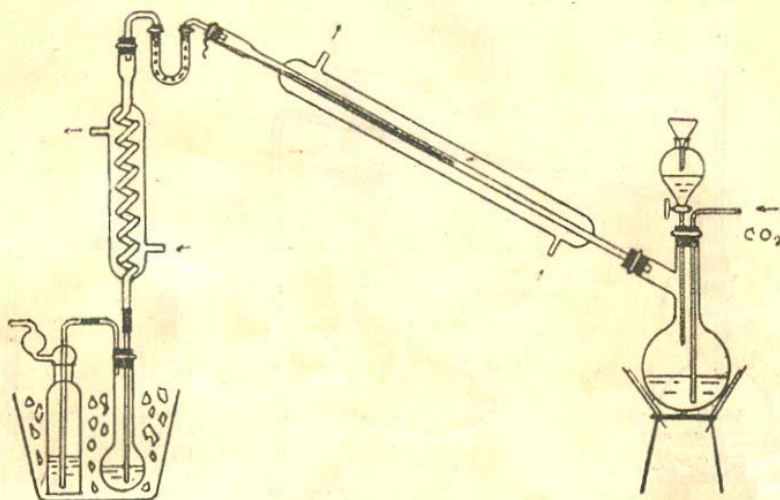


13. ΑΚΕΤΑΛΔΕΥΔΗ

Ἐντὸς σφαιρικῆς φιάλης μετὰ πλευρικοῦ σωλῆνος (1) (σχ. 12) 1 1/2 λίτρον χωρητικότητος φέρονται 125 κ. ἑ. ἀλκοόλης καὶ προστίθεται τὸ τρίτον διαλύματος 150 κ. ἑ. (270 γρ.) θεικοῦ ὀξέος εἰς 250 κ. ἑ. ὕδατος καὶ τὸ μίγμα θερμαίνεται μέχρι βρασμοῦ. Εἰς τὸ ὑπόλοιπον τοῦ ἀραιοῦ  $H_2SO_4$  προστίθενται 100 κ. ἑ. ὕδατος εἰσέτι καὶ διαλύονται



Σχ. 12

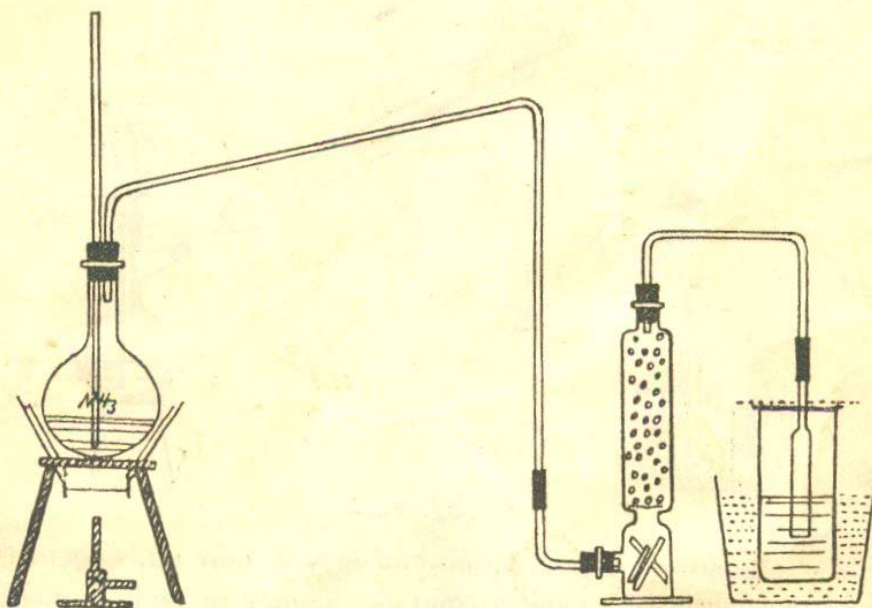
200 γρ. διχρωμικοῦ καλίου, τὸ δὲ διάλυμα, θερμὸν ἔτι, φέρεται ἐντὸς τοῦ σταγονομετρικοῦ χωνίου, οὗτινος πληροῦται καὶ ὁ σωλῆν τῆς ἐκροῆς.

Μόλις τὸ ἐν τῇ φιάλῃ ὑγρὸν θερμανθῆῖ μέχρι βρασμοῦ, ἀφίεται τὸ διάλυμα τοῦ διχρωμικοῦ καλίου νὰ στάξῃ, ὁπότε, ὡς ἐκ τῆς ἀναπτυσσομένης κατὰ τὴν ἀντίδρασιν θερμότητος, ἡ περαιτέρω θέρμανσις εἶνε περιττή. Ἡ προσθήκη τοῦ διχρωμικοῦ διαλύματος κανονίζεται οὕτως, ὥστε τὸ μίγμα νὰ διατηρῆται ἐν βρασμῷ.

Ἡ παραγομένη ἀκεταλδεϋδῆ, παρασυρομένη καὶ ὑπὸ μετρίου ρεῦματος  $CO_2$  (διοχετευομένου, πρὸς ἀποφυγὴν περαιτέρω ὀξειδώσεως, ἐξ ὀβίδος ἢ καὶ συσκευῆς Kipp φεροῦσης κάθετον μακρὸν σωλῆνα μετ' ἀραιοῦ  $HCl$ , πρὸς ὑπερνίκησιν τῆς ἀψιθείσης πιέσεως) διέρχεται μακρὸν ψυκτῆρα πρὸς τὰ ἄνω ἐστραμμένον, εἰς τὸν ἐσωτερικὸν σωλῆνα τοῦ ὁποίου εὐρίσκεται θερμοόμετρον, ἐξηρητημένον ἐκ τοῦ πώματος διὰ νήματος. Τὸ ἐν τῷ ψυκτῆρι τούτῳ κυκλοφοροῦν ρεῦμα ὕδατος

(1) Ἐν ἐλλείψει ἐιδικῆς φιάλης χρησιμοποιεῖται κοινὴ τοιαύτη, εἰς τὸ πῶμα τῆς ὁποίας προσαρμόζεται κεκαμμένος συνδετῆρ ἀποστάξεως, συνδεδόμενος πρὸς τὸν ψυκτῆρα.

πρέπει νὰ εἶνε θερμοκρασίας 40° περίπου. Κατ' αὐτὸν τὸν τρόπον οἱ ἀτμοὶ τῆς ἀλκοόλης καὶ τοῦ ὕδατος συμπυκνοῦνται καὶ ἐπαναρρέουν εἰς τὴν φιάλην, ἐν ᾧ τῆς ἀλδεύδης, ξηραίνόμενοι διὰ σωλῆνος  $\text{CaCl}_2$ , εἰσέρχονται εἰς ψυκτῆρα μεθ' ὕδατος 5 — 10" καὶ ἐκεῖθεν, ὑγροποιούμενοι κατὰ τὸ πλεῖστον, εἰς δύο ὑποδοχεῖς συνδεομένους μετ' ἀλλήλων καὶ περιέχοντας ἀνὰ 100 κ. ἑ. ἀνύδρου αἰθέρος. Οἱ ὑποδοχεῖς ψύχονται ἐξωτερικῶς διὰ πάγου καὶ ἄλατος οὕτως, ὥστε ἡ θερμοκρασία κατὰ τὴν διάρκειαν τῆς ἐργασίας νὰ μὴ ὑπερβῇ τοὺς — 10°. Ἡ ἀλδεύδη



Σχ. 13

διαλύεται εὐκόλως εἰς τὸν αἰθέρα. Ἡ ὅλη ἐργασία διαρκεῖ περὶ τὴν ὥραν.

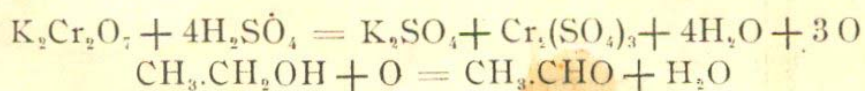
Ἐπειδὴ ἡ ἀλδεύδη δὲν δύναται νὰ χωρισθῇ τοῦ αἰθέρος διὰ κλασματικῆς ἀποστάξεως, μετατρέπεται εἰς τὴν κρυσταλλικὴν **ἀλδεύδαμμωνίαν**, διὰ διοχετεύσεως εἰς τὸ αἰθερικὸν διάλυμα αὐτῆς ξηρᾶς ἀμμωνίας: ὑπὸ καλὴν ψύξιν. Τὸ διάλυμα φέρεται ἐν ποτηρίῳ καὶ καλύπτεται διὰ διατροῆτου ὑάλου, ἐν ᾧ ὡς σωλὴν διοχετεύσεως τῆς ἀμμωνίας χρησιμοποιεῖται εὐρὺς ὑάλινος σωλὴν (κάλλιον ἐϋθὺς σωλὴν  $\text{CaCl}_2$ ) πρὸς ἀποφυγὴν ἐμφράξεως ἐκ τῶν ἀποβαλλομένων κρυστάλλων.

Πρὸς παρασκευὴν ἀερίου ἀμμωνίας θερμαίνεται ἐν φιάλῃ μετ' ἀσφαλίστικου σωλῆνος (σχ. 13) διὰ μικρᾶς φλογὸς ὅσῳ τὸ δυνατόν πυκνότερον διάλυμα αὐτῆς καὶ διοχετεύεται τὸ παραγόμενον ἀέριον διὰ ξηραντηρίου πύργου, ἐντὸς τοῦ ὁποίου εὐρίσκεται νατράσβεστος μετὰ τεμαχιδίων  $\text{KOH}$ . Ἡ διοχέτευσις τῆς ἀμμωνίας διαρκεῖ μέχρις οὗ μικρὸν μέρος τοῦ ὑγροῦ, φερόμενον ἐντὸς δοκιμαστικοῦ σωλῆνος, διὰ



νέας διοχετεύσεως ἀμμωνίας δὲν ἀποβάλλει πλέον κρυστάλλους. Μετὰ μίαν ὥραν διηθεῖται ἢ ἀποβληθεῖσα ἀλδεϋδαμμωνία, ἢ ὁποία ἀφαιρεῖται ἐκ τῶν παρειῶν τοῦ δοχείου καὶ ἐκ τοῦ σωλῆνος τῆ βοηθεία μαχαιριδίου ἢ σπαθίδος, δι' ἀπορροφητικῆς ἀντλίας, ἐκπλύνεται δι' ὀλίγου αἰθέρος καὶ ἀφίεται πρὸς ξήρανσιν ἐντὸς ξηραντήρος διὰ θεικοῦ ὀξέος ἐπὶ διηθητικοῦ χάρτου.

Πρὸς παρασκευὴν *καθαρᾶς ἀλδεϋδης* διαλύονται 25 γρ. ἀλδεϋδαμμωνίας εἰς 25 κ. ἑ. ὕδατος, προστίθεται ψυχθὲν μίγμα 30 κ. ἑ. πυκνοῦ θεικοῦ ὀξέος καὶ 40 κ. ἑ. ὕδατος καὶ τὸ μίγμα ἀποστάζεται ἐπὶ τοῦ ἀτμολούτρου. Ὡς ὑποδοχεὺς χρησιμεύει φιάλη διηθήσεως διὰ κενοῦ συνδεομένη μετὰ τοῦ ψυκτῆρος διὰ πώματος καὶ εὐρισκομένη ἐντὸς ψυκτικοῦ μίγματος πάγου καὶ ἄλατος. Βαθμὸς ζέσεως τῆς ἀκεταλδεϋδης 21°. Τὸ παρασκεύασμα ξηραίνεται διὰ CaCl<sub>2</sub> καὶ ἀποστάζεται ἐκ νέου.



#### 14. ΑΙΘΥΛΕΝΟΒΡΩΜΙΔΙΟΝ

Πρόσφατον καί, εἰ δυνατόν, θερμὸν εἰσέτι μίγμα 25 γρ. (30 κ. ἑ.) ἀλκοόλης καὶ 150 γρ. (90 κ. ἑ.) πυκνοῦ H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> φέρεται ἐντὸς φιάλης περιεκτικότητος 2 λίτρων περίπου καὶ προστίθενται περὶ τὰ 60 γρ. ἄμμου πλυθείσης προηγουμένως καλῶς διὰ HCl, ὥστε ν' ἀπαλλαγῆ τῶν ἀνθρακικῶν ἀλάτων. Τὸ μίγμα θερμαίνεται μετὰ προσοχῆς καὶ *ὄχι πολὺ ἰσχυρὰ* (εἰς 160°) ἐπὶ πλέγματος ἐξ ἀμιάντου ἢ ἐπ' ἀμμολούτρου. Ἡ φιάλη πωματίζεται καλῶς διὰ πώματος τριῶν διατρήτου, διὰ τῆς μιᾶς ὀπῆς τοῦ ὁποίου διέρχεται θερμομέτρον βυθιζόμενον ἐντὸς τοῦ ὑγροῦ, διὰ τῆς ἑτέρας σταγονομετρικὸν χωνίον, τοῦ ὁποίου ὁ σωλὴν στενοῦται εἰς τὸ ἄκρον, διὰ δὲ τῆς τρίτης σωλὴν συνδεόμενος πρὸς τοὺς ὑποδοχεῖς (Σχ. 14). Ὄταν ἀρχίσῃ ζωηρὰ παραγωγή αἰθυλενίου, ἀφίεται νὰ στάζῃ ἐκ τοῦ σταγονομετρικοῦ χωνίου μίγμα 150 γρ. (190 κ. ἑ.) ἀλκοόλης καὶ 300 γρ. (170 κ. ἑ.) πυκνοῦ H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> τόσον ταχέως, ὥστε νὰ ἐκλύεται σταθερῶς ἀέριον ἄνευ ἀναβρασμοῦ. Κατὰ τὴν προσθήκην τοῦ μίγματος αἰθέρος-ὀξέος εἰς τὴν φιάλην συμβαίνει συχνὰ ὥστε τὸ ἐκλυόμενον ἀέριον νὰ μὴ διέρχεται διὰ τῶν πλυντριδων, ἀλλὰ νὰ ἐξέρχεται διὰ τοῦ σταγονομετρικοῦ χωνίου, εὐρίσκον μικροτέραν πίεσιν. Τοῦτο ἀποφεύγομεν φροντίζοντες ὥστε πρὸ τῆς συνδέσεως τῆς συσκευῆς νὰ πληρωθῇ τελείως ὁ σωλὴν τοῦ σταγονομετρικοῦ χωνίου διὰ τοῦ