

Destillieren von Rotwein

Geräte:

Rundkolben (250 mL / NS 14,5), Vigreux-Kolonne (NS 14,5), Claisen-Aufsatz (NS 14,5), 5 Glasstopfen (NS 14,5), Schliffeinsatz für Thermofühler (NS 14,5), Thermofühler mit Thermometer, Liebigkühler (NS 14,5), Destillationsvorstoß (NS 14,5), Spinne (NS 14,5), 2 Spitzkolben (25 mL / NS 14,5), 2 Rundkolben (100 mL / NS 14,5), 6 Schliffklammern (NS 14,5), 4 Korkringe (klein), 1 Korkring (groß), 2 Gummischläuche, Trichter, Heizpilz (250 mL), 3 Abdampfschalen, 2 Stative, 2 Stativklammern mit Doppelmuffen

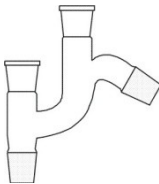
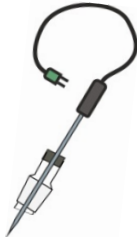
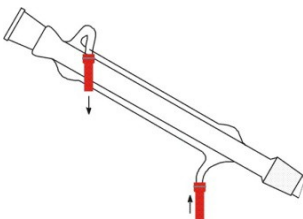
				
Rundkolben (250 mL)	Claisen-Aufsatz	Schliffstopfen	Thermofühler mit Schliffeinsatz	Digital Thermometer
				
Liebigkühler	Destillationsvorstoß	Spinne	Rundkolben (100 mL)	Spitzkolben (25 mL)

Tabelle 1: Schliffgeräte

Hinweis:

Im Laboratorium sind Glasgeräte in der Regel mit Schliffen ausgestattet. Die Geräte werden durch Schliffverbindungen miteinander verbunden. Da die Schliffe aus Glas gefertigt werden, sind sie inert gegenüber aggressiven Chemikalien. Schliffverbindungen bestehen immer aus einem Kern und einer Hülse. Sie werden in unterschiedlichen Größen gefertigt, wobei die Größen NS 14,5 und NS 29 am häufigsten verbaut werden. Damit die Schliffverbindungen flexibel und gasdicht sind werden sie immer etwas gefettet. Die verwendeten Fette werden dem jeweiligen Anwendungszweck angepasst, so gibt es neben Silikonfetten zum Beispiel auch Hochvakuum-Fette.

								
GHS01	GHS02	GHS03	GHS04	GHS05	GHS06	GHS07	GHS08	GHS09

Chemikalien: Rotwein, Siedesteine, Schliff fett

Durchführung:

- Die Vorlagenkolben an die Spinne montieren und die Schliffverbindungen mit Schliffklammern sichern. Die fertig montierte Spinne mittels einer Stativklammer an einem Stativ fixieren.
- In den Siedekolben 4-5 Siedesteinchen geben und den Kolben anschließend über einen Glasrichter bis zu zwei Dritteln mit Rotwein füllen. Den gefüllten Kolben an ein zweites Stativ, links von dem der Spinne, montieren. Den Kolben auf eine Höhe montieren, dass die elektrische Heizhaube noch darunter passt (Siehe unten).
- Die Vigreux-Kolonne auf den Siedekolben aufsetzen.
- Auf die Vigreux-Kolonne den Claisen-Aufsatz montieren.
- Den Destillationsvorstoß in die Spinne montieren.
- Zwischen Auslauf des Claisen-Aufsatzes und Destillationsvorstoß, den Liebigkühler montieren. Die Stative dabei so positionieren, dass die Apparatur spannungsfrei ist. Die beiden Schliffverbindungen des Liebigkühlers jeweils mit Schliffklammern sichern.
- Die linke Öffnung des Claisen-Aufsatzes mit einem Glasstopfen verschließen. In die rechte Öffnung den Schliffeinsatz mit dem Thermofühler montieren. Den Thermofühler mit dem Thermometer verbinden.
- Die Kühlwasserschläuche an den Liebigkühler anschließen, den Zulauf an den unteren Anschluss und den Ablauf an den oberen Anschluss des Kühlers.

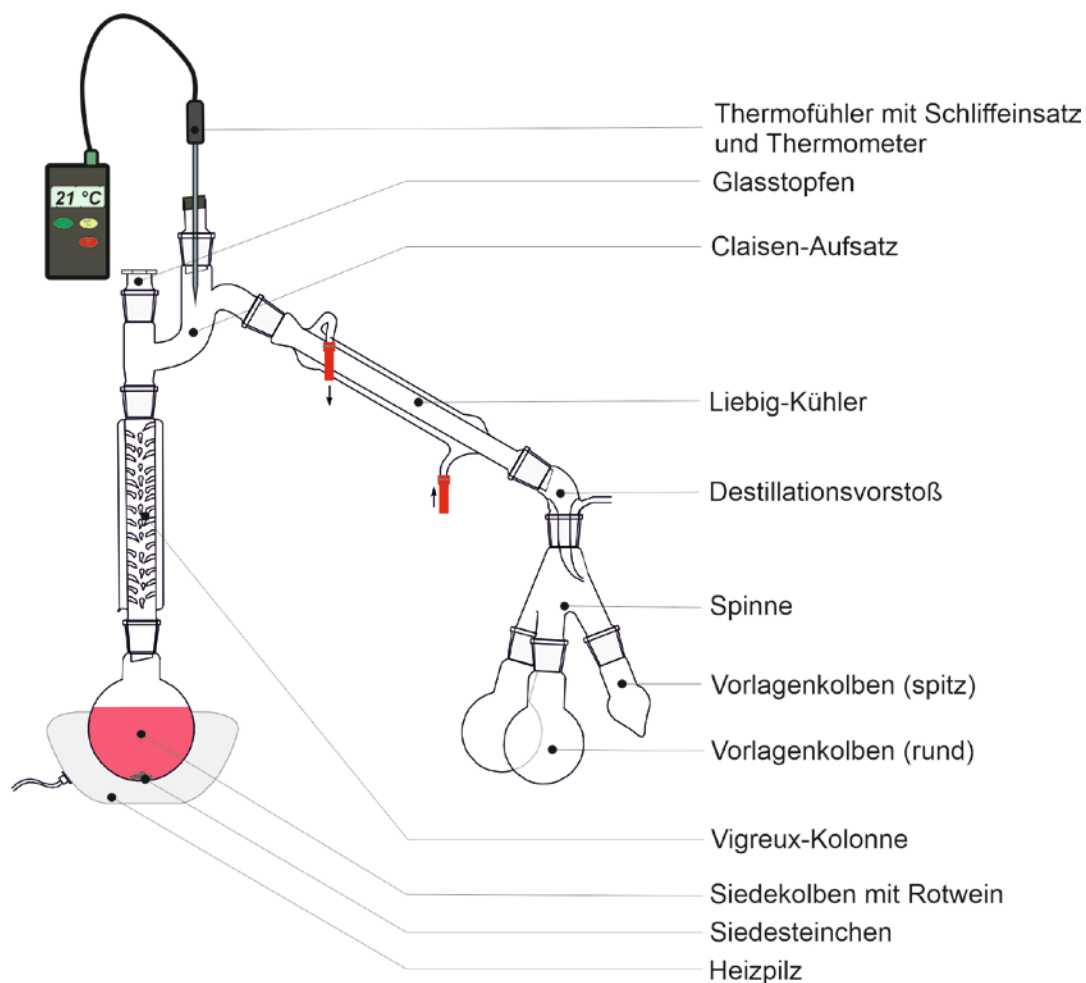


Abb. 1: Destillationsapparatur

- Das Kühlwasser langsam durch den Kühlmantel des Liebigkühlers fließen lassen.
- Den Siedekolben in die elektrische Heizhaube einsetzen. Es ist wichtig die Heizhaube so zu montieren, dass sie immer schnell nach unten von dem Siedekolben entfernt werden kann. Sollte es zu einer Überhitzung des Kolbens kommen, erzielt man so schnelle Abkühlung.
- Die Heizung anstellen, wenn der Rotwein im Kolben beginnt zu siedern, die Heizleistung ggf. anpassen.
- Der Vorlauf der Destillation wird bis zu einer Siedetemperatur von 78 °C abgenommen.
- Ab einer Siedetemperatur von 78 °C wird die erste Fraktion abgenommen.
- Der Siedebereich der weiteren Fraktionen kann frei gewählt werden.
- bei einer Siedetemperatur von 99 °C - 100 °C wird die Destillation abgebrochen.
- Die einzelnen Fraktionen werden von der Spinne abgenommen und die Kolben mit einem Glasstopfen verschlossen auf Korkringen abgestellt.
- In einer Abdampfschale werden die Fraktionen auf Brennbarkeit untersucht.

Entsorgung:

Die Reste können im Abfluss entsorgt werden.

Quelle:

Organikum (2001), Destillation und Rektifikation, 21., neu bearbeitete und erweiterte Auflage, 38-56, WILEY-VCH Verlag GmbH, D-69469 Weinheim, ISBN 3-527-29985-8

Hinweis:

Alkohol-Wasser-Gemische lassen sich durch Destillation nicht vollständig trennen. Das hängt mit der Bildung azeotroper Gemische zusammen. Azeotrope Gemische haben in der flüssigen, wie auch in der Gasphase die gleiche Zusammensetzung. Ihr Siedepunkt liegt zudem auch niedriger, als der ihrer Einzelkomponenten. Zum besseren Verständnis betrachten wir Flüssigkeiten auf Teilchenebene. Reiner Alkohol, genauer reines Ethanol, besteht aus Ethanol-Teilchen zwischen denen starke Anziehungskräfte wirken. Diese Anziehungskräfte sind gerade so stark, dass sich die Ethanol-Teilchen noch im Verbund bewegen können. Wenn Ethanol erwärmt wird, bewegen sich die Ethanol Teilchen immer schneller. Erreicht die Temperatur den Siedepunkt ist die Bewegungsenergie der Teilchen so groß, dass sie die Anziehungskräfte zu den anderen Ethanol-Teilchen überwinden können. Sie treten in die Gasphase über, in der sie sich mit großer Geschwindigkeit und in größerem Abstand zueinander bewegen. Bei Ethanol ist das ab einer Temperatur von 78 °C der Fall.

Die Teilchen in reinem Wasser Verhalten sich genau wie die Teilchen im Ethanol. Die Wasserteilchen sind allerdings erst ab einer Temperatur von 100 °C in der Lage die gegenseitigen Anziehungskräfte zu überwinden und von der flüssigen Phase in die Gasphase überzugehen.

In Ethanol-Wasser Gemischen wirken die Anziehungskräfte nun nicht nur separat zwischen Ethanol-Teilchen bzw. Wasser-Teilchen, sondern auch zwischen Ethanol- und Wasser-Teilchen. Das ist in homogenen Flüssigkeits-Gemischen in der Regel so, andernfalls wären es heterogene Flüssigkeits-Gemische. Die Anziehungskräfte zwischen den Ethanol- und Wasser-Teilchen sind so groß, dass sie bei einer bestimmten Temperatur zusammen in die Gasphase übergehen. Diese Temperatur liegt unterhalb der Siedetemperatur der Einzelkomponenten. So gehen Wasserteilchen im Verbund mit Ethanolteilchen schon unterhalb von 100 °C in die Gasphase über. Solche Verbünde zwischen Ethanol- und Wasser Teilchen, die zusammen von der flüssigen Phase in die Gasphase übergehen, bezeichnet man als azeotrope Gemische. Die Zusammensetzung von azeotropen Gemischen ist unterschiedlich. Der Anteil an Ethanol Teilchen in den azeotropen Gemischen ist bei einer Siedetemperatur von 80 °C größer als beispielsweise bei 90 °C. Bei noch höheren Temperaturen überwiegt der Anteil der Wasserteilchen in den azeotropen Gemischen.

Die Bildung der azeotropen Gemische hat zur Folge, dass bei der fraktionierten Destillation von Rotwein kein reines Ethanol destilliert werden kann, sondern lediglich Ethanol-Wasser-Gemische. Die einzelnen Fraktionen werden innerhalb von Siedebereichen abgenommen, um Fraktionen mit unterschiedlichen Ethanol-Gehalten zu gewinnen.

Quelle:

[Foth H, Azeotrop](#), RD-01-04104 (2016) in Böckler F., Dill B., Dingerdissen U., Eisenbrand G., Faupel F., Fugmann B., Gamse T., Matissek R., Pohnert G., Sprenger G., RÖMPP [Online], Stuttgart, Georg Thieme Verlag, [Oktober 2020] <https://roempp.thieme.de/lexicon/RD-01-04104>