

Ultramikromethoden. Vakuum-Destillation. (1. Mitteilung)

Mit Hilfe der nachstehend beschriebenen Methode lassen sich Substanzmengen in der Grössenordnung der Mikrogramme im Vakuum destillieren.

Die zu destillierende Substanz wird in einem leichtflüchtigen Lösungsmittel aufgelöst und in eine Glaskapillare von etwa 1 mm i. Ø übergeführt, deren Gestalt und übrige Dimensionen aus Figur 1 ersichtlich sind. Die Substanzlösung nimmt man folgendermassen in die Kapillare auf: Das offene Ende des kurzen Kapillarschenkels wird in die Lösung eingetaucht, so dass eine Flüssigkeitssäule von einigen mm Höhe aufsteigt. Man lässt diese in den Bereich der Biegung der Kapillare gleiten und verbringt hierauf die Kapillare in einen Vakuumexsikkator, wo das Lösungsmittel bei einem Druck von etwa 160 mm Hg zum Verdunsten gebracht wird. Diese Operation wird sooft wiederholt, bis die ganze zu destillierende Substanz sich in der Kapillarenbiegung befindet. Der kurze Schenkel

der Kapillare lässt sich spülen, indem man in der beschriebenen Weise reines Lösungsmittel aufnimmt und in der Biegung verdunsten lässt.

Die Kapillare wird hierauf einige mm vom offenen Ende des kurzen Schenkels entfernt abgeschmolzen. Den langen Schenkel verbindet man durch einen Teflon-Schrumpfschlauch mit einem Glasrohr, dessen eines Ende auf den Durchmesser der Kapillare verjüngt und dessen anderes Ende zu einer Schlaucholive ausgebildet ist. Zwei konische Papierhülsen werden über das zugeschmolzene Ende der Kapillare geschoben und in die in Figur 2 eingezeichneten Positionen gerückt. Sie lassen sich dort nötigenfalls fixieren, indem je ein feiner Holzkeil von oben her zwischen Kapillare und Hülse eingeführt wird. Man schliesst die Apparatur an ein Vakuum an, füllt die Papierhülsen mit pulverisiertem Trockeneis und senkt die Kapillare in ein Heizbad ein.



Fig. 1.

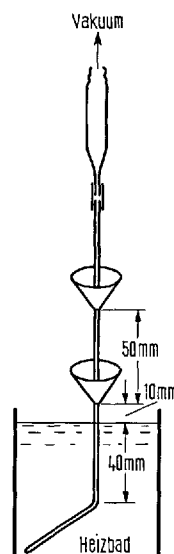


Fig. 2.

Das Destillat schlägt sich, je nach seiner Flüchtigkeit und der Temperatur des Heizbades, zwischen dem Niveau des letzteren und der unteren Kühlzone nieder, während in der oberen Kühlzone Substanzen auskondensieren (Wasser und organisches Material), die im Laufe der Destillation in die Kapillare eindringen. Nach beendeter Destillation entleert man die Papierhülsen und hebt das Vakuum dadurch auf, dass man die Kapillare oberhalb der unteren Kühlzone entzweibricht.

Destillationsversuche wurden mit je 10 µg Caprylsäure (Temperatur des Heizbades 50 bzw. 100 °C; Druck 10⁻³ mm Hg) und Stearinsäure (Temperatur des Heizbades 100 °C; Druck 10⁻³ mm Hg) durchgeführt¹.

Summary. A method for the vacuum distillation of microgram amounts of substances is described.

S. HUWYLER

*Organisch-chemisches Institut der Universität,
Rämistrasse 76, CH-8001 Zürich (Schweiz),
10. Juni 1971.*

¹ Die Entwicklung von Ultramikromethoden geschieht im Auftrag von Herrn Prof. Dr. M. VISCONTINI und wird vom Schweizerischen Nationalfonds zur Förderung der wissenschaftlichen Forschung finanziell unterstützt.

CORRIGENDUM

D. J. FOX, ERIKA ABÄCHERLI and H. URSPRUNG: *Drosophila Enzyme-Genetics: A Table*, Experientia 27, p. 220

(1971). The locus of another glycolytic enzyme, hexokinase, has been mapped to 2-73.0 ± and not to 2-79 ±.