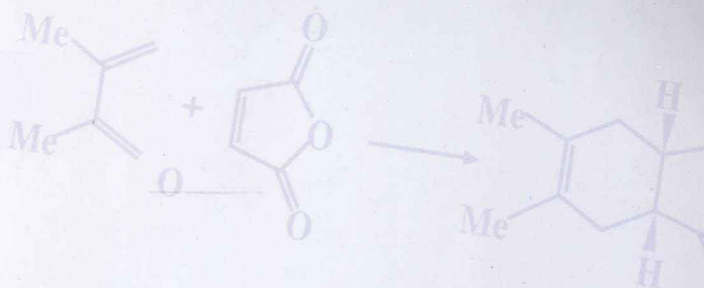


药学实验室用书



有机合成 实验方法

主编 张军良 郭燕文

基础理论+实例

全面介绍有机合成实验方法



中国医药科技出版社

药 学 实 验 室 用 书

YOUJIHECHENG
SHIYANFANGFA

有机合成 实验方法

主 编 张 军 良 郭 燕 文

中国医药科技出版社

内 容 提 要

本书为药理学实验室用书之一,介绍有机合成实验中涉及的方法和技术。内容包括有机合成实验室的安全知识、实验仪器设备、溶剂和试剂、实验技术、实验实施程序、产物结构分析以及有机化合物的合成实例等,重点讨论有机合成实验中遇到的单元操作,并介绍目前比较先进的专门实验技术,方法详细,图文并茂,实用性强。可供已有有机化学实验基础的高年级本科生、研究生及初级化学、药学科研工作者参考。

图书在版编目 (CIP) 数据

有机合成实验方法/张军良,郭燕文主编. —北京:中国医药科技出版社,2011.1
药理学实验室用书

ISBN 978 - 7 - 5067 - 4406 - 5

I. ①有… II. ①张… ②郭… III. ①有机合成 - 实验方法 IV. ①O621.3 - 33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2010) 第 213546 号

美术编辑 陈君杞 张 璐

版式设计 郭小平

出版 中国医药科技出版社

地址 北京市海淀区文慧园北路甲 22 号

邮编 100082

电话 发行: 010 - 62227427 邮购: 010 - 62236958

网址 [www. cmstp. com](http://www.cmstp.com)

规格 787 × 1092mm ¹/₁₆

印张 10 ¹/₂

字数 177 千字

版次 2011 年 1 月第 1 版

印次 2011 年 1 月第 1 次印刷

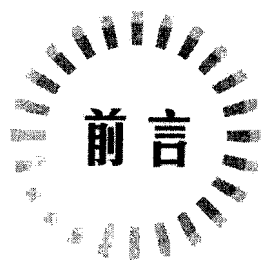
印刷 北京地泰德印刷有限责任公司

经销 全国各地新华书店

书号 ISBN 978 - 7 - 5067 - 4406 - 5

定价 19.00 元

本社图书如存在印装质量问题请与本社联系调换



有机合成作为一门实践性很强的学科，实验技术在其中的重要性是不言而喻的。一个好的合成设计思路，需要掌握了高超实验技术的工作者才能顺利实施。而国内目前的状况是，新毕业的大学生在理论方面较强，而实验方面很弱。尽管大学专业教学中也有实验技术的培训，但普遍存在学时较少，实验条件又有限的局面。虽然各类图书馆书架上有不少优秀的大学有机化学实验书籍，但适合初级科研工作者的实验指导用书很少。我们在本书中简明叙述了有机合成实验中涉及的最合理的、通用的操作方法及现代实验室操作技术，为已有有机化学及有机化学实验基础的高年级本科生、研究生及初级科研人员提供参考，这是我们编写本书的初衷，也是本书的价值所在。

书中第一章和第二章介绍了有机合成实验的安全事项和常用仪器设备。第三章和第四章为本书的重点部分，较详细地介绍了常规和专门的有机合成实验技术，这些技术覆盖了大多数有机合成实验所需要的仪器设备、操作方法和实验技巧。在第五章中涉及到有关溶剂和试剂处理的常见问题。在第六章中介绍了有机合成实验的一般操作程序。第七章对合成产物的鉴别和结构分析方法作了大致的介绍，重点讨论了各种物理常数的测定技术。最后第八章给出了若干制备实例，供学习参考。本书方法详细、图文并茂、实用性强。

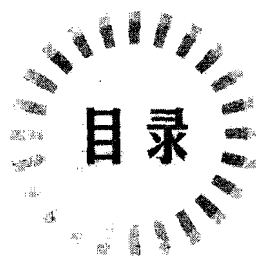
在编写本书过程中，我们参考了国外近期的一些有机合成实验技术资料，也利用了国内出版的一些经典书籍。在此向这些书的编著者和出版者表示深深的谢意。

如果本书可以给广大从事有机合成研究和教学的人们一点帮助的话，将是我们极大的荣耀。

由于作者业务水平有限，加之编写时间较为紧迫，疏漏和错误之处在所难免。恳请广大读者能提出宝贵意见。

编者

2010年6月



第一章 绪论	(1)
第一节 有机合成实验室的安全	(1)
第二节 事故的预防与紧急处理	(2)
第三节 仪器的清洗与干燥	(4)
第四节 实验废弃物的处置	(5)
第二章 有机合成实验的仪器和设备	(7)
第一节 标准磨口玻璃仪器	(7)
第二节 非磨口标准玻璃仪器	(14)
第三节 有机合成实验辅助工具	(18)
第三章 常规有机合成实验技术	(20)
第一节 称重和量取	(20)
第二节 搅拌	(23)
第三节 冷却、加热和回流	(26)
第四节 过滤和重结晶	(29)
第五节 常压简单蒸馏和分馏	(41)
第六节 减压蒸馏和分子蒸馏	(53)
第七节 水蒸气蒸馏	(64)
第八节 升华和冷冻干燥	(67)
第九节 提取和干燥	(69)
第四章 专门有机合成实验技术	(76)
第一节 催化氢化	(76)
第二节 臭氧化反应	(81)
第三节 液氨技术	(83)
第四节 惰性气体保护技术	(86)

第五节 加压反应	(96)
第六节 有机光合成技术	(100)
第七节 有机电合成技术	(103)
第八节 有机色谱技术	(106)
第五章 有机合成实验中的溶剂和试剂	(111)
第一节 溶剂	(111)
第二节 试剂	(117)
第六章 有机合成实验的一般操作程序	(120)
第一节 合成实验前的准备工作	(120)
第二节 实施合成实验	(121)
第三节 反应的监控和终止	(125)
第四节 反应的后处理	(126)
第七章 合成产物的鉴定和结构分析	(129)
第一节 光谱分析	(129)
第二节 元素分析	(130)
第三节 物理常数的测定	(131)
第四节 有机定性和定量分析	(148)
第五节 衍生物的制备	(149)
第八章 有机化合物制备实例	(152)
第一节 单个制备实验	(152)
第二节 序列合成实验	(157)
参考文献	(160)

第一章

绪 论

有机合成实验的目的是在实验室制备需要的有机化合物，并对其进行分离纯化和结构鉴定。本书介绍有关有机合成实验的技术及其应用。作为本书的绪论，我们首先讨论有机合成实验室的安全问题。安全问题之所以干系重大，是因为有机实验的对象为有机化合物，有机化合物的特点之一就是可燃性，有机实验所用的溶剂和试剂大多还具有易挥发性、刺激性及毒性，有的还容易爆炸，因此在有机合成实验室工作安全是第一重要的。

第一节 有机合成实验室的安全

尽管有机合成实验室存在着许多潜在的危险，然而，只要所有工作人员都保持足够的警惕性，实验室就不会是个危险场所。

一般说来，每一个有机合成实验室都有一位高资历的领导者，负责整个实验室的正常运行。但必须强调每个实验室工作人员都要认真进行实验操作，并遵守安全工作条例。所有工作人员都必须采取对工作高度负责的态度，避免任何导致自己和其他人危险的疏忽行为。与此同时，每个人在工作时还必须要留意周围的情况，了解他人或自己的实验有可能产生的任何危险结果。

为了保证人身安全，必须严格遵守下列安全条例。

(1) 在实验室内进行合成工作时，必须随时佩戴合格的防护眼镜，以避免眼睛受到伤害。

(2) 在实验室内必须穿着得当以避免化学灼烧。

(3) 当使用有毒的或刺激性化学品时，必须在通风橱内进行，以避免吸入有毒气体。

(4) 在有机合成实验室不要使用任何明火，在加热挥发性有机液体时要特别小心着火。

(5) 要正确地操作化学药品,不可将取出的试剂倒回原试剂瓶中以避免污染整瓶试剂。

(6) 了解实验中使用的化学品的性质,包括它们的物理性质和安全数据。

在实验室工作,保持整洁至关重要。有一种说法叫做“从实验台的外观可以反映出操作者的工作能力”。实际上保持工作台面的清洁和干燥并不困难,只要手头备有一套湿抹布和干抹布并及时擦抹即可。

要养成良好的操作习惯,在实验室中对于不是马上就要用到的仪器,应当置于实验台下的柜橱内,而对于必须放在实验台上的仪器,也一定要摆放整齐。使用过的器具,宜放置在远离工作区域的盆具之中,等待洗涤和归置。

不要将实验台之间的过道和周围区域用仪器或橱柜阻塞。地板必须随时保护整洁状态,避免人员滑倒或拌着。地面上不得有油污或水滴,也不允许有凸出物品。此外应当立即擦除地面或操作台上的任何溅出物。

除非有紧急情况,在实验室内必须避免跑动或其他任何匆忙的行动。不要在实验操作期间讲笑话,或者作出其他不负责任的行为,以免分散注意力。

实验事故常常是由于过于着急获得实验结果而引起的,因此,工作人员必须采取谨慎负责的态度对待工作。

第二节 事故的预防与紧急处理

对待实验事故就像对待疾病一样,指导思想应当是“预防为主”。只要认真做好准备工作,严格遵守安全条例,就可以避免绝大部分安全事故的发生。但是,一旦有安全事故发生,则一定要保持镇定,迅速弄清事故原因及严重程度,第一时间采取适当的对策。以下分类说明各类事故及处理方法。

一、火灾和烧伤

火灾是有机合成实验室可能发生的重大事故之一。俗话说“水火无情”,的确,万一发生大火,整个实验室的设施及材料包括试剂和产品会毁于一旦。火灾还会造成人员伤亡,危及公共安全,导致不可弥补的损失。

对付火灾的方针当然也是“预防为主”。包括事先了解灭火器材的位置及使用方法。灭火器材有灭火沙袋、灭火器和消防栓等。对于消防安全通道和消防淋浴的位置也要做到心中有数。

在有机合成实验中,最容易引起着火的是有机溶剂,因此,在加热处理这些有机溶剂的溶液时,一定要安装回流装置,以避免溶剂蒸气在空气中浓集。

有机合成实验室不允许使用明火的原因之一是由于火焰很容易点燃溅出的溶剂

或逸出的溶剂蒸气。裸露的电线以及继电器都会产生火花,因此在使用加热电器之前,一定要仔细检查设备情况,并且不要使用电热板直接加热挥发性溶剂。

无人看管的加热回流装置也是导致火灾发生的重点隐患,因为一旦回流冷却水停止供给,或者加热控温设施失灵,很容易使反应溶剂或油浴过热而使大量蒸气逸出,从而引起火灾。因此有机反应进行过程中必须要有人照看,或者搬至专门的“过夜实验室”中进行。

万一在实验室中发生着火燃烧事故,一定要保持镇定。如果火焰很大,浓烟滚滚,必须马上撤离至安全区域,并拨打119电话报警。遇到大火时,人员的生命安全是第一位的。如果发现刚刚起火,火焰很小,并且清楚是少量溶剂或可燃物着火,那么可以尝试马上用湿布、湿毛巾之类的工具将火源覆盖,使火焰缺氧而熄灭。注意一定要用湿透的布、毛巾或毯子,不然尚未等到火焰熄灭覆盖物自身就已升温燃烧了。用沙子撒在着火物上也是为了使燃烧物与空气隔绝。当油浴或电器着火,一定要先切断电源,再用灭火器把火焰扑灭。一旦不能马上控制火势的话,则必须立即撤离以保证人员安全,同时报警求助。

如果发生衣服着火,应该立即脱去着火的衣服,或者就地打滚使火焰熄灭,千万不要奔跑,以避免火焰随风势越烧越大。使用消防淋浴也可以灭火。一旦烧伤,要立即用冷水冷却5~10分钟。当大面积皮肤烧伤,可以用湿毛巾冷却,然后立即送往医院救治。

二、化学灼伤

当化学药品接触到皮肤或眼睛时,可能会发生化学灼伤或腐蚀。

作为预防措施,佩戴防护目镜和穿上棉布工作服,必要时戴上防护手套,可以有效地避免化学烧灼。

每当实验或操作很有可能发生危险时,建议使用安全挡板,也就是将操作者与反应装置用有机玻璃板或其他挡板隔开。而当实验中使用或产生有毒的试剂或气体时,必须戴上防毒面具。

万一有酸性、碱性或刺激性化学品溅到身上,应当立即用水冲洗。如果化学品只是溅到手上或手臂,用自来水就可冲洗干净;万一溅到腿上或身上,就需要使用安全淋浴喷头,即先脱去被化学品污染的衣服,然后用大量的水淋洗,以冲去有害物质。

当化学药品进入眼睛时,应当用缓慢的冷流水洗涤数分钟,待彻底冲净化学品后,立即到医院紧急处理。

三、割伤出血

有机合成实验前期准备工作中,在切割玻璃棒或玻璃管以及玻璃管插入或拔出

橡皮塞等操作时，容易发生割伤事故。

预防割伤的方法是避免使用蛮力，也就是说在切断或插拔玻璃管时是要控制力度，不要使用过大过猛的力气。力度控制需要一定的练习，经过训练有了手感之后，就能做到力度大小恰到好处，自如地进行操作。

另一个特别危险的情形是减压装置发生爆裂，导致严重的玻璃碎片划伤和化学药品灼伤。因此，为了安全起见，减压蒸馏（特别是高真空减压蒸馏）操作，一定要在挡板后面进行，必要时戴上防护头盔。真空干燥器也可能发生爆裂，最好为其套上布罩或皮罩以防万一。

割伤出血的基本处理方法是先将玻璃残片（或残渣）从伤口拔出，对伤口消毒后进行包扎处理。严重者去医院急救。注意无论在烧伤、割伤、化学灼烧或中毒事故中，伤者去医院途中一定要有专人陪护，以防止发生意外。

如果出血严重的话，一定要立即止血。可以用手指压住或把相应的动脉扎住，绷带包扎后立即拨打医疗急救电话求助。

四、中毒

化学药品可能通过吞入、吸入及渗透等方式进入人体内引起中毒。

在实验室中不要吃食物和饮水，以避免摄入有害物质。不要用嘴品尝任何化学试剂，也不要鼻子直接嗅闻化学品的的气味。要抱定“任何化学试剂都是有毒的”态度来处理它们。

有些脂溶性有机化合物如硝基苯可以渗透入皮肤吸收，也就是通过皮肤进入人体，因此合成操作时有必要佩戴橡皮手套。易挥发的有机液体或有害气体，要在通风橱或者通风良好的地方操作，以免大量吸入。对于氰化钾或三氧化二砷等剧毒的化学药品，更应该谨慎操作，不要使其接触到手或皮肤，称量和操作时勿使其散落，用完及时洗手洗脸，用过的器皿要及时适当地处置。

一旦吸入化学品，应该立即离开到空气新鲜的地方，用空气置换吸入的化学蒸气。如果已经吸入中毒，要把中毒者立即抬到通风处，让其躺下休息，并用保暖材料覆盖身体以保持体温。

假如吞入有害物质，第一处置应该吐出毒物，然后送医院救治。应当尽快向医生报告导致中毒的化学品种类以利于对症治疗。

第三节 仪器的清洗与干燥

玻璃仪器在每次使用之前应该是干净和干燥的。这就要求在每次使用之后，必须将脏仪器洗涤干净并晾干（或烘干）。

要养成及时清洗仪器的好习惯。如果知道玻璃仪器内容物的性质特点,便于针对性地选择洗涤方式。不然当脏仪器经长久放置,会变得非常难以洗涤干净,特别是当挥发性溶剂彻底挥发之后更是如此。

对于有机合成实验来说,使用的原料、试剂和溶剂多种多样,在反应及后处理中产生的产物也各有不同,因此可以说并没有一种普遍适用的洗涤试剂。“对症下药”是洗涤的基本原则。比如,如果烧瓶中的残留物为碱性物质,那么可以用稀盐酸或稀硫酸将其完全溶解;反过来,则可以用稀氢氧化钠溶液来溶解酸性残留物,然后用大量的水冲洗玻璃容器内壁。

如果已知残留物能溶解于某种有机溶剂,那么就可用该溶剂来溶解它,然后再用清水洗涤反应瓶。不过,产生的有机洗涤溶液必须倒入专门的废液桶中,而不能随手倒入下水道。

对于较厚的沉积物,如果处于刷子可以刷到的位置,就可用蘸有去污粉的刷子擦洗,也可以将去污粉倒入玻璃容器内加少量水或其他溶剂,然后用刷子来回擦拭,直至把污物除净。如果必要的话,可重复操作。

少量难以除去的有机残渣可用少量丙酮洗涤,在磨口接头处的润滑油可用乙醚或类似的非极性溶剂加以清除。不过用这些有机溶剂清洗时一定要注意安全操作。

对于碳黑状物质,可能需要用刷子蘸去污粉用力擦拭,而对于一般方法难以清洗的瓶子可尝试用 3mol/L 或 6mol/L 硝酸处理后再清洗。

在将所有有机化学品残渣适当地处理后,用肥皂水(或洗衣粉水)清洗所有玻璃器皿。

最后,清洗后的仪器都必须用蒸馏水漂洗干净,倒置晾干,或置于烤箱或气流烘干器上烘干。

总之,玻璃仪器一定要在用过之后立即清洗,根据脏物的性质采取对应的清洗方法。

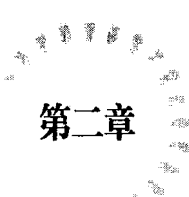
第四节 实验废弃物的处置

实验废弃物的处理越来越受到关注,是因为这个问题与环境保护和人类健康密切相关。

在实验结束后,必须妥善处置化学品。比如,酸碱水溶液要先中和,然后用水冲至下水道。废弃的卤化物和 非卤化物溶剂要分开放置,以便回收处理。有些专门的化学品需要采取特殊方法处置。过量的、不再使用的试剂及反应后的残余物,应立即分解或妥善处理。水银、铊或硒的化合物,应把残余物集中起来存放,或送交有关部门统一处理。

不要将实验废弃物堆积在实验室中，必须定期从实验室转移至适当的容器内，并做相应的处理。比如用不同的垃圾桶分装碎玻璃与固体易燃材料（如纸类或布类等废弃物）。无害的固体废弃物可置于垃圾桶中，应在每个垃圾桶上贴上清楚的标签。通过实验室工作人员的努力，可以有效地减少有毒有害化学品废弃物的数量，从而使后续处理更容易进行。

在任何情况下都不要将未处理的化学废弃物和不溶于水的有机溶剂倒入下水道中。各类实验废弃物的处理方法请参考有关资料。



第二章

有机合成实验的仪器和设备

有机合成实验的最显著的特点是大量使用标准磨口玻璃仪器。由于标准磨口仪器组装和操作方便，现已得到极其广泛的应用。除此以外，也经常使用一些非磨口玻璃仪器，如烧杯、量筒、漏斗等等。有机合成实验室像家庭厨房一样，除了玻璃容器之外，还要用到各种辅助工具，如各种铲勺、夹子、镊子以及铁架台等金属或非金属工具。

第一节 标准磨口玻璃仪器

之所以称为标准磨口玻璃仪器，是因为这些玻璃仪器上带有标准的可互换的磨口接头。这类玻璃仪器的最大特点就是仪器可以通过磨口接头互相衔接，装卸容易，使用方便，接头之间的连接密封性好。目前已为绝大部分研究性实验室和大学教学实验室普遍采用。

一、标准磨口接头

磨口玻璃接头分为锥形接头和球形接头。标准磨口玻璃仪器之间互相连接是依靠各仪器所带的接头和筒接大小匹配。

以锥形接头为例，工业化生产标准以接头直径的十分之一为标准锥度进行加工，使一个仪器所带的圆锥接头（cone）部分和另一个仪器所带的筒接（socket）部分能够吻合良好。

锥形接头的大小用数字代号表示，比如 14/23 代表接头的宽端内径为 14.5mm，磨口长度 23mm。而标准球形接头根据内径的大致尺寸代表，比如 S₃₅ 代表内径 34.925mm 的球形接头。

值得注意的是，不同国家有不同的接头生产标准，因此在订购进口的玻璃仪器时，需要了解其相互匹配性。

最普通的锥形接头如图 2-1 所示，上面部分称为圆锥接头，下面部分称为筒接。



图 2-1 锥形接头 (A)

图 2-2 的接头与图 2-1 类似，由于在筒接上带有强化玻璃带，因而大大增加了壁管的机械强度。



图 2-2 锥形接头 (B)

图 2-3 的接头带有玻璃钩，可以系橡皮筋。



图 2-3 锥形接头 (C)

图 2-4 的接头带有冷凝滴口。



图 2-4 锥形接头 (D)

图 2-5 的接头带有玻璃管，可以用作气体或蒸气导管。



图 2-5 锥形接头 (E)

球形接头及其夹子如图 2-6 所示。

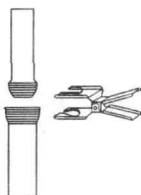


图 2-6 球形接头

专门的夹子用于使接头两半固定。

球形接头在磨口区域的接触面积相对较小，因此该接头不会产生较大的角向挠度。这样使得球形接头具有下列特点。第一，不会黏结或凝住；第二，能够赋予整个反应装置一定的柔顺性。与此相反，锥形接头往往容易发生粘连缺乏柔性，但锥形接头连接的装置比较坚固结实。

因此球形接头的主要用途，在于与锥形接头的配合使用，而不是取代后者。

图 2-7 为综合接头。综合接头可以在插入一个球形接头的同时，保留锥形接头的功能。

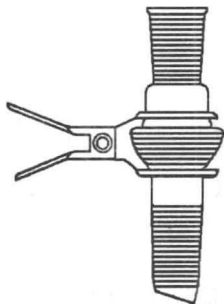


图 2-7 综合接头

磨口玻璃仪器与非磨口玻璃仪器相比具有不少优点，比如磨口接头匹配良好，密封紧密，省去了使用软木塞或橡皮塞过程中打孔安装等麻烦，可以大大节省操作时间。仅需使用件数较少的玻璃仪器便可进行大量常规的有机合成实验操作，而且由于磨口玻璃接头可为蒸气提供宽广的通道，易于气体流通散发，从而避免在剧烈反应中因气流不通畅而形成隐患，减少减压蒸馏中由于冷凝蒸气溢流的危险性。

磨口玻璃接头比较娇贵，需要小心保养和维护。注意磨口表面不要有渣粒和尘土，在贮藏不用时在磨口接头和活塞中插入窄纸条以防止轧伤和粘连。

由于磨口接头之间连接良好，一般在常压操作中并不需要涂抹润滑剂，但是当使用盐溶液和碱性物质时，通常需要轻微的润滑。而当进行减压蒸馏操作时，就需要对所有磨口玻璃接头表面进行润滑，阿匹松（Apiezon）脂或硅酮（Silicone）活塞脂是常用的磨口接头润滑剂。

为了防止磨口接头的黏结，要注意在组装仪器时一定要使用匹配的接头，必要

时在磨口表面适当地润滑。在使用后要在尚有余温的情况下把接头分开。

一旦发生磨口接头粘连，可以尝试在接头上部滴上一层甘油或润滑油。待它们渐渐渗透到接头中，可使接头容易分开。或者可用吹风机在接头外部吹热风，几秒钟后轻轻拉拔和搓转接头，用木制品轻轻敲击有时也很有效。

如果粘连接头为空的玻璃仪器，可以放在热水浴中煮沸数分钟，或者使用超声波清洗器，以减轻黏结程度，辅助打开接头。

二、带有标准磨口的玻璃仪器

在选择磨口玻璃仪器时，要考虑到玻璃仪器的容量与磨口接头的尺寸比例协调。简单地讲就是大的容器其口径也应相对较大，反之亦然。而在安装操作装置时使用同一套标准磨口玻璃仪器，则互相衔接会非常便利。

成套标准磨口玻璃仪器的件数各不相同，仪器尺寸也有常量、半微量或微量规模的区别，但大致都会包含下列磨口玻璃仪器。

烧瓶（图2-8）有圆底和平底之分，用于反应装置中，可进行搅拌、加热、蒸馏等各种操作。



图2-8 烧瓶

其中梨形烧瓶（图2-9）下端细小，常用作蒸馏瓶，也可用于无需搅拌子的反应中。



图2-9 梨形烧瓶

多颈烧瓶（或多口烧瓶，图2-10）作为反应瓶可在具筒接上插入温度计、搅拌棒或滴液漏斗等。

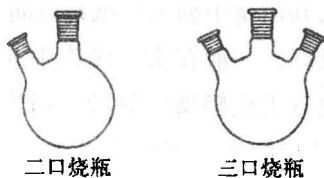


图2-10 多颈烧瓶

空心塞（图 2-11）有圆顶塞和平顶塞之分，用于密闭磨口容器。



图 2-11 空心塞

缩减变口（俗称“大变小”，图 2-12）和增大变口（俗称“小变大”，图 2-13），用于将不同口径的磨口仪器接头连接。



图 2-12 缩减变口（大变小）



图 2-13 增大变口（小变大）

蒸馏头（图 2-14）用于将蒸馏烧瓶与冷凝管及温度计或减压毛细管相连接构成蒸馏装置。分为弯管蒸馏头、简单蒸馏头和克氏（Claisen）蒸馏头三种。分别用于蒸馏溶剂（不用观察温度）、简单蒸馏（可观察温度）和减压蒸馏（可观察温度和插入真空毛细管）。



图 2-14 蒸馏头

变多接口（图 2-15）用于使单口烧瓶具有多颈烧瓶的功能。有二颈和三颈接口两类。其中二颈接口也称为克氏接口。



图 2-15 变多接口

冷凝管（图 2-16）用于将蒸气冷却成液体，广泛用于加热回流、蒸馏收集等操作中。根据冷却程度不同分为空气冷凝管、水冷凝管、冰盐或干冰浴冷凝管等。