

bei Normaldruck ergaben ein Sieden der Verbindungen innerhalb recht weiter Intervalle, die oft zwischen 20 und 30° lagen, so daß die angeführten Normaltemperaturen in der Tabelle nur Mittelwerte sind. Bemerkenswert war die außerordentliche Stabilität der Substanz; denn selbst die bei über 400°, 752 mm Hg siedenden Anteile zeigten keinerlei Zersetzungerscheinungen. Bei eintägigem Stehen dunkelte das destillierte Material an der Oberfläche nach. Als Rückstand blieb in der Toppblase ein bei 180° schon recht hochviskoses Material, das bei Zimmertemperatur zu sehr sprödem Pech erstarrte.

Voruntersuchungen hatten ergeben, daß aus den bis 365° und über 410° siedenden Anteilen keine kristal-

linen Verbindungen aromatischer Natur zu erhalten waren. CH-Werte und UV-Absorptionsspektren ließen auf ein Gemisch von Paraffinen und Hydroaromaten schließen. Für die weiteren Untersuchungen wurden deshalb die dazwischenliegenden Fraktionen verwandt; die Vereinigung ergab 79,4 kg.

Abtrennung von basischen und sauren Anteilen

Je ½ der Substanz wurde in 25 l Trichloräthylen aufgenommen und mit 20 l 12%iger Natronlauge bei 40° 2 Std. kräftig in einem 100-l-Behälter mechanisch verrührt. Nach mehrstündigem Stehen wurde die Natronlauge mit einem Heber entfernt. Die Extrak-

Tab. 2. Ergebnisse der fraktionierten Technikumsdestillation

Frakt. Nr.	Übergangstemp. auf Normalbed. umgerechnet °C	Ausbeute kg	Siedeanalysen					Subst. bei Zim.-temp. g	Subst. bei 0 b. - 5° g	Frakt. Nr.	Übergangstemp. auf Normalbed. umgerechnet °C	Ausbeute kg	Siedeanalysen					Subst. bei Zim.-temp. g	Subst. bei 0 b. - 5° g		
1	-310	0,675									35	366-368	2,318							608,0	
2	310-312	0,200									36	368-369	1,395	0	5	10	15	20	504,0		
3	312-315	0,250												368	370	371	372	373°			
4	-315	0,260									36a	369-370	1,138	0	5	10	15	20	407,0		
5	315-318	0,610	0	5	10	15	20		43,5				369	370	371	372	373°				
			325	327	328	329	330°			37	370-372	0,792							196,0		
6	-318	0,470							14,0	38	372-375	2,699							1220,0		
7	318-320	0,520							4,1	39	375-378	0,890	0	5	10	15	20	384,0			
8	320-322	0,580						9,5	20,5				373	374	375	376	377°				
9	322-325	1,486	0	5	10	15	20	31,8	11,1	39a		2,095	0	5	10	15	20	1090,0			
			339	340	341	342	342,5°						376	376	377	378	380°				
10	325-330	0,518						5,0	33,6	39b		1,602	0	5	10	15	20	715,0			
11	330-333	0,270						3,0	6,7				375	376	377	378	378°				
12	333-336	1,330	0	5	10	15	20	8,5	67,1				375	376	377	378	378°				
			344	345	346	346,5	347°														
13	336-340	0,980							51,3												
14	340-341	1,122							32,4	39c		2,127	0	5	10	15	20	1044,0			
15	341-342	1,890							81,6				380	381	382	382	384°				
16	342-343	1,687	0	5	10	15	20		132,7	39d		1,782	0	5	10	15	20	811,0			
			349	350	350,5	351	351°						382	382	382	383	384°				
17	343-348	1,323							132,1	39e		2,280							1161,0		
18	348-350	1,330							126,0	40	-385	0,940							160,0		
19	350-351	0,677	0	5	10	15	20		31,4	41	385-390	0,990							152,0		
			343	348	349	350	352°			42	390-392	1,010	0	5	10	15	20	210,0			
20	351-352	0,636							26,5				385	387	390	391	394°				
21	352-353	0,037							1,3	43	392-394	1,020							264,0		
22	353-354	0,361	0	5	10	15	20		13,4	44	394-396	1,170							366,0		
			352	352,5	353	354	354,5°			45	396-397	1,520	0	5	10	15	20	229,0			
23	354-355	0,175							4,0				392	393	394	396	398°				
24	355-356	0,290							19,5	46	397-398	0,930							270,0		
25	356-357	0,924	0	5	10	15	20		57,3	47	398-399	0,880							190,0		
			351	352	353	353,5	354°			48	398-399	1,170	0	5	10	15	20	182,0			
26	357-358	0,985							80,0				395	396	396,5	398	400°				
27	358-359	0,775	0	5	10	15	20		62,0	49	399-400	1,060							221,0		
			353	355	356	357	359°			50	400-401	1,150							260,0		
28	359-360	1,115							81,0	51	401-402	1,170	0	5	10	15	20	190,0			
29	360-361	1,012	0	5	10	15	20	14,6	75,0				401,5	402	403,5	405,5	407,5°				
			357	357	358	359	360°			52	402-403	1,110							205,0		
30	361-362	1,305							48,8	53	403-408	0,980							170,0		
31	362-363	1,136							59,0	54	408-410	0,800							168,0		
32	363-364	0,557	0	5	10	15	20		7,7	55	410-412	0,630	0	5	10	15	20	141,0			
			361	364	365	366	367°						408,5	410	410,5	413	414°				
33	364-365	0,137							46,8	56	412-420	0,560							124,0		
34	365-366	1,730	0	5	10	15	20	261,0	154,0	57	Sumpf	3,610									
			364	365	366	367	368°														

Abrechnung: Eingesetzt 73,000 kg
Destillat 63,561 kg
Sumpf 3,610 kg
Verlust 5,829 kg