

Quantitative Analyse

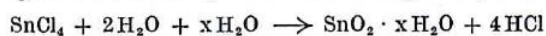
Gewichtsanalytische Bestimmungen XIII

14. Bestimmung von Zinn als Zinn(IV)-oxid

Grundlage: Zinn(II)-Ionen werden mit Bromwasser oxydiert.



Die Zinn(IV)-Ionen werden in neutralem Medium mit einer Ammoniumnitrat-Lösung erhitzt. Dabei fällt infolge Hydrolyse Zinnsäure (= Zinndioxidhydrat) aus.



Die Zinnsäure wird durch Glühen bei 1000 °C in Zinn(IV)-oxid übergeführt. Das Zinn(IV)-oxid wird gewogen.

Ausführung: Die Probelösung wird in einem 400 ml-Becherglas mit gesättigtem Bromwasser versetzt, bis die Lösung sich gelb gefärbt hat. Man neutralisiert mit Ammoniak-Lösung gegen Lackmus genau und bringt die Lösung auf ein Volumen von etwa 200 ml. Dann fügt man 25 ml 20%ige Ammoniumnitrat-Lösung zu und erhitzt unter Umrühren zum Sieden. Das Becherglas mit der aus-

gefallenen Zinnsäure bleibt 2 Std. auf dem siedenden Wasserbad stehen.

Die noch warme, überstehende klare Lösung wird durch ein Blaubandfilter abgossen und der Rückstand im Becherglas einige Male durch Dekantieren mit je 20 ml heißem Wasser gewaschen. Dann bringt man den gesamten Niederschlag aufs Filter und wäscht dreimal mit heißem Wasser. Sollten die ersten Teile trübe durchs Filter gegangen sein, so muß man sie erneut aufs Filter gießen, worauf ein klares Filtrat erhalten wird.

Das Filter mit dem Zinnsäure-Niederschlag wird im Trockenschrank bei 110 °C getrocknet. Dann kratzt man den Niederschlag möglichst vollständig vom Filter und verascht das Filterpapier mit kleiner, entleuchteter Bunsenbrenner-Flamme. Zur Oxydation von reduziertem Zinn

126

fügt man einige Tropfen konz. Salpetersäure zu und erwärmt. Nach dem Verdampfen der Salpetersäure gibt man die abgekratzte Hauptmenge des Niederschlags wieder in den Tiegel und glüht im Muffelofen bei 1000—1100 °C (= Übergangstemperatur Hellrotglut zu Hellorange-rotglut) bis zur Gewichtskonstanz. Das Zinn(IV)-oxid im Tiegel muß rein weiß sein.

$$\frac{\text{Sn}}{\text{SnO}_2} = \frac{118,69}{150,69} = 0,7876; \lg \text{ Faktor} = 0,89633-1$$

Üblicher Zinngehalt in einer Probe: 10 bis 200 mg.

Bemerkungen: Für die Fällung als Zinnsäure muß das Zinn vierwertig vorliegen. Eventuell muß das Zinn vorher mit Bromwasser oxydiert werden.

Um die Hydrolyse zu Ende zu bringen und die Zinnsäure in gut filtrierbarer

Form zu erhalten, läßt man die Fällung 2 Std. lang in der Hitze stehen.

Die Zinnsäure kann evtl. in kolloidaler Form vorliegen. Vor der Filtration muß dann wenig Filterschleim zugegeben werden.

Zinn(IV)-oxid wird leicht durch Kohlenstoff aus dem Filter oder durch Flammengase reduziert. Man verascht deshalb das Filterpapier getrennt vom Niederschlag.

Der Zinnsäure-Niederschlag okkludiert und adsorbiert leicht fremde Ionen. Um das zu vermindern, muß während der Hydrolyse gut gerührt werden.

Aus den Tiegeln entfernt man das Zinn(IV)-oxid am besten mechanisch. Reste können durch Schmelzen mit einem Gemisch aus Soda und Schwefel und anschließendes Behandeln mit Wasser herausgelöst werden.

Uhlmann