

变压器油中糠醛检测 解决方案



目录

- 前 言..... I
- 1 仪器设备与试剂..... 1
- 2 实验方法..... 2
 - 2.1 溶液配制..... 2
 - 2.2 色谱条件..... 2
- 3 实验结果..... 3
 - 3.1 典型分离色谱图..... 3
 - 3.2 线性范围..... 4
 - 3.3 检出限..... 5

前 言

油浸式变压器是电网系统中的主要设备之一，其中含有大量的绝缘油和绝缘纸。随着时间的推移，绝缘油、纸会逐渐老化，绝缘效果变差，影响变压器使用效果及安全性。绝缘油可在变压器使用期间再生或更换，绝缘纸的老化却不可恢复。绝缘纸的老化程度是判断是否需要更换变压器的重要指标。

目前，国内电力变压器的纸质绝缘材料主要以木材纸浆为原料，主要成分是纤维素，当绝缘纸劣化时，纤维素降解生成一部分 D-葡萄糖单体，D-葡萄糖单体在变压器运行条件下易分解，最后产生一系列溶解在变压器油中的氧杂环化合物，糠醛是纤维素大分子降解后形成的一种主要氧杂环化合物。

合格的新变压器油不含糠醛，变压器内部非纤维素绝缘材料老化也不产生糠醛，变压器油中的糠醛是唯有纸绝缘老化才生成的产物。因此，测试油中糠醛含量，可以反映变压器纸绝缘的老化情况。

依利特公司参考电力行业执行标准《DL/T 1355-2014 变压器油中糠醛含量的测定 液相色谱法》，提出了变压器油中糠醛检测解决方案。

1 仪器设备与试剂

表1 EClassical 3200型高效液相色谱系统配置清单

序号	名称	数量
1	D3210紫外-可见检测器	1台
2	P3220高压恒流泵	1台
3	S3210自动进样器	1台
4	Kromstation色谱数据工作站	1套
5	T3200溶剂瓶托盘	1台
6	O3220色谱柱恒温箱	1台
7	Supersil ODS2 5 μ m,ID4.6mm $\times$ 250mm	1支

表2 主要化学试剂、标准品清单

序号	试剂	纯度
1	甲醇	色谱纯
2	去离子水	18.2M Ω
3	糠醛	99%

表3 主要样品前处理设备

序号	名称	规格型号	备注
1	溶剂过滤器	1000mL	流动相过滤
2	隔膜真空泵	0.08MPa,160W	流动相过滤, GM-0.33A
3	超声清洗器	3L/6L, 40/60KHz, 120W	流动相脱气, AS3120
4	涡旋混合器	/	样品混合

实验过程中其它玻璃器皿还包括容量瓶(10mL)、移液枪(0~1000 μ L, 0~5000 μ L)、移液枪枪头(1mL, 5mL)、一次性 PVC 手套、一次性口罩、滤膜等若干。

2 实验方法

2.1 溶液配制

● 糠醛标准品储备液配置

取糠醛标准品0.1042g于100mL容量瓶，加甲醇溶解，定容，配制成1mg/mL糠醛标准品储备液。

● 糠醛标准品溶液配制

取糠醛储备液 200 μ L于100mL容量瓶，加甲醇稀释并定容至刻度，配置成 2 μ g/mL糠醛溶液。再分别取该溶液 0.5mL、0.25mL、0.1mL和 0.05mL于离心管中，加甲醇稀释至1mL，分别配置成 1 μ g/mL、0.5 μ g/mL、0.2 μ g/mL和 0.1 μ g/mL浓度糠醛溶液。

2.2 色谱条件

色谱柱：Supersil ODS2 5 μ m, ID4.6mm $\times$ 250mm

流动相组成(V/V)： 甲醇/水=1/1

流量： 1.0mL/min

进样体积： 10 μ L

检测： UV277nm

柱温： 40 $^{\circ}$ C

3 实验结果

3.1 典型分离色谱图

取浓度为 1.0μg/mL 的糠醛标准溶液进样，按照 2.2 色谱条件进行分析，结果如下图：

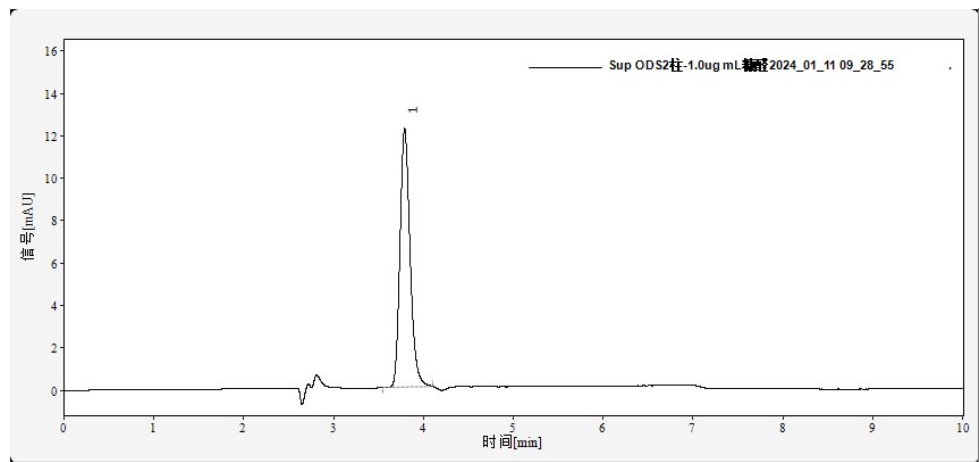


图 1 糠醛典型分离色谱图

表4 糠醛典型分离谱图参数

峰号	组分名	保留时间(min)	峰面积(mAU·s)	塔板数(N)	不对称度
1	糠醛	3.79	95.43	22740	1.34

从以上结果可知，糠醛分析速度较快，柱效较高。

3.2 线性范围

将糠醛标准工作溶液，按 2.2 中色谱条件进行分析，糠醛的线性如下表所示。

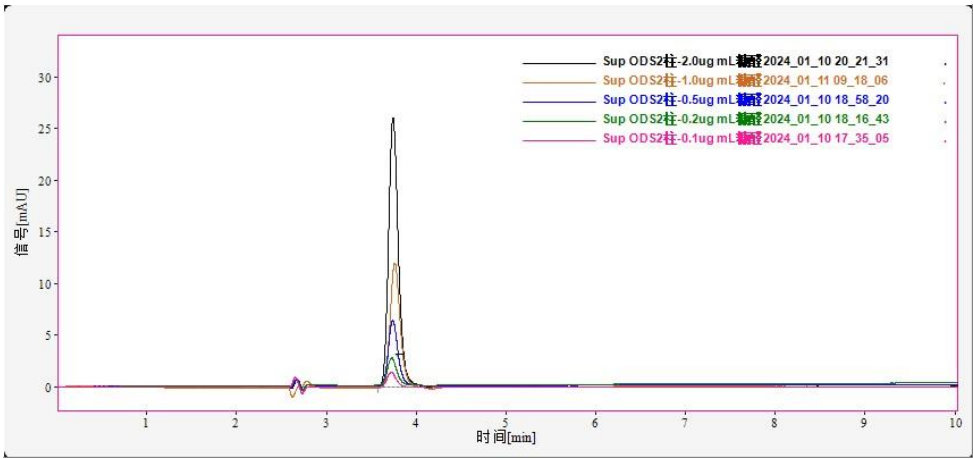


图 2 不同浓度糠醛堆叠分析谱图

表5 糠醛线性方程

物质	线性方程	线性相关系数 R
糠醛	$Y=97.0213X-0.209196$	0.9998

从上表可知，糠醛浓度在 0.1µg/mL 到 2.0µg/mL 范围内，线性良好，线性相关系数为 0.9998。

3.3 检出限

检测限:

将糠醛溶液稀释至4ng/mL测试，结果如下图所示：

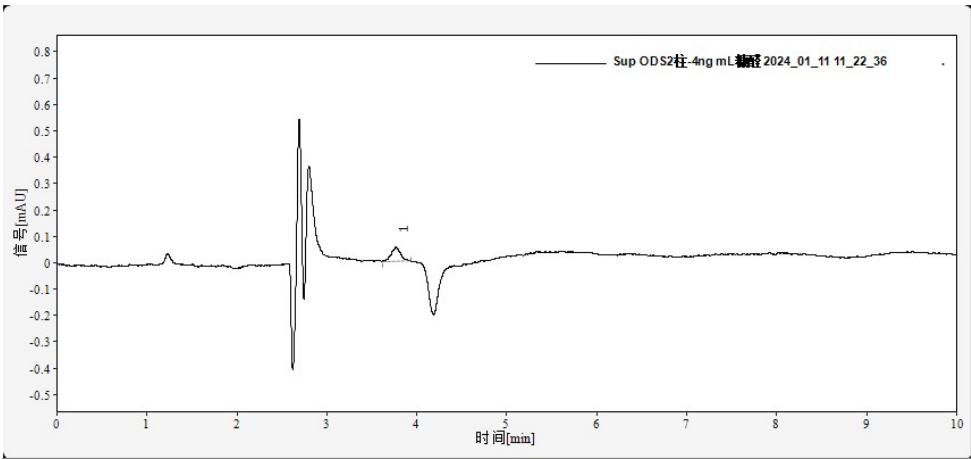


图 3 糠醛检出限分析色谱图（4ng/mL）

表6 糠醛线性方程

峰号	组分名	保留时间(min)	峰面积(mAU·s)	塔板数(N)	不对称度	S/N
1	糠醛	3.76	0.39	25560	1.21	2.2

以三倍信噪比计算，仪器检出限为5.45ng/mL，方法检出限为0.68ng/mL (0.00068mg/L)，优于行业标准的0.001mg/L。

综上，依利特公司根据电力行业执行标准提出的变压器油中的糠醛的解决方案，分析速度快，灵敏度高于行业标准的 yêu cầu，糠醛浓度在0.1 μg/mL到2.0 μg/mL范围内线性良好，满足电力行业执行标准《DL/T 1355-2014 变压器油中糠醛含量的测定 液相色谱法》中对变压器油中糠醛检测的要求，适用于变压器油中糠醛检测。

大连公司

公司地址：高新园区七贤岭学子街 2-2 号

公司电话：0411-84753333(总机)-转销售部

公司传真：0411-84732323

客服电话：400-66-35483

公司网址：<http://www.eliteHPLC.com>



苏州公司

苏州工业园区金鸡湖大道 99 号苏州纳米城西北区 14 栋 501

电话：0512-67997572

北京办事处

地址：北京市朝阳区汤立路 201 号东亚奥北中心南区 4 号楼 2 单元 2307 室

电话：15842472651

济南办事处

地址：山东省济南市历下区奥体西路 1222 号力高国际 10 楼 1-1816 室

电话：18842689516

上海办事处

地址：徐汇区梅陇路 130 号华东理工大学实验四楼 204 室

电话：18842682679

武汉办事处

地址：武汉市洪山区鸿桂苑东区 1 栋 1 单元 2501

电话：18842683216

南京办事处

地址：江苏省南京市建邺区云锦路 45 号万达东坊 14 幢 608 室

电话：18842682679

厦门办事处

地址：厦门市集美区鱼福三里 383 号 127 单元

电话：18842685196

西安办事处

地址：陕西省西安市西稍门十字西南角柠檬宫舍 11505 室

电话：18842681836

广州办事处

地址：广州市白云区东兴二街 3 号擎山苑 C2 栋 1404 房

电话：18842683616

成都办事处

地址：成都武侯区九兴大道 6 号高发大厦 A 座 610

电话：18842681865