1504

Separación de torio (IV) y escandio y lantánidos por ex-- tracción en medio ácido nítrico con 1,3,4,5, pirazoles te trasustituídos.

Radio Khimia, 1972, 14, (2), 241-245 (en ruso).

El torio en una solución M-HNO<sub>3</sub> y 10 M-LiNO<sub>3</sub> es extraído-- con una solución 0.1 M de 3-5-dibutil-1-metil-4-propil pi razol en benceno.

Vol. 29.- 3B68

Extracción de silicatos de escandio y zirconio con 1,10 fe nantrolina.

Vest. mosk. gos. Univ., Ser. Khim., 1975, 16, (1), 70-73.

Vol. 29.- 5B101

Extracción por solvente de escandio y zirconio con 4-ben-- zoil-3-metil-1-fenilpirazolin-5- una en presencia de hep-- til tetraetilfosforodiamidato.

Zh. analit. Khim., 1974, 29 (10), 1918-1923.

Vol. 30.- 1B11

Uso del sistema de extracción en sistema de tres fases -- usando diantipiridinilmetanos en química analítica.

Zh., Khim., 19GD, 1974, (21), Abstr. No. 21G44 (en ruso).

Vol. 30.- 6B84

Extracción de escandio con dibutilfosfato en benceno y -- bis-(2-etilhexil) y dioctilfosfato en medio perclorato ó-nítrico.

Colln Czech. chem. Commun., 1975, 40 (11), 3436-3442.

Vol. 31.- 4B128

Extracción por solvente de complejos ternarios de zirco--nio ó escandio con ácido salicílico y colidina.

Zh. analit. Khim., 1976, 31 (1), 44-48 (en ruso).

El  $Zr^{IV}$  (0.043 a 0.174 mM) puede ser extraído como un Zr-ácido salicílico colidina. Bajo condiciones similares pe-ro a pH 3.8 - 5.2, el Sc (0.13 - 3.6 mM) puede ser extra-ído como Sc-ácido salicílico colidina complejo (1:3:1 a - pH 4; 1:2:1 a pH 5). El zirconio puede ser separado del - escandio, itrio y lantano llevando a cabo la extracción a pH 2. ApH 1.4 - 1.5, el zirconio es extraído con  $\approx 80\%$  de rendimiento y puede ser separado de cantidades iguales de Hf, 10 veces la cantidad de Th y 100 veces la cantidad de Sc y La.

METODO 9 (FLUORIMETRIA)

Vol. 17.- 772

Reacciones de iones de elementos multivalentes con reacti-vos orgánicos.- VII interacción de escandio con polihidro-xiflavones.

Zh. analit. Khim., 1967, 22 (12), 1812-1817 (en ruso).

El escandio forma dos complejos fluorescentes con quercetin a pH 5 - 6.5; dos complejos (uno fluorescente) con morin a pH 1.2 - 4; y un complejo no fluorescente con rutin a pH 6. La absorción máxima es a 435 y 470 nm para el complejo de quercetin, 418 y 450 nm para el complejo de morin y 430 a 440 nm para el complejo de rutin. El límite determinable es 5 - 30  $\mu$ M-Sc. Las estructuras y mecanismos de formación de todos los complejos son discutidos.

Vol. 17.- 773

Fluorescencia de algunos complejos metálicos de  $\beta$ -resorcil aldehído acetilhidrazona.- Determinación de escandio. Coll Czech. chem. Commun., 1968, 33 (4), 1078-1090 (en alemán).

Las constantes de disociación ácida para el reactivo (I) en 40% de etanol fue medida potenciométricamente y espectrofotométricamente. Solo Fe<sup>III</sup>, U<sup>IV</sup> y Ti<sup>IV</sup> reaccionan cromogénicamente con I, pero Zn, Al, Sc y Ga todos forman compuestos exhibiendo fluorescencia azul (extinción a 365 nm). Solamente el complejo de escandio fluoresce apreciablemente con excitación a 406 nm, sin embargo, estos complejos pueden ser usados para la determinación de escandio (1 - 18  $\mu$ g) en medio de solución bufer de acetato (pH 6.0). Cromo, Ni, Co, y Fe<sup>III</sup> interfieren por disminución de la intensidad de fluorescencia y el Zn y Al por incremento; El Mn, Cd, Be y Mg no afectan. La constante de estabilidad del complejo 1:1 ha sido medida.

Vol. 19.- 352

La fluorescencia de los complejos de Al, Ga, Zn, Sc, Be, con 2-(2,4-dihidroxi-bencilidenamino) fenol [4-(2-hidroxifeniliminometil) resorcinol] ha sido estudiada.

Coll. Czch. chem. Commun., 1969, 34 (3), 796-812 (en alemán).

Vol. 19.- 1107

Determinación fluorimétrica de escandio con 5,7-dicloro-8-hidroxiquinolina.

J. chem. Soc. Japan, pure Chem. Sect., 1969, 90 (5), 483-486 (en japonés).

Soluciones en  $\text{CHCl}_3$  de complejos de escandio con 8-hidroxiquinolina y 5,7-dicloro-, 5,7-dibromo-, 5,7-diyodo- y -- 2 metil-8-hidroxiquinolina exhiben fluorescencia máxima a 510, 526, 520, 515 y 505 nm, respectivamente. Para determinaciones de escandio, 5,7-dicloro-8-hidroxiquinolina (I) dá los resultados más reproducibles a 526 nm, cuando la muestra en solución contiene  $<10\mu\text{g}$  de escandio (20 ml) -- es tratada con 0.2% de la solución I (0.25 ml) y 20% de solución de  $\text{NH}_4\text{Cl}$ , el pH es ajustado a 9.5 y la mezcla se agita con  $\text{CHCl}_3$  (25 ml) por 3 min. No hay interferencia de Cu ( $<2$  veces en exceso), Mg ( $<10$  veces), Cd, Ba,  $\text{Co}^{\text{II}}$ , Ni, Sb<sup>III</sup>, In, As<sup>III</sup> ó algunos lantánidos ó de Be, Fe<sup>III</sup>, Tl<sup>III</sup>, Eu, Gd, Ti<sup>III</sup> ó Zr ( $<20$  veces). El escandio se separa de sus interferencias Al, Y, Ca y Lu por extracción con tenciltrifluoro acetona.

Vol. 19.- 2124

Extracción fotométrica y extracción fluorimétrica; determinaciones de escandio como un complejo de morin fenazona.

Zh. analit. Khim., 1969, 24 (3), 358-361 (en ruso).

En presencia de aniones de ácidos fuertes (preferentemente  $\text{ClO}_4^-$ ), el escandio forma un complejo extraíble con morin - fenazona. Para la extracción en  $\text{CHCl}_3$ , el pH óptimo de la fase acuosa es de 3.3 a 3.4. El coeficiente de extinción molar del complejo es  $\approx 31000$  a 425 nm. Basado en esto, los métodos para determinaciones abajo de  $0.1 \mu\text{g}$  de Sc/ml por fotometría y abajo de  $0.01 \mu\text{g}$  por ml fluorimétricamente -- son descritos. Al, Ga, In, Ti, Th, Zr y Lu interfieren, pero 100 veces en exceso de tierras raras y metales del subgrupo del Ce no interfieren.

Vol. 21.- 844

Nuevo acomplejante fluorescente en la serie del estilbena.

Dokl. Akad. Nauk SSSR 1970, 194 (3), 602-605 (en ruso).

La fluorescencia de pH 4 a 12 del acomplejante hidroxiestilbena {3,5-bis-[NN-bis(carboximetil) aminometil] estilbena-4-4'-diol (I) preparado por condensación de 4-4'-diolestilbena con ácido iminodiacético y formaldehído} es apagada -- siempre completamente por  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Bi}^{3+}$ , ó  $\text{Hg}^{2+}$  y parcialmente por  $\text{Mn}^{2+}$  ó  $\text{Pb}^{2+}$ . (I) puede ser usado -- como un indicador luminiscente en la titulación complejométrica de muchos cationes. Algunos metales, por ejemplo Al, Sc, Ga y In que dan fácilmente sales hidrolizables realzan la fluorescencia, (I) puede ser usado por lo tanto para la determinación fluorimétrica de  $\text{Sc}^{3+}$ .

Vol. 21.- 2466

Hidroxiestilbeno acomplejante como un reactivo fluorescente para escandio.

Zh. analit. Khim. 1970, 25 (5), 894-898 (en ruso).

Vol. 24.- 59

Determinación fluorimétrica de Al, Ga, Sc, In con Supercromo Garnet Y [C.I. Mordant Red 5].

Bull. Chem. Soc. Japan, 1972, 45 (5), 1395-1399.

Para determinar escandio (5 a 40  $\mu$ g) puede usarse Supercromo Garnet Y (I) solución al 0.01%, 0.8 ml y solución de acetato de amonio al 20% (2ml), a un pH de 5.5 se diluye a 25 ml calentando a 50° por 10 min. y enfriado, con fluorimetría a 575 nm.

Vol. 24.- 827

Determinación por fluorescencia rayos X de As, Sb, Ni, Rb, Sc, V, Zn en rocas.

Prof. Pap. V.S. geol. Surv., 1972, No. 800B, B147-B150.

Pulverice la roca (0.5 g en un frasco pequeño en un molino mezclador por 10 min. mezcle el polvo con celulosa cromatográfica (0.5g) con mucho cuidado cuantitativamente en un mortero, regrese la mezcla al frasco pequeño y revuelva esto por 5 min. Comprima la mezcla hasta hacerla una bolita a 30,000 lb/in<sup>2</sup>. Con un instrumento equipado con una placa o pantalla de cromo ó tungsteno (para Sb y Zn, ó para los otros elementos respectivamente) y un cristal de LiF, irradie la muestra por 200 seg; mida la intensidad de pico de-

rayos X y la intensidad baja, y reste la intensidad baja de la intensidad de pico. Refiera la intensidad neta para cada elemento para todas las muestras y un estandar (international standard rock samples) para gráficas de calibración apropiada; La calibración es efectuada por: -i) uso de estandar analizados por fuera para Ni, Sc, V, y Zn; - ii) uso de estandar preparados por fuera para As, Sb y Zn- y -iii) uso de Sr como estandar interno para Rb. Los límites de detección son para As, Sb, Ni, Rb, Sc, V y Zn 10, - 70, 3, 10, 4, 10, y 7 ppm respectivamente.

Vol. 24.- 3394

Determinación de tierras raras, itrio y escandio abundantes en rocas y minerales por intercambio iónico-rayos X. Procedimiento fluorescencia.

Analyt. Chem., 1972, 44 (13), 2137-2143.

Vol. 26.- 14

Hidrazonas heterocíclicas de o-hidroxialdehidos como reactivos analíticos.

Scripta, 1972, 2 (6).

Han sido desarrollados procedimientos para la determinación fluorimétrica de escandio en 70% de etanol más bufer de acetato a pH 3.9-4.5 con la 2, hidroxil-1-naftaldehido 2-piridilhidrazona.

Vol. 26.- 777

Determinación fluorimétrica en óxidos de tierras raras.

Zav. Lab., 1973, 39 (6), 658-660.

Procedimiento:- La muestra (0.1 a 1 g) es disuelta en HCl-

conc., la solución es diluída con agua a 25 o 50 ml, y -- una alícuota (10 ml) se neutraliza con  $\text{NH}_3$  acuoso (1:1) -- con rojo congo, entonces trate con 10 ml de una solución-bufer de acetato de pH 2.22, 0.5 ml de solución de ácido-ascórbico al 5%, 15 ml de acetona, 10 ml de solución de -- hidrazo III (0.5 mg por ml) en acetona ajustada a un pH -- 2.5 y suficiente acetona (ajuste a pH 2.5) hasta 50 ml. -- Se mide la fluorescencia después de 10 min.

Vol. 28.- 3B55

Estudios sobre derivados de cromona como un reactivo analítico. XI Reacción fluorescente de escandio con 5-hidroxicromona y sus derivados.

Japan Analyst. 1973, 22 (11), 1474-1480 (en japonés).

El mejor derivado fue 2-etil 5 hidroxí-3-metilcromona.

Procedimiento para la determinación de escandio.

A la solución muestra se le agrega 5 ml de 0.01 M-metanólico, reactivo; 2.5 ml de metanol y 5 ml de 0.25 M- $\text{H}_3\text{BO}_3$  -- NaOH solución bufer de pH 11.5 a 12.0. La solución se diluye a 25 ml y se reposa por 30 min. Entonces el complejo de escandio es extraído con 10 ml de benceno. El extracto se saca con  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ , y su fluorescencia es medida con excitación a 405 nm, un filtro secundario permite el paso de radiación de longitud de onda mayor que 430 nm es usado. Una solución acuosa de fluorescencia de sodio ( $1\mu\text{g}$  por ml) se usa como referencia estandar. El complejo es estable por -- 30 min, y la gráfica calibrada es rectilínea para más de --  $4\mu\text{g}$  de escandio.

Vol. 29.- 1B47

Complejos metálicos de bases de Schiff aromáticas.

II Fluorescencia de complejos de berilio y escandio y sus usos en fluorimetría.

Analytica chim. Acta, 1974, 73 (2), 245-254.

Las propiedades fluorescentes del complejo de escandio con el 2-hidroxibenzaldehido semicarbazona y 7 de sus derivados son reportados. El mejor reactivo para escandio fue  $\beta$ -resorcilaldehido semicarbazona. Para la determinación de 2 a 400 ng ml<sup>-1</sup> de escandio, los valores óptimos para pH, longitud de onda de excitación y emisión (en nm) fue 6.0, 360 y 425 para el escandio.

Vol. 30.- 6B83

Luminiscencia de un complejo compuesto entre el escandio y el ácido 2-fenilcinconínico y su aplicación analítica.

Zh. analit. Khim., 1975, 30 (7), 1321-1324 (en ruso).

El escandio forma un complejo 1:3 con el ácido nombrado (I) en solución bufer de hexamina-HCl de pH 5.7. El complejo es insoluble en agua, pero su suspensión acuosa muestra máxima absorción a 256 y 330 nm y máxima fluorescencia a 512 nm (excitado por una lámpara de mercurio). La intensidad de la fluorescencia es rectilínea relacionando a la concentración para cantidades mayores de 45  $\mu$ g de Sc en 5 ml de solución en presencia de nM-I.

Vol. 30.- 1B62

Determinación fluorimétrica de escandio en minerales con 2,4-dihidroxibenzaldehido semicarbazona.

Bunseki Kagaku [Japan Analyst], 1975, 24 (5), 321-324 (en japonés).

Vol. 30.- 4B54

Luminiscencia de escandio como complejo con 5,7-dicloro-8-hidroxiquinolina y iones de hexadeciltrimetil amonio.

Ukr. Khim. Zh., 1975, 41 (10), 1098-1101 (en ruso).

Vol. 31.- 2B83

Uso analítico de complejos de escandio con ácido salicílico ó ácido 2-fenilcinconínico y Rhodamina B. [C.I. Basic - Violet 10].

Zh. analit. Khim., 1975, 30 (9), 1716-1719 (en ruso).

Se muestra que con este reactivo, el  $Sc^{III}$  forma complejos ternarios de asociación iónica que pueden ser extraídos con benceno en un medio bufer de acetato de pH 4.0 -- Los complejos exhiben máxima absorción a 552 nm (con ácido salicílico) y 556 nm (con ácido 2 fenilcinconínico); -- máxima fluorescencia a 580 nm para cualquier complejo. Un exceso de 500 veces molar de ácido salicílico o un exceso de 50 veces de 2-fenilcinconínico y un exceso de 10 veces de Rhodamina B, relativa al escandio son necesarios.

La fluorescencia es excitada por radiación filtrada de -- una lámpara de mercurio. Las tierras raras no interfieren El método ha sido para determinaciones abajo de 0.04% de Sc en mezclas conteniendo Y, La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm. Yb y Lu en concentraciones de 0.1 a 42%; el coeficiente de variación fue < 4.5%

Vol. 31.- 6B14

Compuestos de  $\alpha$ -(2-piridilimino)-o-cresol; 2-(2-piridilmetilenamino) enol y  $\alpha$ -(2-piridilimino)-2-picolina, como -- reactivos analíticos.

Colln Czech. chem. Commun., 1976, 41 (5), 1506-1515.

Vol. 31.- 4B73

Reacciones fluorescentes de cationes del grupo III con monoazo-derivados de ácido cromotrópico.

Zh. analit. Khim., 1976, 31 (1), 37-43 (en ruso)

Formación de complejos por siete derivados tales como - - 3-(4-cloro-2-hidroxi-3-sulfofenilazo) ácido cromotrópico(I) con Al, Ga, Sc, In y Y fueron estudiados espectrofotométricamente y fluorimétricamente. Compuestos que tienen el grupo-azo adyacente a uno de los grupos-hidroxi forman complejos 1:1 que exhiben máxima absorción a  $\approx 500$  nm y máxima - - fluorescencia a  $\approx 620$  nm (con excitación por una lámpara de mercurio). Los metales alcalino térreos,  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{Sb}^{\text{III}}$ ,  $\text{Sb}^{\text{V}}$ , - Mg, Co, Ni, Cd,  $\text{Mn}^{\text{II}}$ , Zn y Pb y 10 veces en exceso de  $\text{Fe}^{\text{III}}$  no interfieren, pero el Cu,  $\text{Fe}^{\text{II}}$ ,  $\text{Cr}^{\text{III}}$  y B sí interfieren.

METODO 110 (FOTOMETRIA)

Vol. 16.- 2920

Determinación fotométrica de escandio en una solución de - itrio con metil timol azul.

Zh. Khim., 19GD, 1968, (15), Abstr. No. 15G134 (en ruso).

A un pH óptimo de 3.1, el escandio y el metiltimol azul - - forman un complejo colorido 1:2 de máxima absorción a 582-nm adecuada para la determinación fotométrica de Sc; la - - Ley de Beer se sigue con más de  $1\mu\text{g}$  de Sc/ml. La sensibilidad de la reacción es  $0.05\mu\text{g}$  de Sc/ml. A un pH 1.5 la sensibilidad es menos buena, pero la reacción es más selectiva; entonces no hay interferencia de los siguientes ele-

mentos: Y ( $330 \mu\text{g/ml}$ ), Nd ó Pd (80), In (145) y Zn (260). Para determinar pequeñas cantidades de escandio en sales de itrio (conteniendo trazas de Nd, Pd, Zn y In), a la solución testigo ( $< 1 \mu\text{g}$  de Sc/ml) agregar solución bufer de pH 1.5 y 1 ml de 0.7 nM-metiltimolazul, diluya a 25 ml con la solución bufer, y mida la extinción otra vez con  $\text{H}_2\text{O}$ .

Vol. 18.- 1541

Interacción de iones de escandio con naranja de xilenol. Zh. analit. Khim., 1968, 23 (8), 1143-1151 (en ruso). Ha sido establecido que con este reactivo (I) color violeta a pH 1.2 - 5.5 y un complejo rojo 1: 2 a pH 3.5 a 6.0; - la constante de estabilidad de estos complejos ha sido calculada. Para la determinación fotométrica de escandio se usa un medio de pH 2-3 en exceso de (I) y medidas a 555nm. Cuando el escandio (0.5-10 mg en 50 ml) es titulado (a pH 2) con 5mM-EDTA con (I) como indicador, el cambio de color al punto final es de violeta a rojo y a amarillo.

Vol. 18.- 3024

Reacciones de iones de elementos multivalentes con reactivos orgánicos. XII Interacción de iones escandio con metil timol azul.

Zh. analit. Khim., 1968, 23 (10), 1460-1467 (en ruso).

El metiltimol azul puede usarse como un indicador metalocromo y reactivo fotométrico para escandio. Cuando la extinción es medida a 550 nm, el coeficiente de extinción molar es 15,500 y 8,400 para los complejos formados a un pH 2.4 y 5.7 respectivamente.

Vol. 20.- 2926

Determinación fotométrica de escandio con naranja de xilénol en aleaciones de Cu.

Zav. Lab., 1970, 36 (5), 542 (en ruso).

Vol. 21.- 969

Extracción fotométrica determinación de escandio con 3 acetil-1,5-bis-(3,5,6-tricloro-2-hidroxifenil) formazan.

Zh. analit. Khim., 1970, 25 (2), 267-271 (en ruso).

Con este reactivo, el escandio forma un complejo en el cual la razón del metal al ligando es 1:2. El coeficiente de extinción molar del complejo (a 675 nm) es 27,000. El uso del reactivo en una determinación extracción-fotométrica de escandio en wolframita y tungsteno metálico se describe, es un método para detectar (por medio del color verde del complejo) abajo de  $2 \mu\text{g}$  de Sc (a una dilución limitada de 1 parte en  $6 \times 10^6$ ) en soluciones de sales y en escoria.

Vol. 22.- 3905

Formación de complejos binucleares compuestos de escandio en su extracción fotométrica, determinación con oo'-dihidroxi-azo-compuestos. Determinación de escandio como escandio-itrio-lumogalión complejo en la presencia de otros cationes.

Zh. analit. Khim., 1970, 25 (12), 2336-2341 (en ruso).

Vol. 24.- 1490

Azofosfon [2-(2,4-dihidroxifenilazo)-ácido bencenosfónico] un nuevo reactivo para la determinación fotométrica de escandio.

Zh., Khim., 19GD, 1972, (12), Abstr. No. 12G84 (en ruso). El azofosfon (I) reacciona con el escandio (abajo de 0.04  $\mu$ g por ml) para formar un complejo 1:1. El límite óptimo de pH es 0.75 a 3.5 y la estabilidad del complejo es aumentada por la adición de 70% de etanol ó acetona. La absorción máxima del complejo y (I) es a 415 y 385 nm, respectivamente, y el correspondiente coeficiente de extinción molar es 13,640 y 2780. En la determinación de escandio con (I) causan interferencias despreciables grandes cantidades de varios metales y aniones, o por 5 veces en exceso de Ti, ó Hf, 2.5 veces de Mo, Zr, ó Be ó un 0.5 veces de Th. Un procedimiento es descrito para la determinación de escandio (equivalente a 0.004 a 0.03% de  $Sc_2O_3$ ) - en wolframita; la extinción es medida a 470 nm, como (I) - muestra poca absorción a esta longitud de onda.

Vol. 29.- 5B100

Glicinacresol rojo: reactivo para determinación fotométrica de escandio.

Zh., Khim., 19GD, 1974, 19, Abstr. No. 19G94 (en ruso).

METODO 11. (FOTOMETRIA DE FLAMA)

Vol. 16.- 2928

Información preliminar sobre absorción atómica; fotometría de flama. Neodio y escandio.

Beckman Instruments Inc. Flame Notes, 1968, 3 (1), 13-16. Tablas de condiciones óptimas de operación para determinación de Nd y Sc por espectrofotometría de absorción atómica.

Vol. 25.- 1494

Determinación de escandio por fotometría de flama (emisión).

Zav. Lab., 1973, 39 (2), 170-171 (en ruso).

La solución cloruro, la cual no debe contener  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ó  $\text{H}_3\text{PO}_4$ , es pulverizada en flama de aire-acetileno y la intensidad de la línea a 601.7 nm es medida. Abajo de 0.05 g de  $\text{Sc}_2\text{O}_3$  por litro puede ser determinada con un coeficiente de variación de 4%, no hay interferencia de Fe, Al ó Mn.

METODO 12 (GRAVIMETRIA)

Vol. 17.- 771

Determinación gravimétrica de escandio con ácido difénico en presencia de itrio y lantano.

Zh., Khim., 19GD, 1968, (21) Abstr. No. 21G53 (en ruso).

A un pH 3.5 - 7 en presencia de sales de amonio el escandio forma con el ácido difénico (I) una sal básica de composición  $\text{ScOHC}_{14}\text{H}_8\text{O}_4$ .

Procedimiento: A la solución problema ( 1 a 30 mg de  $\text{Sc}_2\text{O}_3$  ) en medio cloruro o nitrato agregue 1 a 4 g de  $\text{NH}_4\text{Cl}$  ó  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  y sature con solución al ( $\approx 0.3\%$ ) de (I) en dos veces en exceso; diluya a  $\approx 100$  ml caliente justo a punto de ebullición, entonces neutralice (rojo de metilo) con 0.1N a 1N de  $\text{NH}_3$  acuoso (el pH puede ser de 5.5 a 6.2). Déjelo reposar por una hora en baño de agua hirviendo, entonces colecte el precipitado, y lávelo sucesivamente con solu-

ción al 0.1% de difenato de amonio caliente. (pH 5.2-5.5) con  $H_2O$  (por 2 ó 3 veces) y con etanol (por 3 ó 4); séque lo a peso constante a  $105-110^{\circ}$ , y péselo como  $ScOHC_{14}H_8O_4$ . No hay interferencia de 3 veces la cantidad de itrio y -- lantano.

Vol. 18.- 1530

Separación de pequeñas cantidades de algunos elementos -- del aluminio por co-precipitación con  $Fe(OH)_3$ .

Zh. Khim., 19GD, 1969, (12), Abstr. No. 12G62 (en ruso).

Indicadores radio activos fueron usados para estudiar la co-precipitación de Al y pequeñas cantidades de Sr, Y, Ce Zn, Sc, Sn, Zr, Nb y Cd con  $Fe(OH)_3$  sobre un límite amplio de pH. La co-precipitación de Al fue completa a pH 5.5 -- 8.5 decreciendo rápidamente en medio alcalino, y no ocurrió a pH  $>11$ . El estroncio, Y, Ce, Zr, y Nb, fueron completamente co-precipitados con  $Fe(OH)_3$  a pH  $>11$ , y Zn, Cd In, y Sc a pH 11.5-13.5; El Cd remanente en la solución -- puede ser separado del Al y Fe por precipitación, estos -- dos últimos elementos a pH 5.2-6.0. Estos resultados han sido aplicados a la separación de pequeñas cantidades de elementos alcalino térreos, Zn, Sc, In, tierras raras, Cd Zr y Nb del aluminio.

Vol. 21.- 3298

Separaciones y determinaciones gravimétricas de trazas de escandio con cationes tetraetilamonio.

Zh. analit. Khim., 1970, 25 (6), 1102-1106 (en ruso).

El método está basado en precipitación del escandio como tetraetilamonio hexatiocianato escandato. Procedimiento:--

Ajuste la solución testigo a 0.5N - 2N en HCl, HNO<sub>3</sub> ó --- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> y que contenga 25-30% de KSCN. Agregue hidróxido de tetraetilamonio (en exceso 4 veces) ó haluro de tetraetil amonio sólido (en exceso 6 veces) y ponga la mezcla apate por 10 min. hasta asegurar la completa precipitación del escandio. Colecte el precipitado, lávelo 5 veces con 0.5N HCl conteniendo 25 a 30% de KSCN y 0.7% del precipitado, - 4 veces con etiléter, seque a peso constante (85-90°) y - pese. Para 5 mg de escandio el error relativo fue entre - ≈1%. No hay interferencia de un 2000 veces en exceso de cualquier lantánido, Y, Al, Mg ó Ca.

Vol. 22.- 666

Determinación gravimétrica de escandio con uso de antipirina o amidopirina.

Zh. analit. Khim., 1970, 25 (8), 1641-1643 (en ruso).

El método envuelve precipitación de escandio con antipirina (para 1.2 a 7 μg de escandio por ml) ó amidopirina - - (para mayor de 7 μg de escandio por ml). Las condiciones - óptimas incluyen un medio neutro conteniendo un máximo de 10% de KSCN y uso de unas 3 a 5 veces (ó 2 a 4) en exceso de antipirina ó amidopirina, respectivamente. Para Sc equi valente a 15.3 mg de Sc<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, la exactitud fue dentro de 0.3 mg. Ytrio, lantánidos, Al, y Fe interfieren pero 310 veces en exceso de Mg no lo hace.

Vol. 22.- 2173

Separación de trazas de elementos por precipitación. VIII. Absorción de lantánidos y escandio en hidróxido de Fe<sup>III</sup> - en medio carbónico.

Acta Chim. hung., 1971, 68 (4), 313-318.

Vol. 24.- 2116

Determinación de escandio por precipitación con ácido bencílico.

Analyt. Chem., 1972, 44 (11), 1878-1879.

El escandio (1.75 a 105 mg) es precipitado cuantitativamente con 0.1 M-ácido bencílico en HCl diluído (pH 2.5).

La solución más el precipitado son calentados a  $75 - 80^{\circ}$  - por  $\pm$  20 min. y el precipitado es colectado y calcinado -- hasta  $Sc_2O_3$  para ser pesado. El torio y las tierras raras-interfieren, así como el Zr, pero el Zr puede ser separado del Sc por precipitación con ácido bencílico a casi ebullición en medio 4M-HCl; El Sc puede ser entonces determinado en el filtrado después de haber ajustado el pH a 2.5.

Porque el escandio tribencilato esde mayor volumen y mucho menos soluble que el mandelato de Sc, el ácido bencílico - es preferido al ácido mandélico para uso gravimétrico.

METODO 13 (INTERCAMBIO IONICO)

Vol. 17.- 2637

Separación por intercambio iónico de escandio de los elementos de las tierras raras.

Seprn Sci., 1968, 3 (3), 255-263.

El escandio (<150 mg en 0.5 ml de HCl-6M) es pobremente - absorbido en Dowex AG 50W-X3 (100-200 mallas, forma  $H^+$ ) -- cuando aplicado a la columna como una solución en tetrahidrofurano (I) (9.5 ml) conteniendo óxido de trioctilfosfina (II) (386 mg). Puede fácilmente ser separado por lo tanto de las tierras raras, metales alcalinos, Mg, metales al



calino térreos, Al, Cr<sup>III</sup>, Ni y elementos tetravalentes - (transplutonio), los cuales son fuertemente absorbidos. El eluente es 0.1 M-(II) en (I)-6M-HCl (19:1), y la resina debe estar equilibrada con él antes de ser usada en la columna. Otros solventes orgánicos y compuestos organofosforosos dan menos efectividad en la separación que hace (I) y (II). Muchos otros metales son eluidos con el escandio.

Vol. 18.- 1556

Separación por intercambio catiónico de torio de tierras raras y otros elementos en metanol-medio ácido nítrico -- conteniendo óxido de trioctilfosfina.

Analyt. Chem., 1968, 40 (13), 1952-1955.

El coeficiente de distribución de Th, Sc, Yb, Ce y U en Dowex AG50W-X3 resina de intercambio catiónico (forma H<sup>+</sup> 100-200 mallas) en solvente orgánico acuoso conteniendo - 12 M-HNO<sub>3</sub> ó HCl y óxido de trioctilfosfina (I), bis-(2- etilhexil) fosfato ácido (II) ó tributilfosfato (III) como extractantes son reportados y discutidos con respecto a - la selectividad de separación del Th. Trazas y miligramos de Th pueden de este modo ser separadas completamente de las tierras raras y de otros elementos (excepto U, Pu, Hf y Zr) cuando los elementos son absorbidos de un medio de 0.1 M-(I) en metanol-12M-HNO<sub>3</sub> (19:1). El torio es eluido primero, seguido por los otros elementos con factores de separación  $> 10^2 - 10^4$ , la solución eluente será 4M - 6M de HCl. Separaciones menos satisfactorias cuando se usa (II) ó (III), cuando los solventes orgánicos son acetona, anhídrido acético, ó tetrahidrofurano, ó cuando el HCl reemplaza al HNO<sub>3</sub>.

Vol. 19.- 118

Separación por intercambio catiónico de escandio de las tierras raras en medio ácido oxálico.

Inorg. Nucl. Chem. Lett., 1969, 5 (4), 325-331.

La muestra conteniendo escandio (100 mg) fue disuelta en HCl y la solución fue evaporada a casi sequedad. El residuo ácido-húmedo fue llevado a 180 ml de H<sub>2</sub>O seguido de la adición de 20 ml de ácido oxálico saturado. Esta solución fue pasada a través de una columna de intercambio catiónico empacada con 2 g de Dowex AG 50W-X8 (100 a 200 mallas, forma H<sup>+</sup>) la cual fue lavada con 10 a 15 ml de 0.1M de ácido oxálico a 10 ml por min. El filtrado y lavado -- contienen >90% de Sc; el escandio remanente fue eluido -- con 80 ml de 0.1 M-ácido oxálico. El ácido oxálico residual fue lavado de la columna con 10 a 15 ml de 0.2 M-HNO<sub>3</sub> antes las tierras raras incluyendo Y, fueron eluidos con 5M-HNO<sub>3</sub> (ó 5M-HCl). Un factor de separación de >800 entre el escandio y las tierras raras fue obtenido. El escandio fue cuantitativamente recuperado como óxido por evaporación de la solución y calcinación del residuo.

Vol. 19.- 138

Separación por intercambio iónico-rayos X determinación - espectrométrica de escandio en plutonio.

Analyt. Chem., 1969, 41 (4), 665-667.

Vol. 19.- 3767

Separación de tierras raras por cromatografía de intercambio iónico. I.- Técnica de eluyente bufer.

Helv. chim. Acta, 1969, 52 (7), 1847-1853 (en francés).

Vol. 21.- 3224

Cambio de anión en sistemas de solventes acuosos conteniendo ácido nítrico. I.- Metanol, II.- Etanol, alcohol-isopropílico ó 2 metoxietanol, III.- Tetrahidrofurano ó acetona, IV.- Acido acético anhídrido ó dimetil sulfóxido. Mikrochim. Acta, 1971, (1), 81-95 (en alemán).

Vol. 25.- 2188

Absorción de escandio por resinas de intercambio iónico de soluciones acuosas y acuoso-acetona de ácidos tartárico, cítrico y clorhídrico.

Radio Khimiya, 1972, 14 (4), 515-519 (en ruso).

La absorción de  $^{46}\text{Sc}$  en la resina de intercambio catiónico KU-2 y la resina de intercambio aniónico AV-17 (ambas 0.1 a 0.25 mm tamaño de grano) es estudiada en 0.02 a 4.8 M - Ac. tartárico (I) y 0.02 a 3.7 M - Ac. cítrico - (II) en presencia y en ausencia de acetona ó HCl. La absorción en KU-2 de solución acuosa disminuye por incremento de ácido orgánico concentrado especialmente de (I), y también por la adición de HCl cuando (I) ó (II) están presentes. La adición de acetona a la solución mezclada de (I), (II) y HCl aumenta la absorción del  $\text{Sc}^{\text{III}}$ ; así, en presencia de >70% ó >40% de acetona, y de (I) ó (II), respectivamente ocurre la completa absorción del Sc. La absorción en AV-17 es igualmente aumentada cuando está presente la acetona, especialmente a una concentración de (I) ó (II)  $> \approx 0.25\text{M}$ , pero cuando la concentración es  $> 0.5\text{M}$  la absorción de la solución acuosa sola es disminuida grandemente y en solución  $> 0.05\text{M}$  en HCl no hay absorción de escandio.

Vol. 27.- 3159

Absorción de iones escandio (III) y Fe(III) por intercambio catiónico de soluciones de ácidos concentrados con -- solventes orgánicos.

Chemicke Zvesti, 1974, 28 (3), 343-348.

Vol. 28.- 3B13

Investigación del intercambio iónico de calcio, escandio- y fierro<sup>III</sup> en ácidos minerales concentrados.

Colln Czech. chem. Commun, 1974, 39 (7), 1693-1969 ( en - alemán).

Los coeficientes de distribución para  $\text{Ca}^{++}$ ,  $\text{Sc}^{3+}$  y  $\text{Fe}^{3+}$  han sido estudiados por medio de la absorción por inter-- cambio catiónico fuertemente ácido.

Vol. 29.- 2B84

Separación de tierras raras por intercambio iónico. Deter-- minación de impurezas en óxidos de tierras raras altamen-- te puras.

J. Radioanalyt. Chem. 1974, 23 (1-2), 73-82.

Vol. 29.- 1B172

Intercambio catiónico selectividad y absorción de comple-- jos aniónicos en medio mezclado de ácido perclórico y - - ácido clorhídrico.

Coll Czech. chem. Commun., 1974, 39 (11), 3287-3292 ( en - alemán).

Vol. 30.- 1B2

Coefficientes de distribución e intercambio iónico, comportamiento de elementos en medio HBr-acetona.

Analytica chim. Acta, 1975, 76 (2), 377-391.

Estos coeficientes son tabulados para 54 cationes separados entre la resina Bio-Rad AG50W-X8 en medio HBr-acetona en varias proporciones (0.1 a 3M en ácido y 0 a 95% de acetona). Resultados para iones solos y grupos de iones están dados y esquemas de separación potencial (también en medio HCl-acetona) son discutidos.

METODO 14 (POLARIMETRIA)

Vol. 20.- 27

Determinación espectropolarimétrica de los metales de transición (3d) usando ligante estereo-específico.

Analyt. Chem. 1970, 42 (1), 47-51.

El procedimiento instrumental descrito permite la determinación de  $\text{Sc}^{\text{III}}$ ,  $\text{Ti}^{\text{IV}}$ ,  $\text{Cr}^{\text{III}}$ ,  $\text{Mn}^{\text{II}}$ ,  $\text{Fe}^{\text{III}}$ ,  $\text{Co}^{\text{II}}$ ,  $\text{Ni}^{\text{II}}$ ,  $\text{Cu}^{\text{II}}$ ,  $\text{Zn}^{\text{II}}$  y  $\text{VO}^{2+}$  cada uno en concentración de 1 mM a 0.1 M, por titulación con ácido D(-)-propileno-1-2-diaminotetraacético (I). Sólo se requieren tres soluciones buffer, o sean ácido acético-acetato de sodio, cloruro de amonio- $\text{NH}_3$  acuoso y  $\text{HNO}_3$  conc. cada uno usado con el metal apropiado. El punto final es determinado con un polarímetro fotoeléctrico. Porque (I) y el metal complejo son ópticamente activos y son por lo tanto indicadores de ellos mismos, el límite máximo de pH para determinaciones cuantitativas de cada metal puede ser utilizado,-

y porque (I) es un ligando estereoespecífico, las rotaciones ópticas máximas para el complejo se registran. Las gráficas de rotación observadas contra volumen de titulación son rectilíneas y pueden ser extrapoladas hasta el punto final. La desviación promedio para todos los metales fue 0.19%; Un resultado se obtiene en  $\approx 15$  min. Los efectos de pH, longitud de onda dilución y de  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{ClO}_4^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{Cl}^-$  y acetatos están discutidos; en ciertos instantes la presencia de  $\text{NH}_3$  tiene algún efecto en la rotación óptica.

METODO 15 (POLAROGRAFIA)

Vol. 28.- 6B103

Determinación polarográfica indirecta de torio ó escandio en presencia de lantánidos.

Zh. analit. Khim., 1973, 28 (1), 77-80 (en ruso).

El método está basado en el desplazamiento del indio de su complejo EDTA por torio ó escandio, y del manganeso de su complejo EDTA por torio ó escandio y los lantánidos, con la determinación del indio ó manganeso así desplazados. Procedimiento: -i) Para torio ó escandio. A 5 ml de una solución 50mM en el complejo  $\text{InY}^-$  (cuando Y es el anión EDTA) agregue un volumen adecuado de la solución muestra y de 0.02% de solución gelatin, y diluya a 100 ml con 0.1 M-HCl. Purgue 25 ml de esta solución con  $\text{N}_2$  puro en una celda polarográfica y determine el In polarográficamente por el método de adición-estandar. Con una concentración de Th ó Sc de mM a 10 mM, la cantidad de In des--

plazada es proporcional a la concentración, y el La, Gd, Yb y Lu no interfieren a concentraciones mayores de 10 nM. -- ii) Para Th (ó Sc) y lantánidos total. A 5 ml de una solución de  $MnY^{2-}$  agregue un volumen adecuado de la muestra, -- 2 ml de solución al 10% de  $Na_2SO_3$  y dos gotas de solución gelatin al 0.005%, y diluya a 100 ml con 0.1 M- $NH_4Cl$  - 0.1M de solución bufer de amonio de pH 8. Corra la polarografía como en i), pero con adiciones estandar de Mn en lugar de In.

#### METODO 16 (POTENCIOMETRIA)

Vol. 26.- 1465

Aplicaciones envolviendo el ión yoduro.- VII Determinación de pequeñas cantidades de  $Ce^{IV}$  y análisis de sus mezclas con algunos iones metálicos.

Microkem. J., 1973, 18 (4), 428-435.

Procedimientos detallados para aplicación a mezclas de  $Ce^{IV}$  con Th y La; Sc y  $Cu^{II}$ ;  $Ce^{III}$  y Ni;  $Fe^{III}$  y Cd;  $Ce^{III}$ , Th y La; ó Sc,  $Cu^{II}$  y Cd son dados. Los resultados presentados muestran la validés de los métodos.

Vol. 27.- 1870

Titulación de soluciones no acuosas de los percloratos de Sc, Y, La y otros metales de las tierras raras.

Zh., Khim., 19GD, 1973, (15), Abstr. No. 15G90 (en ruso).

Se presenta un estudio de las propiedades ácido-base de soluciones de percloratos de estos elementos (y de Ca, Zn y Al) en dimetilformamida-acetona (1:4). Se describe un -

método para la determinación de cantidades del orden de - miligramos de metales individuales de las tierras raras y para el análisis de mezclas de estos metales con Ca, Zn, - ó Al; Está basado en la titulación potenciométrica direc- ta con 0.1 M-KOH-butanólico. Las curvas de titulación son caracterizadas por un número de inflexiones correspondien- tes a el número de componentes en la solución muestra.

METODO 17 (VOLUMETRIA)

Vol. 17.- 774

Análisis de arseniuro de escandio y antimoniuro de escan- dio para Sc y As ó Sc y Sb.

Zav. Lab., 1968, 34 (4), 410-411 (en ruso).

A partir de una solución 2.5 M en HCl y 2M a 4M en  $H_2SO_4$  - la completa extracción de As ó Sb libre de Sc es obtenida usando 3% de hexametilnamonio hexametilenditiocarbamato- (I) en  $CHCl_3$ . Procedimiento:- La muestra (0.2 g) es di- - suelta en 5 a 7 ml de  $HNO_3$  (1:1) y la solución es evapora- da a 2 ó 3 ml y hervida por 2 ó 3 horas con 10 a 15 ml de  $H_2SO_4$  en presencia de 0.5 a 9 cm de papel filtro para re- ducir  $Sb^V$  ó  $As^V$ ; entonces se agregan 10 ml de  $H_2SO_4$  (1:1) y un cuarto de un papel filtro, y la ebullición es conti- nuada mientras la solución está clara (1.5 hr). La solu- ción enfriada es diluída a 100 ml con 8M-HCl. Se usa una- alícuota para la titulación de As ó Sb con solución al -- 0.05% de  $KBrO_3$ , y otra alícuota ( 15 ml ) se agita con -- 10 ml de solución (I) al 3% en  $CHCl_3$ . La fase acuosa se -

lava con 10 ml de  $\text{CHCl}_3$ , entonces se hace ligeramente alcalina con  $\text{NH}_3$  acuoso y el precipitado  $\text{Sc}(\text{OH})_3$  se colecta se lava con  $\text{H}_2\text{O}$  y se disuelve en 2M-HCl. La solución es titulada con  $\text{NH}_3$  acuoso (1:4) mientras está neutra con rojo congo, entonces es mezclada con 15 ml de una solución-bufer de acetato de pH 2.6 y titulada con 0.05 M-EDTA -- (con naranja de xilenol como indicador).

Vol. 19.- 1109

Método del arsenato para la determinación yodimétrica de escandio en la presencia de aluminio.

Zh., Khim., 19GD, 1969, (22), Abstr. No. 22G94 (en ruso). Este método indirecto está basado en la titulación yodimétrica del  $\text{AsO}_4^{3-}$  combinado con el escandio en una cantidad equivalente. Procedimiento:- A la solución problema - agregue 5 ml de una solución al 10% de ácido tartárico, - 1 a 1.5 g de  $\text{AlCl}_3$  y 2 ó 3 gotas de solución de naranja - de metilo, neutralice con  $\text{NH}_3$  acuoso concentrado y diluya a  $\approx 50$  ml. Caliente a  $50^\circ$ - $60^\circ$ , agregue 5 ml de  $\text{NH}_3$  acuoso concentrado y precipita el escandio por una sola adición- de solución caliente de  $\text{Na}_3\text{AsO}_4$ . Agite la mezcla mientras se forma el precipitado y déjelo reposar por 5 ó 10 min. Colecte el precipitado  $\text{ScAsO}_4$  en un filtro de vidrio bajo vacío y enjuague el vaso por 3 ó 4 veces con solución caliente al 2% de  $\text{NH}_4\text{Cl}$ , hágala alcalina con unas gotas de  $\text{NH}_3$  acuoso conc.; lave el precipitado otra vez 3 ó 4 veces con esta solución. Disuelva el precipitado en 25 ml - de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (2:5), agregue 20 a 25 ml de benceno, 3 ml de -- 2 N-KI y 25 ml de  $\text{H}_2\text{O}$ , y titule con solución de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  -

hasta que la capa de benceno esté incolora. El análisis - toma de 35 a 40 min. el error es <0.5%.

Vol. 22.- 67

Método del arsenato para determinación yodimétrica de escandio en presencia de fierro.

Zh., Khim., 19GD, 1971, (6), Abstr. No. 6G98 (en ruso).

A la solución testigo (equivalente de 1 a 10 ml de 0.1 N de  $\text{ScCl}_3$  más 10 a 1 ml de 0.1 N de  $\text{FeCl}_3$ ) agregar de 1 a 1.5 g de  $\text{NH}_4\text{Cl}$  y 10 ml de ácido tartárico ó sulfosalicílico acuoso al 10%. (para enmascarar al Fe), neutralice con solución acuosa de  $\text{NH}_3$  con naranja de metilo, agregue además 5 ml de solución concentrada de  $\text{NH}_3$  y diluya a 50 ml. Caliente la solución de  $50^\circ$  a  $60^\circ$  y precipita el escandio con 15 a 40 ml de 0.5 M- $\text{Na}_3\text{AsO}_4$  previamente neutralizada con HCl y con naranja de metilo, diluido a 50 ml y calentado a  $50^\circ$ - $60^\circ$ . Mantenga la mezcla caliente por 5 - 10 min., entonces filtre; lave el precipitado por 7 u 8 veces con solución acuosa caliente de  $\text{NH}_4\text{Cl}$ , y disuélvalo en 25 ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (2:5). A esta solución agregue 25 ml de benceno y 3 ml de 2 N-KI, agite la mezcla por 30 seg., agregue 25 ml de  $\text{H}_2\text{O}$  y titule el yodo liberado con 0.1 N- $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  hasta que el color de la capa de benceno desaparezca.

Vol. 22.- 667

Microdeterminación volumétrica de Sc (en presencia de metales alcalinos y tierras raras) con tiron, [4,5-dihidroxibenceno-1,3, ácido disulfónico (sal disódica)].

Zav. Lab., 1971, 37 (4), 394-395 (en ruso).

A pH 4.5 a 7.5 el escandio puede ser titulado con tirón - en presencia de Cianina Eriocromo R C. I. Mordant Blue 3 (I) como indicador. El cambio de color al punto final es de violeta a amarillo (a pH 7) ó a rosa (a pH 5).

Procedimiento:- a) La solución muestra conteniendo el - equivalente de 0.15 a 2.5 mg de  $Sc_2O_3$  es diluída a 10 ó - 12 ml y titulada lentamente con 5 mM-tiron en la presen- - cia de 3 ó 4 gotas de solución fresca al 0.1% de (I) y un ml de solución al 40% de hexamina para producir pH 7. No- hay interferencia por más de 1 mg de Li, Na, K, Mg, Ca, - Sr, Ba, B, Mo, W, ó Ge, pero el Be, Al, Ga, In, tierras - raras, Zr, Zn, Cd, Hf, Th, Ti y  $Fe^{III}$  in terfieren.

b) En lugar de 1 ml de solución de hexamina al 40% se usa 1 ml de una solución bufer de pH 5 (preparada por dilu- - ción de 25 ml de solución de hexamina al 40% y 2.5 ml de HCl conc. a 100 ml) permite la determinación de escandio- en presencia de más de 150 mg de tierras raras de el sub- grupo del Ce ó 10 mg de ellas de el subgrupo del Y.

Vol. 22.- 2162

Método del arsenato para la micro-determinación yodimétri- ca de escandio.

Zh., Khim., 19GD, 1971, (11), Abstr. No. 11G97 (en ruso).

Vol. 23.- 136

Titulación directa de escandio con EDTA y con ácido Fe-N- fenilbenzohidroxámico como indicador.

Analytica chim. Acta, 1971, 56 (3), 483-486.

Procedimiento:- Ajuste el pH de la solución muestra - - (50 ml) a 4.8 - 5.4 por adición de acetato de sodio acuoso al 10% ó HCl diluido, y el indicador ( 1 ml de 2 mM -  $\text{Fe}^{\text{III}}$  más 4 ml de una solución etanólica al 1% del reactivo) y después de agregar el etanol (10 a 15 ml) para impedir la precipitación de el metal-reactivo-complejo. Titule la mezcla con 0.01 M-EDTA a  $40^{\circ}$  -  $45^{\circ}$  hasta desaparecer el color y es el punto final. Aplique una corrección por indicador de 0.16 ml de titulante. El límite de trabajo es mayor a 3.8 mg de escandio. Grandes cantidades de Be, Mg, Ca, y Ba y pequeñas cantidades de  $\text{Mn}^{\text{II}}$  y  $\text{U}^{\text{VI}}$  no interfieren, pero  $\text{PO}_4^{3-}$ ,  $\text{F}^-$ ,  $\text{CN}^-$  y citratos sí interfieren; Cuando el torio ( 4 a 20 mg) está presente también se titula primero selectivamente a pH 2 y después - las tierras raras (incluyendo el Sc y Y) se titulan a pH 5, 10 ml de etanol y más indicador se agregan.

Vol. 29.- 1B74

Titulación de soluciones no acuosas de sales de escandio Y, y La.

Zh., Khim., 19GD, 1974, (9), Abstr. No. 9G53 (en ruso). En este método, el cual está basado en la titulación ácido base en medio no acuoso, la separación previa de los elementos es innecesaria. Una mezcla (1:1) de dimetil -- formamida y alcohol isopropílico es usado como el solvente diferenciante y el titulador es una solución de KOH - en alcohol isopropílico. En tal sistema, los nitratos, - bromuros y percloratos de los elementos se conducen como ácidos de diferente fuerza y pueden ser titulados sucesivamente. Los resultados son exactos y reproducibles y el método es rápido.

18 (OTROS METODOS)

Vol. 18.- 2262

Determinación espectroquímica de tierras raras y uranio -  
en fluoruro de calcio.

Appl. Spectrosc., 1968, 22 (6), 719-721.

Vol. 19.- 2781

Electroforesis.- Análisis cualitativo.

J. Chromat., 1969, 42 (3), 432-433.

Vol. 20.- 2360

Electroforesis de elementos lantánidos y de Y, Sc, Th, U  
y Zr en medio ácido láctico. (Separación).

Revta port. Quim., 1969, 11 (1-4), 22-25 (en portugués).

Vol. 23.- 2286

Análisis espectroquímico con uso del sistema de tres fa--  
ces para extracción de metales.

Talanta, 1972, 19 (2), 173-179 (en alemán).

El método está basado en la separación de una mezcla de -  
solventes orgánicos en dos faces cuando el diantipirinil-  
metano está presente como extractante.

Vol. 23.- 2350

Determinación espectroquímica de escandio en bauxita usan-  
do el sistema de extracción de tres faces.

Zav. Lab., 1972, 38 (2), 145-146 (en ruso).

Vol. 24.- 152

Análisis de concentrados de níquel por medio de isótopos de vida corta. Se determina Sc como impureza 10 ng de escandio.

Zav. Lab., 1972, 38 (6), 663-664 (en ruso).

Vol. 24.- 1434

Influencia de la concentración de elementos de diferentes volatilidades en análisis espectroquímico de Sc-Ga.

Infcción Quim. analit. pura apl. Ind., 1972, 26 (3), 126-134, 144 (en español).

Vol. 24.- 2698

Determinación de trazas de elementos en rocas y minerales por métodos instrumentales de activación con uso de espectrómetros de adición.

Atom. Energ., 1972, 33 (2), 706-707 (en ruso).

Vol. 27.- 2498

Determinación de escandio, praseodinio y magnesio en mezclas por titulación biampérométrica con EDTA.

Zh., Khim., 19GD, 1973, (18), Abstr. No. 18G68 (en ruso).

Se sugiere que el Sc, Pr y Mg en mezclas binarias y ternarias sean tituladas sucesivamente con EDTA, con el uso de dos electrodos de platino con rotación polarizable. - La titulación de escandio se lleva a cabo primero con una solución de EDTA en 0.01 N-HNO<sub>3</sub> como electrolito soporte, con una diferencia de potencial de 0.5 V en el electrodo indicador, en presencia de 3 a 5 gotas de 0.1N de AgNO<sub>3</sub> (para reducir la polarización). Entonces se agrega 0.5 g de acetato de sodio a la solución muestra y

el Pr se titula a un pH de 4 a 5 con solución de EDTA. - Para la determinación de Mg, el voltaje en los electro-- dos indicadores se aumenta a 0.8 V, se agrega solución - bufer amoniacal (para ajustar el pH entre 9 y 10) y se - titula con EDTA. La titulación de una mezcla ternaria to ma de 10 a 15 min. Los resultados obtenidos fueron satis factorios y no se encontró error sistemático.

Vol. 28.- 6B94

Aplicación de la experimentación planeada al estudio de la separación de escandio del titanio.

Zh. prikl. Khim., Lening., 1974, 47 (10), 2261-2265 (en ruso).

Método de absorción selectiva en una fosforil celulosa.

Vol. 30.- 3B73

Separación radioquímica de tierras raras, por retención en oxalato de lantano.

J. radioanalyt. Chem., 1975, 26 (1), 79-85.

B I B L I O G R A F I A

- 1) Mellor, J.W., A Comprehensive Treatise on Inorganic Theoretical Chemistry, Ed. Longmans, Green & Co., London, 5, 480-493, (1956).
- 2) Calvet, E., Química General Aplicada a la Industria, Ed. - Salvat, Barcelona, 2, 654, 656, 661, (1962).
- 3) Encyclopedia of Science and Technology, Mc Grow-Hill, New-York, 12, 69-74, (1960).
- 4) Sidgwick, N.V., Los Elementos Químicos y sus Compuestos, - Ed. Aguilar, Madrid, (1954).
- 5) Hillebrand, W.F., Lundell, G.E.F., Applied Inorganic Analysis, John Wiley & Sons, Inc. New York, (1962)
- 6) Brauer, G., Química Inorgánica Preparativa, Ed. Reverté, - Barcelona, 163, 671-674, (1958).
- 7) Enciclopedia de Química Industrial, Ullmann, Ed. Gustavo - Gili, Barcelona, 8, 347-375, (1950).
- 8) Bauer, K., Organometallic Compounds, Ed. Springer-Verlag, - New York, (1975).
- 9) Enciclopedia Salvat
- 10) Zeiss, H., Organometallic Chemistry, Reinhold Publishing - Co., New York, (1960).
- 11) Kaufman, Handbook of Organometallic Compounds, D. Van Nostrand Co., Inc.
- 12) The Merck Index, Merck & Co. Inc. 8a. Ed. (1968).
- 13) Cotton, F.A., and Wilkinson, G., Química Inorgánica Avanzada, Ed. Limusa-Willey, México, (1973).
- 14) Bargalló, M., Tratado de Química Inorgánica, Ed. Porrúa, - México, 814-817, (1972).

- 15) Sandell, E.B., Colorimetric Determination of Traces of Metals, Interscience Publishers, Inc., New York, (1959).
- 16) Sienko, J.M., Plane, R.A., Chemistry, Mc Graw-Hill Book Co. N.Y., (1965).
- 17) Eremin G. Yu, and Katochkina, V.S., Industr. Lab., 1969, - 35, 1739-1747.
- 18) Analytical Abstracts 1971, Vol. 21, 3298.
- 19) Analytical Abstracts 1973, Vol. 24, 2116.
- 20) Analytical Abstracts 1970, Vol. 19, 1109.
- 21) Analytical Abstracts 1972, Vol. 22, 67.
- 22) Analytical Abstracts 1972, Vol. 22, 667.
- 23) Analytical Abstracts 1972, Vol. 23, 136.
- 24) Analytical Abstracts 1975, Vol. 29, 1B74.
- 25) Cannon, S.M., Brasted, C.R., Comprehensive Inorganic Chemistry, D. Van Nostrand Co., Princeton, New Jersey, 4, -- 135-142, (1955).
- 26) Burger, K., Organic Reagents in Metal Analysis, Pergamon-Press, Oxford, (1973).
- 27) Eberle, A.R. and Lerner, M.W. Separation and Determination of Scandium, Anal. Chem., 27, 1551, (1955).

TESIS CRUZ

Perú Núm. 115 Acc. 1

México 1, D. F.

Tel. 5-26-89-23