Schon während der Schichtung wird mit Eiswasser gekühlt und auch während der nächsten 5 bis 8 Tage, in denen das Gemisch homogen wasserhell wird, bleiben die Zylinder unter Kühlung fließenden Wassers. Die Reaktion verläuft dadurch langsamer und die ansteigend bessere Ausbeute (siehe folgende Tabelle) ist auf längeres Stehenlassen und fortgesetzte Kühlung zurückzuführen. Nun befreit man das Gemisch von den flüchtigen Oxydationsprodukten durch Eindampfen im Vakuum bis zur Trockene. Dadurch erhält man einen schneeweißen, kristallähnlichen Kuchen, der in kaltem Wasser langsam löslich ist und mit wenig Wasser aufgenommen wird. Jetzt wird mit $CaCO_3$ gefällt und filtriert, das Filtrat auf 300 bis 400 cm^3 eingeengt. Die in Lösung gebliebenen Kalksalze wurden mit absolutem Alkohol ausgeschieden und durch Absaugen mit der Pumpe filtriert. Das Filtrat wird im Vakuum von Alkohol und Wasser befreit und es bleibt ein weißes (mit schwachem Stich ins Grüne) Glyoxal zurück. Dieses Glyoxal ist noch mit Kalksalzen verunreinigt. Zur Entfernung derselben dürfte es sich empfehlen, das Glyoxal in warmen Alkohol aufzunehmen, wobei voraussichtlich das Glyoxal in Lösung ginge, während die Salze zurückblieben. Die Ausbeute an Glyoxal stellte sich in den verschiedenen Ansätzen derart:

	Angewandter Paraldehyd	Erhaltenes Glyoxal	Berechnet auf 100 Teile Aldehyd
I.	225 *g*	27 *g*	12 %
II.	225	36	16
III.	225	33	14·7
IV.	225	45	20
V.	450	102	23
VI.	400	110	27·5

Das so gewonnene Glyoxal ist in heißem Wasser leicht, in kaltem langsam löslich; in Äther ist es unlöslich, in absolutem Alkohol nur schwer löslich, leichter im warmen Alkohol.