

絶縁油中の金属不活性剤およびフラン化合物の高速一斉分析

吉岡 拓哉

ユーザーベネフィット

- ◆ 従来別々に行われていた分析を一度に実施でき、分析切り替えの時間や総分析時間を大幅に削減できます。
- ◆ 金属不活性剤とフラン化合物を同時に前処理できるので、前処理にかかる時間や試薬・消耗品の消費を大幅に削減できます。

はじめに

アプリケーションニュースL576にて、絶縁油中のベンゾトリアゾール (BTA)、トルトリアゾール誘導体 (TTAA) およびフラン化合物の一斉分析例をご紹介しました。

BTAやTTAAは金属不活性剤 (Passivator) として絶縁油に添加され、これらの分析法は英国規格 (BS 148:2009) にて示されています。一方、絶縁油中のフラン化合物の濃度は電子機器の劣化の指標として使用され、その分析法はASTM D5837-15にて示されています。

上述の通りこれらの分析は従来別々に行われてきましたが、アプリケーションニュースL576にてこれらの化合物の一斉分析例をご紹介しました。しかしながら、この分析法はコンベンショナルHPLCでの分析を想定しており、1分析に30分を要していました。本稿では、超高速液体クロマトグラフ“Nexera X3”を用いることでこれらの化合物の一斉分析を高速化しましたので紹介します。

混合標準溶液の分析

図1に金属不活性剤およびフラン化合物の構造式を示します。ASTMに従って混合標準溶液を調製しました。BTA、TTAA、フラン化合物5種をそれぞれはかり取り、アセトニトリルに溶解し水で希釈しました。TTAAは標準品が入手できないため、BSに記載されているIrgamet® 39* (BASF製) を使用しています。表1に分析条件を、図2に混合標準溶液を分析したクロマトグラムを示します。L576の条件では全7成分の分離に約10分を要していましたが、今回の条件では1分以内で分離できました。TTAAは複数の異性体の混合物のため条件によってはピークが複数検出されますが、今回は1本のピークとして溶出するように調整しています。

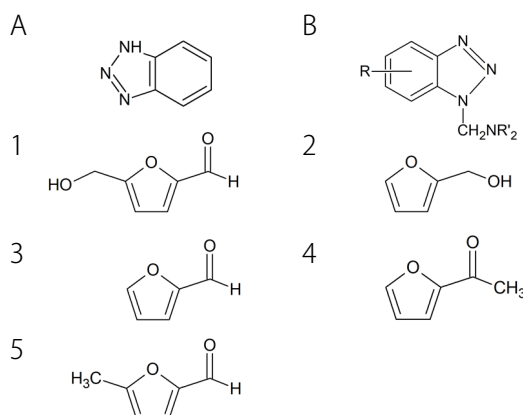


図1 構造式

金属不活性剤 (A: BTA、B: TTAA)

フラン化合物 (1: 5-hydroxymethyl-2-furaldehyde (5HMF)、
2: furfuryl alcohol (2FOL)、3: 2-furaldehyde (2FAL)、
4: 2-acetylfuran (2ACF)、5: 5-methyl-2-furaldehyde (5MEF))

表1 分析条件

System	: Nexera X3
Column	: Shim-pack™ XR-ODS III*1 (75 mm × 2.0 mm I.D., 1.6 μm)
Mobile Phase	: A) Water, B) Acetonitrile B conc. 20% (0-0.3 min) → 90% (1 min) → 100% (1.01-3 min) → 20% (3.01-5 min)
Time Program	: 100% (1.01-3 min) → 20% (3.01-5 min)
Flow Rate	: 0.7 mL/min
Column Temp.	: 50 °C
Injection Vol.	: 5 μL
Vial	: LabTotal Vial for LC/LCMS (Shimadzu GLC)*2
Detection	: PDA detector (SPD-M40) at 280 nm, 220 nm, and 260 nm

*1 P/N: 228-59922-92、*2 P/N: 227-34001-01

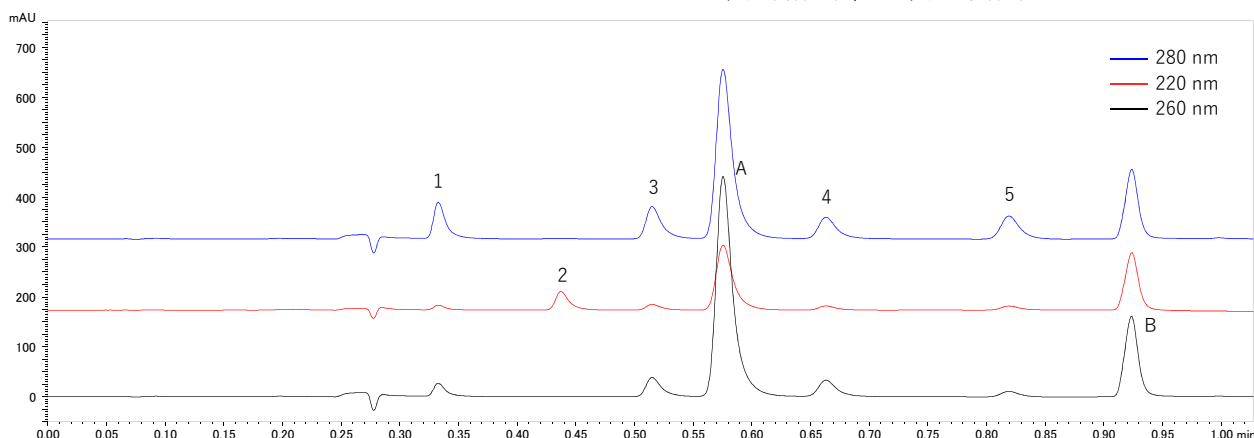


図2 混合標準溶液のクロマトグラム
BTA、TTAA: 各20000 μg/L フラン化合物: 各1000 μg/L

■直線性と再現性

BTA、TTAA、およびフラン化合物5種の検量線を混合標準溶液のクロマトグラムから作成しました。BTAおよびTTAAについては各200、1000、5000、10000、20000 µg/Lの検量点にて、フラン化合物5種は各10、50、250、500、1000 µg/Lの検量点にて検量線を作成し、その直線性 (r^2) を評価しました。また、最高濃度の検量点における繰り返し分析 (n=6) での面積再現性を評価しました。これらの結果を表2に示します。各成分とも、良好な直線性および再現性が得られました。

表2 各成分の検出波長、直線性および面積再現性

	Detection (nm)	Linearity (r^2)	Repeatability (%RSD)
BTA (A)	260 nm	> 0.9999	0.12
TTAA (B)	260 nm	> 0.9999	0.19
5HMF (1)	280 nm	> 0.9999	0.13
2FOL (2)	220 nm	> 0.9999	0.11
2FAL (3)	280 nm	> 0.9999	0.24
2ACF (4)	280 nm	> 0.9999	0.087
5MEF (5)	280 nm	> 0.9999	0.14

■試料の前処理と添加回収試験

試料はASTMに従って前処理を施しました。図3に前処理方法を示します。この前処理法の妥当性を評価するため、各成分の添加回収試験を実施しました。トルエンに溶解したBTA、TTAAおよびフラン化合物をホワイトオイルに添加し、その回収率を算出しました。表3に添加回収試験の結果と前処理の再現性 (n=3) を、図4にその際のクロマトグラムを示します。いずれの化合物も高い回収率を得られ、再現性も良好でした。

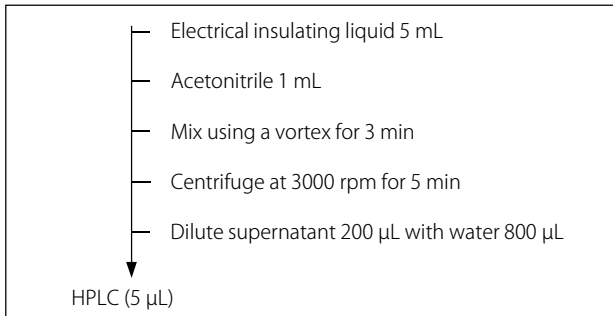


図3 前処理プロトコール

表3 各成分の回収率と再現性 (n=3)

	Recovery (%)	Reproducibility (%RSD)
BTA (A)	89	0.85
TTAA (B)	86	0.84
5HMF (1)	98	0.78
2FOL (2)	102	0.71
2FAL (3)	99	1.2
2ACF (4)	99	0.85
5MEF (5)	97	1.4

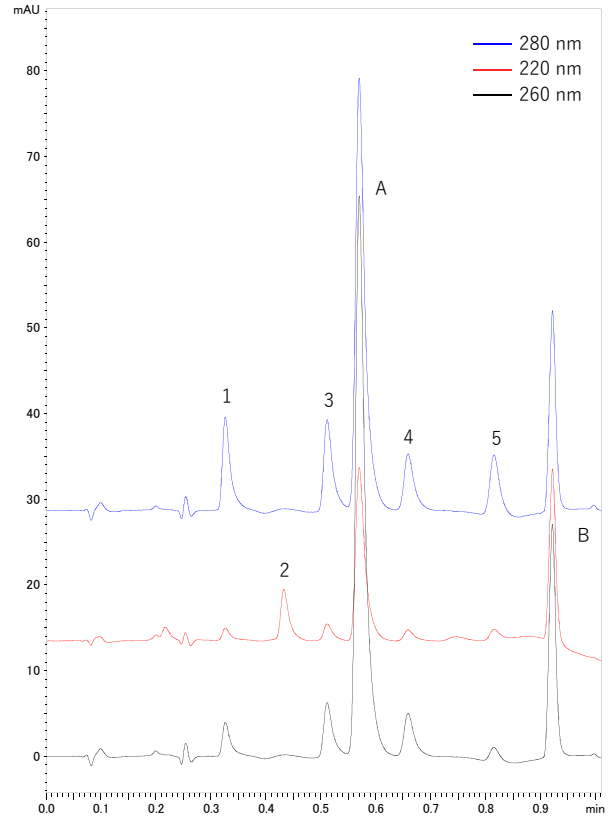


図4 目的成分を添加したホワイトオイルのクロマトグラム
BTA、TTAA:各20000 µg/L、フラン化合物:各1000 µg/Lになるよう添加

■まとめ

従来は別々に分析されていた絶縁油中の金属不活性剤とフラン化合物を、1分析5分で同時分析しました。この方法により、分析切り替えの手間や総分析時間を大幅に削減することが可能です。また、別々にしていた前処理も同時に行えるので、前処理に要する時間も大幅に削減することが可能です。

※Irgamet® 39はBASFジャパン株式会社よりご提供頂きました。NexeraおよびShim-packは、株式会社島津製作所の日本およびその他の国における商標です。Irgametは、BASF SEの登録商標です。