

**Isolierflüssigkeiten –  
Quantitative Bestimmung von Verbindungen korrosiven Schwefels in neuen und  
gebrauchten Isolierflüssigkeiten –  
Teil 1: Prüfverfahren zur quantitativen Bestimmung von Dibenzyldisulfid (DBDS)**

**Inhalt**

	Seite
Einleitung.....	4
Gesundheit und Sicherheit.....	5
Umwelt	5
1 Anwendungsbereich .....	6
2 Normative Verweisungen.....	6
3 Begriffe.....	6
4 Probenahme.....	9
5 Verfahren .....	9
5.1 Prinzip .....	9
5.2 Anwendungsbereich .....	10
5.3 Interferenzen.....	10
5.3.1 Gleichzeitig eluierende Verbindungen .....	10
5.3.3.1 ECD .....	10
5.3.3.2 AED.....	10
5.3.3.3 MS.....	11
5.3.3.4 MS/MS .....	11
5.3.3.5 Interferenzen der Matrices.....	11
5.4 Geräte und Materialien .....	11
5.4.1 Waage.....	11
5.4.2 Gaschromatograph .....	11
5.4.2.1 ECD .....	11
5.4.2.2 AED.....	12
5.4.2.3 MS.....	12
5.4.2.4 MS/MS .....	12
5.4.2.5 Datenerfassungssystem .....	12
5.5 Chemikalien und Materialien.....	12
5.5.1 Reinheitsgrad der Chemikalien.....	12
5.5.2 Gase .....	12
5.5.3 Lösungsmittel.....	12
5.6 Kalibriersubstanzen .....	13
5.6.1 Dibenzyldisulfid (DBDS) .....	13
5.6.2 Diphenylsulfid (DPDS) .....	13
6.5.3 Grundöl .....	13

	Seite
5.7 Kalibrierlösungen.....	13
5.7.2 Interner Standard (IS) .....	13
6 Geräteeinstellungen .....	13
6.1 Gaschromatograph.....	13
6.1.1 Trägergas.....	14
6.1.2 Injektor.....	14
6.1.3 Trennparameter .....	14
6.1.4 Bestimmung mittels ECD .....	14
6.1.5 Bestimmung mittels AED .....	14
6.1.6 Bestimmung mittels MS .....	14
6.1.7 Bestimmung mittels MS/MS.....	15
6.2 Kalibrierung .....	15
6.2.1 Kalibriervorschrift .....	15
6.2.2 Bestimmung der Responsefaktoren [ECD und AED] .....	15
6.2.3 Bestimmung des Responsefaktors [MS].....	16
6.2.4 Bestimmung des Responsefaktors [MS/MS] .....	16
6.3 Analyse.....	17
6.3.1 Probenvorbereitung.....	17
6.3.2 Injektion der Probe .....	17
6.3.4 Integration der Signale .....	17
6.4 Berechnungen .....	17
6.4.1 ECD und AED .....	17
6.4.2 MS.....	18
6.4.3 MS/MS.....	18
6.5 Angabe des Ergebnisses .....	18
7 Präzision.....	18
7.1 Nachweisgrenze .....	18
7.2 Wiederholbarkeit .....	18
7.3 Vergleichbarkeit.....	19
8 Prüfbericht.....	19
Literaturhinweise .....	20
Anhang A (informativ).....	21
A.1. GC-ECD-Chromatogramme von DBDS-Kalibrierlösung und DPDS (IS) in Weißöl und in Mineralöl.....	21
A.2. GC-AED-Chromatogramme von DBDS in Mineralöl.....	23
A.3. GC-MS-Chromatogramme von DBDS in Mineralöl.....	25
A.4. GC-MS/MS-Chromatogramme von DBDS in Mineralöl .....	26
Bild 1 – GC-ECD-Chromatogramm von 2 mg kg <sup>-1</sup> DBDS-Kalibrierlösung und DPDS (IS) in Weißöl.....	21

Bild 2 – GC-ECD-Chromatogramm von 200 mg kg <sup>-1</sup> DBDS-Kalibrierlösung und DPDS (IS) in Weißöl.....	21
Bild 3 – GC-ECD-Chromatogramm von handelsüblichem Mineralöl mit bekannter Kontamination an DBDS .....	22
Bild 4 – GC-ECD-Chromatogramm von handelsüblichem Mineralöl mit nicht bekannter Kontamination an DBDS .....	22
Bild 5 – GC-ECD-Chromatogramm von handelsüblichem Mineralöl mit bekannter Kontamination an DBDS angereichert mit handelsüblicher Zubereitung von Polychlorierten Biphenylen (PCB's).....	23
Bild 6 – Kohlenstoff- und Schwefel-Fingerprints („C-S“) in handelsüblichem Mineralöl mit bekannter Kontamination an DBDS aufgezeichnet mit GC-AED; das obere Chromatogramm zeigt die Kohlenstoffemission bei $\lambda$ 179 nm, während das untere Chromatogramm die Schwefelstoffemission bei $\lambda$ 181 nm zeigt.....	23
Bild 7 – Kohlenstoff- und Schwefel-Fingerprints („C-S“) in handelsüblichem Mineralöl mit unbekannter Kontamination an DBDS aufgezeichnet mit GC-AED .....	24
Bild 8 – Kohlenstoff- und Schwefel-Fingerprints („C-S“) in handelsüblichem Mineralöl mit bekannter Kontamination an DBDS aufgezeichnet mit GC-AED; die Anwesenheit weitere Schwefelverbindungen (korrosiv und nicht korrosive) wird deutlich.....	24
Bild 9 – GC-MS-Chromatogramme des Moleküliions m/z 218 von DPDS (IS) und des Moleküliions m/z 246 von DBDS in mit 4 mg kg <sup>-1</sup> DBDS-angereichertem Weißöl.....	25
Bild 10 – GC-MS-Chromatogramme des Moleküliions m/z 218 von DPDS (IS) und des Moleküliions m/z 246 von mit bekannter Kontamination an DBDS in handelsüblichem Mineralöl.....	25
Bild 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 Moleküliions m/z 246 von DBDS in mit 4 mg kg <sup>-1</sup> DBDS-angereichertem Weißöl.....	26
Bild 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 Moleküliions m/z 246 von DBDS mit bekannter Kontamination an DBDS in handelsüblichem Mineralöl .....	26
Tabelle 1 – Säulenofen-Temperaturprogramm.....	14
Tabelle 2 – MS-Parameter .....	15
Tabelle 3 – Wiederholbarkeitsgrenzen.....	19
Tabelle 4 – Vergleichbarkeitsgrenzen.....	19