

高效液相色谱仪检测变压器油中的糠醛含量

许传旭

(北京北分瑞利分析仪器(集团)有限责任公司, 北京 100084)

摘要: 本文介绍了采用 HPLC 测定变压器油中糠醛含量的方法。油样中的糠醛用甲醇提取后, 采用 C18 柱, 以甲醇-水为流动相, 在紫外检测器波长为 280nm 的条件下进行检测, 检测限能达到 0.01 μ L/L, 在 0.05~10 μ L/L 范围内线性良好。

关键词: 糠醛; 高效液相色谱; 变压器油; 微量分析

长期以来, 采用气相色谱法检测绝缘油中的 CO、CO₂ 和低炭烃类含量作为判断电气设备固体绝缘材料老化程度或进行故障分析的依据。但是实验证明, 绝缘油氧化分解也能产生绝缘纸老化、降解的特征产物 CO 和 CO₂, 所以给正确判断带来了难度。

在充油电气设备中, 由于构成固体绝缘的纤维质材料的老化导致纤维素的分解而产生几种化合物, 如糠醛和呋喃衍生物, 呋喃衍生物大部分被吸附在纸上, 而小部分溶于油中。这些物质的存在可以作为运行设备固体绝缘老化程度的诊断依据, 也可以作为对溶解气体分析的补充。1984 年 12 届国际大电网会议上, 英国学者首先提出油中糠醛可作为变压器内绝缘纸老化的特征产物, 检测绝缘油中的糠醛含量, 可以判断电气体绝缘材料劣化程度。根据中华人民共和国电力行业标准《电力设备预防性试验规程》^[1], 当变压器油中的糠醛含量达到 4mg/L 时, 可以认为变压器绝缘老化已经比较严重。测量糠醛时取样简单方便, 打开变压器油箱下方阀门即可, 无须设备停运。

关于液相色谱法检测变压器油中的糠醛, 已有一些相关报道^[2]。但是他们所采用的方法耗时较长, 不符合电力部门快速检测和应急处理的要求。并且他们采用的是国外进口仪器, 价格昂贵。本文介绍了一种使用国产液相色谱仪快速、准确检验变压器油中糠醛含量的方法。

1 材料与amp;方法

1.1 仪器与试剂

高效液相色谱仪, 紫外检测器, 手动进样阀(7725i), 色谱工作站, 超声波清洗器, 甲醇(HPLC 级), 超纯水。

1.2 色谱条件

色谱柱为 Venusil XBP-C18 (5 μ m, 250mm \times 4.6mm); 柱温为室温; 流动相为甲醇—

水 (40/60, V/V), 流速为 1.0mL/min, 使用前需进行超声波脱气处理; 紫外检测器波长为 280nm; 进样量 10 μ L。

1.3 实验方法

标准储备液的配制: 精确量取 10 μ L 糠醛, 加入 1000mL 容量瓶中, 用甲醇定容至 1000mL。该标准储备液的浓度为 10 μ L/L。

1.4 样品预处理

量取 5mL 变压器油置于 10mL 离心管中, 加入 5mL 甲醇, 用旋涡混合器振荡混合 5min 后, 4000r/min 离心 10min。取上层甲醇溶液进样检测。

2 结果与讨论

2.1 线性关系

配制浓度分别为: 0.05 μ L/L, 0.1 μ L/L, 1 μ g/mL, 5 μ L/L, 10 μ L/L 的糠醛标样溶液, 依次进样检测, 测得 $R=0.9998$, 线性方程为 $y = 89021x + 4711.7$, 在 0.05 μ L/L~10 μ L/L 范围内线性良好。

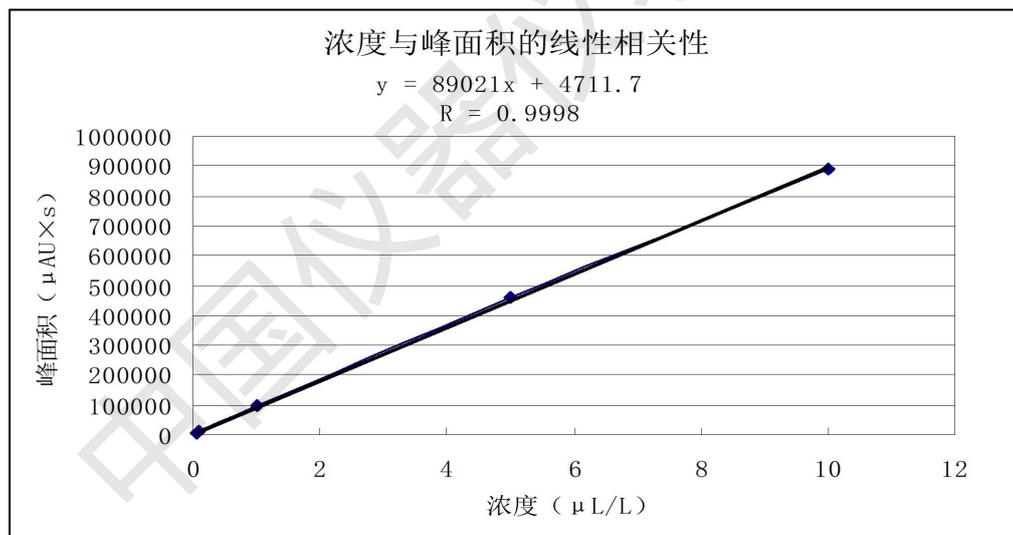


图1 线性曲线

2.2 最低检测限

以噪声信号的三倍做为测试的最低检测限, 糠醛的最低检测限可达到0.01 μ L/L, 能符合一般的产品检测要求, 同时适合电力部门作为判断电气设备固体绝缘材料老化程度或进行故障分析的依据。图谱如图2所示:

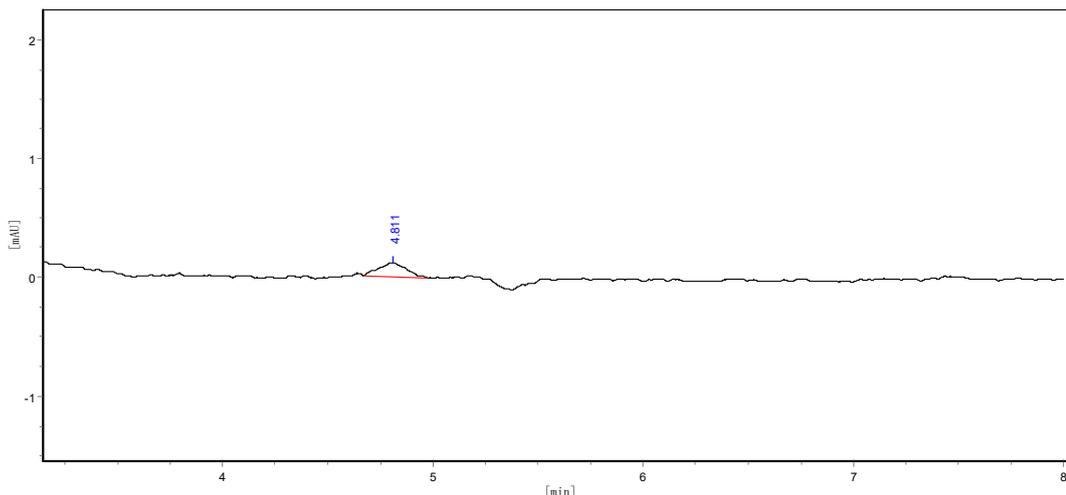


图 2 最低检测限图谱

2.3 相对标准偏差 (RSD)

取同一标样溶液重复进样 5 次，记录数据如表 1。

表 1 RSD 数据

次数	峰面积
1	90516
2	90181
3	90505
4	90129
5	90963

根据表 1 数据，计算糠醛峰面积的 RSD 为 0.37%。

2.4 加标回收率

取一定量的不含糠醛的油样，分别加入不同量的 10 μ L/L 的糠醛标样，计算回收率分别为 70.6% 和 71.1%。更高浓度的加标回收率一般不会低于低浓度的加标回收率。

表 2 加标回收率

序号	加标量 (μ L)	回收率 (%)
1	40	70.6
2	60	71.1

2.5 实样分析

按照 2.4 所示的样品预处理方法，检测某单位提供的变压器油样品，其中糠醛的含量达到了 1.87 μ L/L。

3 结论

本文采用高效液相色谱仪分析了变压器油中的糠醛含量,采用 C18 柱,甲醇-水(40/60)为流动相,以外标法定量。该方法的最低检测限为 0.01 μ L/L, RSD 为 0.369%,本法具有准确性好,重复性高,检测限低,分析速度快等的优点。

参考文献:

- [1] 中华人民共和国电力工业部.《电力设备预防性试验规程》, DL/T 596—1996
- [2] 杨晓瑛, 赵松江 等. 吉林电力技术, 1998, 3: 47~50

中国仪器仪表学会