

绝缘油中多氯联苯的测定

布赫

(北分瑞利分析仪器集团色谱中心, 北京, 100095)

摘要: 使用 SP-3400 型气相色谱仪建立一种检测绝缘油中多氯联苯的方法。该方法采用 Rtx-PCB 色谱柱 (60m×0.18mm×0.18um) 氦气为载气, 柱前压: 0.5psi, 进样方式: 分流/不分流进样 (时间常数: -1,0.75,1), 分流大小: 30ml/min, 补充气: 30ml/min, 程序升温模式对多氯联苯进行分离, 通过计算标准 PCBs 混合物及样品所有可以在检测器响应的多氯联苯的面积总和进行比对计算。

关键词: 绝缘油;多氯联苯

多氯联苯 (Polychlorodiphenyls) 是联苯分子中一部分或全部被 Cl 原子取代后形成的各种异构体混合物的总称。其全部异构体有 209 种。PCBs 剧毒, 不溶于水, 脂溶性大, 易被生物吸收, 易聚集在脂肪组织, 肝和脑中, 引起皮肤和肝脏损害; 化学性质十分稳定, 不易燃烧, 强碱, 强酸, 氧化剂难以破坏它们, 有高度的耐热性, 良好的绝热性, 具有蒸汽压较低, 难挥发等特性。所以多氯联苯的检测显得尤为重要。本文对多氯联苯的总含量的测定提供了方法。

注: 文章中多氯联苯以 PCBs 代替

1 实验仪器及实验药品

1.1 实验仪器

SP-3400 型气相色谱仪, 带有电子捕获检测器

色谱柱: Rtx-PCB 60m×0.18mm×0.18um

移液管、微量移液器及容量瓶

1.2 实验药品

试剂与标准物质 (注: 所有试剂及实验药品, 都不应含有 PCB 和引起 ECD 响应的物质)

溶剂: 正己烷或正戊烷, 色谱纯, 要求绝对无 PCB 和引起 ECD 响应的物质

标准物质: 市售的 PCBs 标准物质 Aroclors*1242、Aroclors*1254 和 Aroclors*1260 溶剂溶液, 要求浓度为 100mg/L 或更高, 通常为 100mg/L

同系物 209 (DCB) 十氯联苯溶液, 购买溶液或由纯物质制备而得。

2 实验部分

2.1 标准样品的配置

准确移取标准溶液，正己烷定容，分别配置成浓度为 3ug/ml 的 Aroclors*1242、Aroclors*1254 和 Aroclors*1260 溶剂溶液，取同体积混合摇匀，得到总含量为 3ppm 的 PCBs 的混合溶液。

配置浓度为 0.5ug/ml 的十氯联苯溶液，正己烷稀释。目的：确定多氯联苯同系物流出顺序的末尾峰保留时间

2.2 仪器条件的设定

载气：氦气 以氢气为载气可适当降低柱前压力，以提高分离度

柱前压：0.5psi

进样方式：分流/不分流进样（时间常数：-1,0.75,1）

分流大小：30ml/min

补充气：30ml/min

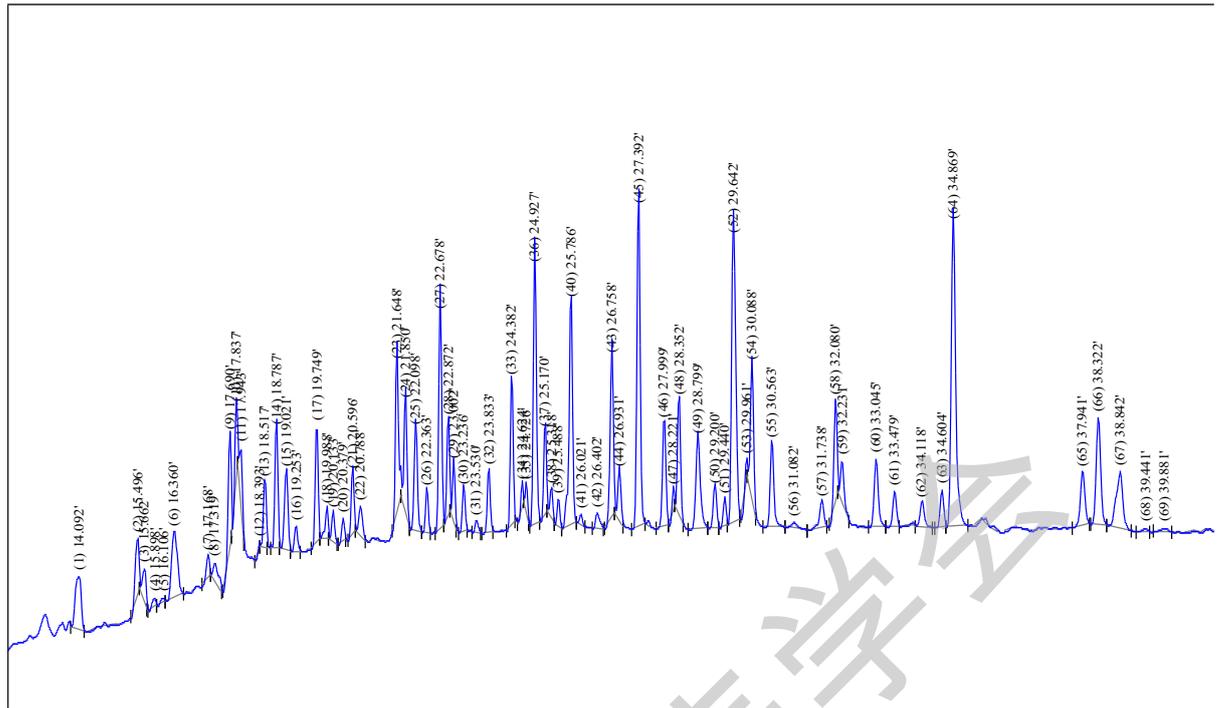
升温方式：程序升温 130°C保持 3min 以 10°C/min 至 290°C保持 40min

进样器：260°C ECD:350°C 量程：10

2.3 色谱分析

待色谱稳定后，进 1ul 十氯联苯溶液，确定同系物流出顺序的末尾峰保留时间

标准样品分析：在严格控制避免交叉污染的前提下，进 1ul 混合标准样品于色谱，要求做到尽可能的解析出更多的峰。



绝缘油样分析：将正己烷稀释的绝缘油样品注入色谱分析，注意两次测定分析,应在绝对避免交叉污染的前提下，必要时应在样品分析前进行空走试验。如样品稀释后，出现混浊现象，需加入无水硫酸钠进行干燥处理。

3 结果与讨论

3.1 试验结果

定性：本方法针对 PCBs 总含量的测定，不要求详尽分析

定量：通过计算标准 PCBs 混合物及样品所有可以在检测器响应的多氯联苯的面积总和（自溶剂开始至十氯联苯之间的所有流出物的峰面积之和，溶剂峰除外）进行比对计算。绝缘油中多氯联苯总含量结果为计算结果与稀释倍数的乘积。

3.2 结论

该方法可以对绝缘油中多氯联苯总含量的计算提供色谱分析方法。计算中为避免溶剂或样品残留带来的误差，可在进行空白试验后进行背景扣除操作。

3.3 注意事项

实验过程中，应做好相应的安全保障工作，样品配置过程应在通风橱内进行，且保证标准样品的放置与色谱分析室不能共处一室。

每批新的溶剂在样品配置前都需要通过色谱，以确保无干扰峰。每批样品至少 20 次就需要进行一次空白试验。

中国仪器仪表学会