

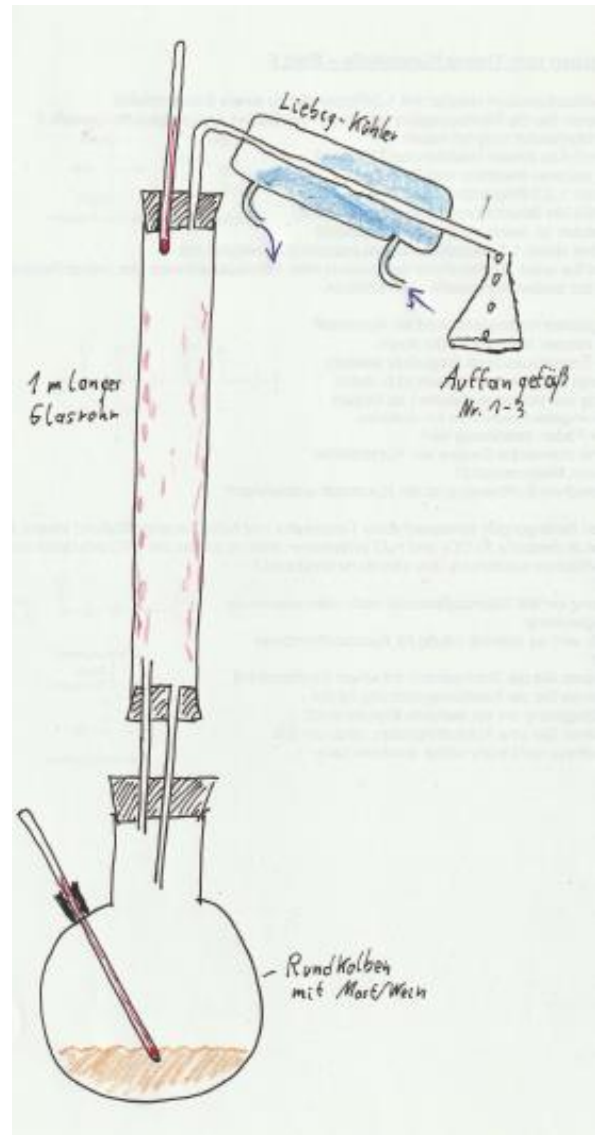
07. Rektifikation von reinem Alkohol - Demonstrationsversuch

Aufbau der Apparatur

vgl. Abbildung

ergänzende Hinweise:

- Durchmesser Rohr: ca. 3,5 cm zu erwerben im Fachhandel für Laborglas, z.B. im Umfeld von Universitäten
- Als Auffanggefäße dienen 3 kleine Erlenmeyerkolben (50 oder 100 ml), beschriftet mit Nr. 1-3 und dazu 3 Stopfen bereitlegen
- Die ganze Apparatur muss durch Stative standfest aufgebaut sein
- langes Stativ oder Unterkonstruktion für Liebigkühler und Auffanggefäße
- Rundkolben so hoch, dass Brenner im richtigen Abstand drunter passt
- Leiter, um oben hantieren zu können
- Rohr wird ein Tag vor dem Versuch innen mit blauer Tinte oder roter Farbe bekleckert. Während des Herablaufens der Farbe das Rohr über Ausguss immer wieder drehen, damit sich die Farbe in spiraligen Streifen verteilt, dann trocknen lassen
- Glasröhrchen mit Glycerin einstreichen, damit später kein fest sitzen im Stopfen
- oberen Ausgang zu Beginn noch nicht mit Liebigkühler verbinden
- selbst hergestellten Rosinenwein oder anderen Wein einfüllen
- langsamen Kühlwasserstrom einstellen



Durchführung

- ein Schüler erhitzt unten
- ein zweiter liest unten immer wieder die Temperatur der Flüssigkeit ab
- Lehrperson steht oben auf Leiter und liest die Temperaturen oben ab
- nach einer Weile steigen Dämpfe auf, kondensieren im Rohr, oben bleibt es aber noch kalt
- Später steigen die Temperaturen plötzlich sehr schnell an: dann auch in sehr kurzen Abständen die aktuellen Temperaturen verkünden
- Sobald die Dämpfe oben aus dem Röhrchen treten, kann man diese kurz entzünden, sogleich wieder ausblasen und Röhrchen mit Liebigkühler verbinden
- Wenn man im Auffanggefäß ca. 3 ml Kondensat aufgefangen hat: Kolben rasch wechseln und Stopfen auf Kolben 1 (wird von Schüler von unten zugereicht bzw. abgenommen)
- mit dem 2. Kolben genauso verfahren, den 3. kann man länger dran lassen
- Dann Brenner aus, Kühlwasser schließen
- Während die Schüler die Apparatur abzeichnen (evtl. Skizze an der Tafel) und aufschreiben: kann man auf einer präzisen Waage jeweils 1 oder 2 ml der 3 Proben wiegen (sehr schnell, sonst zu viel Verdunstung) und dann mit den Schülern mit Hilfe von Tabelle (vgl. nächste Seite) den Anteil an Volumenprozent Alkohol ermitteln.

Prinzip der Ermittlung der Alkoholkonzentration:

Einführung

Zwei 200 ml Messzylinder, der eine gefüllt mit Wasser, der andere mit Brennspritus (jeweils gleich hoch, aber nicht ganz voll), Alkoholmeter eintauchen lassen: Alkohol hat geringere Dichte als Wasser

Übertragung auf unser Experiment:

Alkoholmeter wäre nur verwendbar bei großen Mengen, die wir nicht haben. Deshalb wird mit zahlreichen unterschiedlichen Proben mit bekanntem Alkoholgehalt die Dichte bestimmt und Tabelle erstellt (siehe übernächste Seite).

Um den Alkoholgehalt mit Hilfe der Tabelle zu bestimmen, braucht man eine Laborwaage, die 2 Stellen hinter dem Komma anzeigt.

- Uhrglas auf Waage stellen, mit TARA auf 0 stellen
- Mit einer genauen Pipette werden 2 ml Destillat auf das Uhrglas gegeben.
- Gewicht wird SOFORT (vor Verdunstung!) abgelesen und notiert
- Bei 2 ml spielen Messungengenauigkeiten geringere Rolle als bei 1 ml. Deshalb muss der gemessene Wert halbiert werden, um wieder auf 1 ml zu kommen.
- In Tabelle den entsprechenden Volumen%-Wert ablesen.
- Diese Messungen sowohl für die Probe(n) aus dem Destillationsversuch als auch für die Proben aus dem Rektifikationsversuch machen und in Tabelle an Tafel notieren.
- Bei genauem Arbeiten und etwas Glück kann man bei der 1. Rektifikationsprobe auf Alkoholgehalte zwischen 90 und 95% kommen. Schlechtere Ergebnisse bei 2. Und vor allem 3. Probe

Pädagogisch-didaktische Hinweise

- *Der von Manfred von Mackensen entwickelte Versuch ist sehr aufwändig und bringt keine eigentlich „chemischen“ Ergebnisse. Wenn man bereit ist, dafür einen Hauptunterricht + eigene Vorbereitungszeit zu investieren, kann sich der Versuch aus folgenden Gründen als sinnvoll erweisen:*
 - 1) *Die große Apparatur ist motivierend für die Jugendlichen*
 - 2) *Viele Klassen fragen ohnehin nach Möglichkeiten wie man 100%igen Alkohol erstellen kann.*
 - 3) *Für weitere Versuche in der Epoche (Synthese von Ether und Ester) braucht man reinen Alkohol. Durch dieses Experiment wird eine Lücke geschlossen: Von der Fotosynthese geht der Weg über Zucker, verdünnten Alkohol, konzentrierten Alkohol bis hin zu so einem lebensfremden Stoff wie der Ether. Alle Versuchsschritte wurden im Unterricht experimentell durchgeführt.*
- *Das Verständnis der Rektifikationsapparatur ist anspruchsvoll und fordert die Jugendlichen der 9. Klasse zum Denken heraus. Um das Nachdenken nicht denen zu überlassen, die sowohl immer alles blitzartig schnell kapieren, kann man die folgenden Fragen in Kleingruppenarbeit bearbeiten lassen:*

Hilfestellungen zur eigenständigen Deutung des Rektifikationsversuches

1. Was war das Ziel des Versuches?
2. Was ist mit der blauen Farbe passiert, die in dem langen Rohr war?
3. Die Rektifikation wäre auch ohne die blaue Farbe gegangen. Was sollte in dem Versuch aber dadurch veranschaulicht werden?
4. Man hätte innerhalb des senkrechten Glasrohres an verschiedenen Stellen die Temperatur messen können. Wie verändert sich die Temperatur von unten nach oben? Warum?
5. Wie verändert sich dadurch die Temperatur der Dämpfe beim Aufsteigen durch das Rohr?
6. Aus welchen beiden Stoffen bestanden die Dämpfe, die aus dem Rosinenwein im Rundkolben aufstiegen?
7. **Welcher dieser Stoffe kondensiert beim Aufsteigen durch das Rohr zuerst? Warum? (Bitte genau überlegen - Das ist die wichtigste Frage!)**
8. Was passiert mit den Flüssigkeitströpfchen, die zuerst kondensieren?
9. Inwiefern verändert sich dadurch die Zusammensetzung der Dämpfe beim Aufsteigen nach oben?
10. Aus was besteht *im Idealfall* der Dampf, der oben aus dem senkrechten Rohr in den Liebigkühler übertritt?
11. Warum waren in unserem konkreten Versuch die Ergebnisse zuerst besser, später schlechter (2 Gründe)?

Tabelle zur Bestimmung der Alkoholkonzentration

Ethanol – Wasser – Gemische
Dichte ρ bei 20°C, Massengehalt w_i , Volumenkonzentration σ_i und Massenkonzentration ϱ_i

ρ in g/ml	w_1 in g/100 g	σ_1 in ml/100 ml	ϱ_1 in g/l	ρ in g/ml	w_1 in g/100 g	σ_1 in ml/100 ml	ϱ_1 in g/l	ρ in g/ml	w_1 in g/100 g	σ_1 in ml/100 ml	ϱ_1 in g/l	ρ in g/ml	w_1 in g/100 g	σ_1 in ml/100 ml	ϱ_1 in g/l
0,813	91,86	94,60	746,9	0,807	94,03	96,13	758,8	0,800	96,48	97,77	771,8	0,793	98,84	99,29	783,8
0,812	92,23	94,86	748,9	0,806	94,38	96,37	760,8	0,799	96,82	97,99	773,6	0,792	99,16	99,49	785,4
0,811	92,59	95,12	750,9	0,805	94,74	96,61	762,7	0,798	97,16	98,21	775,3	0,791	99,49	99,69	787,0
0,810	92,95	95,38	752,9	0,804	95,09	96,85	764,6	0,797	97,50	98,43	777,0	0,790	99,83	99,89	788,6
0,809	93,31	95,63	754,9	0,803	95,44	97,09	766,3	0,796	97,84	98,65	778,8	0,789	100	100	789,0
0,808	93,67	95,88	756,9	0,802	95,78	97,32	768,3	0,795	98,17	98,87	780,5	0,794	98,51	99,08	782,2

Ethanol – Wasser – Gemische
Dichte ρ bei 20°C, Massengehalt w_i , Volumenkonzentration σ_i und Massenkonzentration ϱ_i

ρ in g/ml	w_1 in g/100 g	σ_1 in ml/100 ml	ϱ_1 in g/l	ρ in g/ml	w_1 in g/100 g	σ_1 in ml/100 ml	ϱ_1 in g/l	ρ in g/ml	w_1 in g/100 g	σ_1 in ml/100 ml	ϱ_1 in g/l	ρ in g/ml	w_1 in g/100 g	σ_1 in ml/100 ml	ϱ_1 in g/l
0,982	0	0	0,952	31,09	37,49	295,8	0,906	53,54	61,45	485,1	0,860	73,20	79,74	629,5	
0,988	0,15	0,19	1,5	0,951	31,67	38,15	301,0	0,905	53,89	61,89	488,5	0,859	73,61	80,10	632,3
0,996	0,68	0,86	6,8	0,950	32,24	38,80	306,3	0,904	54,42	62,32	492,0	0,858	74,03	80,46	635,1
0,996	1,22	1,54	12,2	0,949	32,80	39,43	311,4	0,903	54,86	62,75	495,3	0,857	74,44	80,81	638,0
0,995	1,77	2,24	17,6	0,948	33,36	40,06	316,4	0,902	55,30	63,18	498,8	0,856	74,86	81,17	640,8
0,994	2,34	2,95	23,2	0,948	33,91	40,68	321,3	0,901	55,74	63,61	502,2	0,855	75,27	81,52	643,6
0,993	2,91	3,67	28,9	0,947	34,45	41,28	326,0	0,900	56,18	64,04	505,6	0,854	75,68	81,87	646,3
0,992	3,50	4,40	34,7	0,946	34,99	41,89	330,7	0,899	56,61	64,47	508,9	0,853	76,09	82,22	649,1
0,991	4,09	5,14	40,6	0,945	35,52	42,48	335,3	0,898	57,05	64,89	512,3	0,851	76,51	82,61	651,8
0,990	4,70	5,90	46,5	0,943	36,05	43,07	339,9	0,897	57,48	65,32	515,6	0,850	77,32	83,26	657,2
0,989	5,32	6,66	52,6	0,942	36,58	43,65	344,5	0,896	57,91	65,73	518,9	0,849	77,73	83,60	659,9
0,988	5,94	7,44	58,8	0,941	37,10	44,22	349,0	0,895	58,34	66,15	522,2	0,848	78,14	83,94	662,6
0,987	6,59	8,24	65,1	0,940	37,62	44,80	353,6	0,894	58,78	66,56	525,5	0,847	78,55	84,27	665,3
0,986	7,25	9,05	71,5	0,940	38,13	45,36	358,1	0,893	59,21	66,97	528,7	0,846	78,95	84,61	667,9
0,985	7,91	9,88	78,0	0,939	38,64	45,92	362,3	0,892	59,64	67,39	532,0	0,845	79,36	84,95	670,6
0,984	8,60	10,72	84,6	0,938	39,13	46,46	366,8	0,891	60,07	67,80	535,2	0,844	79,76	85,28	673,2
0,983	9,30	11,57	91,3	0,937	39,63	47,00	371,1	0,890	60,50	68,21	538,5	0,843	80,17	85,61	675,8
0,982	10,01	12,45	98,1	0,936	40,13	47,53	375,2	0,889	60,93	68,62	541,7	0,842	80,58	85,94	678,4
0,981	10,73	13,33	105,2	0,935	40,62	48,05	379,4	0,888	61,36	69,03	544,9	0,841	80,98	86,27	681,0
0,980	11,47	14,24	112,4	0,933	41,12	48,58	383,5	0,887	61,79	69,43	548,1	0,840	81,38	86,60	683,6
0,979	12,21	15,15	119,6	0,932	41,60	49,10	387,7	0,886	62,22	69,83	551,3	0,839	81,79	86,92	686,2
0,978	12,97	16,06	126,9	0,931	42,09	49,62	391,8	0,885	62,65	70,24	554,5	0,838	82,19	87,25	688,8
0,977	13,73	16,99	143,3	0,930	42,57	50,15	395,9	0,884	63,08	70,63	557,6	0,837	82,59	87,57	691,3
0,976	14,50	17,92	141,6	0,929	43,05	50,66	399,9	0,883	63,50	71,03	560,8	0,836	82,99	87,89	693,8
0,975	15,28	18,87	149,0	0,928	43,52	51,17	403,9	0,882	63,93	71,43	563,9	0,835	83,39	88,21	696,3
0,974	16,05	19,81	156,3	0,927	44,00	51,67	407,9	0,881	64,36	71,83	567,0	0,834	83,79	88,52	698,8
0,973	16,82	20,74	163,5	0,926	44,49	52,17	411,8	0,880	64,78	72,22	570,1	0,833	84,19	88,83	701,3
0,972	17,59	21,66	170,8	0,925	44,94	52,66	415,7	0,879	65,21	72,61	573,2	0,832	84,59	89,15	703,7
0,971	18,36	22,58	178,1	0,924	45,41	53,15	419,6	0,878	65,63	73,00	576,2	0,831	84,98	89,45	706,2
0,970	19,11	23,48	185,4	0,923	45,87	53,63	423,4	0,877	66,06	73,39	579,3	0,830	85,37	89,76	708,6
0,969	19,86	24,38	192,5	0,922	46,34	54,12	427,2	0,876	66,48	73,78	582,4	0,829	85,76	90,06	711,0
0,968	20,60	25,26	199,5	0,921	46,80	54,60	431,0	0,875	66,91	74,16	585,4	0,828	86,15	90,36	713,3
0,967	21,32	26,12	206,3	0,920	47,26	55,07	434,8	0,874	67,33	74,54	588,5	0,827	86,54	90,66	715,7
0,966	22,04	26,97	213,0	0,919	47,72	55,55	438,5	0,873	67,75	74,92	591,5	0,826	86,92	90,95	718,0
0,965	22,75	27,81	219,6	0,918	48,17	56,02	442,2	0,872	68,17	75,30	594,5	0,825	87,31	91,24	720,3
0,964	23,45	28,64	226,1	0,917	48,63	56,49	445,9	0,871	68,59	75,68	597,5	0,824	87,70	91,53	722,6
0,963	24,14	29,45	232,5	0,916	49,08	56,95	449,6	0,870	69,01	76,06	600,4	0,823	88,08	91,82	724,9
0,962	24,82	30,25	238,8	0,915	49,53	57,41	453,2	0,869	69,43	76,43	603,4	0,822	88,47	92,11	727,2
0,961	25,49	31,03	245,0	0,914	49,99	57,87	456,9	0,868	69,85	76,80	606,3	0,821	88,85	92,40	729,5
0,960	26,15	31,80	251,0	0,913	50,44	58,33	460,5	0,867	70,27	77,18	609,2	0,820	89,24	92,69	731,8
0,959	26,80	32,56	257,0	0,912	50,89	58,79	464,1	0,866	70,69	77,55	612,1	0,819	89,62	92,98	734,0
0,958	27,44	33,30	262,8	0,911	51,33	59,24	467,7	0,865	71,11	77,92	615,1	0,818	90,00	93,26	736,2
0,957	28,07	34,03	268,6	0,910	51,78	59,69	471,2	0,864	71,52	78,28	618,0	0,817	90,38	93,54	738,4
0,956	28,68	34,74	274,2	0,910	52,22	60,13	474,7	0,863	71,94	78,65	620,9	0,816	90,76	93,81	740,5
0,955	29,30	35,44	279,8	0,909	52,66	60,58	478,2	0,862	72,36	79,02	623,8	0,815	91,13	94,08	742,7
0,954	29,90	36,13	285,2	0,908	53,09	61,03	481,6	0,861	72,78	79,38	626,6	0,814	91,50	94,34	744,8
0,953	30,50	36,82	290,5	0,907	53,51	61,48	484,6								