

# Bestimmung der relativen Atommasse von Zinn bzw. Bestimmung der Zusammensetzung der chemischen Formel eines Zinnoxids [1]

Autor: Florian KLUIBENSCHEDL

Bericht verfasst am: 21. März 2019

Versuchsdurchführung am: 13. März 2019  
Gruppe, Matrikelnummer: 3, 11805747  
Lehrveranstaltung: PR Allgemeine Chemie A  
Institut: Allgemeine, Anorganische  
und Theoretische Chemie  
Assistent: Wurst Klaus

## **Zusammenfassung**

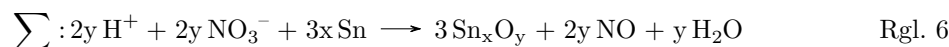
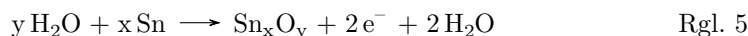
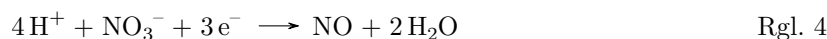
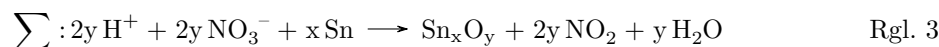
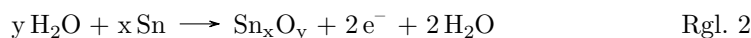
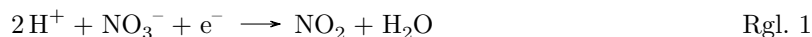
Die Kenntnis von Methoden zur Bestimmung der Molmasse von Elementen liefert Einblicke in die Arbeitsweisen der ersten Chemiker und ist entscheidend, um das Zustandekommen des Periodensystem besser zu verstehen.

Im Folgenden wurde die molare Masse von Zinn bestimmt, indem dieses mit halbkonzentrierter  $\text{HNO}_3$  umgesetzt und durch Glühen in das Zinn(IV)oxid (=Wägeform) überführt wurde. Aufgrund eines Missgeschicks beim Glühen ging der Großteil der Probe verloren, weswegen die molare Masse nicht bestimmt werden konnte. Dennoch wurde eine theoretische Auswertung sowie Fehleranalyse durchgeführt.

# 1 Theoretische Grundlagen

## 1.1 Motivation

Zinn ist ein Metall und wird von Salpetersäure zu einem Zinnoxid oxidiert. Mitunter aufgrund seiner Lage im Periodensystem (4. Hauptgruppe) ergeben sich für die genaue Zusammensetzung des Oxids mehrere Möglichkeiten. Unter Berücksichtigung, dass sowohl das braune  $\text{NO}_2$  als auch das farblose  $\text{NO}$  (beide giftig) entstehen, ergeben sich für ein Zinnoxid mit der unbekannten Zusammensetzung  $\text{Sn}_x\text{O}_y$  die Reaktionsgleichungen 3 und 7. Anzumerken ist, dass  $\text{NO}_2$  eigentlich durch Oxidation von  $\text{NO}$  mit Luftsauerstoff entsteht, was aber nichts am zu berechnenden Stoffmengenverhältnis ändert.



Durch Erhitzen und entsprechendes Abrauchen der Salpetersäure erzwingt man einen vollständigen Reaktionsumsatz -  $\text{NO}_2$  und  $\text{NO}$  sind beides Gase, die entweichen und demnach nicht mehr für eine etwaige Rückreaktion zur Verfügung stehen, was zur Folge hat, dass das Gleichgewicht stark auf der Seite der Produkte liegt. Im Anschluss kann die Massendifferenz zwischen Edukt ( $\text{Sn}$ ) und Produkt ( $\text{Sn}_x\text{O}_y$ , wasserfrei) bestimmt werden.

Nimmt man die Atommasse von Zinn und Sauerstoff als bekannt an, errechnet sich daraus die Zusammensetzung des Zinnoxids. Unter der Annahme, dass die Atommasse von Sauerstoff und die Zusammensetzung von  $\text{Sn}_x\text{O}_y$  bekannt ist, lässt sich die Atommasse von Zinn bestimmen. Analog zu Versuch 1 lassen sich mit dem beschriebenen Verfahren beide Größen nicht gleichzeitig bestimmen.

## 1.2 Ziel des Experiments

Auf Basis der obigen Überlegungen ist das Ziel, eine möglichst exakte Bestimmung der Molmasse von Zinn durchzuführen.

## 2 Experimenteller Teil

### 2.1 Verwendete Materialien

Tabelle 1: Auflistung der verwendeten Geräte und Chemikalien

Geräte	Hersteller	Chemikalie	bezogen von
Porzellantiegel (10.0 ± 0.1) ml Messzylinder	BRAND	elementares Sn	Vorrat
Sandbad		halbkonzentrierte HNO <sub>3</sub>	Vorrat
Bunsenbrenner			
Analysenwaage			
Tondreieck			
Dreifuß für Bunsenbrenner			

### 2.2 Versuchsdurchführung

Aufgrund der Giftigkeit der beim Versuch entstehenden nitrosen Gase (NO<sub>x</sub>) wurden die folgenden Schritte bis auf das Wiegen alle im Abzug durchgeführt.

Die Masse des Porzellantiegels ( $m_{Tiegel}$ ) und des darin befindlichen Zinn ( $m_{Sn}$ ) waren vorgegeben. Das Zinn wurde mithilfe eines 10 ml Messzylinders im Porzellantiegel mit ca. 3 ml halbkonzentrierter HNO<sub>3</sub> versetzt. Dabei wurde die HNO<sub>3</sub> portionsweise zugegeben. Es wurde abgewartet, bis keine braunen Dämpfe mehr sichtbar waren. Im Anschluss hat man den Porzellantiegel im Sandbad erhitzt, mit dem Zweck, die flüssige Phase abzdampfen, um im nächsten Schritt einen Siedeverzug zu vermeiden. Im Anschluss wurde der Porzellantiegel<sup>1</sup> für ca. 10 min auf einem Tondreieck platziert und über die Bunsenbrennerflamme gehalten, um verbleibende Rückstände von HNO<sub>3</sub> und H<sub>2</sub>O so gut wie möglich zu entfernen und das Zinnoxid in die Wägeform zu bringen<sup>2</sup>. Anzumerken ist, dass der Porzellantiegel zu Beginn nicht direkt über die Flamme gehalten wurde, um einen Siedeverzug durch Wasserreste zu vermeiden. Erst nachdem die (braune) Gasentwicklung aufgehört hatte, wurde bei voller Flamme direkt über dem Bunsenbrenner erhitzt<sup>3</sup>. Das Resultat war ein gelblicher, poröser Feststoff. Der Tiegel wurde nun abgekühlt und dessen Masse ( $m_{Tiegel+Zinnoxid}$ ) mithilfe einer Analysenwaage bestimmt.

<sup>1</sup>Rückstand im Porzellantiegel nun weiß

<sup>2</sup>der weiße Rückstand enthält diverse Zinnhydroxide sowie Zinn(II)oxid - durch starkes Erhitzen werden diese in das gewünschte Zinn(IV)oxid überführt

<sup>3</sup>in Höhe der heißesten Flamme

## 2.3 Auswertung

Im Folgenden werden Beziehungen hergeleitet, mit der die Atommasse von Zinn bzw. die Zusammensetzung des Zinnoxids mit den gemessenen Daten berechnet werden können.

Angenommen, die Atommassen von Zinn und Sauerstoff sind bekannt. Gesucht ist somit eine Beziehung, mit der sich  $x$  und  $y$  in der allgemeinen Formel  $\text{Sn}_x\text{O}_y$  berechnen lassen. Die Erhaltung der Stoffmengen liefert (1). Die Atommasse von  $\text{Sn}_x\text{O}_y$  berechnet sich wie in (2) dargestellt.

$$x \cdot n_{\text{O}} - y \cdot n_{\text{Sn}} = 0 \quad (1)$$

$$M_{\text{Sn}_x\text{O}_y} = x \cdot M_{\text{Sn}} + y \cdot M_{\text{O}} \Leftrightarrow m_{\text{Sn}_x\text{O}_y} = x \cdot m_{\text{Sn}} + y \cdot m_{\text{O}} \quad (2)$$

Die Lösungen des linearen Gleichungssystems werden unten angeführt. Durch einsetzen der gemessenen Massen sowie der Literaturwerte für die Atommassen kann so die Stöchiometrie berechnet werden.

$$x = \frac{M_{\text{O}} \cdot m_{\text{Sn}} \cdot m_{\text{Sn}_x\text{O}_y}}{M_{\text{Sn}} \cdot m_{\text{O}}^2 + M_{\text{O}} \cdot m_{\text{Sn}}^2} \quad (3)$$

$$y = \frac{m_{\text{Sn}_x\text{O}_y}}{m_{\text{O}}} \cdot \left(1 - \frac{M_{\text{O}} \cdot m_{\text{Sn}}^2}{M_{\text{Sn}} \cdot m_{\text{O}}^2 + M_{\text{O}} \cdot m_{\text{Sn}}^2}\right) \quad (4)$$

Setzt man umgekehrt die Zusammensetzung des Zinnoxids sowie die Atommasse von Sauerstoff als bekannt voraus, errechnet sich die gesuchte molare Masse von Zinn wie unten angegeben.

$$n_{\text{Sn}} = \frac{x}{y} n_{\text{O}} = \frac{x}{y} \cdot \frac{m_{\text{O}}}{M_{\text{O}}} \Rightarrow M_{\text{Sn}} = \frac{y}{x} \cdot \frac{m_{\text{Sn}} \cdot M_{\text{O}}}{m_{\text{O}}} \quad (5)$$

## 2.4 Messergebnisse und Literaturwerte

In Tabelle 2 sind alle Messwerte angeführt, die im Rahmen der Versuchsdurchführung wie in 2.2 beschrieben, gemessen wurden. Ebenso sind die verwendeten Literaturwerte derjenigen Messgrößen aufgelistet, die für die Berechnungen notwendig waren. Die Werte für die molaren Massen wurden [2] entnommen.

Tabelle 2: Mess- und Literaturdaten

Messgröße	Messwert	Molare Massen	Wert
$m_{\text{Tiegel}}$	24.2604 g	$M_{\text{O}}$	15.9994 g mol <sup>-1</sup>
$m_{\text{Tiegel}+\text{Sn}}$	24.8375 g	$M_{\text{Sn}}$	118.7107 g mol <sup>-1</sup>
$m_{\text{Tiegel}+\text{Zinnoxid}}$	24.6634 g		

Aus den Daten der Tabelle errechnen sich folgende Werte, die für die Berechnung wie in 2.3 angeführt, benötigt werden:  $m_{\text{Sn}} = 0.5771$  g,  $m_{\text{Sn}_x\text{O}_y} = 0.4030$  g,  $m_{\text{O}} = -0.1741$  g.

### 3 Ergebnisse und Diskussion

Wie aus den Messdaten bereits ersichtlich, ist während der Durchführung ein Missgeschick passiert. Beim Glühvorgang kippte der Dreifuß um, da sich ein Standbein ohne Fremdverschuldung gelockert hatte. Die Folge war, dass der Porzellantiegel herunterfiel und dessen Inhalt verschüttet wurde. Das im Abzug verteilte Zinnoxid wurde mithilfe von Spatel und Papier aufgesammelt und in den Tiegel überführt. Die Menge dieser Überreste wurde in Tabelle 2 protokolliert. Wie aus der kleineren Masse wie beim mit Zinn gefüllten Porzellantiegel ersichtlich, konnte der Großteil nicht gerettet werden. Die erhaltene negative Masse für den Sauerstoff macht natürlich keinen Sinn und wurde nur der Vollständigkeit wegen angegeben. Im Folgenden werden die Ergebnisse und etwaige Fehlerquellen theoretisch diskutiert.

Um die Zusammensetzung des Zinnoxids bei bekannter molarer Masse von Sauerstoff und Zinn zu berechnen, wird in (3) und (4) eingesetzt. Man erhält damit die Faktoren x und y und damit die Zusammensetzung von  $\text{Sn}_x\text{O}_y$ .

Um die molare Masse bei bekannter Zusammensetzung zu berechnen, werden die gemessenen Größen in (5) eingesetzt. Dafür muss natürlich eine entsprechende Wahl für x und y in  $\text{Sn}_x\text{O}_y$  getroffen werden. Denkbare Oxide wären z. B.  $\text{Sn}_2\text{O}$ ,  $\text{SnO}$  sowie  $\text{Sn}_2\text{O}_3$ . Man erhält für jedes Oxid eine entsprechende molare Masse. Ein Vergleich mit anderen Messmethoden bzw. mit dem Literaturwert erlaubt schlussendlich die Zuordnung, welches Oxid am wahrscheinlichsten entstanden ist.

Ein Blick in die Literatur zeigt, dass bei Reaktion 3 bevorzugt  $\text{SnO}_2$  entsteht [3]. Die ablaufende Reaktionsgleichung lautet dann wie folgt:



Im Folgenden werden Fehlerquellen und ihre Auswirkungen auf das Ergebnis diskutiert. Beim Verdampfen der Flüssigkeit im Sandbad kann es bei zu hohen Temperaturen zum Siedeverzug kommen. Wird dabei Probe aus dem Porzellantiegel herausgeschleudert, verringert dies die gemessene Masse an Zinn(IV)oxid. Dies hat zur Folge, dass die berechnete molare Masse von Zinn zu groß ist. Ein Siedeverzug kann aber auch beim Glühen über der Bunsenbrennerflamme vorkommen. Wird der Porzellantiegel unmittelbar nach dem Sandbad direkt über die Bunsenbrennerflamme gehalten, ist ein Siedeverzug sehr wahrscheinlich, da immer noch Restfeuchte und  $\text{HNO}_3$  vorhanden sind, die bei zu schnellem Erhitzen einen Siedeverzug verursachen können. Der Effekt auf das Ergebnis ist der selbe wie beschrieben.

Auch ein unvollständiger Reaktionsumsatz, wenn z. B. zu wenig  $\text{HNO}_3$  zugegeben wurde, hat eine größere bestimmte molare Masse zur Folge.

Weiters ist zu bedenken, dass das vorgelegten Zinn vermutlich bereits zu einem kleinen Teil durch Luftsauerstoff oxidiert wurde. Ebenso ist die Entstehung weiterer Zinnoxide neben  $\text{SnO}_2$  sowie der Verbleib von Resten an Wasser und  $\text{HNO}_3$  denkbar. In diesen Fällen wäre die bestimmte Masse an Zinn(IV)oxid zu groß und damit die molare Masse zu klein. Die meisten meiner Laborpartner, die denselben Versuch zur gleichen Zeit durchführten, bestimmten eine geringere molare Masse im Vergleich zum Literaturwert. Eine Erklärung hierfür könnten obige Argumente sein.

Die Genauigkeit der Methode kann aufgrund des angeführten Missgeschick nicht diskutiert werden. Aufgrund der Werte der Laborpartner kann jedoch salopp gesagt werden, dass man recht genau hinkommt. Die Zielsetzung wurde dennoch nicht zufriedenstellend erfüllt.

## Reaktionsverzeichnis

Reaktion Rgl. 1 . . . . .	2
Reaktion Rgl. 2 . . . . .	2
Reaktion Rgl. 3 . . . . .	2
Reaktion Rgl. 4 . . . . .	2
Reaktion Rgl. 5 . . . . .	2
Reaktion Rgl. 6 . . . . .	2
Reaktion Rgl. 7 . . . . .	5

## Literaturverzeichnis

- [1] Wolfgang Viertl et al. *Versuchsvorschriften PR Allgemeine Chemie - Universität Innsbruck*. 2019 (siehe S. 1).
- [2] *Tabelle der Atommassen*. 2019. URL: <http://www.chemie-master.de/FrameHandler.php?loc=http://www.chemie-master.de/pse/pse.php?modul=tab15> (siehe S. 4).
- [3] Susan Arena Morris Hein. *Foundations of College Chemistry*. 13. Aufl. John Wiley & Sons, Inc., 2011 (siehe S. 5).

## Tabellenverzeichnis

1    Materialienliste, Quelle: Autor . . . . .	3
2    Mess- und Literaturdaten, Quelle: Autor . . . . .	4