

Molekulargewichtsbestimmungen durch isotherme Destillation.

Der Nachteil des Verfahrens von Signer⁹⁾ ist die lange Dauer. Dieser Mangel wurde dadurch behoben, daß der Apparat stark verkleinert wurde (Abbildung 1). Dadurch gelingt es, die für eine Bestimmung nötige Zeit von vielen Wochen auf 6 Tage herabzusetzen. Die Einfüllröhren an den Kölbchen wurden weggelassen, dafür wurde ein längeres Glasrohr

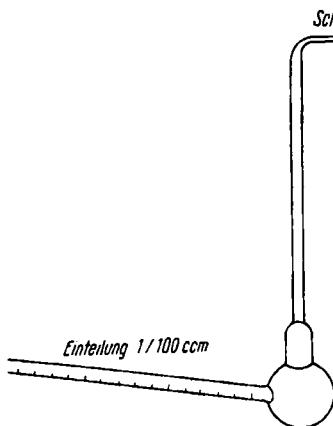
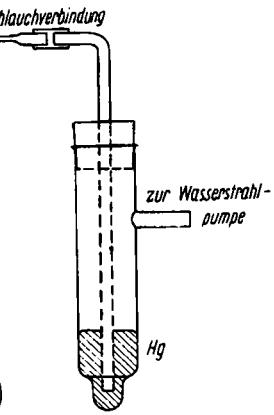


Abbildung 1a. Apparat in „Destillationsstellung“ beim Evakuieren.



**Abbildung 1 b. Apparat
in Meßstellung.**

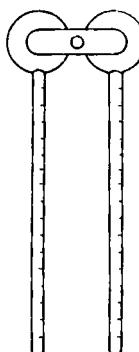


Abbildung 1c. Vorderansicht des Apparates in Destillationsstellung.

an das Verbindungsstück angesetzt. Die Substanzen bringt man mit Hilfe dünnwandiger Glasbecherchen von 2–3 mm Durchmesser und 7 mm Länge in die Kölbchen. Sie stören die Bestimmung nicht, da sie leicht in die Meßröhren gleiten. Als dann wird das Glasrohr zur rechtwinklig gebogenen Capillare ausgezogen und abgeschmolzen, nachdem evakuiert ist. Nun treibt man das gesamte Lösungsmittel durch einseitiges Erwärmen mit der Hand in eines der Kölbchen. Dann bringt man den Apparat in Destillationsstellung in einen Thermostaten und läßt ihn durch Koppeln mit dem Rührwerk leicht vibrieren. Alle 6 Stunden liest man ab und trägt das Verhältnis der Flüssigkeitssäulen als Funktion der Zeit auf. Schon nach 48 Stdn. läßt sich aus dem Kurvenverlauf der Endwert abschätzen. Man destilliert dann durch einseitiges Erwärmen deutlich über diesen Wert hinaus und läßt von der anderen Seite her ausgleichen. Die gewonnenen Kurven haben die gleiche Asymptote.

Die Berechnung erfolgt nach der Gleichung: $M_{\text{gesuch}} = V \cdot G \cdot M_{\text{Testsubstanz}}$, wobei V das Verhältnis der Volumina von Testlösung zu Substanzlösung, G das Verhältnis der Einwaagen von unbekannter Substanz zu Testsubstanz, M die Molekulargewichte bedeuten. Die Einwaagen betragen 1–7 mg, möglichst im Verhältnis der Molekulargewichte. Die eingefüllte Lösungsmittelmenge beträgt 2 ccm, wovon ein Teil beim Evakuieren verdampft.

Berichtigungen.

Jahrg. 83 [1950], Heft 2 (Nachruf auf F. Straus), S. II., Zeile 5 v. o. lies „ Δ^1 -Dihydro-naphthalin“ statt „ Δ^2 -Dihydronaphthalin“; S. III., Zeile 3 und 4 v. u. lies „F. Straus“ statt „F. Straus u. A. Berkow“; S. IV., Zeile 12 v. o. lies „Dibenzalaceton und Triphenyl-methan“ statt „ Δ^1 -Dihydronaphthalin“.