

Destillation von Rotwein

Versuchsziele

- Ein thermisches Trennverfahren kennenlernen.
- Weinbrand aus Rotwein durch Destillation herstellen.
- Eine Destillation beobachten und verstehen.
- Den Siedepunkt eines Stoffgemisches bestimmen.

Grundlagen

Destillate aus Rotwein sind einer der ältesten Spirituosen der Welt. Bereits 1000 n. Chr. wurde Wein zur Herstellung von Weinbränden destilliert, um so einen höheren Ethanolgehalt zu erreichen.

Die Destillation ist ein thermisches Trennverfahren, das ausnutzt, dass zwei Flüssigkeiten unterschiedliche Siedepunkte haben. Um dies zu verstehen, muss zunächst der Siedepunkt einer Flüssigkeit definiert werden.

Um den Siedepunkt einer Flüssigkeit zu ermitteln, wird die zu untersuchende Flüssigkeit erhitzt. Diese verdampft zunächst an der Oberfläche. Die Flüssigkeit geht von der flüssigen Phase in die Gasphase über. Wenn nach einiger Zeit der Dampfdruck der Flüssigkeit mit dem Außendruck übereinstimmt, kann die gesamte Flüssigkeit verdampfen. Die Flüssigkeit

fängt an zu sieden. Tritt dieser Fall ein, ist die Siedetemperatur der Flüssigkeit erreicht. Gemessen wird diese im aufsteigenden Dampf. Dies ist wichtig, da der heiße Dampf an diesem Punkt gerade so warm ist, dass er nicht kondensiert. Er befindet sich im Gleichgewicht mit der siedenden Flüssigkeit.

In diesem Versuch ist die Flüssigkeit Rotwein, die hauptsächlich aus den zwei Komponenten Wasser und Ethanol besteht. Reines Wasser hat bei Normaldruck einen Siedepunkt von 100 °C und reines Ethanol von 78 °C. Durch diesen Abstand der Siedetemperaturen ist eine Trennung von Wasser und Ethanol durch Destillation möglich.

Wird der Rotwein bis zum Siedepunkt erhitzt, so verdampft zunächst ein Ethanol-Wasser-Gemisch, mit der Zusammensetzung 96% Ethanol und 4% Wasser. Es siedet bei 78 °C liegt. Das kein reines Ethanol abdestilliert werden kann, liegt



Abb. 1: Versuchsapparatur zur Destillation von Rotwein.

daran, dass Ethanol und Wasser ein azeotropes Gemisch bilden. Die beiden Flüssigkeiten besitzen ein azeotropes Mischungsverhältnis, an dem sie nicht mehr durch Destillation trennbar sind.

Zu Anfang einer Destillation wird also viel Ethanol mit wenig Wasser abdestilliert. Dies hat zur Folge, dass der Wasseranteil immer weiter zunimmt und sich die Zusammensetzung des erhitzten Rotweins ändert. Dadurch ändert sich auch die Zusammensetzung des Dampfes. Der Ethanolanteil sinkt und immer mehr Wasser wird mit abdestilliert. Dies spiegelt sich auch in der steigenden Siedetemperatur wider, da diese sich der Siedetemperatur von Wasser annähert. Der Weinbrand wird daher im Verlauf einer Destillation verdünnt.

Gefährdungsbeurteilung

Die verwendeten Chemikalien sind im Allgemeinen ungefährlich. Das aufkonzentrierte Ethanol kann jedoch brennbar sein.

Geräte und Chemikalien

1	Pocket-CASSY 2 Bluetooth	524 018
1	CASSY Lab 2.....	524 220
1	NiCr-Ni-Adapter S, Typ K.....	524 0673
1	Temperaturfühler NiCr-Ni, Typ K	529 676
1	Destillierbrücke nach Claisen 250 mm.....	665 338
1	Rundkolben Boro 3.3, 250 ml, NS 19/26..	664 301
1	Rundkolben Boro 3.3, 100 ml, NS 19/26..	664 300
1	Schliffklemme Kunststoff, NS 19/26.....	665 391ET10
2	PVC-Schlauch 7 mm Ø, 1 m.....	604 501
2	Schlauchschelle ,12 mm	604 460
1	Schraubkappe GL 18 mB.....	667 305
1	Silikondichtung, GL 18/8, Satz 10.....	667 295
1	Schutzrohre für Temperaturfühler	666 194
1	Heizhaube 250 ml,	666 6522
1	Laborboy II (Laborhebestativ)	300 76
2	Magnet-Hafttafel, 500 mm	666 4659
2	Magnetischer Halter, Gr. 2, 11...14 mm ...	666 4662
2	Magnetischer Halter, Gr. 3, 18...22 mm ...	666 4663
1	Profilrahmen C50, zweizeilig, für CPS	666 425
1	Messzylinder Boro 3.3, 250 ml, Glasfuß ..	602 954
1	Siedesteine 100 g	661 091
1	Schliff-Fett, 60 g.....	661082
1	Abdampfschale Porzellan, 72 ml.....	608 311
1	Holzstäbchen, 100 Stück	672 2520

Zusätzlich erforderlich:

- Rotwein
- Feuerzeug
- 1 Computer mit Windows XP, Vista, 7 oder 8

Für eine kabellose Messung zusätzlich nötig:

- 1 Akku für Pocket-CASSY 2 Bluetooth 524 019
- 1 Bluetooth-Dongle

Versuchsaufbau und -vorbereitung

Aufbau der Apparatur

Aus der Destillierbrücke nach Claisen, einem 250-ml-Kolben, einem 100-ml-Kolben, dem Temperaturfühler mit Schutzrohr, einem Laborboy und einer Heizhaube wird auf den Magnet-Hafttafeln eine Apparatur zur Destillation aufgebaut (siehe Abb. 1). Die Schliffe zwischen der Brücke und den Kolben mit Schliff-Fett fetten und mit Schliffklemmen versehen. Die Destillierbrücke mit Schläuchen und Schlauchklemmen an einen Wasserhahn unter Gegenstrom anschließen. Der Temperaturfühler darf keinen Kontakt zur Innenwand der Destillationsapparatur haben und wird über den Temperaturadapter S und das Pocket-CASSY mit einem Computer verbunden.

Versuchsdurchführung

1. [Einstellungen in CASSY Lab laden](#).
2. Den 250-ml-Kolben abnehmen und mit dem Messzylinder mit 200 ml Rotwein und ca. 5 Siedesteinchen befüllen. Anschließend die Heizhaube durch Hochkurbeln des Laborboys unter dem gefüllten Kolben platzieren.
3. Die Messung wird gestartet. Den Wasserhahn leicht aufdrehen, um die Destillation unter langsamen Rückfluss durchzuführen. Zum Schluss wird die Heizhaube auf maximaler Stufe angeschaltet.
4. Ist genug Weinbrand abdestilliert und im 100-ml-Kolben aufgefangen worden, kann die Messung beendet werden.

Hinweis: Es ist ratsam, die Destillation lieber etwas früher abzubrechen, da ansonsten durch zu viel Wasser im Destillat der Entflammbarkeitstest nicht mehr erfolgreich ist.

5. Ein Teil des Destillats wird in eine Porzellanschale gegeben und durch Entzünden mit einem brennenden Holzstäbchen auf Entflammbarkeit getestet.

Beobachtung

Bei der Destillation geht durch Erhitzen des Rotweins die Flüssigkeit von der flüssigen Phase in die Gasphase über. Der Aggregatzustand des Rotweins ändert sich somit von flüssig zu gasförmig. Trifft der heiße Dampf auf das kalte Glas des Kolbens, kondensiert er und es bilden sich kleine Flüssigkeitströpfchen. Je länger die Flüssigkeit erhitzt wird, desto mehr Dampf bildet sich und kondensiert am Kolbenglas. Die Flüssigkeitströpfchen werden größer und fließen zurück in den Rotwein. Mit der Zeit steigt der heiße Dampf immer höher, da das Glas des Kolbens und der Dampf wärmer werden. Nach einiger Zeit kondensiert der Dampf am Schutzglas und erhitzt den Temperatur-Sensor. Diese Temperaturerhöhung wird aufgenommen. Sie entspricht der die Siedetemperatur des Rotweins. Der Dampf strömt nun in die Destillierbrücke und wird dort durch das Kühlwasser kondensiert und fließt in den Auffangkolben. Das Kondensat ist im Gegensatz zum Rotwein klar.

Auswertung

Die Auswertung erfolgt in CASSY Lab. Dafür ist ein Diagramm vorbereitet.

Bestimmung der Siedetemperatur des Dampfes

Im Diagramm „Siedetemperatur“ wird zunächst eine senkrechte Markierung (im Diagramm mit der rechten Maustaste das Kontextmenü öffnen, $\oplus \rightarrow$ Markierung setzen, \rightarrow waagerechte Linie) gesetzt, um die Siedetemperatur des Dampfes zu bestimmen (siehe Abb. 2).

In diesem Fall handelt es sich bei dem Dampf zu Anfang um die Siedetemperatur eines Ethanol-Wasser-Gemischs mit der Zusammensetzung 96% Ethanol und 4% Wasser. Es siedet bei ca. 78 °C. Da anfangs sehr viel Ethanol mit wenig Wasser abdestilliert wird, bleibt im Rotwein immer mehr Wasser zurück. Die Zusammensetzung des Rotweins ändert sich, was zu Folge hat, dass sich auch die Zusammensetzung des Dampfes ändert. Der Wasseranteil, der abdestilliert wird, steigt, was eine Steigung der Siedetemperatur zur Folge hat. Das Destillat wird somit mit der Zeit wässriger.

Anschließend wird durch einen Entflammbarkeitstest getestet, ob das Destillat mehr als 40% Ethanol enthält.

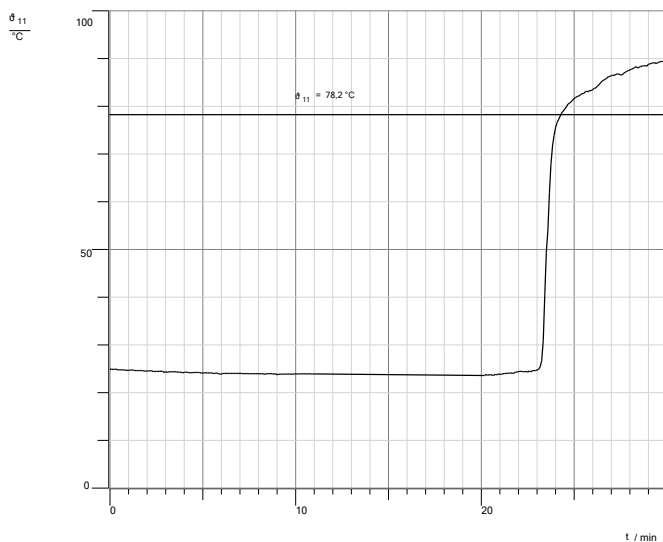


Abb. 2: Aufnahme der Temperatur über die Zeit bei der Destillation von Rotwein. Waagerechte Linie: ungefährer Siedepunkt von Ethanol.

Ergebnis

Bei der Destillation von Rotwein kann nicht reines Ethanol abdestilliert werden, sondern immer ein Ethanol-Wasser-Gemisch. Dieses hat zunächst die Zusammensetzung von 96% Ethanol und 4% Wasser. Der Siedepunkt dieses Gemisches liegt bei 78°C . Zudem kann im Verlauf der Destillation beobachtet werden, dass die Siedetemperatur des Gemisches ansteigt, was auf eine Änderung der Zusammensetzung des flüssigen Rotweins und des Dampfes rückschließen lässt. Anschließend zeigt ein Nachweis der Entflammbarkeit, dass der abdestillierte Weinbrand mehr als 40% Ethanol enthält.

Reinigung und Entsorgung

Der Wein und der Weinbrand können im Ausguss entsorgt werden.