

## 題目：電気絶縁油中フラン化合物の分析

Analysis of Furanic Compounds in Electrical Insulating Liquids

## 機種：L-7000形高速液体クロマトグラフ

Model L-7000 Series High Performance Liquid Chromatograph

### 1. はじめに

油入電気絶縁器に使用されているセルロース系絶縁紙は劣化によって各種フラン化合物が生成し、その一部が絶縁油中に移行し溶解します。

したがって、絶縁油中に溶解したフラン化合物を調べることによって、油中ガス分析による診断と同様、油入電気絶縁器の劣化診断の指標に用いることができます。この方法は不揮発性のフラン化合物を対象としますので、特に油が脱気処理を受ける場合や開放系で使用される油入電気機器の診断に有効です。対象となる油中フラン化合物の代表的な物質として2-フルフラールが挙げられ、すでにテクニカルデータシートNo.162で紹介しています。

近年、国際規約（IEC 61198）では下記に示す5成分も対象に挙げられていますので、それらについて前処理も含めた分析条件を紹介します。

対象成分	略称
5-ヒドロキシメチル-2-フルフラール	5-HMF
2-フルフリルアルコール	2-FOL
2-フルフラール	2-FAL
2-アセチルフラン	2-ACF
5-メチル-2-フルフラール	5-MEF

### 2. 装置

分析装置構成は次のとおりです。

L-7610形	デガッサ
L-7100形	ポンプ（低圧グラジエント付き）
L-7200形	オートサンプラ
L-7300形	カラムオーブン
L-7405形	UV検出器
D-7000形	データ処理装置

### 3. 分析条件

分析カラム	: LH-C18 4.6 × 250 mmL 40
溶離液	: A= CH <sub>3</sub> CN : H <sub>2</sub> O=15 : 85 (v/v)
	: B= CH <sub>3</sub> CN : H <sub>2</sub> O=65 : 35 (v/v)

#### グラジエントプログラム

時間 (min)	%A	%B	流速 (ml/min)
0.0	100	0	0.8
20.0	100	0	
20.1	0	100	
25.0	0	100	
25.1	100	0	
40.0	100	0	

## 4. 結果

### (1) 標準試料分析例

フラン化合物5成分は、シリカゲルODSカラムと溶離液にアセトニトリルを用いることで高分離測定が

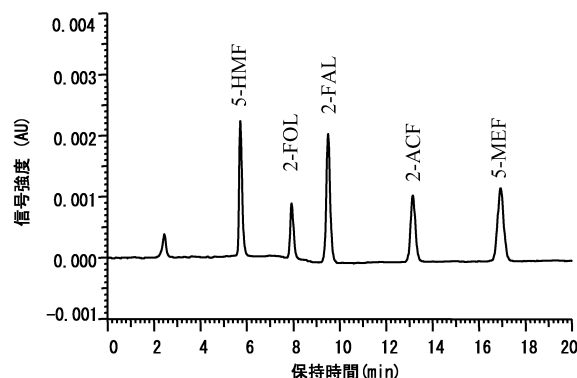


図1 標準試料の分析例 (各625 pg/10μl)

Analysis of standard samples(625 pg each/10μl)

行えます。さらに波長プログラムを用いることで高感度分析ができます。図1に各成分の極大吸収波長に合わせた波長プログラムに従って測定した例を示します。

波長プログラム	
時間 (min)	波長 (nm)
0.0	280
6.7	230
8.5	274
11.0	266
15.0	285
20.0	285

### (2) 鉱油系絶縁油への標準試料添加回収分析例

図2に新品の鉱油系絶縁油に上記標準試料を添加後、

固相抽出カラムを用いてフラン化合物のみを回収し測定した例を示します。回収率は50～72%です。

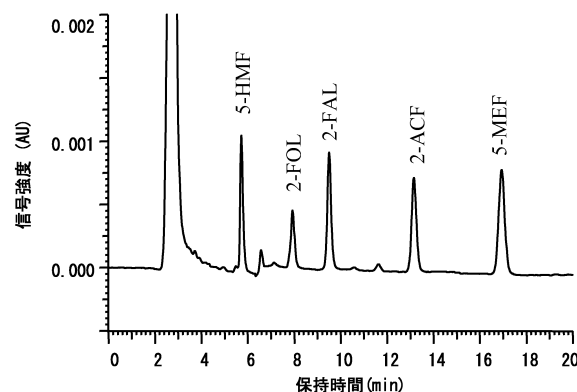


図2 鉱油系絶縁油に標準試料を添加回収した分析例

Recovery of spiked standard samples from electrical insulating liquid

固相前処理法	
(1)	固相カラムを10 ml n-ヘキサンにて洗浄
(2)	試料5 ml + n-ヘキサン5 ml (合計10 ml) 固相カラムへ
(3)	n-ヘキサン10 mlで固相カラム洗浄
(4)	空気を吸引し固相カラムを乾燥
(5)	溶離液5 mlにてフラン化合物を回収
(6)	HPLCへ10 μl注入
固相カラム: SEP PAK PLUS SILICA	

キーワード 液体クロマトグラフ、L-7000、鉱油系絶縁油、フラン化合物、フルフラール

執筆者 (株)日立サイエンスシステムズ  
テクノリサーチセンタ 岩淵 等

## 日製産業株式会社

本 社 〒105-8717 東京都港区西新橋一丁目24番14号 電話 ダイヤルイン (03) 3504-7211

## 株式会社 日立製作所

計測器グループ 〒100-8220 東京都千代田区丸の内一丁目5番1号 (新丸ビル) 電話 (03) 3212-1111 (大代)