

Inhalt

| | Seite |
|--|-------|
| Vorwort | 2 |
| Einleitung | 6 |
| 1 Anwendungsbereich | 8 |
| 2 Normative Verweisungen | 8 |
| 3 Begriffe und Abkürzungen | 8 |
| 3.1 Begriffe | 8 |
| 3.2 Abkürzungen | 12 |
| 4 Probenahme | 12 |
| 5 Verfahren | 12 |
| 5.1 Prinzip | 12 |
| 5.2 Anwendungsbereich | 13 |
| 5.3 Interferenzen | 13 |
| 5.3.1 Gleichzeitig eluierende Verbindungen | 13 |
| 5.3.2 Elektroneneinfangdetektor (ECD) | 13 |
| 5.3.3 Atomemissionsdetektor (AED) | 13 |
| 5.3.4 Massenspektrometer (MS) | 13 |
| 5.3.5 Tandem-Massenspektrometer (MS/MS) | 14 |
| 5.3.6 Interferenzen der Matrices | 14 |
| 5.4 Geräte und Materialien | 14 |
| 5.4.1 Waage | 14 |
| 5.4.2 Gaschromatograph | 14 |
| 5.4.3 Datenerfassungssystem | 15 |
| 5.5 Chemikalien und Materialien | 15 |
| 5.5.1 Reinheitsgrad der Chemikalien | 15 |
| 5.5.2 Gase | 15 |
| 5.5.3 Lösungsmittel | 15 |
| 5.6 Kalibriersubstanzen | 16 |
| 5.6.1 Dibenzyldisulfid (DBDS) | 16 |
| 5.6.2 Diphenyldisulfid (DPDS) | 16 |
| 5.6.3 Grundöl | 16 |
| 5.7 Kalibrierlösungen | 16 |
| 5.7.1 Stammlösung | 16 |
| 5.7.2 Interner Standard (IS) | 16 |
| 6 Geräteeinstellungen | 16 |
| 6.1 Gaschromatograph | 16 |
| 6.1.1 Allgemeines | 16 |
| 6.1.2 Trägergas | 17 |

| | Seite |
|---|-------|
| 6.1.3 Injektor | 17 |
| 6.1.4 Trennparameter | 17 |
| 6.1.5 Bestimmung mittels ECD | 17 |
| 6.1.6 Bestimmung mittels AED | 17 |
| 6.1.7 Bestimmung mittels MS | 18 |
| 6.1.8 Bestimmung mittels MS/MS | 18 |
| 6.2 Kalibrierung | 18 |
| 6.2.1 Allgemeines | 18 |
| 6.2.2 Kalibriervorschrift | 18 |
| 6.2.3 Bestimmung der Responsefaktoren (ECD und AED) | 18 |
| 6.2.4 Bestimmung des Responsefaktors (MS) | 19 |
| 6.2.5 Bestimmung des Responsefaktors (MS/MS) | 19 |
| 6.3 Analyse | 20 |
| 6.3.1 Probenvorbereitung | 20 |
| 6.3.2 Injektion der Probe | 20 |
| 6.3.3 GC-Analyseläufe | 20 |
| 6.3.4 Integration der Signale | 20 |
| 6.4 Berechnungen | 20 |
| 6.4.1 Elektroneneinfangdetektor und Atomemissionsdetektor (ECD und AED) | 20 |
| 6.4.2 Massenspektrometer (MS) | 21 |
| 6.4.3 Tandem-Massenspektrometer (MS/MS) | 21 |
| 6.5 Angabe des Ergebnisses | 21 |
| 7 Präzision | 21 |
| 7.1 Nachweisgrenze | 21 |
| 7.2 Wiederholbarkeit | 22 |
| 7.3 Vergleichbarkeit | 22 |
| 8 Prüfbericht | 22 |
| Anhang A (informativ) Abbildungen typischer Chromatogramme und Ergebnisse | 23 |
| Anhang B (informativ) Betriebsbedingungen anderer geeigneter Detektoren | 29 |
| Literaturhinweise | 30 |
| Anhang ZA (normativ) Normative Verweisungen auf internationale Publikationen mit ihren entsprechenden europäischen Publikationen | 31 |
| Bild A.1 – GC-ECD-Chromatogramm von 2 mg · kg ⁻¹ DBDS-Kalibrierlösung und DPDS (IS) in Weißöl | 23 |
| Bild A.2 – GC-ECD-Chromatogramm von 200 mg · kg ⁻¹ DBDS-Kalibrierlösung und DPDS (IS) in Weißöl | 23 |
| Bild A.3 – GC-ECD-Chromatogramm von handelsüblichem Mineralöl mit bekannter Kontamination an DBDS | 24 |
| Bild A.4 – GC-ECD-Chromatogramm von handelsüblichem Mineralöl mit nicht bekannter Kontamination an DBDS | 24 |

| | Seite |
|---|-------|
| Bild A.5 – GC-ECD-Chromatogramm von handelsüblichem Mineralöl mit bekannter Kontamination an DBDS, angereichert mit handelsüblicher Zubereitung von polychlorierten Biphenylen (PCB's)..... | 25 |
| Bild A.6 – Kohlenstoff- und Schwefel-Fingerprints (C-S) in handelsüblichem Mineralöl mit bekannter Kontamination an DBDS, aufgezeichnet mit GC-AED..... | 25 |
| Bild A.7 – Kohlenstoff- und Schwefel-Fingerprints (C-S) in handelsüblichem Mineralöl mit unbekannter Kontamination an DBDS, aufgezeichnet mit GC-AED..... | 26 |
| Bild A.8 – Kohlenstoff- und Schwefel-Fingerprints (C-S) in handelsüblichem Mineralöl mit bekannter Kontamination an DBDS, aufgezeichnet mit GC-AED; die Anwesenheit weiterer Schwefelverbindungen (korrosiv und nicht korrosiv) wird deutlich | 26 |
| Bild A.9 – GC-MS-Chromatogramme des Moleküliions m/z 218 von DPDS (IS) und des Moleküliions m/z 246 von DBDS in mit $4 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ DBDS-angereichertem Weißöl | 27 |
| Bild A.10 – GC-MS-Chromatogramme des Moleküliions m/z 218 von DPDS (IS) und des Moleküliions m/z 246 von DBDS mit bekannter Kontamination an DBDS in handelsüblichem Mineralöl..... | 27 |
| Bild A.11 – GC-MS-Chromatogramme des Fragmentions m/z 109, entstanden via CID aus dem Moleküliion m/z 218 von DPDS (IS) und des Fragmentions m/z 91, entstanden via CID aus dem Moleküliion m/z 246 von DBDS in mit $4 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ DBDS-angereichertem Weißöl..... | 28 |
| Bild A.12 – GC-MS-Chromatogramme des Fragmentions m/z 109, entstanden via CID aus dem Moleküliion m/z 218 von DPDS (IS) und des Fragmentions m/z 91, entstanden via CID aus dem Moleküliion m/z 246 von DBDS mit bekannter Kontamination an DBDS in handelsüblichem Mineralöl..... | 28 |
| Tabelle 1 – Säulenofen-Temperaturprogramm | 17 |
| Tabelle 2 – MS-Parameter | 18 |
| Tabelle 3 – Wiederholbarkeitsgrenzen..... | 22 |
| Tabelle 4 – Vergleichbarkeitsgrenzen | 22 |