



**Direktverbindung** GmbH

*environmental.measurement*

STAND JANUAR 2004

**ARBEITSVORSCHRIFT UND LABORANWEISUNG  
FÜR DIE MESSUNG VON ÖL- IN WASSER,  
SCHLAMM UND IM BODEN.  
MESSUNG VON LUFT AUF ANFRAGE.**

**MIT HILFE DES OMS- SYSTEMS  
TYP OMS-1**



**TECHNISCHE FRAGEN BITTE AN UNSEREN  
VERTRETER ODER AN**

**OMS-SUPPORT@DVB-ENV.COM**

**DAS GERÄT BRAUCHT EINE KALIBRIERUNG, DER 0-PUNKT UND DER ENTWERT  
MUSS ANGEGEBEN WERDEN.**



<b>INHALTSVERZEICHNIS</b>	<b>Seite</b>
<b>Zubehör</b>	3
<b>Chemikalien und Verbrauchsmaterialien</b>	4
<b>Nullpunktkalibrierung</b>	4
<b>Nullpunktkalibrierung (Direkteinspritzung)</b>	6
<b>Ausrechnungsbeispiel Kalibrierlösung</b>	7
<b>Erstellen von Standardlösungen</b>	8
<b>Endwertkalibrierung</b>	9
<b>Endwertkalibrierung (Betriebsarten "A", "C" oder "D")</b>	9
<b>Endwertkalibrierung auf Betriebsart "B"</b>	10
<b>Wahl des Meßbereiches</b>	11
<b>Vorprobenreihe zur Klassifizierung der Proben</b>	12
<b>Leicht extrahierbare Abwasserproben</b>	16
<b>Messung von gering belasteten Abwasserproben</b>	18
<b>Schwer extrahierbare Abwasserproben</b>	18
<b>Messung von belasteten Abwasserproben</b>	19
<b>Messung von Schlammproben</b>	21
<b>Schlammprobenvorbereitung</b>	
(Konsistenz wie schwer extrahierbare Abwasserproben)	21
<b>Formel für Schlammproben</b>	23
<b>Berechnungsbeispiele für Schlammproben</b>	24
<b>Probenvorbereitung von Schlammproben</b>	
(Konsistenz wie Bodenproben)	25
<b>Messung von Bodenproben</b>	27
<b>Formel für Bodenproben</b>	29
<b>Berechnungsbeispiele für Bodenproben</b>	30
<b>Benutzung der Chromatographiesäule</b>	32
<b>Recycling und Aufbereitung des Lösemittels- Probenwassers</b>	33
<b>Schema zur Aufbereitung</b>	34



## ZUBEHÖR:

- Becherglas 250 ml, niedrige Form 1 Stck
- Schale aus Glas 500 ml, d. 115 mm 1 Stck
- Becherglas 25 ml, niedrige Form 2 Stck
- Meßzylinder 250 ml, hohe Form, graduiert 2 Stck
- Meßzylinder 50 ml, hohe Form, graduiert 2 Stck
- Meßzylinder 25 ml, hohe Form, graduiert 2 Stck
- Mikroliterspritze für 25 µl 1 Stck
- Meßkolben 100 ml mit NS-PE-Stopfen  
und NS-Glasstopfen 12/21 1 Stck
- Bürettenflasche, 1000 ml mit NS-Glasstopfen 29/32 1 Stck
- Kippautomat, 25 ml 1 Stck
- Stahlpinzette, gebogen 18/8 1 Stck

## Zubehör zur Bestimmung von schwer extrahierbaren Abwasserproben,

### Schlammproben und Bodenproben

- Scheidetrichter birnenförmig mit Teflonküken  
und NS-PE-Stopfen, Nennvolumen 500 oder 1000 ml 1 Stck
- Chromatographiesäule nach DIN 38409, Teil 18,  
komplett 1 Stck
- Erlenmeyerkolben, 250 ml mit NS-Glasstopfen 45/40 1 Stck
- Glastrichter 100/5 mm 1 Stck
- Glasstab 250/6 mm 1 Stck
- Reagenzglasgestell für 12 Gläser 1 Stck
- Reagenzglas 18 x 180 mm 6 Stck
- Korkstopfen, konisch 16/19/22 mm 6 Stck
- Pulvertrichter aus Polypropylen 65/15 mm 1 Stck
- Apothekerlöffel 150 mm 2 Stck
- Stativplatte (210 x 130 mm) 1 Stck
- Stativstange (600 mm) 1 Stck
- Stativring mit Muffe, d. 130 mm 1 Stck
- Stativklemme mit Muffe, d. 40 mm 2 Stck



## **CHEMIKALIEN:**

=====

- Schwefelsäure ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) = 0,5 mol/l \*
- Natriumsulfat wasserfrei ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) zur Analyse
- Magnesiumsulfat Heptahydrat ( $\text{MgSO}_4 \times 7 \text{H}_2\text{O}$ ) zur Analyse
- Aluminiumoxid 90 aktiv ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )
- 1,1,2-Trichlortrifluorethan ( $\text{C}_2\text{Cl}_3\text{F}_3$ ) für die Spektroskopie (andere Lösemittel auf Anfrage).
- Squalan ( $\text{C}_{30}\text{H}_{62}$ ) für die Gaschromatographie  
*(andere Eichöle ebenfalls verwendbar!)*  
*Bitte vor Gebrauch bei dvb environmental measurement nachfragen.)*

## **VERBRAUCHSMATERIALIEN:**

=====

- Teflonfilter
- Vinylhandschuhe
- Faltenfilter, d. 185 mm
- pH-Indikatorstäbchen

Die aufgeführten Zubehörteile und Verbrauchsmaterialien sind bei dvb environmental measurement erhältlich.

\* Nicht bei dvb environmental measurement erhältlich.

## **Nullpunktkalibrierung**

=====

Eine Nullpunktkalibrierung erfolgt immer direkt nach dem Einschalten. Das Gerät fordert "CAL" an.

Bevor die Nullpunktkalibrierung durchgeführt wird, sollte darauf geachtet werden, daß das Gerät ca. 30 Min. warm läuft.

Ansonsten fordert das Gerät evtl. im Laufe des Tages eine neue Nullpunktkalibrierung an.



**Beispiel:**

Bei einer Probenmessung erscheint anstelle eines Meßwertes "CAL" im Display.

**Ursache:**

1. Nullpunktkalibrierung wurde im kalten Zustand des Gerätes durchgeführt (Warmlaufzeit < 30 Min.). Probe befindet sich im Negativbereich (< 0) d. h.: Die infrarotspektroskopische Absorption ist geringer als die der vorhergehenden Nullpunktkalibrierung --> Meßwert geringer als 0 = Anzeige im Display: "CAL".
2. Es wurde mit einem anderen Lösemittel (aus einer anderen Flasche) kalibriert, und das neue Lösemittel besitzt einen höheren Reinheitsgrad als das vorherig genutzte.
3. Der Reinheitsgrad des verwendeten Lösemittels wurde durch Aluminiumoxid erhöht.

**Beispiel:**

Das Gerät wurde nullpunktkalibriert. Danach wurde die Probe (Ölgehalt: 0 mg/l) extern extrahiert und über Aluminiumoxid gegeben. Nach der Messung fordert das Gerät "CAL" an, weil das Lösemittel durch das Aluminiumoxid aufbereitet wurde, d. h. infrarotaktive Restkonzentrationen wurden entfernt.

4. Wider Erwarten ist das Trinkwasser, welches bei der Nullpunktkalibrierung zur Erreichung des notwendigen hydrostatischen Druckes eingesetzt wurde, belastet. Dadurch wurden schon bei der Nullpunktkalibrierung Kohlenwasserstoffe aus dem Trinkwasser extrahiert, woraus ein belasteter Lösemittelextrakt zur Festsetzung des Nullpunktes resultiert.

**Durchführung:**

1. Über den Einfülltrichter werden in das Extraktorglas folgende Flüssigkeitsvolumina gegeben:

25 ml	reines 1,1,2-Trichlortrifluorethan
250 ml	sauberes, ölfreies Wasser (Trinkwasser)

2. Einfülltrichter mit Deckel verschließen und die Taste "Null-CAL" betätigen.



3. Die Messung im Gerät läuft automatisch ab. Im Display erscheint die Anzeige 0 und die "Auto Start"-Taste leuchtet auf.

### **Allgemeine Angaben zur Kalibrierung des Gerätes:**

- Es ist darauf zu achten, daß die Nullpunktkalibrierung und die Endwertkalibrierung auf der gleichen Betriebsart und mit der gleichen Extraktionszeit, wie die Probemessungen später, durchgeführt werden, ansonsten kann es zu leichten Meßwertverschiebungen kommen.

#### **z. B.:**

Probe auf Betriebsart "C" und Extraktionszeit: 4 Min.

Kalibrierung: Betriebsart "C" und Extraktionszeit: 4 Min. wählen.

- Außerdem muß beachtet werden, daß die Kalibrierung und die Probenmessung mit dem gleichen Lösemittel durchgeführt werden.

### **Nullpunktkalibrierung durch Direkteinspritzung**

=====

#### **Durchführung:**

Betriebsart "B" wählen!

1. Die Seitenwand mit der CAMLOC-Verschraubung lösen.
2. Den Umstellhahn auf Direkteinspritzung stellen. Der Durchfluß muß von der Spritzenkupplung (Frontplatte) zur Meßzelle verlaufen. Der Umstellhebel zeigt nach links!
3. Mit einer Probenspritze 5 ml Nulllösung aufziehen und über die Direkteinspritzung die Küvette durch mehrmaliges Einspritzen und Wiederaufziehen spülen.

#### **HINWEIS:**

Den Lösemittelextrakt immer langsam in die Messzelle



injizieren. Darauf achten, daß jedesmal die LED der Meßzelle aufleuchtet!

4. Danach die Nulllösung verwerfen und neue Lösung soweit in die Küvette einspritzen, bis die LED der Meßzelle aufleuchtet.
5. Jetzt die Taste "Null-Cal" betätigen.
6. Das OMS-1 springt sofort auf den Modus "P" wie Probenmessung.
7. Nach der Messung erfolgt im Display die Anzeige "0", und die Auto-Start-Taste leuchtet auf.

### **Ausrechnungsbeispiel Kalibrierlösung**

=====

Dichte von Squalan: 0,81 kg/l

0,81 kg entsprechen einem Volumen von 1 Liter

810 g entsprechen einem Volumen von 1000 ml

20,25 g entsprechen einem Volumen von 25 ml

202,5 mg entsprechen einem Volumen von 250 µl

20,25 mg entsprechen einem Volumen von 25 µl

### **Das heißt:**

25 µl Squalan gelöst in 1 Liter Flüssigkeit entspricht einer Konzentration von 20,25 mg/l, woraus sich ergibt, daß 25 µl Squalan gelöst in 100 ml der Flüssigkeit einer Konzentration von 202,5 mg/l entspricht.



## Erstellen von Standardlösungen

=====

Es werden benötigt:      1 Mikroliterspritze            für 25  $\mu$ l  
                                 1 Meßkolben mit Glasstopfen für 100 ml  
                                 Squalan                            25  $\mu$ l  
                                 1,1,2-Trichlortrifluorethan 100 ml

1. In der Mikroliterspritze werden 25  $\mu$ l Squalan aufgezogen, die Nadel der Spritze ist anschließend abzuwischen.
2. Das aufgezogene Squalan wird in den 100 ml Meßkolben gegeben. Den letzten Tropfen an der Nadelspitze an der Innenwand des Kolbenhalses abstreifen.
3. Der Meßkolben wird bis zum Eichstrich mit Lösemittel aufgefüllt.
4. Den Meßkolben mit einem Glasstopfen verschließen und gut durchschütteln (dabei mehrmals auf den Kopf drehen).

### Kalibrierung auf mg/l

Die so angesetzte Lösung entspricht unter Berücksichtigung der Dichte von Squalan (Dichte = 0,81 kg/l) einer Standardkonzentration von 203 mg/l (siehe Ausrechnungsbeispiel Kalibrierlösung Seite 7).

### Kalibrierung auf ppm (parts per million)

Die so angesetzte Lösung entspricht einer Standardkonzentration von 250  $\mu$ l/l (= 250 ppm). Bei der Kalibrierung auf ppm ist es sinnvoller, einen Standard auf 200 ppm anzusetzen (= 20  $\mu$ l Eichöl auf 100 ml Lösemittel), da der lineare Zusammenhang zwischen Extinktion und Konzentration bei Konzentrationen über 200 mg/l in eine nichtlineare Beziehung übergeht.

### Kalibrierhinweis:

Außer Squalan können auch andere Einzelkohlenwasserstoffe oder Kohlenwasserstoffgemische zur Kalibrierung (Erstellung der Standardlösung) verwendet werden. Mit Bezug auf das Meß-, Detektions- und Berechnungsprinzip (Lambert-Beer-Gesetz) ist der erhaltene Meßwert umso genauer, umso ähnlicher der vermessene Kohlenwasserstoff (oder das Kohlenwasserstoffgemisch) dem Kalibrieröl ist





(d. h. je ähnlicher sich die Gruppenextinktionskoeffizienten von zu vermessenden Kohlenwasserstoff und Kalibrierkohlenwasserstoff sind).

### **HINWEIS:**

Es ist auch möglich, einen Standard von z. B.: 100 mg/l anzusetzen und das Gerät auf diesen zu eichen.

In diesem Falle sind Verdünnungsreihen zu empfehlen, weil das Ansetzen mit der Mikroliter-spritze bei kleineren Standards zu ungenau wird.

### **Endwertkalibrierung**

=====

#### **Wie oft?**

- je nach Bedienung (leicht oder stark verschmutzte Proben) unterschiedlich (täglich bis monatlich) --> Erfahrungswert!  
Leicht belastete Abwasserproben, *siehe Seite 18*.  
Stark belastete Abwasserproben, *siehe Seite 21*.
- beim Wählen einer neuen Betriebsart und Extraktionszeit
- bei Gebrauch von Lösemittel aus einer anderen Charge (Flasche, Faß etc.) oder Verwendung eines anderen Lösemittels.

### **Endwertkalibrierung (auf Betriebsart "A", "C" oder "D")**

=====

Betriebsart wählen!

Extraktionszeit wählen!

Umstellhahn auf Durchfluß

von Extraktion zur Meßzellestellen.

(Umstellhebel zeigt nach unten).

1. Über den Einfülltrichter werden in das Extraktorglas folgende Flüssigkeitsvolumina gegeben:

25 ml Standardlösung

250 ml sauberes ölfreies Wasser (Trinkwasser)

2. Einfülltrichter mit Deckel verschließen und die Taste "Auto-Start" betätigen.



3. Die Messung im Gerät läuft automatisch ab. Im Display erscheint nach 3 Spülvorgängen der Meßwert in mg/l.

### **HINWEIS:**

Beim OMS-1 muß bei Kalibrierung auf Betriebsart "D" darauf geachtet werden, daß die Spülvorgänge und die Messung nach der Extraktion und Absetzzeit durch erneutes Drücken der "Auto-Start"-Taste wieder initiiert werden müssen.

4. Im Display erscheint die Anzeige eines dreistelligen Wertes.
5. Entspricht der Anzeigewert nicht dem Sollwert der Standardlösung, wird dieser mittels Schraubendreher am Steilheitspotentiometer eingestellt (unter dem Display auf der Front-platte).
6. Kontrollmessung durchführen (s. Punkt 1-5).
7. Entspricht der Anzeigewert der angesetzten Standardlösung, ist der Endwert kalibriert.

### **Endwertkalibrierung auf Betriebsart "B"**

=====

Betriebsart "B" wählen!

1. Die Seitenwand mit der CAMLOC-Verschraubung lösen.
2. Den Umstellhahn auf Direkteinspritzung stellen. Der Durchfluß muß von der Spritzenkupplung (Frontplatte) zur Meßzelle verlaufen. Der Umstellhebel zeigt nach links!
3. Mit einer Probenspritze 5 ml Standardlösung aufziehen und über die Direkteinspritzung die Küvette durch mehrmaliges, langsames Einspritzen und Wiederaufziehen spülen.  
Darauf achten, daß jedesmal die LED der Meßzelle im Fließchema auf der Frontplatte aufleuchtet!
4. Danach die Standardlösung verwerfen und neue Lösung soweit in die Küvette einspritzen, bis die LED der Meßzelle aufleuchtet.
5. Jetzt die Taste "Auto Start" betätigen.
6. Das OMS-1 springt sofort auf den Modus "P" wie Probenmessung.



7. Nach der Messung erfolgt im Display die Anzeige eines dreistelligen Wertes.
8. Entspricht der Anzeigewert nicht dem Sollwert der Standardlösung, wird dieser mittels Schraubendreher am Steilheitspotentiometer eingestellt (unter dem Display auf der Frontplatte).
9. Kontrollmessung durchführen.
10. Entspricht der Anzeigewert der angesetzten Standardlösung, ist der Endwert kalibriert.

**HINWEIS:** Vor jeder Messung immer die Meßzelle durch mehrmaliges langsames Einspritzen des zu vermessenden Extraktes spülen

### **Wahl des Meßbereiches**

=====

1. Großer Meßbereich: 0 - 200 mg/l
2. Kleiner Meßbereich: 0 - 20 mg/l

### **1. Großer Meßbereich**

Im Falle des Verhältnisses Lösemittel/Probe 1:1 ist der große Meßbereich zu wählen.

Lösemittel: 25 ml  
Probe: 25 ml  
Wasser: 225 ml

**Ergebnis: mg/l**

### ***Beispiel:***

Eine mit 10 mg/l KW belastete Abwasserprobe wird im Verhältnis 1:1 extrahiert,  
Ergebnis: 10 mg/l



## 2. Großer oder kleiner Meßbereich

Im Falle des Verhältnisses Lösemittel/Probe 1:10 kann man zwischen den Meßbereichen wählen.

Lösemittel: 25 ml

Probe: 250 ml

Ergebnis: mg/10 l (im großen Meßbereich)

mg/l 1 (im kleinen Meßbereich)

### Beispiel:

Eine mit 10 mg/l Kohlenwasserstoff belastete Abwasserprobe wird im Verhältnis 1:10 extrahiert.

Ergebnis im großen Meßbereich : 100 mg/l : 10 = 10 mg/l

Ergebnis im kleinen Meßbereich: 10 mg/l

### HINWEIS:

Der kleine Meßbereich wird ebenfalls mit dem Standard 203 mg/l kalibriert.

Der kleine Meßbereich hat die Funktion einer 1 : 10-Taste.

Die Auflösung beträgt hier 0,1 mg/l.

### Vorprobenreihe zur Klassifizierung der Proben

=====

Für eine Direktmessung (Befüllung von oben) der Proben auf Betriebsart "A", "C" oder "D" sind mehrere Randbedingungen zu beachten:

- Der Gehalt an Feststoffen bzw. Schwebstoffen sollte 20 mg/l nicht überschreiten.
- Es dürfen keine sichtbaren Öl- und Fettbestandteile enthalten sein.
- Die Probe darf beim Schütteln nicht schäumen.

**Durch eine Vorprobenreihe lassen sich in Grenzfällen Unsicherheiten beseitigen.**



## HINWEIS:

Eine Vergleichskontrolle mit Trinkwasser ist zu empfehlen. Hier kann eine gute Phasen-trennung beobachtet und als Vergleich herangezogen werden.

### Durchführung einer Kontrolle:

1. In einen Scheidetrichter werden 25 ml Lösemittel und 250 ml Probenwasser eingefüllt (gleiche Bedingungen wie im Meßgerät).
2. Zum Vergleich werden in einen zweiten Scheidetrichter 25 ml Lösemittel und 250 ml Trinkwasser eingegeben.
3. Die Scheidetrichter maschinell oder von Hand 4 Min. schütteln.
4. Nach der Extraktion die Phasentrennung innerhalb der nächsten 60 Sekunden beobachten (Betriebsart "A", hier beträgt die Absetzzeit 60 Sekunden).

Betriebsart:	A	Extraktionszeit:	0 Min.	Absetzzeit =	30 sec.
Betriebsart:	A	Extraktionszeit:	1 Min.	Absetzzeit =	30 sec.
Betriebsart:	A	Extraktionszeit:	2 Min.	Absetzzeit =	45 sec.
Betriebsart:	A	Extraktionszeit:	4 Min.	Absetzzeit =	60 sec.
Betriebsart:	C	Extraktionszeit:	0 Min.	Absetzzeit =	90 sec.
Betriebsart:	C	Extraktionszeit:	1 Min.	Absetzzeit =	90 sec.
Betriebsart:	C	Extraktionszeit:	2 Min.	Absetzzeit =	105 sec.
Betriebsart:	C	Extraktionszeit:	4 Min.	Absetzzeit =	120 sec.
Betriebsart:	D	Extraktionszeit:	0-16 Min.	Absetzzeit =	frei wählbar.

Wenn bei diesem Versuch die Phasentrennung der Probenextraktion genauso gut wie die der Trinkwasserextraktion ist, kann die Probe mit dem Lösemittel direkt von oben ins Gerät gegeben werden (vorausgesetzt, daß keine anderen polaren Substanzen, die das Ölmeßgerät auch miterfaßt, in der Probe sind).

5. Weiterhin ist darauf zu achten, daß sich nach der Extraktion keine Feststoffe in der Lösemittelphase befinden (d.h. eventuell vorhandene Feststoffe sinken nicht durch die Lösemittel/Wasser-Phasengrenze in die Lösemittelphase ab).
6. Anteile von Nichtkohlenwasserstoffen wie lipophile Stoffe, die nicht zur Gruppe der Kohlenwasserstoffe gehören, müssen an Aluminiumoxid adsorbiert und so entfernt werden.



Bei dem Kontrollversuch betrug das Verhältnis Lösemittel/Wasser 1:10.

Falls sich keine gute Phasentrennung ergab, kann durch Variation der Volumina meist eine bessere Phasentrennung erreicht werden.

Z.B.: Verhältnis Lösemittel/Wasser 1:5

Bei der Vorprobenreihe ist zu beachten, daß die gleichen Verhältnisse wie bei den beabsichtigten Messungen mit dem Meßgerät gewählt werden.

Z.B.: In einen Scheidetrichter geben: 25 ml Lösemittel  
25 ml Probe  
225 ml Leitungswasser

oder: 2,5 ml Lösemittel  
2,5 ml Probe  
22,5 ml Leitungswasser

#### **BEMERKUNG:**

- Je weniger Probe oder/und je mehr Lösemittel genommen wird, desto ungenauer werden die Meßergebnisse.  
Sollte die Meßgenauigkeit nicht mehr ausreichend sein, bitte die Arbeitsvorschrift für die "Messung von schwerextrahierbaren Wasserproben nach entsprechender Vorbehandlung der Wasserproben" zu Rate ziehen, eventuell unter Beachtung der Arbeitsvorschrift für die "Messung von Restkohlenwasserstoffen nach Abtrennung polarer Substanzen (siehe auch DIN 38409 Teil 18)"
- Wenn keine gute Phasentrennung beobachtet wird:  
Nach Arbeitsvorschrift "Messung von schwerextrahierbaren Wasserproben mit entsprechender Vorbehandlung der Wasserproben" verfahren.



## HINWEIS

Wenn die Vorprobenreihe ergeben hat, daß eine Phasentrennung erst nach 1,5 Min. stattfand:

Hierzu Betriebsart "C" wählen.

Zu Betriebsart "D":

- Wenn sich aus den Voruntersuchungen ergibt, daß z. B. erst nach 10 Min. eine einwandfreie Phasentrennung auftritt, kann auf Betriebsart "D" (Befüllung von oben) gemessen werden.
- Bei Betriebsart "D" muß nach der Extraktion die "Auto Start"-Taste betätigt werden, um die Absetzzeit abzubrechen und den Meßvorgang (Spülungen und Messung) fortzuführen.
- Die Nullpunkt- und die Endwertkalibrierung können hierzu auf Betriebsart "A" oder "C" und Extraktionszeit 4 Min. durchgeführt werden.

**Das OMS-1 kann auf Betriebsart "D" auch als Extraktionsvorrichtung genutzt werden.**

### Beispiel:

Eine Probe soll extern extrahiert und auf Betriebsart "B" vermessen werden.

1. Nullpunkt- und Endwertkalibrierung auf Betriebsart "B" durchführen.
2. Gerät umschalten auf Betriebsart "D" und Extraktionszeit 4 Min. einstellen.
3. Das Lösemittel (z.B. 50 ml) und die Probe (z.B. 100 ml) direkt ins Extraktorglas geben.
4. Die Taste "Auto Start" betätigen. Das Gerät extrahiert 4 Min. Danach leuchten die "Null-CAL."- und die "Auto Start"-Taste auf.
5. Es folgt eine frei-wählbare Absetzzeit, die erst durch erneutes Betätigen der "Null-CAL" oder der "Auto Start" Tasten unterbrochen wird.
6. Das Lösemittel kann jetzt durch Betätigen der "Null-CAL."-Taste über MV1 und MV2 abgelassen werden. Es wird unter dem Lösemittelablaß in einem Glasgefäß aufgefangen. Die ersten 1-2 ml verwerfen.



7. Nachdem die Lösemittelphase fast vollständig abgelassen wurde, wird die Stop-Taste betätigt, um den Vorgang zu unterbrechen und die Extraktionseinheit zu entleeren.

Das Gefäß (z. B. Becherglas), in welchem das Lösemittel aufgefangen wird, muß bis zur vollständigen Entleerung der Extraktionseinheit unter dem Lösemittelablaß stehen bleiben.

### **HINWEIS:**

Durch den Teflonfilter ist gesichert, daß auch bei Nichtbetätigen der "Stop"-Taste kein Wasser mit in das abgelassene Lösemittel gelangt. Weil aber dadurch der Teflonfilter mit Wasser stark verunreinigt ist und so kein Lösemittel diesen mehr passieren kann, muß er ausgewechselt werden.

8. Der Extrakt kann jetzt im Gerät direkt über Betriebsart "B" vermessen werden.

9. Sollen die polaren Substanzen abgetrennt werden, kann dieser Extrakt direkt in die Chromatographiesäule gegeben werden. Hierzu kann auf wasserfreies Natriumsulfat zur Trocknung verzichtet werden, weil das Lösemittel vorher schon den Teflonfilter im Gerät, der restliche Wasserspuren abtrennt, durchlaufen hat.

### **Leicht extrahierbare Wasserproben**

=====

Die Vorprobenreihe hat ergeben, daß eine Phasentrennung eintritt. Das heißt, Lösemittel und Wasser trennen sich einigermaßen gut oder eindeutig.

Das Abwasser kann dann ohne weitere Probenvorbereitung direkt im Gerät vermessen werden.

Voraussetzung:

Probe schäumt nicht beim Schütteln und der Feststoffgehalt ist  $< 20 \text{ mg/l}$  und es gibt keine sichtbaren Öl- und Fettbestandteile und es sinken keine Feststoffe in die Lösemittelphase ab und es befinden sich keine Nichtkohlenwasserstoffe in der Abwasserprobe.





## Messung von gering belasteten Abwasserproben

=====

### Voraussetzung:

Das Gerät ist meßbereit, d.h. die Inbetriebnahme, die Nullpunktkalibrierung und die Endwerteinstellung wurden ordnungsgemäß durchgeführt. Die Taste "Auto Start" leuchtet.

1. Meßbereich einstellen: (oberste Taste)

- 0 - 20 mg/l Taste betätigt
- 0 - 200 mg/l Taste in Normalstellung

2. Extraktionszeit einstellen: (Schalter unten links)

4 Min. bei Verwendung von 1,1,2-Trichlortrifluorethan

3. Beim OMS-1 Betriebsart je nach gewünschter Absetzzeit wählen: "A", "C" oder "D" bzw. die Betriebsart, mit der die Kalibrierung durchgeführt wurde.

4. Deckel vom Einfülltrichter nehmen.

5. Über den Einfülltrichter in den Extraktor geben:

Beim Verhältnis	Beim Verhältnis
Lösemittel/Wasser 1:10	Lösemittel/Wasser 1:1
Meßbereich 0 - 20 mg/l	Meßbereich 0 - 200 mg/l
25 ml Lösemittel	25 ml Lösemittel
250 ml Probenwasser	25 ml Probenwasser
	225 ml Trinkwasser

### HINWEIS:

Es muß sich zur korrekten Durchführung von 3 Spülungen und einer Messung bei Meßvor-gängen auf Betriebsart "A", "C" oder "D" jedesmal ein Gesamtflüssigkeitsvolumen von 275 ml (zur Erzeugung des notwendigen hydrostatischen Druckes) im Extraktorglas befinden.



**Darauf achten, daß immer zuerst das Lösemittel, danach das Wasser eingefüllt wird.**

6. Deckel auf Einfülltrichter legen.
7. Taste "Auto-Start" drücken. Das Meßprogramm läuft jetzt automatisch ab:
  - Extraktion
  - Absetzvorgang
  - 3 Spülvorgänge
  - Messung
8. Im Display erscheint der Meßwert in mg/l.
9. Extraktor und Meßküvette werden automatisch separat entleert, um eine getrennte Sammlung von ölbelastetem Lösemittel und extrahiertem Probenwasser zu ermöglichen.
10. Erneutes Aufleuchten der Taste "Auto Start": Das Gerät ist zur nächsten Messung bereit.

### **Schwer extrahierbare Wasserproben**

=====

Die Vorprobe hat ergeben, daß keine Phasentrennung eintritt. Das heißt, Lösemittel und Wasser trennen sich nicht deutlich genug oder gar nicht, es liegt also eine Emulsion vor. Das Abwasser muß vorbehandelt werden:

#### **Voraussichtlich:**

Probe schäumt beim Schütteln oder/und  
der Feststoffgehalt ist > 20 mg/l oder/und  
es existiert ein sichtbarer Ölfilm oder/und  
es sinken Feststoffe in die Lösemittelphase ab oder/und  
es befinden sich Nichtkohlenwasserstoffe in der Probe.



## Messung von belasteten Abwasserproben

=====

1. Meßbereich wählen.
2. Beim OMS-1 Betriebsart "B" wählen.  
Beim PW-2 die Extraktionszeit auf 0 Min. stellen.
3. Die Probe wird extern in einem Scheidetrichter extrahiert. 50 - 1000 ml Abwasserprobe in einen Scheidetrichter geben. Es ist darauf zu achten, daß die Probe homogen ist, ansonsten ist zu empfehlen, die Abwasserprobe direkt in der Probenflasche zu extrahieren (Punkt 4 - 7). Danach das Gemisch in einen Scheidetrichter überführen und die Phasentrennung abwarten. Jetzt nach Punkt 8 weiterarbeiten.

homogen: gleichmäßig verteilte Schmutzstoffe.  
z. B.: Öle sind gleichmäßig in der Probe verteilt.

4. Für die Emulsionsbrechung wird Magnesiumsulfat Heptahydrat zur Abwasserprobe gegeben.  
(Auf ca. 500 ml Probe ca. 100 g Magnesiumsulfat Heptahydrat geben).
5. Das Gemisch mit Schwefelsäure auf einen pH-Wert von 2 bis 1 ansäuern.
6. 50 bis 100 ml 1,1,2-Trichlortrifluorethan zum Gemisch in den Scheidetrichter geben.

**Das Probe- und das Lösemittelvolumen kann je nach Bedarf geändert werden (Mengen notieren).**

7. Probe maschinell oder von Hand 4 Min. schütteln.

### HINWEIS:

Durch das Lösemittel baut sich ein Dampfdruck im Scheidetrichter auf. Deshalb ist darauf zu achten, den Scheidetrichter regelmäßig zu entlüften. Hierbei sollte gleichzeitig auf die Verdunstung geachtet werden --> kann zu Meßungenauigkeiten führen.

Meßungenauigkeiten können verhindert werden, indem entsprechend den Volumina von Probenwasser und Lösemittel ein Scheidetrichter gewählt wird, bei dem nach dem Einfüllen der Flüssigkeiten ein möglichst kleines Gasvolumen übrigbleibt. Eine weitere Maßnahme ist die Behandlung der vorher zur Endwertkalibrierung benutzten Standardlösung nach demselben Schema.



8. Scheidetrichter in einen Stativring stellen, Phasentrennung abwarten.
9. Zwischenzeitlich kann die Chromatographiesäule vorbereitet werden:
  - Chromatographiesäule am Stativ befestigen
  - 50 oder 100 ml Meßkolben unter die Säule stellen.
  - Auf die Fritte der Chromatographiesäule wird mit Hilfe eines Pulvertrichters 8 g Aluminiumoxid 90 aktiv (6 gehäufte Apothekerlöffel) gegeben.
10. Die Lösemittelphase wird über Natriumsulfat wasserfrei abgelassen. Dazu einen Glastrichter in einen Erlenmeyerkolben stellen und mit einem Faltenfilter auslegen, ca. 10 g Natriumsulfat wasserfrei auf den Filter geben. Lösemittel aus dem Scheidetrichter über das Natriumsulfat wasserfrei in den Erlenmeyerkolben ablassen.
11. Dann den getrockneten Extrakt mit Hilfe eines Glastrichters in die vorbereitete Chromatographiesäule füllen und diese mit Bogenstück und Klemme verschließen. Der Extrakt durchläuft die Chromatographiesäule und wird im Meßkolben aufgefangen.

### **AUSWERTUNG:**

Den so gewonnenen Extrakt mit der Probenspritze aufziehen und durch mehrmaliges Einspritzen und Wiederaufziehen des Extraktes die Küvette spülen. Danach die Lösung verwerfen, neue Lösung aufziehen und in die Küvette einspritzen, bis die LED der Meßzelle im Fließschema auf der Frontplatte aufleuchtet. Dann die Taste "Auto Start" betätigen.

Das OMS-1 springt sofort auf den Modus "P", wie Probenmessung. Nach der Messung erfolgt im Display die Anzeige des Meßwertes.

Der angezeigte Meßwert kann so übernommen werden, wenn im großen Messbereich 0 -200 mg/l im Mengenverhältnis 1:1 (Lösemittel zu Probenwasser) extrahiert wurde.

Im kleinen Meßbereich 0 - 20 mg/l muß im Verhältnis 1:10 extrahiert worden sein.

### **Bemerkung:**

Bei stark belasteten Abwasserproben kann im Vorfeld schon eine Verdünnung erreicht werden, indem man bei der Probenvorbereitung eine höhere Lösemittelmenge und eine geringere Abwassermenge wählt.



## Messung von Schlammproben

=====

### HINWEIS:

Die Beschaffenheit von Schlammproben kann von sehr wäßriger (ähnlich Abwasserproben) bis hin zu sehr fester (ähnlich Bodenproben) Konsistenz variieren.

Je nach Konsistenz der Probe sollte entweder die Arbeitsvorschrift für schwer extrahierbare Abwasserproben oder die Vorschrift für Bodenproben befolgt werden.

### Schlammprobenvorbereitung (Konsistenz wie schwer extrahierbare

=====

#### Abwasserproben:

=====

Einstellung der Meßgeräte:

Betriebsart "B" wählen.

Meßbereich: 0 - 200 mg/l

Dreiwegehahn auf Direkteinspritzung stellen.

1. Eine bestimmte Menge Schlammprobe in einem Meßzylinder abmessen und in einen Scheidetrichter oder Erlenmeyerkolben einfüllen, Menge notieren. (Volumen der Schlammprobe = VS)
2. Eine definierte Menge Lösemittel zur Schlammprobe geben (mind. jedoch 50 ml), Menge notieren = V1.

### HINWEIS:

Wenn die Schlammprobe in dem Meßzylinder abgemessen wurde, ist zu empfehlen, das Lösemittel, welches zugefügt werden soll, in demselben Meßzylinder abzumessen, um evtl. Rückstände der Schlammprobe mitzuspülen.

3. Die Schlammprobe mit dem Lösemittel maschinell oder mit Hand 4 Min. schütteln.
4. Scheidetrichter am Stativ befestigen und Phasentrennung beobachten. Wenn die Probe in einem Erlenmeyerkolben extrahiert wurde, das Gemisch in einen Scheidetrichter überführen und die Phasentrennung beobachten.



4.1 Sollte sich die Lösemittelphase nicht eindeutig trennen, wird diese mitsamt den Feststoff-anteilen über einen Faltenfilter in ein Zentrifugenglas gegeben und zentrifugiert.

Der so gewonnene Extrakt, der u. U. noch stark wasserhaltig ist, muß durch Zugabe von wasserfreiem Natriumsulfat getrocknet werden. Hierfür werden einige Apothekerlöffel

Natriumsulfat wasserfrei zum Extrakt gegeben, die Probe leicht schwenken. Danach das Natriumsulfat von der Lösemittelphase mit einem Faltenfilter abfiltrieren.

Zwischenzeitlich kann die Chromatographiesäule vorbereitet werden.

- Chromatographiesäule am Stativ befestigen
  - 50 oder 100 ml Meßkolben unter die Säule stellen
  - Auf die Fritte der Chromatographiesäule wird mit Hilfe eines Pulvertrichters 8 g Aluminiumoxid 90 aktiv (6 gehäufte Apothekerlöffel) gegeben.
5. Die Lösemittelphase wird über Natriumsulfat wasserfrei abgelassen. Dazu einen Glastrichter in einen Erlenmeyerkolben stellen und mit einem Faltenfilter auslegen, ca. 10 g Natriumsulfat wasserfrei auf den Filter geben. Lösemittel aus dem Scheidetrichter über das Natriumsulfat wasserfrei in den Erlenmeyerkolben ablassen.
6. Dann den getrockneten Extrakt mit Hilfe eines Glastrichters in die vorbereitete Chromatographiesäule füllen und diese mit Bogenstück und Klemme verschließen. Das Lösemittel durchläuft die Chromatographiesäule und wird im Meßkolben aufgefangen.
7. Soll auf die Abtrennung der polaren Substanzen (Chromatographiesäule) verzichtet werden, kann nach Trocknung mit wasserfreiem Natriumsulfat die Probe vermessen werden.
8. Der Extrakt kann jetzt unverdünnt oder verdünnt (mit Lösemittel) im OMS-1, PW-2 gemessen werden.

### **AUSWERTUNG:**

Den so gewonnenen Extrakt mit der Probenspritze aufziehen und durch mehrmaliges Einspritzen und Wiederaufziehen des Extraktes die Küvette



spülen. Danach die Lösung verwerfen, neue Lösung aufziehen und in die Küvette einspritzen, bis die LED der Meßzelle im Fließbild auf der Frontplatte aufleuchtet. Dann die Taste "Auto Start" betätigen.

Das OMS-1 springt sofort auf den Modus "P", wie Probenmessung. Nach der Messung erfolgt im Display die Anzeige des Meßwertes.

### **HINWEIS:**

Bei einer Verdünnung ist darauf zu achten, daß der Lösemittelextrakt ausreichend durchmischt wird.

9. Die Volumina zur Erzielung der gewünschten Verdünnung werden im Protokollblatt notiert.

10. Im Display erscheint das Meßergebnis in mg/l, das in die folgende Formel einzusetzen ist.

### **FORMEL 1:**

#### **Formel für Schlammproben**

=====

$$\frac{A \times V1 \times V3}{VS \times V2} = \text{mg KW/l Schlammprobe}$$

- A = Anzeigewert  
V1 = Volumen des Lösemittels in ml, welches zur Extraktion eingesetzt wird  
V2 = Volumen des Lösemittels in ml, welches zur Verdünnung von V1 entnommen wird  
V3 = Volumen des Lösemittels in ml, auf welches V2 aufgefüllt wird  
VS = Volumen der Schlammprobe



## Berechnungsbeispiele für Schlammproben

=====

### 1.Beispiel: Lösemittel verdünnt

Es wurden 500 ml Schlammprobe mit 50 ml Lösemittel extrahiert. Von diesem Lösemittlextrakt wurde 1 ml auf einen 100 ml Meßkolben verdünnt und im PW-2/OMS-1 gemessen. Die Anzeige ergab 125 mg/l.

$$A = 125$$

$$V1 = 50$$

$$V2 = 1 \quad \frac{125 \times 50 \times 100}{500 \times 1} = 1250 \text{ mg/l}$$

$$V3 = 100$$

$$VS = 500$$

### 2.Beispiel: Lösemittel unverdünnt

Es wurden 5 ml Schlammprobe mit 200 ml Lösemittel extrahiert und dieser Extrakt unverdünnt im PW-2/OMS-1 gemessen. Die Anzeige ergab 23 mg/l.

$$A = 23$$

$$V1 = 200$$

$$V2 = 1 \quad \frac{23 \times 200 \times 1}{5 \times 1} = 920 \text{ mg/l}$$

$$V3 = 1$$

$$VS = 5$$





### 3.Beispiel: Schwach belastete Proben

Es wurden 500 ml Schlammprobe mit 100 ml Lösemittel extrahiert und dieser Extrakt unverdünnt im PW-2/OMS-1 gemessen. Die Anzeige ergab 9 mg/l.

$$A = 9$$

$$V1 = 100$$

$$V2 = 1 \quad \frac{9 \times 100 \times 1}{500 \times 1} = 1,8 \text{ mg/l}$$

$$V3 = 1$$

$$VS = 500$$

### Vorbereitung von Schlammproben (Konsistenz wie Bodenproben)

---

---

Einstellung des Meßgerätes:

Betriebsart "B" wählen. Meßbereich: 0 - 200 mg/l

Umstellhahn auf Direkteinspritzung stellen.

1. 5 - 50 g Schlammprobe in einen 250 ml Erlenmeyerkolben (mit Schliffstopfen) einwiegen.  
E = Einwaage Schlammprobe in mg.
2. Solange wasserfreies Natriumsulfat zu der Probe geben und vermischen (evtl. Klümpchen mit dem Glasstab zerstoßen), bis diese pulvrig-trocken erscheint. (Erkennbar dadurch, daß an der Wandung des Kolbens keine Probe mehr haften bleibt und sich keine Klümpchen mehr beim Schütteln bilden).
3. 50 - 100 ml Lösemittel zur trockenen Schlammprobe geben.
4. Probe maschinell oder von Hand 4 Min. schütteln.



5. Zwischenzeitlich kann die Chromatographiesäule vorbereitet werden:
  - Chromatographiesäule am Stativ befestigen
  - 50 oder 100 ml Meßkolben unter die Säule stellen.
  - Auf die Fritte der Chromatographiesäule wird mit Hilfe eines Pulvertrichters 8 g Aluminiumoxid 90 aktiv (6 gehäufte Apothekerlöffel) gegeben.
6. Einen Glasrichter in ein trockenes, fettfreies Gefäß stellen und mit einem trockenen, fettfreien Faltenfilter auslegen. Dann die Probe über den Filter filtrieren. Lösemittelextrakt in die Säule füllen und die Säule mit Bogenstück und Klemme verschließen.
7. **oder**  
  
Einen Glasrichter mit einem trockenen, fettfreien Faltenfilter auslegen und die Probe direkt in die Chromatographiesäule filtrieren. Danach die Säule mit Bogenstück und Klemme verschließen.
8. Soll auf die Abtrennung der polaren Substanzen (Chromatographiesäule) verzichtet werden, kann nach der Filtration des Lösemittelextraktes die Probe vermessen werden.
9. Der Extrakt kann jetzt unverdünnt oder verdünnt (mit Lösemittel) im OMS-1 vermessen werden.

### **AUSWERTUNG:**

Den so gewonnenen Extrakt mit der Probenspritze aufziehen und durch mehrmaliges Einspritzen und Wiederaufziehen des Extraktes die Küvette spülen. Danach die Lösung verwerfen, neue Lösung aufziehen und in die Küvette einspritzen, bis die LED der Meßzelle aufleuchtet. Dann die Taste "Auto Start" betätigen.

Das OMS-1 springt sofort auf den Modus "P", wie Probenmessung. Nach der Messung erfolgt im Display die Anzeige des Meßwertes.

### **HINWEIS:**

Bei einer Verdünnung ist darauf zu achten, daß der Lösemittelextrakt ausreichend durchmischt wird.



Die Volumina zur Erzielung der gewünschten Verdünnung werden im Protokollblatt notiert.

8. Das Meßergebnis wird entsprechend in die gleiche Formel wie zur Berechnung des Kohlenwasserstoffgehaltes von Bodenproben (Arbeitsvorschrift 4.0) eingesetzt (*siehe Seite 29*).

## Messung von Bodenproben

=====

Einstellung der Meßgeräte:

Betriebsart "B" wählen.

1. 5 - 50 g Bodenprobe in einen 250 ml Erlenmeyerkolben (mit Schliffstopfen) geben.  
E = Einwaage der Bodenprobe in mg.
2. Solange Natriumsulfat wasserfrei zu der Probe geben und vermischen (evtl. Klümpchen mit dem Glasstab zerstoßen), bis diese pulvrig-trocken erscheint. (Erkennbar dadurch, daß an der Wandung des Kolbens keine Probe mehr haften bleibt und sich keine Klümpchen beim Schütteln mehr bilden).
3. 50 - 100 ml Lösemittel zur trockenen Bodenprobe geben.
4. Probe maschinell oder von Hand 4 Min. schütteln.

Zwischenzeitlich kann die Chromatographiesäule vorbereitet werden.

- Chromatographiesäule am Stativ befestigen
  - 50 oder 100 ml Meßkolben unter die Säule stellen
  - Auf die Fritte der Chromatographiesäule wird mit Hilfe eines Pulvertrichters 8 g Aluminiumoxid 90 aktiv (6 gehäufte Apothekerlöffel) gegeben.
5. Einen Glastrichter in ein trockenes, fettfreies Gefäß stellen und mit einem Faltenfilter auslegen. Dann die Probe über den Filter filtrieren. Lösemittelextrakt in die Säule füllen und die Säule mit Bogenstück und Klemme verschließen.



6. oder

einen Glastrichter mit einem trockenen, fettfreien Faltenfilter auslegen und die Probe direkt in die Chromatographiesäule filtrieren. Danach die Säule mit Bogenstück und Klemme verschließen.

7. Soll auf die Abtrennung der polaren Substanzen verzichtet werden, kann nach der Filtration des Lösemittelextraktes die Probe vermessen werden.
8. Meßbereich 0 - 200 mg/l wählen.
9. Der Extrakt kann jetzt verdünnt oder unverdünnt im OMS-1/PW-2 gemessen werden.

Mit der Probenspritze von dem Extrakt 5 ml aufziehen und die Küvette mit der Lösung spülen. Danach die Lösung verwerfen und neue Lösung in die Küvette einspritzen bis die LED der Meßzelle aufleuchtet. Jetzt die Taste "Auto Start" betätigen.

**HINWEIS:**

Bei einer Verdünnung ist darauf zu achten, daß der Lösemittelextrakt ausreichend durchmischt wird.

9. Die Volumina zur Erzielung der gewünschten Verdünnung werden im Protokollblatt notiert.
10. Im Display erscheint das Meßergebnis in mg/l, das in die die Formel für Bodenproben einzusetzen ist.
11. Zusätzlich wird der TS-Gehalt der Bodenprobe ermittelt und zum Endergebnis angegeben.



**FORMEL 2:**

**Formel für Bodenproben:**

=====

Wurde die Probe verdünnt oder ein anderes Verhältnis Probe zu Lösemittel gewählt, so gilt folgende Berechnungsformel:

Schritt a)

$$\frac{A \text{ (mg/1000 ml)} \times V1 \text{ (ml)} \times V3 \text{ (ml)}}{V2 \text{ (ml)} \times E \text{ (mg)}} = X$$

Schritt b)

$$X \times 100 = X \text{ Gew. \% Kohlenwasserstoffe in der Bodenprobe}$$

$$X \times 100 \times 10 = X \text{ g KW/kg}$$

Erläuterungen der verwendeten Größen s. Berechnung Schlammproben  
E = Einwaage der Bodenprobe in mg.

**Formel für Trockensubstanz - Gehalt (TS-Gehalt)**

$$TS = \frac{\text{Einwaage (trocken)}}{\text{Einwaage (feucht)}} \times 100 \%$$

TS = X %

**Formel für KW-Gehalt bezogen auf TS:**

$$KW \text{ (TS)} = \frac{100 \%}{TS \%} \times \text{KW-Gehalt (feucht)}$$

KW-Gehalt (bezogen auf TS) = X (Gew. % KW) oder (g KW/kg)



## Berechnungsbeispiele für Bodenproben

=====

### 1. Beispiel:

Es wurden 5105 mg Bodenprobe mit 25 ml Lösemittel ausgeschüttelt.

1 ml des Extraktes wurde auf 100 ml aufgefüllt und diese Verdünnung im PW-2, OMS-1 gemessen. Die Anzeige ergab 83 mg/l. Der TS-Gehalt beträgt 67 %.

$$A = 83$$

$$V1 = 25$$

$$V2 = 1 \quad \frac{83 \times 25 \times 100}{1000 \times 1 \times 5105} = 0,0406$$

$$V3 = 100$$

$$E = 5105 \quad 0,0406 \times 100 = 4,06 \text{ Gew. \%}$$

Kohlenwasser-

stoffe in der Bodenprobe

$$TS = 67$$

$$\times 10 = 40,6 \text{ g KW/kg}$$

$$KW (TS) = \frac{100}{67} \times 40,6 \text{ g KW/kg}$$

$$KW (TS) = 60,59 \text{ g KW/kg}$$



## 2. Beispiel:

Wegen hoher Inhomogenität der Bodenprobe wurden 101,37 g Probe eingewogen und mit 250 ml Lösemittel ausgeschüttelt. Es wurde 1 ml des Extraktes auf 250 ml aufgefüllt und diese Verdünnung im PW-2, OMS-1 gemessen. Die Anzeige ergab 57 mg/l. Der TS-Gehalt der Bodenprobe beträgt 73,6 %.

A	=	57	
V1	=	250	
V2	=	1	$\frac{57 \times 250 \times 250}{1000 \times 1 \times 101370} = 0,035$
V3	=	250	
E	=	101370	$0,035 \times 100 = 3,5 \text{ Gew. \% Kohlenwasserstoffe in der Bodenprobe}$
TS	=	73,6	

  

	$\times 10 = 35 \text{ g KW/kg}$
KW/kg	$\text{KW (TS)} = \frac{100}{73,6} \times 35 \text{ g}$
	$\text{KW (TS)} = 47,55 \text{ g KW/kg}$

### HINWEIS:

Wenn keine Verdünnung vorliegt, darf für V2 und V3 keine 0 eingesetzt werden. Hier führt die Ausrechnung der Gleichung mit dem Zahlenwert 1 bei V2 und V3 zum korrekten Ergebnis.



## **Benutzung der Chromatographiesäule**

=====

An dem Stativ werden der untere Zweihalsaufsatz (2) und das Glasrohr mit Fritte mittels einer Klemme befestigt.

Der Meßkolben (1) wird auf die Platte des Stativs gestellt und in den unteren Zweihalsaufsatz gesteckt.

Die Klemme (5) und das Bogenstück (4) liegen neben dem Stativ bereit. Die Befüllung der Chromatographiesäule mit Aluminiumoxid erfolgt mit einem Pulvertrichter, der auf das Glasrohr (3) gesetzt wird.

Dann die Säule mit einer kleinen Menge Probe (Lösemittel) spülen. Eine ca. 3 cm hohe Lösemittelsäule auf das Aluminiumoxid geben. Nachdem das Lösemittel das Aluminiumoxid durchlaufen hat, das Lösemittel verwerfen.

Jetzt die Säule mit der Probe auffüllen.

Nachdem das Lösemittel eingefüllt ist, wird die Säule mit dem Bogenstück verschlossen und mit der Klemme (5) befestigt.

Ist der Lösemittel-Extrakt vollständig über das Aluminiumoxid gelaufen, kann der Meßkolben unter der Säule hervorgenommen werden.

Gereinigt wird die Säule, indem man die Klemme (5) und das Bogenstück (4) abnimmt.

Das Glasrohr mit Fritte wird aus dem Stativ herausgenommen und das Aluminiumoxid fällt durch leichtes Klopfen mit der Handfläche aus dem Rohr heraus. Evtl. das Glasrohr mit reinem Lösemittel spülen.

So ist die Chromatographiesäule für die nächste Befüllung bereit.





## **Recycling des des 1,1,2-Trichlortrifluorethans durch Firma dvb environmental measurement)**

Anfragen unter Telefonnummer: 040/360 900 78

### **Komplettservice Lösemittel:**

- Versand des Lösemittels (1,1,2-Trichlortrifluorethan geeignet für die Spektroskopie) innerhalb der BRD in 2,5 l Glasflaschen
- Abholung des mit Kohlenwasserstoffen belasteten Lösemittels innerhalb der BRD

### **2. Lösemittel - Wassergemisch**

Zur Aufbereitung des Lösemittel - Wassergemisches wird nachstehend folgendes Verfahren angeboten.

- A) Trennen der Phasen durch eine Abklärflasche. Das 1,1,2-Trichlortrifluorethan kann nach der Abtrennung vom Wasser dem mit Kohlenwasserstoffen kontaminierten 1,1,2-Trichlortrifluorethan zugeführt und dann entsprechend weiter aufgearbeitet werden (siehe 1.A oder 1.B).

### **3. Extrahiertes Probenwasser, kontaminiert mit Spuren des 1,1,2-Trichlortrifluorethans.**

Zur Aufbereitung des Wassers.

- A) Die abgetrennte Wasserphase (siehe Punkt 2), die noch Restspuren von 1,1,2-Trichlortri-fluorethan enthält, kann durch eine Ausstrippanlage mit Aktivkohle aufbereitet werden.

Die komplette Abklär- und Ausstrippereinheit ist bei Fa. dvb environmental measurement erhältlich.

## Schema zur Aufbereitung der Reststoffe

=====

