LAAN-A-LC217

SHIMADZU
Excellence in Science

Application News

No.L511

高速液体クロマトグラフィー
High Performance Liquid Chromatography

“Prominence-i” を用いた電気絶縁油中のベンゾトリアゾールの分析

Analysis of 1, 2, 3-Benzo Triazole in Insulating Oil by “Prominence-i”

電気絶縁油は，油入変圧器や油入コンデンサなどに広く使用されています。油入機器内部で異常加熱や絶縁劣化が発生すると，絶縁油から発生した分解ガスや絶縁物の劣化生成物が絶縁油に溶け込み，化学的特性に変化が生じてしまいます。絶縁油の特性試験の一つにベンゾトリアゾール（1, 2, 3-Benzo triazole）の定量が挙げられます。ベンゾトリアゾールは，冷却の際に生じる流動帯電を抑制する効果と硫化腐食防止の目的で，電気絶縁油に添加されることが多く，熱安定性や電気特性が向上することが知られています。この電気絶縁油中のベンゾトリアゾールの定量方法は，JIS C 2101「電気絶縁油試験方法」に記載されています。

ここでは，新一体型高速液体クロマトグラフ “Prominence-i” を用いた電気絶縁油中のベンゾトリアゾールの分析例をご紹介します。

M. Mikami

■標準溶液の分析

Analysis of Standard

Fig. 1 にベンゾトリアゾールの構造式を示します。

JIS C 2101 を参考にして標準溶液を調製し，一体型液体クロマトグラフ “Prominence-i” で分析しました。 その際の分析条件を Table 1 に示します。 JIS C 2101 にはベンゾトリアゾールを含まない電気絶縁油（JIS C 2320「電気絶縁油」に記載）を 1 kg 採取し，そこにベンゾトリアゾールを添加して標準溶液を調製するように記載されていますが，ここでは電気絶縁油採取量をその 1/10 の 100 g とし，ここにベンゾトリアゾールを 10 mg 添加した試料を調製し，Fig. 2 に示した処理を行いました。このようにして得られた 100 mg/kg相当の標準基準溶液を水／メタノール= 6/4（v/v）で希釈し，分析を行いました。

Fig. 3 に 10 mg/kg 相当の標準液を分析した際のクロマトグラムを示します。

なお，JIS C 2101 中には，注入量を 50 μL とするように記載されています。しかし，ピーク形状が悪化する可能性があるため，ここでは注入量を 5 μL としました。

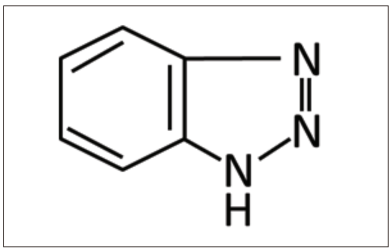

Fig. 1 ベンゾトリアゾールの構造式
Structural Formula of 1, 2, 3-Benzo Triazole

Insulating Oil (Base oil) 100.00 g
1, 2, 3-Benzo triazole 10.0 mg

↓ Dissolved while heating at 90 ˚C and less

Oil was completely dissolved 10.00 g

↓ ← Methanol 10.0 mL

Shake for 5 minutes (250 round/min)

↓

10 minutes to stand
The upper layer of methanol

↓

Diluting the sample solution

Fig. 2 絶縁油中の標準ベンゾトリアゾール前処理
Preteratment of Standard Sample

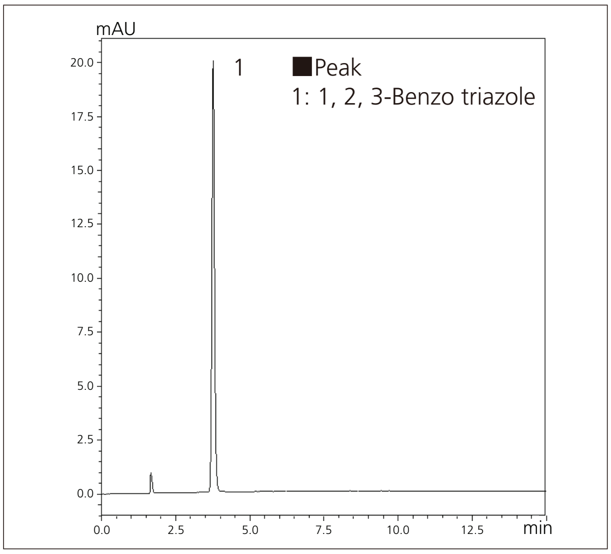

Fig. 3 標準溶液のクロマトグラム（10 mg/kg，5 μL 注入）
Chromatogram of a Standard (10 mg/kg, 5 μL injection)

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Column	: Shim-pack VP-ODS (150 mm L. × 4.6 mm I.D., 5 μm)
Mobile Phase	: Water/Methanol = 6/4 (v/v)
Flow Rate	: 1.0 mL/min
Column Temp.	: 40 ˚C
Injection Volume	: 5 μL
Detection	: UV 270 nm

■検量線の直線性
Linearity of Calibration Curves

ベンゾトリアゾール標準溶液を 0.1 ～ 20 mg/kg 相当の範囲で調製，分析して得られた検量線を Fig. 4 に示します。良好な直線性が得られました。

Fig. 5 に 0.1 mg/kg 相当のベンゾトリアゾール標準液を分析した際のクロマトグラムを示します。

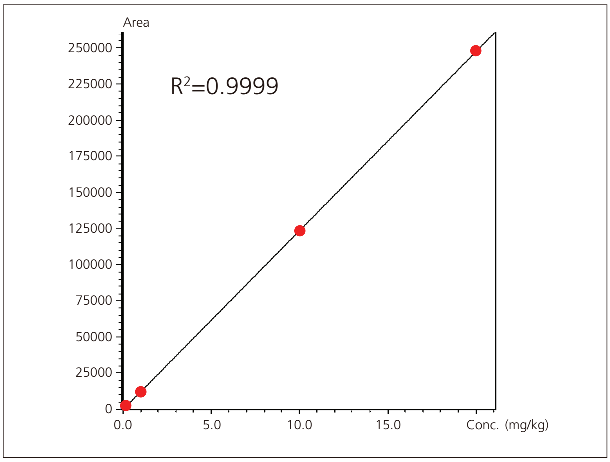

Fig. 4　検量線の直線性
Linearity of Calibration Curve

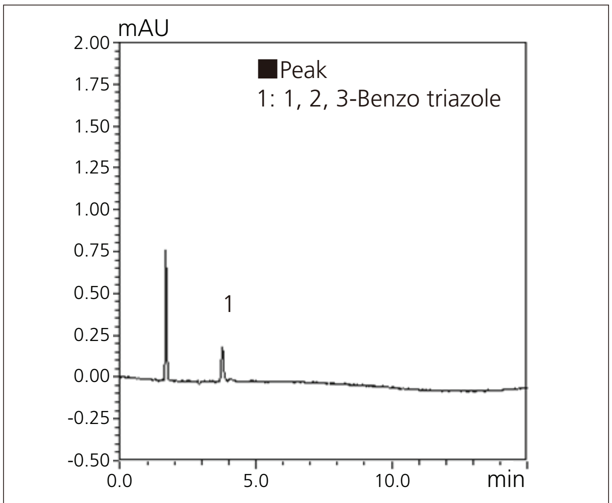

Fig. 5　標準溶液のクロマトグラム（0.1 mg/kg，5 µL 注入）
Chromatogram of a Standard (0.1 mg/kg, 5 µL injection)

■電気絶縁油中のベンゾトリアゾール分析
Analysis of 1, 2, 3-Benzo Triazole in Insulating Oil

2 種類の電気絶縁油について，それぞれ Fig. 6 の前処理を行いました。メタノール抽出後は，希釈せずにそのまま分析に供しました。

分析結果を Fig. 7 および Fig. 8 に示します。電気絶縁油 A にはおよそ 0.5 mg/kg 相当，電気絶縁油 B には，およそ 8.0 mg/kg 相当のベンゾトリアゾールが含まれていました。

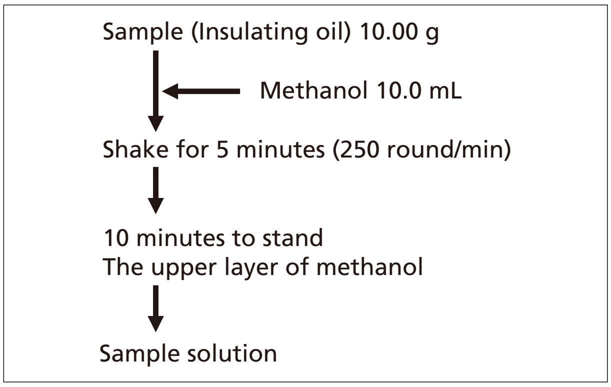

Fig. 6　前処理
Pretreatment

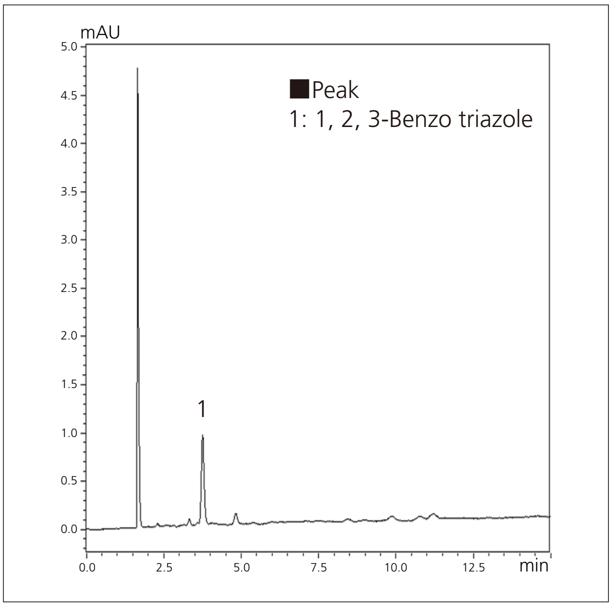

Fig. 7　電気絶縁油 A のクロマトグラム
Chromatogram of Insulating Oil A

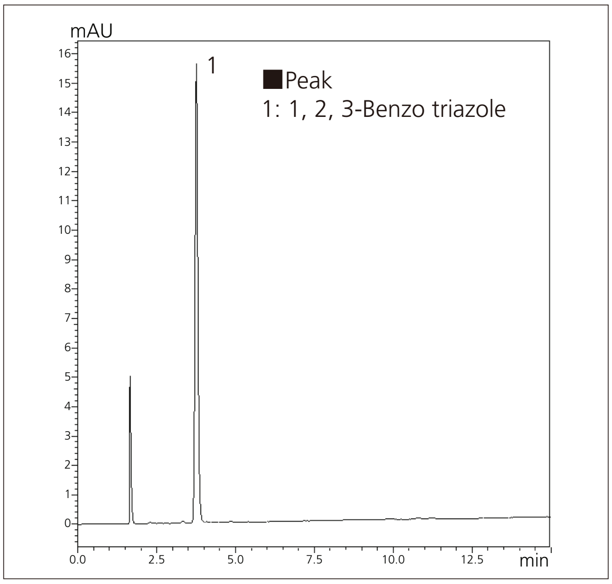

Fig. 8　電気絶縁油 B のクロマトグラム
Chromatogram of Insulating Oil B