



普通高等教育“十二五”规划教材

叶彦春 郭燕文 黄学斌 主编



有机化学实验

(第2版)

YOUJI HUAXUE SHIYAN



北京理工大学出版社

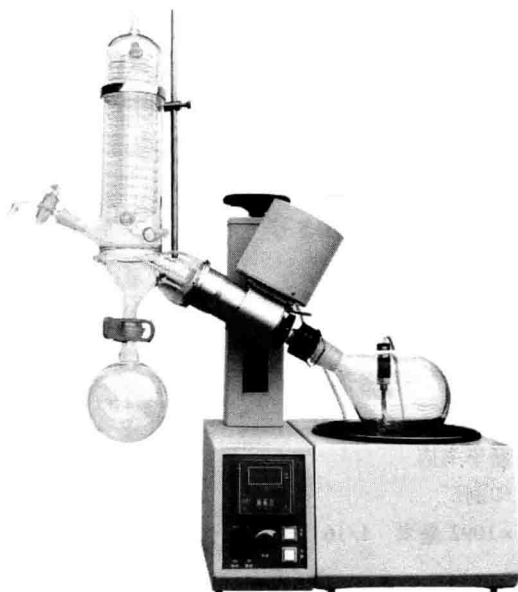
BEIJING INSTITUTE OF TECHNOLOGY PRESS

普通高等教育“十二五”规划教材

有机化学实验

(第2版)

叶彦春 郭燕文 黄学斌 主编



 **北京理工大学出版社**
BEIJING INSTITUTE OF TECHNOLOGY PRESS

内 容 简 介

本书是根据教育部审定的高等学校化学学科化学实验基本教学内容编写。

全书共四章：第一章有机化学实验的一般知识；第二章有机化学实验的基本操作，介绍了物理常数测定、化合物分离提取技术、波谱技术、无水无氧操作等实验技术；第三章基本操作训练，包括 11 个实验，主要训练基本实验技术；第四章有机化合物的合成及提取，列入了 37 个实验，涉及有机化学中有代表性的典型反应。本书以基础实验为主，也介绍了近年来新的合成方法和技术。书末附有一些常用的数据表及有关知识。

本书可作为化学、生命科学、环境科学、高分子材料等专业的教材，也可供从事有机化学实验的科研人员参考。

版权专有 侵权必究

图书在版编目 (CIP) 数据

有机化学实验 / 叶彦春, 郭燕文, 黄学斌主编. —2 版. —北京:
北京理工大学出版社, 2014. 2
ISBN 978 - 7 - 5640 - 8818 - 7

I. ①有… II. ①叶… ②郭… ③黄… III. ①有机化学 - 化学实
验 - 高等学校 - 教材 IV. ①O62 - 33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2014) 第 017043 号

出版发行 / 北京理工大学出版社有限责任公司

社 址 / 北京市海淀区中关村南大街 5 号

邮 编 / 100081

电 话 / (010)68914775(总编室)

82562903(教材售后服务热线)

68948351(其他图书服务热线)

网 址 / <http://www.bitpress.com.cn>

经 销 / 全国各地新华书店

印 刷 / 北京地质印刷厂

开 本 / 787 毫米 × 1092 毫米 1/16

印 张 / 10.5

字 数 / 244 千字

版 次 / 2014 年 2 月第 2 版 2014 年 2 月第 1 次印刷

定 价 / 26.00 元



责任编辑 / 张慧峰

文案编辑 / 张慧峰

责任校对 / 周瑞红

责任印制 / 李志强

图书出现印装质量问题, 请拨打售后服务热线, 本社负责调换

前言

有机化学实验是化学、化工、环境、生命技术、材料科学等专业本科生重要的基础课之一。实验课不仅能使学生进一步理解掌握关于有机化学理论知识，更重要的是，通过实验，可以培养学生的实践能力与创新精神，使学生了解有机化学及有机化学实验的精髓，为他们日后拓展知识和学习新技术奠定基础。

《有机化学实验》第一版已由我校数届学生使用。根据教材的使用情况，我们在第一版的基础上，做了适当的调整。

1. 修正了第一版中的一些错误；
2. 根据现在实验室实验仪器装置的改善，对一些实验的操作细节进行了调整，如加热方式等；
3. 调整了第1、2章目录的编排方式，更利于读者尽快找到所需要的章节；
4. 第3章所列的实验仍然是单项基本操作技术的训练，增加了减压蒸馏单项训练；
5. 第4章实验内容是有机化合物的制备及提取，在第一版的基础上增加了 Knoevenagel 反应并与羟醛缩合、Claisen 酯缩合反应、Perkin 反应归纳为缩合反应，便于读者比较各类反应的异同。在 Friedel-Crafts 反应中增加了乙酰二茂铁的合成及精制。

一些国内外较新的文献、文摘、手册、词典和红外光谱、核磁共振谱图集的查阅方法、常用试剂的性质及对健康和环境的影响以及一些常用溶剂的纯化方法、常用溶剂的理化性质在本次修订中仍然保留，以供读者和学生们查阅参考。

由于编者水平有限，本书的不当之处在所难免，恳请读者批评指正。

编者
2014 年 2 月

目 录

第1章 有机化学实验的一般知识	(1)
1.1 有机化学实验室的安全	(1)
1.1.1 实验室的一般注意事项	(1)
1.1.2 事故的预防与处理	(1)
1.2 有机化学实验常用玻璃仪器简介	(3)
1.2.1 常用玻璃仪器	(3)
1.2.2 玻璃仪器的清洗与干燥	(8)
1.2.3 玻璃仪器塞子的配置和钻孔	(9)
1.2.4 实验室中的金属器具	(9)
1.2.5 仪器装置的安装	(10)
1.3 有机化学实验常用的其他仪器设备	(11)
1.3.1 循环水多用真空泵	(11)
1.3.2 油泵	(11)
1.3.3 气流烘干机	(12)
1.3.4 旋转蒸发仪	(12)
1.3.5 电动搅拌器	(12)
1.3.6 电磁搅拌器	(13)
1.3.7 电热套	(13)
1.4 有机化学实验常用溶剂	(13)
1.4.1 烃类化合物	(14)
1.4.2 卤代烃类	(14)
1.4.3 芳香化合物	(15)
1.4.4 醇类	(15)
1.4.5 醚类	(15)
1.4.6 非质子极性溶剂	(15)
1.5 实验预习、记录和实验报告	(16)
1.5.1 实验预习	(16)
1.5.2 实验记录	(16)
1.5.3 实验报告	(16)
1.5.4 实验产率的计算	(17)
1.6 有机化学实验室常用的工具书	(18)
1.6.1 期刊	(18)



1.6.2 手册与丛书	(18)
1.6.3 文摘索引期刊	(20)
1.6.4 网络检索	(20)
第2章 有机化学实验的基本操作	(23)
2.1 简单玻璃工操作	(23)
2.1.1 玻璃管(棒)的清洗、干燥和切割	(23)
2.1.2 玻璃管(棒)的切割	(23)
2.1.3 弯玻璃管	(24)
2.1.4 拉毛细管	(24)
2.1.5 玻璃沸石	(25)
2.1.6 玻璃钉	(25)
2.2 有机化学实验常用的仪器装置及基本操作技术	(25)
2.2.1 加热和冷却	(25)
2.2.2 回流	(26)
2.2.3 搅拌	(27)
2.2.4 气体吸收	(28)
2.2.5 向反应混合物中加入反应试剂	(28)
2.2.6 无水无氧操作	(29)
2.3 物理常数的测定	(33)
2.3.1 熔点的测定及温度计的校正	(33)
2.3.2 沸点及其测定	(35)
2.3.3 液体化合物折射率的测定	(36)
2.4 有机化合物的分离和提纯	(38)
2.4.1 重结晶及过滤	(38)
2.4.2 常压蒸馏	(42)
2.4.3 分馏	(45)
2.4.4 水蒸气蒸馏	(47)
2.4.5 减压蒸馏	(49)
2.4.6 萃取和洗涤	(52)
2.4.7 干燥和干燥剂	(58)
2.5 色谱分离技术	(63)
2.5.1 薄层色谱	(63)
2.5.2 柱色谱	(66)
2.5.3 气相色谱	(68)
2.5.4 高压液相色谱	(70)
2.6 波谱技术	(71)



2.6.1 红外光谱	(71)
2.6.2 核磁共振谱	(75)
第3章 基本操作训练	(78)
实验一 简单玻璃工操作	(78)
实验二 熔点的测定	(78)
实验三 苯甲酸的重结晶	(79)
实验四 乙酰苯胺的重结晶	(81)
实验五 萘的重结晶	(82)
实验六 有色水溶液的蒸馏	(82)
实验七 工业乙醇的蒸馏	(82)
实验八 乙酸乙酯和乙酸正丁酯混合物的分离	(83)
实验九 橙皮中提取柠檬烯	(84)
实验十 硝基苯胺的薄层分离	(84)
实验十一 乙酸乙酯和乙酰乙酸乙酯混合物的分离	(85)
第4章 有机化合物的合成及提取	(86)
4.1 烯烃的制备	(86)
实验十二 环己烯的制备	(86)
4.2 卤代烃的制备	(88)
实验十三 溴乙烷的合成	(88)
实验十四 正溴丁烷的合成	(90)
实验十五 溴苯的合成	(91)
4.3 醇的制备——Grignard 反应	(92)
实验十六 三苯甲醇的合成	(93)
实验十七 2-甲基-2-己醇的合成	(94)
4.4 氧化反应	(95)
实验十八 环己酮的合成	(96)
实验十九 己二酸的合成	(97)
4.5 酯化反应	(98)
实验二十 乙酸乙酯的合成	(99)
实验二十一 乙酸异戊酯的合成	(101)
实验二十二 乙酰水杨酸的合成	(101)
实验二十三 乙酸正丁酯的合成	(102)
4.6 缩合反应	(103)
4.6.1 羟醛缩合	(103)
实验二十四 苯叉丙酮的合成	(103)



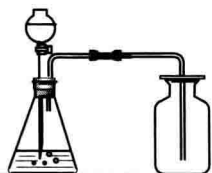
4.6.2 Perkin 反应	(105)
实验二十五 肉桂酸的合成	(105)
4.6.3 Knoevenagel 反应	(106)
实验二十六 香豆素-3-羧酸的合成	(106)
4.6.4 酯缩合反应	(107)
实验二十七 乙酰乙酸乙酯的合成	(107)
实验二十八 4-苯基-2-丁酮及其亚硫酸氢钠加成物	(109)
4.7 硝化反应	(111)
实验二十九 硝基苯的合成	(111)
实验三十 乙酰苯胺的合成	(112)
实验三十一 对硝基苯胺的合成	(113)
4.8 重氮化反应及应用	(114)
实验三十二 对氯甲苯的合成	(115)
实验三十三 碘苯的合成	(117)
实验三十四 甲基橙的合成	(118)
4.9 偶氮苯的光异构化	(119)
实验三十五 偶氮苯的合成及光异构化反应	(119)
4.10 Friedel-Crafts 反应	(120)
实验三十六 苯乙酮的合成	(120)
实验三十七 对甲苯乙酮的合成	(122)
实验三十八 乙酰二茂铁的合成及精制	(125)
4.11 Diels-Alder 反应	(126)
实验三十九 双环 [2.2.1] -2-庚烯-5,6-二酸酐	(126)
4.12 Wittig 反应	(127)
实验四十 1,2-二苯乙烯的合成	(127)
4.13 Cannizzaro 反应	(128)
实验四十一 苯甲醇和苯甲酸的制备	(129)
4.14 Skraup 反应	(130)
实验四十二 喹啉的合成	(130)
4.15 相转移催化反应	(131)
实验四十三 相转移催化合成——7,7-二氯双环 [4.1.0] 庚烷	(132)
4.16 生物有机合成	(133)
实验四十四 安息香的辅酶合成	(134)
4.17 天然化合物的提取	(135)
实验四十五 茶叶中提取咖啡因	(135)
实验四十六 菠菜叶色素的柱色谱分离	(136)
4.18 微波辐射合成	(137)



实验四十七 2-甲基苯并咪唑	(138)
4.19 有机电解合成	(139)
实验四十八 碘仿的合成	(140)
附录	(141)
一、常用酸碱溶液相对密度及质量分数表	(141)
二、常用酸碱的相对分子量及浓度	(146)
三、压力单位对照	(146)
四、常用有机溶剂的纯化	(147)
五、常用有机溶剂中、英文对照及性质表	(151)
六、常见有机化合物的物理常数	(154)
七、锂、钠和钾的使用及处理	(154)
参考文献	(156)

第1章

有机化学实验的一般知识



1.1 有机化学实验室的安全

注意：在进行有机化学实验前必须熟读本节内容。

1.1.1 实验室的一般注意事项

进行有机化学实验必须高度重视实验室的安全问题。在有机化学实验中经常使用各种易燃、易爆、有毒或有腐蚀性的溶剂和试剂，使用不当会发生着火、爆炸、中毒、烧伤、灼伤等事故。此外，电气设备、玻璃器皿、煤气等的使用或处理不当也会发生事故。但只要实验者重视安全，认真掌握基本操作，严格执行操作规程，实验时注意力集中，加强安全措施，就能有效地预防事故的发生。因此，对下列事项必须高度重视。

(1) 实验前必须做好预习，按要求写好实验预习报告，了解实验中所用药品的性能及危害，对实验中的操作做到心中有数。

(2) 实验开始前应仔细检查仪器是否完整无损，装置是否正确妥当。特别注意蒸馏、回流时，体系一定要和大气接通。

(3) 实验进行时不能擅自离开，应该经常注意仪器有无漏气、破裂，反应进行是否正常。

(4) 易燃、易挥发物品，不得放在敞口容器中加热，存放时应随时盖上塞子。

(5) 实验中所用药品，不得随意散失、遗弃。不能混淆各种药品的瓶盖或瓶塞。实验产品应放到回收瓶中。

(6) 严禁在实验室吸烟、喝水、进食，保持实验室的整洁与安静。

(7) 熟悉实验室安全用具如灭火器、砂箱等的放置地点和使用方法。若发生意外，不要惊慌，采取必要应急措施，并报告老师处理。

(8) 实验结束后，妥善关闭水、电、煤气，及时认真洗手。

1.1.2 事故的预防与处理

1. 火灾、爆炸的预防

(1) 防火的基本原则是使火源与易燃药品尽可能离得远些，采取种种措施防止有机溶



剂的蒸气外逸,有些有机蒸气相对密度较空气大,若蒸气外逸会沿桌面或地面漂移至较远处,或沉积在低洼处,遇火即会引起燃烧或爆炸。下列情况应特别注意:

- 盛有易燃溶剂的容器不得靠近火源。
- 在反应中添加或转移易燃有机溶剂时,应暂时熄灭或远离火源。倾倒后应立即把溶剂瓶盖盖好。
- 切勿用敞口容器存放、加热或蒸除有机溶剂,更不能将易燃溶剂倒入废物缸。
- 回流或蒸馏液体时,必须防止暴沸,保持冷凝水通畅。不能在过热溶剂中加沸石或活性炭,否则会导致液体迅速沸腾,冲出瓶外而引起火灾。
- 蒸馏易燃有机溶剂时,接液管支管应与橡皮管相连,把余气通入水槽或大气。
- (2) 在常压操作时,切忌组成密闭体系,全套装置应有与大气相通之处。
- (3) 减压蒸馏时,应使用圆底烧瓶或梨形瓶,不可用锥形瓶,否则会发生炸裂。
- (4) 某些类型的有机化合物如叠氮化物、炔类化合物、过氧化物、干燥的重氮盐、硝酸酯、多硝基化合物等,具有爆炸性,须严格按照操作规程进行实验。
- 醚类化合物久置会出现易爆炸的过氧化物,需经特殊处理才能应用。蒸馏这类化合物时,切忌蒸干。
- 金属钠、氢化铝锂等在使用时切勿遇水,它们遇水会剧烈燃烧爆炸。
- (5) 万一发生火灾的紧急处理。一旦发生火灾,不要惊慌,首先熄灭火源,切断电源,移开附近的易燃物质。根据情况做如下处理:
 - 少量溶剂(几毫升)着火,切勿用嘴去吹,可用湿布盖灭。烧瓶内的溶剂着火可用石棉网或湿布盖熄。其他小火也可用湿布或黄沙盖熄。
 - 火势较大时,对于有机溶剂、油浴等的着火,千万别用水浇,应立即用灭火器,从火的周围开始向中间喷射。
 - 衣服着火,切勿奔跑。用厚外衣或防火毯裹紧熄灭或用水扑灭。

2. 预防中毒

许多化合物对人体有不同程度的毒害,在未真正了解一化合物的性质以前,处理时应作为有毒物质对待。

- (1) 妥善保管,不许乱丢乱放。称量时不要沾污其他地方,用过的器皿应及时清洗。
- (2) 切勿让毒品接触五官或伤口,对于有些药品应戴手套操作。
- (3) 尽量少接触各种有机物质的蒸气,特别是有毒物质的蒸气。

3. 其他事故的预防与处理

- (1) 在使用电气设备时,应注意插座、电线等是否完好,不要用湿手或手握湿物接触电源插头。
- (2) 切割玻璃管或玻璃棒时,应注意将切口处锉好,以防折断时割伤。把温度计、玻璃棒、玻璃管插入橡皮塞时,应注意两手不要距离太远,防止玻璃折断而割伤。
- (3) 试剂灼伤的处理。
 - 酸:立即用大量水冲洗,再以3%~5%碳酸氢钠溶液洗,最后水洗。
 - 碱:立即用大量水冲洗,再以2%醋酸洗,最后用水洗。
 - 溴:立即用大量水洗,再用酒精擦至无溴液为止,然后涂上甘油或烫伤膏。



4. 有毒废物的处理

无论是考虑到整个社会环境的污染问题，还是实验室小环境的污染，实验中产生的废物的处理都是至关重要的。

有机实验室中的固体废物一般包括沸石、火柴梗、活性炭、干燥剂、色谱用固定相（如硅胶等）、用过的滤纸、打破的仪器等。如果确定没有有毒的物质附着在上面，可以作为无毒的废物处理。如果滤纸或硅胶等粘有毒或有腐蚀性的物质，不要随意扔掉，经教师指导处理后再扔掉。

切记不要随意将实验室的水溶液倒入水槽中。在处理废水溶液之前，一定要确定溶液体系没有酸性、碱性或者有毒的物质。对于酸碱物质可以在倾倒前中和至中性。若存在有毒物质，则应暂时收起来等待进一步的处理。

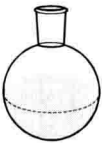
有机溶剂是有机化学实验室里最常用到的，关于有机溶剂的处理也是实验室废物处理的一个主要问题。有机溶剂通常都是易燃、易爆物，如果不妥善处理，会引起事故的发生。**切忌将有机溶剂随意倒入水槽中，应当将溶剂倒入指定的回收容器中。**实验室一般应准备两个溶剂回收器，一个用来盛放烃类及不含有氯的溶剂，另一个则用来装含氯的溶剂。如果容器已满，应当向教师报告，不要随意将废液倒入水槽中。

1.2 有机化学实验常用玻璃仪器简介

1.2.1 常用玻璃仪器

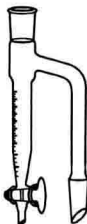
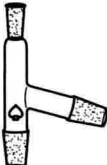
表1-1列出了有机化学常用玻璃仪器的用途。

表1-1 有机化学实验常用玻璃仪器的用途

仪器名称		应用范围	备 注
单口圆底烧瓶 round-bottom flask		用于反应、回流加热及蒸馏	
三口圆底烧瓶 three-neck round-bottom flask		用于反应，各个瓶口分别安装搅拌棒、回流冷凝管、滴液漏斗及温度计等	
二口圆底烧瓶 two-neck round-bottom flask			



续表

仪器名称		应用范围	备 注
梨形瓶 pear-shaped flask		一般用于减压系统, 如减压蒸馏、旋转蒸发等	
球形冷凝管 reflux condenser		回流时的冷凝管	
直形冷凝管 west condenser		用于蒸馏的冷凝管	
空气冷凝管 air-cooled condenser		当被蒸馏的液体沸点高于 140 °C 时, 用空气冷凝管	
分馏柱 fractionating column		用于分馏多组分化合物	
水分分离器 trap for water		用于反应中需要及时除去水的体系	
蒸馏头 distillation head		用于蒸馏, 与圆底烧瓶等容器连接	

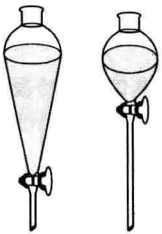
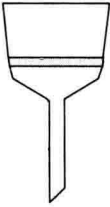


续表

仪器名称		应用范围	备注
接收管 adapter		用于常压蒸馏，与冷凝管相连	
克氏蒸馏头 claisen head		用于减压蒸馏，与圆底或梨形烧瓶连接	
单口接收管 vacuum adapter		用于减压蒸馏、常压蒸馏，与冷凝管相连	
三叉燕尾管 swallowtail-shaped vacuum adapter		用于减压蒸馏，与冷凝管相连	
滴液漏斗 addition funnel		用于向反应体系滴加液体	活塞处要涂凡士林，盛碱性溶液后要充分洗干净
恒压滴液漏斗 pressure-equalized addition funnel		向反应体系内滴加液体，尤其是反应体系有一定压力，用此漏斗可以顺利滴加	



续表

仪器名称		应用范围	备注
分液漏斗 separatory funnel		用于溶液的萃取及分离	活塞处要涂凡士林, 分离碱性溶液后要充分洗干净
吸滤瓶 filter flask		用于减压过滤	瓶壁较厚, 切勿用火直接加热
布氏漏斗 büchner funnel		用于减压过滤	
吸滤试管 filter tube		用于微量、半微量固体的减压过滤	
吸滤漏斗 hirsch funnel		用于微量、半微量固体的减压过滤	
漏斗 funnel		用于常压过滤	
短颈漏斗 (固体漏斗) powder funnel		用于向体系中加固体	



续表

仪器名称		应用范围	备注
干燥管 drying tube		内装干燥剂，在无水反应体系中，用来隔绝大气中的水汽	U形、弯形两种
锥形瓶 erlemeyer flask		用于储存液体、混合溶液及加热少量液体	不能用于减压蒸馏
烧杯 beaker		用于溶液混合及转移，有时也用来加热或浓缩水溶液	不能用来直接加热易燃、易爆的有机液体
提勒管 (b形管) thiele tube		用于测熔点	内装浓硫酸、硅油、石蜡油等
量筒 graduated cylinder		用于量取液体	不能用火加热，不能用强碱性洗液洗涤
Y形管 Y-tube		磨口仪器连接管	
磨口塞 (空心塞) stopper		磨口容器的塞子	14#、19#、24#等规格
变口塞 reduction/ expansion adapter		两个容器的接口不相配时，用变口塞连接	



使用玻璃仪器应注意以下事项:

- 轻拿轻放, 并应握在适当位置, 避免折断。
- 除试管外, 其他玻璃仪器都不能直接加热, 以防炸裂。厚壁玻璃器皿如吸滤瓶不耐热, 不能直接加热。
- 广口容器(如烧杯)不能用以存放有机溶剂, 以防溶剂挥发而造成火灾。
- 温度计用后要缓慢冷却, 不可直接用水冲洗, 以防炸裂。不能把温度计当搅棒使用。不能用于测量超过其刻度范围的温度。

• 带活塞的仪器使用时应在活塞上涂一层薄薄的凡士林, 以免漏液。使用后洗净, 并在活塞与磨口间垫上纸片, 以免久塞后黏住。不要把活塞塞好后放入烘箱内干燥, 这样取出后常会黏住。

现在有机化学实验室中, 标准口玻璃仪器的使用已十分普遍。这样可以免去配塞和打孔等步骤, 又可避免软木塞或橡皮塞污染反应物或产物。由于仪器容量大小和用途不同, 有各种不同规格型号的标准口。常用的标准磨口的型号有 10, 14, 19, 24, 29 等, 它表示磨砂口最大端直径的毫米数。相同型号的内外磨口可以紧密相连。不同型号的可借助磨口接头相连。使用标准口仪器应注意以下几点:

(1) 磨口必须清洁, 不粘着固体杂物, 否则磨口对接不紧密, 导致漏气。硬的固体颗粒还易损坏磨口。

(2) 用后立即拆卸清洗。若长时间连接放置, 可能会导致连接处粘连, 不易拆开。

(3) 一般使用时, 不必在磨口处涂抹凡士林, 以免污染反应物或产物。但当反应中使用强碱或加热时, 则应涂抹少量凡士林等润滑剂, 以免因碱性腐蚀或高温作用使磨口粘连, 无法拆开。减压蒸馏时, 磨口应涂真空脂, 防止漏气。

(4) 安装仪器时, 磨口对接角度要合适, 否则磨口会因倾斜应力的作用而破裂。

(5) 分液漏斗、滴液漏斗等有磨口活塞的仪器, 长时间不用时, 其活塞处应垫张纸条, 防止粘连; 分离无碱性液体, 应及时将活塞洗涤清理, 以免活塞粘连。

1.2.2 玻璃仪器的清洗与干燥

使用清洁的仪器是实验成功的先决条件, 也是一个化学工作者必备的良好素质。仪器用完后应立即清洗。其方法是: 反应结束后, 趁热将仪器磨口连接处打开, 将瓶内残液倒入废液缸。用毛刷蘸少许清洁剂洗刷器皿的内部和外部, 再用清水冲洗干净。注意不要让毛刷的铁丝摩擦磨口。这样清洗的仪器可供一般实验使用, 若需要精制产品或供分析使用, 则还需用蒸馏水摇洗几次, 洗去自来水带入的杂质。

遇到难以清洗的残留物时, 根据其性质用适当溶液溶解。如果是碱性物质, 可用稀硫酸或稀盐酸溶液溶解; 若是酸性物质, 可用稀氢氧化钠溶液浸泡溶解。常用的比较有效的洗液及洗涤方法有:

(1) 铬酸洗液。这种洗液氧化能力很强, 对有机污垢破坏力很大, 可洗去炭化残渣等有机污垢。铬酸洗液的配制方法: 在一个 250 mL 烧杯中, 把 5 g $K_2Cr_2O_7$ 溶于 5 mL 水中, 然后边搅拌边慢慢加入浓硫酸 100 mL, 混合液温度逐渐升高到 $70\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 80\text{ }^{\circ}\text{C}$, 待混合液冷却至约 $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时, 倒入干燥的磨口严密的细口试剂瓶中保存。铬酸本身呈红棕色, 若经长期使用, 洗液变成绿色时, 表示已失效。