

## Příspěvky k chemii vzácnějších prvků (XXXII)\* O fosforečnanu skanditěm

F. PETRŮ, A. MUCK

*Katedra anorganické chemie Vysoké školy chemickotechnologické,  
Praha*

*Věnováno prof. RNDr. PhMr. Stanislavu Škramovskému, DrSc.,  
k 65. narozeninám*

Fosforečnan skanditý, který podle konduktometrické titrace se sráží jako  $\text{ScPO}_4$ , byl získán v podobě hydratované,  $\text{ScPO}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ , kde  $x \sim 3,2$ . Preparát byl vyšetřen analyticky, termickou analýsou, rentgenograficky, a spektrálně, v infračervené oblasti.

Kromě bezvodého fosforečnanu skanditého, složení  $\text{ScPO}_4$ , krystalického a dobře charakterizovaného rentgenograficky [1], byl popsán též dihydrát [2, 3]. Hydratovaný je též fosforečnan, jímž se zabýváme v této práci.

### Experimentální část

*Výchozím skandiovým preparátem* byl čistý kysličník skanditý [4]. Ostatní lučebniny byly prodejné, čistoty p. a.

*Konduktometrie.* Sledována konduktoskopem fy Laboratorní přístroje. Z kysličníku  $\text{Sc}_2\text{O}_3$  a zředěné kyseliny chlorovodíkové byl připraven 0,1 M- $\text{ScCl}_3$ . K 1 ml tohoto roztoku bylo přidáno 50 ml ethanolu. Titrováno bylo jednak 0,1 M- $\text{H}_3\text{PO}_4$ , jednak 0,1 M- $\text{KH}_2\text{PO}_4$ . V obou případech byl na konduktometrické křivce zjištěn zlom při poměru 1 Sc : 1  $\text{PO}_4$ .

*Preparace.* 5,1 g  $\text{Sc}_2\text{O}_3$  bylo rozpuštěno v mírném nadbytku zředěné kyseliny chlorovodíkové (1 : 1). Po filtraci a zředění na 250 ml byl k roztoku za míchání přidán roztok 10,1 g  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  (stechiometrické množství) ve vodě, zředěný rovněž na 250 ml. Roztokem octanu sodného byl výsledný roztok upraven na pH 4. Bílá sraženina byla dekantována do vymizení reakce na anionty  $\text{Cl}^-$  a sušena na vzduchu při laboratorní teplotě po dva týdny, až se preparát dal dobře rozetřít na porcelánové misce.

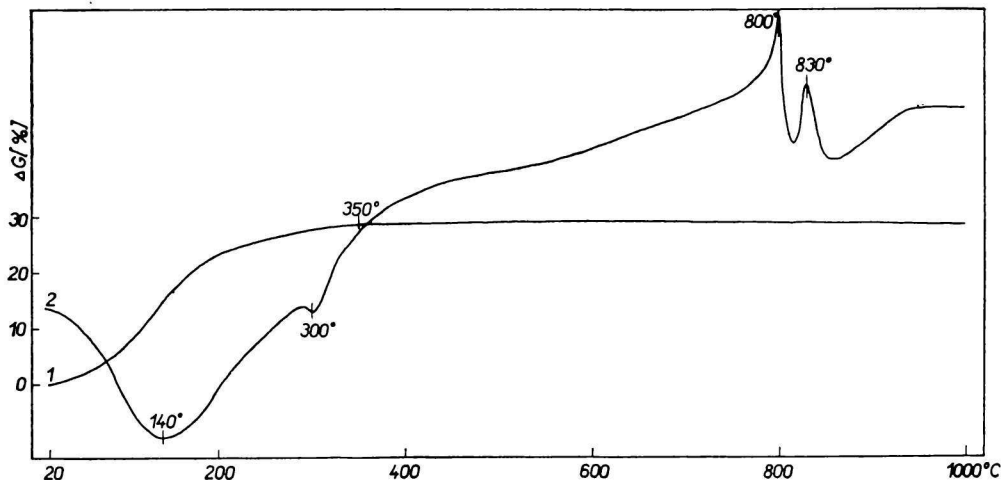
*Analýsa.* Rozborem bylo zjištěno toto složení: Sc 22,6 %, P 15,9 %,  $\text{H}_2\text{O}$  (vyžiháním na 600 °C, 1 hod.) 28,8 %. Odtud poměr Sc : P :  $\text{H}_2\text{O}$  = 1 : 1,021 : 3,184. Vypočteno pro  $\text{ScPO}_4 \cdot 3,2 \text{H}_2\text{O}$ : 22,9 % Sc, 15,8 % P, 28,9 %  $\text{H}_2\text{O}$ .

*Termická analýsa.* Vázková (navážka asi 100 mg) a diferencní. Vzestup teploty 4 °C za minutu, teplota měřena termočlánekem Pt/Pt—Rh. Registrované křivky jsou na obr. 1.

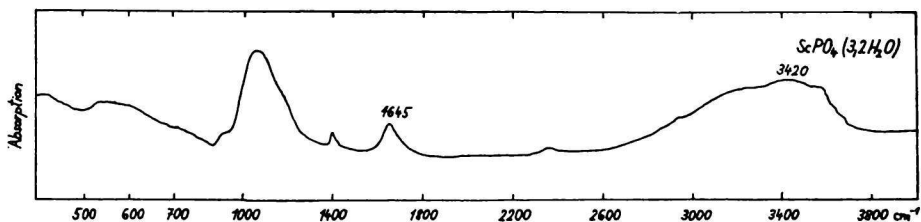
*Rentgenografie.* Postup podle Debyeho—Scherrera, v obvyklém provedení, s použitím přístroje Mikrometa (Chirana).

*Spektroskopie v infračervené oblasti.* Přístroj: dvoupraprskový spektrometr UR-10 (Zeiss, Jena). Měřeno metodou KBr, v oblasti 400—4000  $\text{cm}^{-1}$ . Registrované spektrum je na obr. 2.

\* XXXI. sdělení: F. Petrů, A. Muck, *Z. Chem.* 6 (1966).



Obr. 1. Křivky termické analýzy preparátu  $\text{ScPO}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$  ( $x \sim 3,2$ ).  
1. křivka vážkové analýzy; 2. křivka diferenční termické analýzy.  
Na ose pořadnic je  $\Delta m$  [%].



Obr. 2. Spektrum preparátu  $\text{ScPO}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$  ( $x \sim 3,2$ ) v infračervené oblasti.  
Na ose pořadnic je absorpce [%].

### Diskuse výsledků

a) Výše uvedený hydratovaný fosforečnan skanditý je při dodržení naznačeného postupu analyticky reprodukovatelný.

Z křivky vážkové termické analýzy (obr. 1, křivka 1) je patrné, že vzorek ztrácí na váze hned od začátku zahřívání. Od 350 °C odpovídá křivka bezvodé soli, při celkovém úbytku na váze 29 %.

b) Křivka diferenční termické analýzy (obr. 1, křivka 2) ukazuje endotermický efekt s minimem při 140 °C, odpovídajícím ztrátě vody. Další endotermický efekt při 300 °C, poměrně malý, ale reprodukovatelný, je spojen se zánikem neúplně vyvinuté krystalové mřížky, jak bylo rentgenograficky prokázáno na preparátech vyžíhaných na 280 a 310 °C. Dva exotermické efekty při 800 a 830 °C jsou spojeny s krystalisací bezvodého fosforečnanu skanditýho, který v oblasti 310—800 °C je rentgenograficky beztvary.

c) Fosforečnan skanditý sušený na vzduchu, s obsahem  $3,2 \text{ H}_2\text{O}$ , jeví na rentgenovém snímku pět velmi slabých difrakčních čar,  $d = 4,85; 4,50; 3,76; 2,91$  a  $2,10 \text{ kX}$ . Stejně čáry, s malými odchylkami v hodnotách  $d$ , se nacházejí též u preparátů předem vyhřátých na  $120, 200$  a  $280 \text{ }^\circ\text{C}$ , při čemž tyto hodnoty  $d$  neodpovídají hodnotám pro bezvodý krystalický  $\text{ScPO}_4$  [1].

d) Spektrum našeho preparátu v infračervené oblasti posléze ukazuje (obr. 2), že voda není vázána v krystalové mřížce. Dokladem je široká a malá absorpce při  $1645 \text{ cm}^{-1}$  a při  $3420 \text{ cm}^{-1}$  [5]. Domníváme se proto, že existence dihydrátu fosforečnanu skanditého, jak je uváděn v literatuře, je dosud sporná.

ОБ ХИМИИ БОЛЕЕ БЛАГОРОДНЫХ МЕТАЛЛОВ (XXXII)  
К ХИМИИ ФОСФОРНОКИСЛОГО СКАНДИЯ

Ф. Петру, А. Мук

Кафедра неорганической химии Химико-технологического института,  
Прага

Фосфорнокислый скандий, который по кондуктометрическому титрованию осаждается в виде  $\text{ScPO}_4$ , был получен в форме гидрата,  $\text{ScPO}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ , причем  $x \sim 3,2$ . Препарат был изучен аналитически, термическим анализом, рентгенографически и инфракрасной спектрофотометрией.

*Preložil M. Fedoroňko*

BEITRÄGE ZUR CHEMIE DER SELTENEREN ELEMENTE (XXXII)  
ÜBER DAS SCANDIUMPHOSPHAT

F. Petrů, A. Muck

Lehrstuhl für anorganische Chemie an der Chemisch-technologischen Hochschule,  
Praha

Konduktometrisch wurde erwiesen, daß bei den Fällen von  $\text{Sc}^{3+}$  mit  $\text{H}_3\text{PO}_4$  bzw. mit  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  ein Scandiumphosphat  $\text{ScPO}_4$  entsteht, das als Hydrat abgeschieden werden kann. Die Zusammensetzung des lufttrockenen Präparats läßt sich mit der Formel  $\text{ScPO}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$  (mit  $x \sim 3,2$ ) ausdrücken. Das Präparat, welches durchaus reproduzierbar ist, wurde mit Hilfe der GTA und DTA untersucht (Bild 1). Röntgenographisch erwies es sich als amorph, während das IR-Spektrum auf das Vorhandensein eines nur locker gebundenes Wasser hinwies (Bild 2).

*Preložil F. Petrů*

LITERATURA

1. Rose C. L., Mooney, *Acta Cryst.* **9**, 677 (1956).
2. Jošt F., *Kandidátská disertační práce*. Universita Karlova, Praha 1959.
3. Komissarova L. N., Melnikov P. P., Kravcova R. P., Spicyn V. I., *Z. Chem.* **5**, 429 (1965).
4. Petrů F., Hájek B., Procházka V., Vít J., *Collection Czech. Chem. Commun.* **22**, 1534 (1957).
5. Juchnevič G. W. *Uspechi chim.* **32**, 1397 (1963).

Do redakcie došlo 3. 5. 1966