

Прибор состоит из круглодонной колбы емкостью 1,5 л с длинной шейкой и скошенной, направленной вверх боковой трубкой (или из круглодонной колбы с соответствующей насадкой); в одном из горл на резиновой пробке укреплен капельная воронка емк. 500 мл с трубкой, доходящей до дна колбы, и стеклянная трубка для ввода двуокиси углерода (из баллона или аппарата Киппа). Для выравнивания давления верхнее отверстие капельной воронки соединяют с трубкой для ввода газа. В боковую трубку колбы при помощи резиновой пробки вставлен наклонно поставленный холодильник Либиха длиной 60—80 см; через холодильник в трубку колбы на стальной проволочке подвешен термометр (от -10° до $+100^{\circ}$) так, чтобы ртутный шарик достигал середины холодильника. Конец холодильника при помощи резиновой пробки (поддерживающей также проволочку с термометром) соединен с U-образной трубкой средней величины, заполненной хлористым кальцием. Трубка при помощи резиновых пробок и соответствующих стеклянных трубок соединена со спиральным холодильником и далее с двумя последовательно поставленными промывными склянками, которые служат сборниками и ловушками для пара. Каждая промывная склянка содержит 100 мл абсолютного эфира; склянки охлаждают смесью льда с солью, следя за тем, чтобы во время реакции температура эфирного раствора поддерживалась около -10° .

Вода в спиральном холодильнике должна иметь температуру ниже 10° (в зимнее время воду пускают непосредственно из крана, в остальное время предварительно пропускают через охлаждаемый льдом змеевик). В холодильнике Либиха вода должна иметь температуру $\sim 26^{\circ}$.

В колбу прибора наливают 135 мл (2 моля) этилового спирта и $\frac{1}{3}$ смеси, состоящей из 150 мл (270 г) концентрированной серной кислоты и 250 мл воды. Смесь нагревают до кипения на водяной бане. В оставшиеся $\frac{2}{3}$ серной кислоты приливают 100 мл воды, растворяют 200 г бихромата натрия и еще теплый раствор из капельной воронки постепенно приливают к кипящему спирту. Во время реакции выделяется тепло, и нагревание становится излишним.

Одновременно в колбу, во избежание дальнейшего окисления альдегида, пропускают слабый ток углекислого газа, который и уносит образующийся альдегид. Пары его конденсируются в сильно охлаждаемых сборниках. Скорость подачи хромовой смеси нужно регулировать таким образом, чтобы реакционная смесь кипела, а термометр в холодильнике показывал $25-30^{\circ}$.

Хромовую смесь приливают в течение 30 минут, затем еще в течение 10 минут пропускают CO_2 для отгонки остатков альдегида в сборник; сборники отключают от прибора и одновременно прекращают подачу тока CO_2 .

Укусный альдегид нельзя выделить из эфирного раствора путем перегонки, поэтому его переводят в кристаллический альдегидоаммиак. Для этой цели содержимое сборников переносят в коническую колбу емкостью 500 мл, охлаждаемую охладительной смесью, и через трубку, доходящую до дна колбы, вводят ток сухого аммиака. Отверстие колбы нужно закрыть ватой с тем, чтобы реакционную смесь можно было перемешивать трубкой для ввода аммиака и чтобы уменьшить испарение эфира (*находящиеся поблизости горелки должны быть погашены*).

Для полного связывания альдегида (из расчета на теоретический выход) необходимо 30—33 л аммиака. Во время введения аммиака начинается кристаллизация альдегидоаммиака. Полноту осаждения проверяют, насыщая небольшую пробу прозрачной жидкости аммиаком; осадок не должен выделяться. Смесь фильтруют через воронку Бюхне-