

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(°C)：-209.8
 相对密度(水=1)：0.81(-196°C)
 沸点(°C)：-195.6
 相对蒸气密度(空气=1)：0.97
 临界温度(°C)：-147
 饱和蒸气压(kPa)：1026.42(-173°C)
 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疗。
 若爆炸引起火灾，用雾状水喷淋，保持容器冷却，不可使水射至液氮。



保持通风



冷冻液化气体



严禁烟火



非授权人员勿碰

个人防护用品



佩戴防护眼镜



佩戴防护面罩



佩戴防护手套



佩穿长袖工服

1. 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。
2. 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。
3. 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 $\leq 50^{\circ}\text{C}$ ，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。
4. 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。
5. 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



The Yang Research Group
Precise Synthesis Lab at Tongji University

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；
- 低温溶液（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 CO_2 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



The Yang Research Group
Precise Synthesis Lab at Tongji University

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



装置搭建：避“脆”防“裂”

- 选择耐低温玻璃仪器（标有“-196℃”标识），提前检查仪器有无裂纹、划痕；
- 低温浴容器（如保温桶）需留 1/5 以上空间，严禁密封（可盖透气纸板），防止压力积聚；
- 向低温浴中加干冰/液氮时，缓慢加入，避免浴液剧烈沸腾飞溅。



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℃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

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

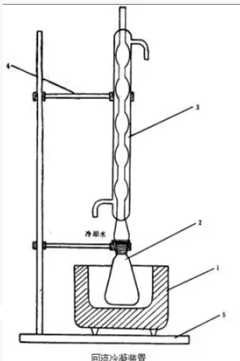
严禁密闭体系加热

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

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 CLOTHES



必须戴防护眼镜
MUST WEAR PROTECTIVE GOGGLES



必须戴防护口罩
MUST WEAR PROTECTIVE MASK



注意高温
DANGER! HIGH TEMPERATURE



当心中毒



当心冻伤
Be careful of frostbite

THANKS!

赵珂
2025年12月12日