

有机合成中低、高温反应的安全 操作与风险防控

——实验室安全专项汇报

赵珂
2025年12月12日



一、低温反应的核心风险点

液氮，不燃，具有窒息性，皮肤接触液氮可导致冻伤。如果在常压下汽化产生的氮气过量，可使空气中氧气分压下降，引起**缺氧窒息**。若遇热，容器内压增大，有**开裂和爆炸**的危险。

液氮场所警示标识牌

一、液氮理化特性
外观与性状：无色、无臭、无味气体
熔点(℃)：-209.8
相对密度(水=1)：0.81(-196℃)
沸点(℃)：-195.6
相对蒸气密度(空气=1)：0.97
临界温度(℃)：-147
饱和蒸气压(kPa)：1026.42(-173℃)
临界压力(MPa)：3.4
溶解性：微溶于水、乙醇

二、液氮健康危害
本品不燃，具有窒息性，皮肤接触液氮可致冻伤。如在常压下汽化产生的氮气过量，可使空气中氧分压下降，引起缺氧窒息。如遇热，容器内压增大，有开裂和爆炸危险。

三、急救措施

若有冻伤，迅速将冻伤部位放入温水浸泡或用温湿毛巾热敷，并及时就医治疗。

若有泄漏，迅速撤离现场，转移至空气清新处。如呼吸困难，立即输氧。如呼吸停止，立即进行人工呼吸并寻求医治。

若爆炸引起火灾，用雾状水喷淋，保持容器冷却，不可使水枪射至液氮。



个人防护用品

- 液氮罐的盖塞都**留有一定的缝隙**，在使用时不要人为将其堵塞，否则液氮汽化时气体无法及时排出，极易造成爆炸事故。
- 在液氮操作时，**速度要快**，注意轻拿轻放，以免液氮溅出，造成不必要的损失。
- 存储和使用液氮的房间，要保持**通风良好**，避免空间缺氧，造成窒息。环境温度≤ 50℃，防止液氮过快挥发，严重时有开裂和爆炸的危险。液氮放置区做好警示标志牌。
- 在使用过程中如果出现液氮泄漏或者溅出现象，远离泄漏区，等泄漏或者溅出液体挥发完后再处理。
- 取用结束后，把液氮罐用罐本身自带的罐塞盖好，**无需另外的密封措施**。



一、低温反应的核心风险点

冻伤风险

- 直接接触干冰（-78°C）、液氮（-196°C）会导致皮肤/黏膜冻伤，严重时可能造成组织坏死；
- 低温浴液（如干冰-丙酮）飞溅到面部、眼睛，会引发急性冻伤。

窒息风险

- 液氮/干冰在密闭空间（如通风橱未开启）中挥发，会快速挤占氧气，导致缺氧窒息；
- 大量干冰堆积在实验台，挥发的 CO₂会下沉聚集，增加局部缺氧风险。

装置炸裂风险

- 低温下玻璃仪器（如冷凝管）脆性增加，若冷热不均（如向低温装置中加入室温试剂），易发生炸裂；
- 低温浴容器（如保温桶）若密封过严，干冰/液氮挥发产生的压力会导致容器胀裂。





二、低温反应的规范操作

准备阶段：防护 + 环境

- 个人防护必到位
穿长袖实验服、戴低温防护手套（厚橡胶/防液氮款）+ 护目镜
- 保持通风
全程在开启的通风橱内操作
保持实验室门敞开，避免 CO_2/N_2 聚集



反应过程：监控 + 防护

- 低温反应期间，每30分钟检查浴液温度、装置密封性，避免干冰耗尽后温度回升引发副反应；
- 若需补加干冰/液氮，先暂停搅拌，用长柄工具（如镊子）夹取，避免手部靠近低温浴液面；
- 禁止向低温装置中直接倾倒室温试剂，需用恒压滴液漏斗缓慢滴加，防止玻璃仪器因温差炸裂。



三、低温反应的应急方案

冻伤处理

- **轻度冻伤**（皮肤发红、刺痛）：立即用40℃左右温水（禁止用热水）**浸泡**冻伤部位15-20分钟，然后**涂抹冻伤膏**，避免揉搓；
- **重度冻伤**（皮肤发白/发紫、麻木）：用干净纱布包裹冻伤部位，立即**就医**，严禁自行挑破水泡。

缺氧窒息处理

- 若在通风橱内出现头晕、胸闷，立即撤离至室外通风处，深**呼吸新鲜空气**；
- 若有人昏迷，立即将其转移至通风处，解开衣领，拨打120，并持续观察呼吸情况。

装置炸裂/浴液飞溅处理

- 立即**关闭**反应热源、搅拌，撤离至安全区；
- 若有低温浴液飞溅到皮肤/眼睛，按“**冻伤处理**”流程操作，并及时就医；
- 清理破碎玻璃时，用镊子夹取，避免直接接触，同时处理残留的低温浴液（如干冰需自然挥发，禁止用水冲）。





四、高温反应的操作规范——设备与体系

高温反应多用于回流、环化、裂解等反应，核心风险为溶剂爆沸、高温介质烫伤和密闭体系压力爆炸。

选择耐高温仪器

- 选用硬质耐高温玻璃仪器，检查有无薄厚不均或裂纹；

加热介质按需选

- 100–250°C用耐高温硅油，更高温度用沙浴或盐浴，油浴前确保介质干燥无水分

防爆沸

- 反应体系提前加入沸石或磁力搅拌子，严禁中途补加沸石，防止高温体系爆沸。





四、高温反应的操作规范——控制与防护

④ 精准控温防超温

用控温加热套/程序升温油浴，温度计~~浸没~~硅油

⑤ 严禁密闭体系加热

回流冷凝管需通大气；高压釜检查压力表、安全阀，按限值操作

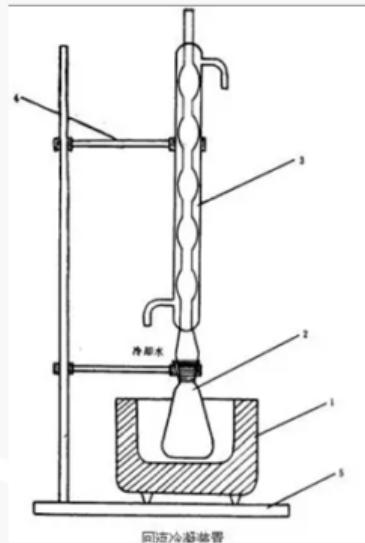
⑥ 防护+通风双保障

戴防热手套、护目镜；有毒试剂操作时通风橱全程开启





四、高温反应的操作规范——控制与防护



回流装置

注意事项:

1. 冷凝管用之前一定要检漏！
2. 冷凝水下进上出，使用过程中注意调控水速，不能太快。
3. 加热时蒸汽一定不要超过第三个冷凝球（从下往上），一旦超过要把水速调大。
4. 连接冷凝管的橡胶管应捆绑好！
5. 高温反应不能过夜，应降温至60℃。
6. 电线应远离加热装备。





五、高温反应的应急方案



- **溶剂爆沸:** 反应液冲出冷凝管
立即关闭热源、自然冷却、补加沸石、重新缓慢升温
- **高温烫伤:** 皮肤红肿、起水泡
冷水冲15分钟、涂烫伤膏；水泡勿挤压，严重时及时就医
- **设备泄露:** 密封件老化、有毒蒸汽溢出
关热源、加强通风、专门试剂吸收蒸汽、更换密件后再实验



六、总结：

- (1) 低温反应：防冻伤、防缺氧、防脆裂
- (2) 高温反应：防爆沸、防烫伤、防爆炸
- (3) 防护要到位、操作要规范、应急要及时

倡议：实验前查风险、实验中守规范、实验后清装置，共筑实验室安全防线



必须穿防护服
MUST WEAR PROTECTIVE CLOTHING



必须戴防护眼镜
MUST WEAR PROTECTIVE BOOGLES



必须戴防护口罩
MUST WEAR PROTECTIVE MASK



注意高温
DANGER! HIGH TEMPERATURE



当心中毒
DANGER! TOXIC



当心冻伤
Be careful of frostbite

THANKS!

赵珂
2025年12月12日