

# Inhaltsverzeichnis

|                                                                                                                           |           |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>1 EINLEITUNG UND ZIELSETZUNG .....</b>                                                                                 | <b>1</b>  |
| <b>2 THEORETISCHE GRUNDLAGEN .....</b>                                                                                    | <b>3</b>  |
| 2.1 Der chromatographische Trennvorgang .....                                                                             | 3         |
| 2.2 Die Theorie des chromatographischen Trennvorgangs .....                                                               | 4         |
| 2.3 Die Gaschromatographie (GC) .....                                                                                     | 9         |
| 2.4 Die Gaschromatographie (GC)-Massenspektrometrie (MS)-Kopplung .....                                                   | 10        |
| 2.5 Anreicherung atmosphärischer Spurengase .....                                                                         | 15        |
| <b>3 BESCHREIBUNG DES GC-MS-SYSTEMS .....</b>                                                                             | <b>19</b> |
| 3.1 Aufbau und Meßprinzip des Analysensystems .....                                                                       | 19        |
| <b>4 EXPERIMENTE ZUR FLÜSSIGINJEKTION .....</b>                                                                           | <b>23</b> |
| 4.1 Auswahl der Trennsäule .....                                                                                          | 26        |
| 4.2 Optimierung des Temperaturprogramms und der Trägergasgeschwindigkeit für die Restek<br>RTX-5-Kapillartrennsäule ..... | 27        |
| 4.3 Optimierung der Injektionsbedingungen .....                                                                           | 30        |
| 4.4 Überprüfung der Reinheit der Kalibrationssubstanzen .....                                                             | 32        |
| 4.5 Ermittlung der Reproduzierbarkeit im Massenscan- und SIM-Modus .....                                                  | 32        |
| 4.6 Ermittlung spezifischer Parameter der Methode der Flüssiginjektion .....                                              | 35        |
| 4.6.1 Herstellung der Kalibrationslösungen .....                                                                          | 35        |
| 4.6.2 Grundlagen der Kalibration .....                                                                                    | 39        |
| 4.6.3 Kalibration im Massenscan-Modus .....                                                                               | 41        |
| 4.6.4 Kalibration im SIM-Modus .....                                                                                      | 43        |
| 4.6.5 Kalibration im TTI-Modus .....                                                                                      | 47        |
| 4.6.6 Untersuchungen zur spezifischen molaren Empfindlichkeit (Response) .....                                            | 50        |
| <b>5 BESCHREIBUNG DER KALIBRATIONSQUELLE .....</b>                                                                        | <b>53</b> |
| 5.1 Aufbau der Permeationsquelle .....                                                                                    | 53        |

|                                                                                                             |           |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| 5.2 Prinzip der Kalibration mit der Permeationsquelle.....                                                  | 55        |
| 5.3 Auswahl der Substanzen für die Kalibrationsquelle.....                                                  | 55        |
| 5.4 Überprüfung der Langzeitstabilität der Permeationsquelle.....                                           | 56        |
| 5.4.1 Erläuterung des verwendeten Analysensystems .....                                                     | 56        |
| 5.4.2 Auswertung und Diskussion .....                                                                       | 57        |
| <b>6 EXPERIMENTE ZUR THERMODESORPTION .....</b>                                                             | <b>61</b> |
| 6.1 Beschreibung der Adsorptionsröhrchen .....                                                              | 61        |
| 6.2 Vorbereitung der Adsorbentien und Adsorptionsröhrchen.....                                              | 61        |
| 6.2.1 Vorreinigung der Adsorbentien durch Soxhlet-Extraktion .....                                          | 61        |
| 6.2.2 Silanisierung der Glasrohre .....                                                                     | 62        |
| 6.3 Einfluß der Eigenschaften der Adsorptionsröhrchen auf die Wiederfindung angereicherter Substanzen ..... | 62        |
| 6.4 Optimierung der Methode der Thermodesorption .....                                                      | 65        |
| 6.4.1 Wahl des Liners für die Zwischenfokussierung .....                                                    | 65        |
| 6.4.2 Optimierung der Parameter der Thermodesorption .....                                                  | 66        |
| 6.5 Ermittlung spezifischer Parameter der Methode der Thermodesorption .....                                | 71        |
| 6.5.1 Überprüfung der Linearität .....                                                                      | 71        |
| 6.5.2 Kalibration im Massenscan-Modus .....                                                                 | 73        |
| <b>7 VERGLEICH ZWEIER GC-MSD-SYSTEME ÜBER FLÜSSIGINJEKTION ...</b>                                          | <b>79</b> |
| <b>8 ZUSAMMENFASSUNG .....</b>                                                                              | <b>85</b> |
| <b>9 LITERATURVERZEICHNIS .....</b>                                                                         | <b>89</b> |
| <b>10 ANHANG .....</b>                                                                                      | <b>93</b> |
| 10.1 Abbildungsverzeichnis .....                                                                            | 93        |
| 10.2 Abkürzungsverzeichnis .....                                                                            | 95        |
| 10.3 Konstitutionsformeln einiger Terpene und Terpenoide .....                                              | 96        |
| 10.4 Verzeichnis der systematischen Substanznamen .....                                                     | 97        |