



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-2**



**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.**



INHALTSVERZEICHNIS DER ARBEITSVORSCHRIFT

| | |
|---|----------|
| ARBEITSVORSCHRIFT "A" | Seite 04 |
| (Messung von gering belasteten Abwasserproben) | |
| Berechnungsformel für Wasserproben | Seite 05 |
| ARBEITSVORSCHRIFT "B" | Seite 06 |
| (Messung von belasteten Abwasserproben) | |
| ARBEITSVORSCHRIFT "C" | Seite 07 |
| (Messung von Bodenproben) | |
| Berechnungsformel für Bodenproben | Seite 08 |
| Formel für Trockensubstanz-Gehalt (TS-Gehalt) | Seite 09 |
| Formel für KW-Gehalt bezogen auf TS | Seite 09 |
| ARBEITSVORSCHRIFT "D" | Seite 10 |
| (Messung von Schlammproben) | |
| Berechnungsformel für Schlammproben | Seite 11 |
| ERSATZTEILE UND ZUBEHÖR | |
| Optionspaket IV (Grundausstattung OMS-2) | |
| Seite 11 | |
| Optionspaket V OMS-2 | Seite 13 |
| (zur ordnungsgemäßen Analyse 16 von Boden- und Schlammproben) | |
| ANLAGEN | |
| Tabellarische Darstellung des Lösemittel-Probe-Verhältnisses | Seite 14 |
| Lösemittelservice | Seite 16 |
| ANHANG | |
| Berechnungsbeispiel für Wasserproben | Seite 17 |
| Berechnungsbeispiel für Bodenproben und Schlammproben | Seite 18 |



ARBEITSVORSCHRIFT "A"

(Messung von gering belasteten Abwasserproben)

HINWEIS:

Unter gering belasteten Wässern versteht man solche, die beim Schütteln nicht schäumen, keine sichtbaren Öl- und Fettbestandteile enthalten und einen Gehalt an Schwebstoffen $< 20 \text{ mg/l}$ haben. Bei diesen Wässern kann auf die Zugabe von Magnesiumsulfat verzichtet werden.

1. Betriebsart "A" wählen.
2. Extraktionszeit auf 10 Minuten stellen.
3. Vorbereiteten Chromatographiesäuleneinsatz in die vorgesehene Fassung einsetzen.
4. 350 ml Probe werden mit Schwefelsäure auf einen pH-Wert von 2 bis 1 eingestellt.
5. Einfüllen der Volumina durch den Einfülltrichter in das

Extraktorglas: 35 ml 1,1,2-Trichlortrifluorethan zur Spektroskopie und
350 ml vorbereitete Probe.

6. Betätigen der "Auto-Start"-Taste

Alle weiteren Funktionen laufen vollautomatisch ab.

(siehe Bedienungsanleitung Abschnitt 2.4.1 Funktionsablauf Betriebsart "A")

Ist die Messung beendet, erscheint im Display der Meßwert in mg/l.



BERECHNUNGSFORMEL FÜR WASSERPROBEN

$$\frac{A \text{ (mg/l)} \times V1 \text{ (ml)} \times V3 \text{ (ml)}}{V \text{ (ml)} \times V2 \text{ (ml)}} = \text{mg / l}$$

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



ARBEITSVORSCHRIFT "B"

(Messung von belasteten Abwasserproben)

HINWEIS:

Als belastete Wässer bezeichnet man vorzugsweise die Abwasserproben mit höheren Schwebstoffgehalten ($> 20 \text{ mg/l}$), die Detergenzien und Emulgatoren und deutlich sichtbare Öl- und Fettfilme enthalten.

1. Betriebsart "A" wählen.
2. Extraktionszeit auf 10 Minuten stellen.
3. Vorbereiteten Chromatographiesäuleneinsatz in die vorgesehene Fassung einsetzen.
4. 100 ml Probe werden mit 235 ml Leitungswasser verdünnt.
Dazu gibt man ca. 70 g Magnesiumsulfat Heptahydrat zur Emulsionsbrechung hinzu.
Dann wird das Gemisch mit Schwefelsäure auf einen pH-Wert von 2 bis 1 eingestellt.
5. Einfüllen der Volumina durch den Einfülltrichter in das Extraktorglas:

50 ml 1,1,2-Trichlortrifluorethan zur Spektroskopie und
335 ml vorbereitete Probe.

6. Betätigen der "Auto-Start"-Taste

Alle weiteren Funktionen laufen vollautomatisch ab.

(siehe Bedienungsanleitung Abschnitt 2.4.1 Funktionsablauf Betriebsart "A")

Ist die Messung beendet, erscheint im Display die Meßwertanzeige.

(Berechnungsformel für Wasserproben siehe Seite 05)



ARBEITSVORSCHRIFT "C"

(Messung von Bodenproben)

1. Betriebsart "B" wählen.
2. Extraktionszeit auf 0 Minuten stellen.
3. Vorbereiteten Chromatographiesäuleneinsatz in die vorgesehene Fassung einsetzen.
4. Eine bestimmte Menge Bodenprobe (1 - 10 g) in einen 250 ml Erlenmeyerkolben (mit Schliffstopfen) einwiegen. Solange Natriumsulfat wasserfrei zu der Probe geben und vermischen (evtl. Klümpchen mit einem 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).
5. Eine bestimmte Menge Lösemittel (50 - 100 ml) zur trockenen Bodenprobe geben.
6. Das Gemisch maschinell, notfalls von Hand 10 Minuten schütteln.
7. Den Einfülltrichter des Gerätes mit einem Faltenfilter auslegen und die Probe direkt nach der Extraktion ins Gerät filtrieren.
8. Betätigen der "Auto-Start"-Taste.

Da die Extraktionszeit auf 0 Minuten gestellt worden ist, beginnt sofort die Absetzzeit, und die "Auto-Start"-Taste leuchtet erneut auf. Nach erneutem Betätigen der "Auto-Start"-Taste läßt das Magnetventil 1 eine bestimmte Menge Lösemittel in den C-Säuleneinsatz laufen. Um erneut Lösemittel in den C-Säuleneinsatz laufen zu lassen, als nächstes die "Null-Cal"-Taste betätigen. Nach Durchlaufen des Lösemittels durch die C-Säule mit der "Auto-Start"-Taste fortfahren.

(Siehe hierzu Bedienungsanleitung Abschnitt 2.4.2 Betriebsart "B" Halbautomatischer Betriebsablauf)



BERECHNUNGSFORMEL FÜR BODENPROBEN

Schritt a)

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

A = Anzeigewert

V1 = Volumen des Lösemittels, welches zur Extraktion eingesetzt wurde, in ml.

V2 = Volumen des Lösemittels, welches zur Verdünnung von V1 entnommen wurde, in ml.

V3 = Volumen des Lösemittels, auf welches V2 aufgefüllt wurde, in ml.

E = Einwaage der Bodenprobe in mg.

Schritt b)

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

$X \times 100 \times 10$ = X g KW/kg



HINWEIS:

Zusätzlich wird der TS-Gehalt der Bodenprobe ermittelt und zum Endergebnis angegeben.

**3.2 FORMEL FÜR TROCKENSUBSTANZ - GEHALT
(TS-GEHALT)**

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

$$\text{TS} = X \%$$

3.3 FORMEL FÜR KW-GEHALT BEZOGEN AUF TS

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

$$\text{KW-Gehalt (bezogen auf TS)} = X \text{ (Gew. \% KW) oder (g KW/kg)}$$



ARBEITSVORSCHRIFT "D"

(Messung von Schlammproben)

1. Betriebsart "B" wählen.
2. Extraktionszeit auf 0 Minuten stellen.
3. Vorbereiteten Chromatographiesäuleneinsatz in die vorgesehene Fassung einsetzen.
4. Eine bestimmte Menge Schlammprobe (1 - 10 g) in einen 250 ml Erlenmeyerkolben (mit Schliffstopfen) einwiegen. Etwas Schwefelsäure zu der Schlammprobe geben und durch leichtes Schwenken vermischen.
5. Eine bestimmte Menge Lösemittel (50 - 100 ml) zu der Schlammprobe geben.
6. Das Gemisch maschinell notfalls von Hand 10 Minuten schütteln.
7. Den Einfülltrichter des Gerätes mit einem Faltenfilter auslegen und mit ca. 10 g Natriumsulfat wasserfrei befüllen. Dann die extrahierte Probe über das Natriumsulfat ins Extraktorglas filtrieren.
8. Betätigen der "Auto-Start"-Taste.

Da die Extraktionszeit auf 0 Minuten gestellt worden ist, beginnt sofort die Absetzzeit, und die "Auto-Start"-Taste leuchtet erneut auf. Nach erneutem Betätigen der "Auto-Start"-Taste läßt das Magnetventil 1 eine bestimmte Menge Lösemittel in den C-Säuleneinsatz laufen. Um erneut Lösemittel in den C-Säuleneinsatz laufen zu lassen, als nächstes die "Null-Cal"-Taste betätigen. Nach Durchlaufen des Lösemittels durch die C-Säule mit der "Auto-Start"-Taste fortfahren.



BERECHNUNGSFORMEL FÜR SCHLAMMPROBEN
(siehe Berechnungsformel für Bodenproben Seite 05)

Dabei ist "E" die Einwaage der Schlammprobe.

ERSATZTEILE UND ZUBEHÖR

Alle Ersatzteile und Verbrauchsmaterialien können von der Firma
dvb environmental measurement bezogen werden, z. B.

Magnetventile, alle Teile der Küvette, Extraktorglas, Füllstandssensor, Dichtungen,
Schläuche etc.

Ebenso können Optionspakete und Verbrauchsmaterialien bestellt werden.

OPTIONSPAKET IV (Grundausstattung OMS-2)

| Bestell-Nr. | Artikel | Menge |
|-------------|---|-------|
| OMS2-10 001 | Chromatographiesäuleneinsatz | (3) |
| OMS2-10 002 | Chromatographiesäulengestell für 12 C-Säuleneinsätze | (1) |
| OMS-10 011 | Bürettenflasche, NS 29/32, 1000 ml | (1) |
| OMS2-10 004 | Kippautomat, NS 29/32, 35 ml | (1) |
| OMS-10 011a | Glasstopfen, NS 29/32 | (1) |
| OMS-10 008 | Meßzylinder, 50 ml | (2) |
| OMS2-10 008 | Meßzylinder, 100 ml | (2) |
| OMS-10 009 | Meßzylinder, 250 ml | (2) |



| | | |
|-------------|---|-----|
| OMS-10 012 | Mikroliterspritze, 25 µl | (1) |
| OMS-10 006 | Meßkolben, NS 12/21, 100 ml, mit NS-PE Stopfen | (1) |
| OMS-10 006a | Glasstopfen, NS 12/21 | (1) |
| OMS-20 007 | Apothekerlöffel | (2) |
| OMS-20 008 | Pulvertrichter 65/16 mm | (1) |
| OMS-12 001 | Magnesiumsulfat, Heptahydrat a 500 g | (1) |
| OMS-12 003 | Natriumsulfat, wasserfrei a 1000 g | (1) |
| OMS-12 002 | Aluminiumoxid, 90 aktiv a 1000 g | (1) |
| OMS-11 002 | Squalan a 2 ml | (1) |
| OMS-15 090 | 1,1,2-Trichlortrifluorethan a 2,5 l | (1) |



OPTIONSPAKET V OMS-2

(zur ordnungsgemäßen Analyse von Boden- und Schlammproben)

| Bestell-Nr. | Artikel | Menge |
|-------------|--------------------------------------|-------|
| OMS2-20 001 | Faltenfilter d. 125 mm a 100 Stck | (1) |
| OMS-20 011 | Erlenmeyerkolben, 250 ml NS 45/40 | (1) |
| OMS-20 012 | Glasstopfen, NS 45/40 | (1) |
| OMS-20 007 | Apothekerlöffel | (1) |
| OMS-20 010 | Glasstab 250/6 mm | (1) |



A N L A G E N

HINWEIS:

Die Angaben in diesem Handbuch können dem Stand der Technik entsprechend ohne vorherige Ankündigung geändert werden.

Ohne die vorherige schriftliche Zustimmung der dvb environmental measurement ist die vollständige oder teilweise Fotokopie und Reproduktion dieses Handbuches sowie die Übersetzung in eine andere Sprache nicht zulässig.

TABELLARISCHE DARSTELLUNG DES LÖSEMITTELPROBE- VERHÄLTNISSES

HINWEIS:

Die Mindestmenge des Lösemittels, welches in das Extraktorglas gefüllt wird, beträgt immer 35 ml. Das zusätzliche Leitungs- bzw. Probenwasser beträgt dann 350 ml. Es entsteht ein Gesamtvolumen von 385 ml. Dieses Gesamtvolumen muß immer bei der Bestimmung von Wasserproben eingehalten werden. Bei den Boden- und Schlammproben muß nicht zusätzlich Wasser in das Extraktorglas gefüllt werden, da die Extraktion extern durchgeführt worden ist. In den Chromatographiesäuleneinsatz darf kein Wasser gelangen, deshalb ist es bei einer schlechten Phasentrennung auch möglich mit mehr Lösemittel zu arbeiten. Daraufhin ändert sich dann auch das zusätzliche Leitungs- bzw. Probenwasservolumen.



Tabelle Lösemittel-Probe-Verhältnisses

| Volumen Lösemittel (ml) | Volumen Probe (ml) | Volumen Zusatzwasser (ml) | Verhältnis Lösemittel : Probe |
|-------------------------------|--------------------------|---------------------------------|-------------------------------------|
| 35 | 350 | 0 | 1:10 |
| 35 | 35 | 315 | 1:1 |
| 50 | 335 | 0 | 1:6,7 |
| 50 | 50 | 285 | 1:1 |
| 50 | 100 | 235 | 1:2 |
| 75 | 100 | 210 | 1:1,33 |

Berechnung:

$$\text{Ergebnis} \times \frac{\text{Volumen Lösemittel}}{\text{Volumen Probe}}$$

Durch die Wahl des richtigen Lösemittel-, Probe-Verhältnisses kann die Phasentrennung positiv beeinflußt werden.



Seite 16

LÖSEMITTELSERVICE

Schritte zur Abfallvermeidung mit der dvb environmental measurement
Lösungsmittel-Recycling-Anlage

Nutzen Sie unseren Service:

- Lieferung von regeneriertem 1,1,2-Trichlortrifluorethan
- Qualitätsüberwachung auf max. KW-Gehalt von 0,0003 %
nach DIN 38 409 H 18
- Prompte Lieferung
- Rücknahme von gebrauchtem 1,1,2-Trichlortrifluorethan
- Transport und Abholung werden komplett von uns organisiert
- Nutzung der Transportkartons zur Rücklieferung, die bereits bei
Ihnen lagern, ermöglicht auch uns eine Verwendung der Kartons



A N H A N G

BERECHNUNGSBEISPIEL FÜR WASSERPROBEN

1. Beispiel:

350 ml Wasserprobe wurden mit 35 ml Lösemittel extrahiert.
Die Anzeige ergab 47 mg/l.

| | | | |
|----|---|-----|--------|
| A | = | 47 | (mg/l) |
| V1 | = | 35 | (ml) |
| V2 | = | 1 | (ml) |
| V3 | = | 1 | (ml) |
| V | = | 350 | (ml) |

$$\frac{47 \text{ mg/l} \times 35 \text{ ml} \times 1 \text{ ml}}{350 \text{ ml} \times 1 \text{ ml}} = 4,7 \text{ mg/l}$$

2. Beispiel:

500 ml Wasserprobe wurden mit 50 ml Lösemittel extern extrahiert.
10 ml des Extraktes wurden auf 100 ml aufgefüllt und von diese
Verdünnung wurden 35 ml ins OMS-2 gegeben und gemessen.
Die Anzeige ergab 137 mg/l

| | | | |
|----|---|-----|--------|
| A | = | 137 | (mg/l) |
| V1 | = | 50 | (ml) |
| V2 | = | 5 | (ml) |
| V3 | = | 100 | (ml) |
| V | = | 500 | (ml) |

$$\frac{137 \text{ mg/l} \times 50 \text{ ml} \times 100 \text{ ml}}{500 \text{ ml} \times 5 \text{ ml}} = 274 \text{ mg/l}$$



BERECHNUNGSBEISPIELE FÜR BODENPROBEN UND SCHLAMMPROBEN

1. Beispiel:

Es wurden 5105 mg Bodenprobe mit 25 ml Lösemittel ausge-schüttelt. 1 ml des Extraktes wurde auf 100 ml aufgefüllt und von dieser Verdünnung wurden 35 ml ins OMS-2 gegeben und gemessen. Die Anzeige ergab 83 mg/l. Der TS-Gehalt beträgt 67 %.

| | | |
|----|---|------|
| A | = | 83 |
| V1 | = | 25 |
| V2 | = | 1 |
| V3 | = | 100 |
| E | = | 5105 |
| TS | = | 67 |

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

$$0,0406 \times 100 = 4,06 \text{ Gew. \% Kohlenwasserstoffe in der Bodenprobe}$$

$$0,0406 \times 100 \times 10 = 40,6 \text{ g Kohlenwasserstoffe/ kg}$$

Kohlenwasserstoffgehalt bezogen auf TS-Gehalt:

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

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



2. Beispiel:

Es wurden 10,37 g Bodenprobe eingewogen und mit 150 ml Löse-
mittel ausgeschüttelt. Dann wurde der Extrakt direkt ins OMS-2
filtriert und gemessen. Die Anzeige ergab 157 mg/l. Der TS-Gehalt
der Bodenprobe beträgt 73,6 %.

| | | | |
|----|---|-------|--------|
| A | = | 157 | (mg/l) |
| V1 | = | 150 | (ml) |
| V2 | = | 1 | (ml) |
| V3 | = | 1 | (ml) |
| E | = | 10370 | (mg) |
| TS | = | 73,6 | (%) |

$$\frac{157 \text{ mg} \times 150 \text{ ml} \times 1 \text{ ml}}{1000 \text{ ml} \times 1 \text{ ml} \times 10370 \text{ mg}} = 0,00227$$

$$0,00227 \times 100 = 0,23 \text{ Gew. \% Kohlenwasserstoffe in der Bodenprobe}$$

$$0,00227 \times 100 \times 10 = 2,27 \text{ g Kohlenwasserstoffe/ kg Bodenprobe}$$

Kohlenwasserstoffgehalt bezogen auf TS:

$$\text{KW (TS)} = \frac{100 \%}{73,6 \%} \times 2,27 \text{ g / kg} = 3,08 \text{ g / kg}$$

$$\text{KW (TS)} = 3,08 \text{ g / kg}$$