

Versuch: Quantitative Alkoholbestimmung in Wein

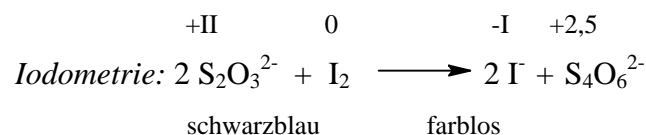
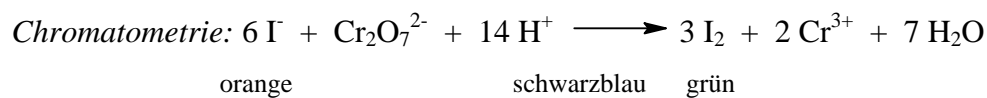
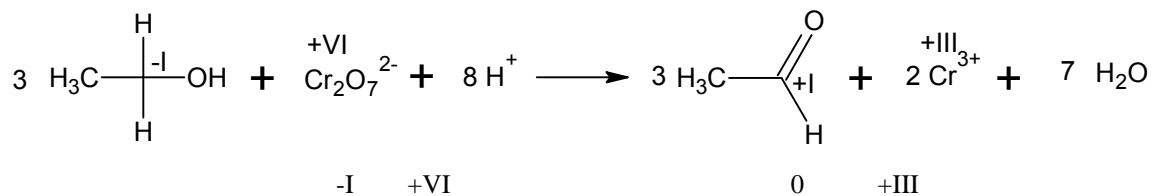
Zeitbedarf:

Vorbereitung: 20 Minuten

Durchführung: 25 Minuten

Nachbereitung: 20 Minuten

Reaktionsgleichungen:



Chemikalien:

Chemikalien:	Menge:	R-Sätze:	S-Sätze:	Gefahrensymb.:	Schuleinsatz:
Kaliumchromat K_2CrO_4 (Lsg., c = 0,23 mol/L)	20 mL	49-46- 36/37/38-43- 50/53	53-45-60-61	T, N	Lehrerversuch (krebserzeugendes Potential!)

Salpetersäure HNO ₃ (p.a. w = 65 %)	40 mL	35	23-26- 36/37/39	C	Sek.I (Ersatzstoffprüfung und vorsichtiger Umgang erforderlich!)
Kaliumiodid KI (Lsg., c = 1 mol/L)	20 mL	-	-	-	Sek.I
Natriumthiosulfat Na ₂ S ₂ O ₃ (Lsg. c = 0,68 mol/L)	ca. 20 mL	-	-	-	Sek.I
Stärke	0,5 g	-	-	-	Sek.I
Wein	0,5 mL	-	-	-	-

Geräte:

100 mL-Rundkolben

Durchbohrter Siliconstopfen / Quick-fit-Hülse

Gewinkeltes Glasrohr

Siedesteine

Elektrobrenner oder elektrischer Spiegelbrenner

Großes Reagenzglas (200/30 mm)

Ca. 150 g Glasperlen / Raschigringe

Bunsenbrenner

Bechergläser zum Ansetzen der Lösungen

1 1mL-Pipette

3 10 mL-Vollpipetten

2 500 mL-Weithalsrlenmeyerkolben

Spatel

Waage

Bürette

Magnetrührer mit großem Rührfisch

Stativmaterial

Versuchsdurchführung:

1. Ansetzen der Lösungen:

Kaliumchromatlösung ($c = 0,23 \text{ mol/L}$):

4,44 g Kaliumchromat in 100 mL Wasser

Kaliumiodidlösung ($c = 1 \text{ mol/L}$):

16,6 g Kaliumiodid in 100 mL Wasser

Natriumthiosulfatlösung ($c = 0,68 \text{ mol/L}$):

17 g Natriumthiosulfat in 100 mL Wasser

Kaliumiodid-Stärke-Lösung:

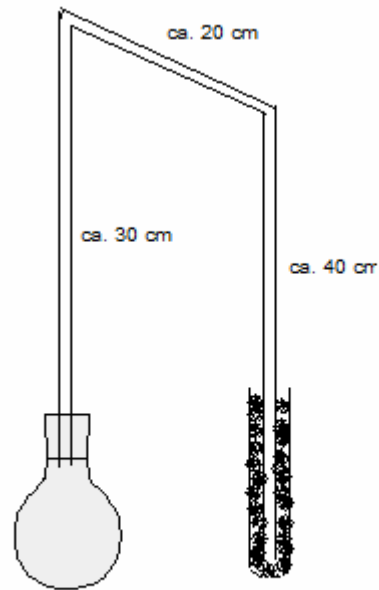
0,5 g wasserlösliche Stärke werden in 10 mL Wasser suspendiert und in 100 mL kochendes Wasser gegeben. Nach dem Abkühlen gibt man 0,5 g Kaliumiodid hinzu und filtriert.

2. Blindwertbestimmung:

In einem 500 mL-Weithalserlenmeyerkolben befinden sich 300 mL Wasser. Hierzu gibt man 10 mL Kaliumchromatlösung, 20 mL Salpetersäure (Farbwechsel von gelb nach orange) und 10 mL Kaliumiodidlösung (es entsteht eine schwarzblaue Lösung). Mit der Thiosulfatlösung wird zuerst bis auf den Farbton gelbgrün titriert. Nun gibt man 10 mL Kaliumiodid-Stärke-Lösung hinzu und die tiefblau gewordene Lösung wird weiter mit Thiosulfatlösung bis zu einem wasserhellen Blau titriert. Man notiert den Verbrauch an Thiosulfatlösung in mL, dieser Zahlenwert stellt den Blindwert dar. Bei genau angesetzten Lösungen sollte sich ein Verbrauch an Thiosulfatlösung von 10 mL ergeben.

3. Destillation:

In ein großes Reagenzglas (Vorlage) werden 10 mL Kaliumchromatlösung und 20 mL Salpetersäure gegeben. In den Rundkolben füllt man 15 mL Wasser, einige Siedesteine und 0,5 mL Wein ein. Die Destillationsapparatur wird so zusammengebaut (Bild rechts), dass die Öffnung des Kühlerauslaufes in der Vorlage knapp bis auf den Boden des Reagenzglases reicht. Die Reaktionslösung in der Vorlage sollte dann ganz mit Glaskugeln oder Raschigringen aufgefüllt werden, damit die austretenden Gasblasen verzögert zur Oberfläche steigen. Nun destilliert man mit Hilfe des Elektrobrenners oder Spiegelbrenners so lange, bis sich an der Kondensationsgrenze im Glasrohr keine Veränderung mehr zeigt. Damit die Flüssigkeit beim Entfernen des Brenners nicht in das Glasrohr hochzieht, muss man den Kolben zügig öffnen. Mit etwas Wasser werden die Kondensationsreste aus dem gewinkelten Glasrohr zum Inhalt des Reagenzglases gespült. Die gesamte Füllung des Reagenzglases wird in einen 500 mL-Weithalserlenmeyerkolben gegeben, der bereits 300 mL Wasser enthält.



Jetzt verfährt man entsprechend der Versuchsanleitung zur Blindwertbestimmung, das heißt man gibt Kaliumiodidlösung hinzu, titriert mit Thiosulfat auf gelbgrün, gibt dann Kaliumiodid-Stärke-Lösung hinzu und titriert auf ein wasserhelles Blau weiter. Man notiert den Verbrauch an Thiosulfatlösung (in mL).

Beobachtung:

Die orangene Lösung in der Vorlage verfärbt sich leicht grünlich:



Vorher



Nachher

Durch die Zugabe von Salpetersäure verfärbt sich die Kaliumchromatlösung von gelb (Bild 1) nach orange (siehe oben). Durch Zugabe von Kaliumiodid entsteht eine schwarzblaue / braune Lösung (Bild 2). Mit Thiosulfat wird auf den Farbton gelb-grün titriert (Bild 3). Nach Zugabe der Kaliumiodid-Stärke-Lösung wird die tiefblaue Lösung (Bild 4) mit Thiosulfat bis auf helles Wasserblau titriert (Bild 5).

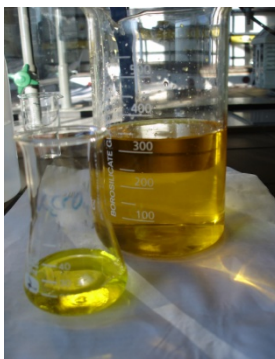


Bild 1



Bild 2



Bild 3



Bild 4



Bild 4

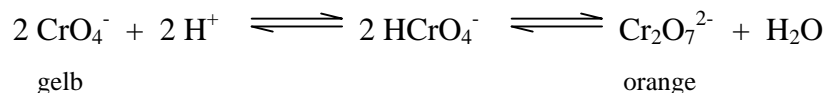
Entsorgung:

Chromathaltige Lösungen werden mit Thiosulfat reduziert und anschließend als Chrom(III)-Salze mit Natronlauge gefällt und abfiltriert. Das Filtrat kann neutral in den Abfluss gegeben werden, das Chrom(III)-hydroxid wird in die Schwermetallabfälle gegeben.

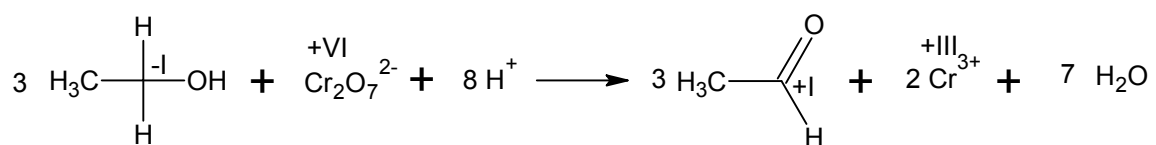
Fachliche Analyse:

Durch den relativ niedrigen Siedepunkt (78 °C) des Ethanols verläuft die Destillation relativ schnell. Durch die Höhe des Glasrohres wird eine Kondensation des höhersiedenden Wassers gewährleistet, so dass nur Ethanol in die Vorlage gelangt.

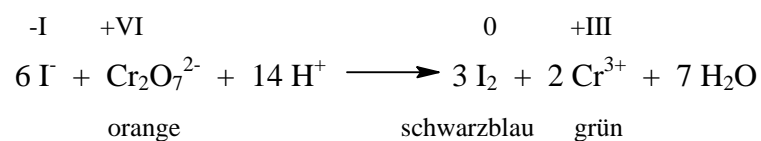
Durch Ansäuern der Kaliumchromatlösung in der Vorlage mit Salpetersäure entsteht Dichromat:



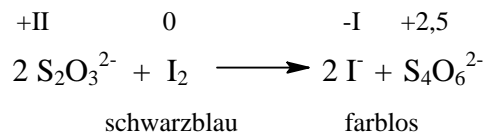
Ethanol wird durch Dichromat gemäß folgender Gleichung zu Ethanal oxidiert, dass aber analog sofort weiter zu Ethansäure oxidiert wird (Mechanismus siehe Protokoll "Alkotest"):



Diese Reaktion findet jedoch nur entsprechend dem Alkoholgehalt in der zu bestimmenden Probe statt. Es ist also noch Dichromat vorhanden, was im nächsten Schritt durch die Zugabe von Kaliumiodidlösung zu Chrom(III) reduziert wird (Chromatometrie):



Das gebildete Iod färbt die Lösung schwarzblau / braun und wird durch Titration mit Thiosulfat angezeigt (Iodometrie):



Man titriert auf den Farbton gelb-grün, also bis kurz vor den Endpunkt. Um diesen genau erkennen zu können, gibt man Stärkelösung hinzu, die in Verbindung mit Iod eine tiefblaue Charge-Transfer-Komplex-Verbindung eingeht, die sich am Endpunkt, wenn kein Iod mehr vorhanden ist, entfärbt.

Dies ist das Verfahren sowohl für die Blindprobe als auch für den Versuch selber. Um nun ermitteln zu können, wie viel Ethanol (in Vol%) in der Weinprobe enthalten waren, zieht man den Blindwert (mL Thiosulfat) vom Versuchswert (mL Thiosulfat) ab, dann erhält man den für die Oxidation des Alkohols verbrauchten Anteil an Kaliumchromat. Der sich ergebende Zahlenwert wird mit 2 multipliziert und entspricht dann dem Alkoholgehalt (Vol%) des untersuchten Weines. Die Multiplikation mit 2 erfolgt aus dem Grund, dass 10 Vol% Ethanol in 1 mL Wein bei Verwendung der oben angegebenen Konzentrationen 10 mL Kaliumchromatlösung und auch 10 mL Thiosulfatlösung entsprechen. Da Wein meistens zwischen 10 und 13 Vol% Ethanol enthält, halbiert man den Ansatz auf 0,5 mL Wein um den Chemikalienverbrauch zu reduzieren.

Rechnung:

Blindwert (Thiosulfat): 10,7 mL

Versuchswert (,): 8,2 mL

Nach der obigen Beschreibung würde der Wein dann gerade mal 5 Vol% Ethanol enthalten, was eindeutig nicht stimmen kann. Es wurde ein Lambrusco mit einem Gehalt von 8,8 % verwendet, was wahrscheinlich keine gute Wahl war, da dann die obigen Berechnungsverhältnisse nicht mehr stimmen. Wirklich gut funktioniert hat der Versuch nicht, da sich die Vorlage nicht deutlich grün verfärbte. Problematisch waren wie bei allen Titrationen die schwer definierbaren Farbumschläge, und da mehrmals titriert wurde, ist die Fehlerwahrscheinlichkeit dadurch erhöht.

Didaktisch-methodische Analyse:

Einordnung:

Das Thema Alkohole wird in der 10. oder 11. Klasse behandelt. Dieser Versuch sollte erst nach der Oxidierbarkeit der Alkohole mit Kaliumdichromat durchgeführt werden, da er zur Einführung in diese Problematik wahrscheinlich zu komplex ist. Im Prinzip benötigen die Schüler Vorwissen über Titrationsmethoden, oder diese müssen anhand dieses Versuches erarbeitet werden. An sich ist der Versuch sehr interessant, da die Schüler so an quantitative Methoden herangeführt werden und ein bekanntes Produkt aus dem Alltag so auf seinen Alkoholgehalt überprüfen können.

Aufwand:

Der Versuch ist definitiv aufwendig und man muss sich rechtzeitig um das Vorhandensein von Glaskugeln / Raschigringen, Demoreagenzglas und Glasrohren bemühen, zudem muss auch überprüft werden, ob in der Schule Kaliumchromatlösung vorrätig ist.

Dieser Versuch darf nur als Lehrerversuch durchgeführt werden, da die Chemikalien aufgrund ihres teils krebserregenden Potentials für den Schülergebrauch nicht zugelassen sind.

Durchführung:

Der Versuch darf nur als Lehrerversuch durchgeführt werden, und ist deswegen und auch wegen seiner Dauer nicht der Schulversuch schlechthin. Er hat nicht besonders gut funktioniert, wofür die Gründe aber nicht direkt bekannt sind, da ja schon bei der Destillation anscheinend sehr wenig Ethanol in die Vorlage übergetreten ist. Falls keine Kaliumchromatlösung vorhanden ist, kann man eigentlich auch direkt Dichromatlösung verwenden, die man vorher etwas ansäuert.

Meiner Meinung nach ist der Versuch nicht besonders gut für die Schule geeignet, da es für die Schüler viel zu langweilig wird, wenn der Lehrer diesen langen Versuch durchführt und es auch zu verwirrend ist, da meist die Grundlagen fehlen werden, um die Farbumschläge zu verstehen. Zudem fehlt im Unterricht auch die Zeit, sich genauer mit quantitativen Analysemethoden zu beschäftigen oder solch aufwendige Versuche zur Oxidierbarkeit der Alkohole durchzuführen.

Literaturangaben:

Versuch „Quantitative Alkoholbestimmung in Wein“, CHEMKON, Heft 1/99, S.22

Riedel, Erwin, *Anorganische Chemie*, 6. Aufl., De Gruyter Berlin, 2004

Soester Liste

Hessischer Lehrplan Chemie für den gymnasialen Bildungsgang, Klasse 7G bis 12G