

INHALTSVERZEICHNIS

1.	EINLEITUNG.....	1
2.	GERUCHSBELASTIGENDE VERBINDUNGEN UND DEREN BESEITIGUNG.....	2
3.	AUFGABENSTELLUNG.....	5
4.	AUSWAHL DER FUNKTIONELLEN GRUPPEN UND DER POLYMEREN MATRIX.....	6
4.1.	Auswahl funktionellen Gruppen.....	6
4.1.1.	Auswahl funktioneller Gruppen zur Adsorption von Mercaptanen.....	6
4.1.1.1.	Aromatische und aliphatische Isothiocyanate.....	6
4.1.1.2.	Aldehyde.....	7
4.1.1.3.	Phenylhydrazonopropandinitrile.....	7
4.1.1.4.	Aromatische und aliphatische Amine.....	8
4.1.2.	Auswahl funktioneller Gruppen zur Adsorption von Thioethern.....	8
4.1.2.1.	Benzylchloride.....	8
4.1.2.2.	Aromatische N-(Chlor)sulfonamide.....	8
4.2.	Auswahl der polymeren Matrix.....	9
4.2.1.	Grundlagen der Adsorption.....	9
4.2.1.1.	Allgemeine Auswahlkriterien für Adsorbentien.....	9
4.2.2.	Zur Auswahl von Poly(St-co-DVB) als zu modifizierender Matrix.....	9
4.2.2.1.	Reaktionen von Poly(St-co-DVB).....	10
4.2.2.2.	Charakterisierung der Ausgangsmaterialien.....	11
4.2.2.2.1.	IR-spektroskopische Charakterisierung.....	11
4.2.2.2.2.	Festkörper- ¹³ C-NMR-spektroskopische Charakterisierung.....	12
4.2.2.2.3.	Elementaranalysen der XAD-Harze.....	12
4.2.2.2.4.	Herstellerinformationen.....	13
5.	SYNTHESE UND CHARAKTERISIERUNG DER SAMMELPHASEN.....	14
5.1.	Synthese und Charakterisierung von Poly-chlormethyl-(St-co-DVB).....	14
5.1.1.	Synthese von Poly-chlormethyl-(St-co-DVB).....	14
5.1.1.1.	Chlormethylierung mit Chlormethyloctylether.....	15
5.1.1.2.	Chlormethylierung mit Methylal und Thionylchlorid.....	16
5.1.1.3.	Umsetzung mit Chlormethylmethylether.....	16
5.1.2.	Charakterisierung von Poly-chlormethyl-(St-co-DVB).....	17
5.1.2.1.	IR-Spektroskopie.....	19
5.1.2.2.	Elementaranalysen.....	23
5.2.	Synthese und Charakterisierung von Poly-aldehyd-(St-co-DVB).....	24
5.2.1.	Synthese von Poly-aldehyd-(St-co-DVB).....	24
5.2.2.	Charakterisierung von Poly-aldehyd-(St-co-DVB).....	24

5.2.2.1.	IR-Spektroskopie.....	25
5.2.2.2.	Elementaranalysen	25
5.3.	Synthese und Charakterisierung von Poly-aminomethyl-(St-co-DVB)	27
5.3.1.	Synthese von Poly-aminomethyl-(St-co-DVB).....	27
5.3.1.1.	Synthese von Poly-aminomethyl-(St-co-DVB), ausgehend von Poly-chlormethyl-(St-co-DVB).....	27
5.3.1.2.	Synthese von Poly-aminomethyl-(St-co-DVB), ausgehend von Poly(St-co-DVB).....	28
5.3.2.	Charakterisierung von Poly-phthalimidomethyl-(St-co-DVB) sowie von Poly-aminomethyl-(St-co-DVB).....	29
5.3.2.1.	Charakterisierung von Poly-phthalimidomethyl-(St-co-DVB)	29
5.3.2.1.1.	IR-Spektroskopie.....	29
5.3.2.1.2.	Elementaranalysen	31
5.3.2.2.	Charakterisierung von Poly-aminomethyl-(St-co-DVB).....	31
5.3.2.2.1.	IR-Spektroskopie.....	31
5.3.2.2.2.	Elementaranalysen	32
5.3.2.2.3.	Titration der Aminogruppen.....	33
5.4.	Synthese und Charakterisierung von Poly-nitro-(St-co-DVB).....	34
5.4.1.	Synthese von Poly-nitro-(St-co-DVB)	34
5.4.2.	Charakterisierung von Poly-nitro-(St-co-DVB)	35
5.4.2.1.	IR-Spektroskopie.....	35
5.4.2.2.	Elementaranalysen	35
5.5.	Synthese und Charakterisierung von Poly-amino-(St-co-DVB)	37
5.5.1.	Synthese von Poly-amino-(St-co-DVB).....	37
5.5.2.	Charakterisierung von Poly-amino-(St-co-DVB).....	37
5.5.2.1.	IR-Spektroskopie.....	37
5.5.2.2.	Elementaranalysen	38
5.5.2.3.	Volumetrische Bestimmung der Aminogruppenkapazität.....	39
5.6.	Synthese und Charakterisierung von Poly-isothiocyanato-(St-co-DVB).....	40
5.6.1.	Synthese von Poly-isothiocyanato-(St-co-DVB)	40
5.6.1.1.	Synthese durch Umsetzung der dithiocarbamidsauren Salze mit Phosphoroxychlorid.....	40
5.6.1.2.	Synthese durch Umsetzung der dithiocarbamidsauren Salze mit Chlorameisensäureester	40
5.6.1.3.	Synthese durch Umsetzung mit Thiophosgen	41
5.6.2.	Charakterisierung von Poly-isothiocyanato-(St-co-DVB)	41
5.6.2.1.	IR-Spektroskopie.....	42
5.6.2.2.	Volumetrische Bestimmung der Isothiocyanatokapazität.....	42
5.6.2.3.	Elementaranalysen	43
5.7.	Synthese und Charakterisierung von Poly-isothiocyanatomethyl-(St-co-DVB).....	45

5.7.1.	Synthese von Poly-isothiocyanatomethyl-(St-co-DVB)	46
5.7.2.	Charakterisierung von Poly-isothiocyanatomethyl-(St-co-DVB)	45
5.7.2.1.	IR-Spektroskopie.....	45
5.7.2.2.	Elementaranalysen und volumetrische Bestimmung der Isothiocyanatomethylkapazität	47
5.8.	Synthese und Charakterisierung von Poly-hydrazonopropandinitril-(St-co-DVB)	50
5.8.1.	Synthese von Poly-hydrazonopropandinitril-(St-co-DVB).....	50
5.8.2.	Charakterisierung von Poly-hydrazonopropandinitril-(St-co-DVB)	50
5.8.2.1.	IR-Spektroskopie.....	50
5.8.2.2.	Elementaranalysen	52
5.9.	Synthese und Charakterisierung von Poly-sulfochlorid-(St-co-DVB)	53
5.9.1.	Synthese von Poly-sulfochlorid-(St-co-DVB)	53
5.9.2.	Charakterisierung von Poly-sulfochlorid-(St-co-DVB).....	54
5.9.2.1.	Titration hydrolysierter Poly-sulfochlorid-(St-co-DVB)	54
5.9.2.2.	IR-Spektroskopie.....	54
5.10.	Synthese und Charakterisierung von Poly-sulfonamid-(St-co-DVB).....	55
5.10.1.	Synthese von Poly-sulfonamid-(St-co-DVB)	56
5.10.2.	Charakterisierung von Poly-sulfonamid-(St-co-DVB)	55
5.10.2.1	IR-Spektroskopie.....	55
5.10.2.2.	Elementaranalysen	56
5.11.	Synthese und Charakterisierung von Poly-N-(Chlor)sulfonamid-(St-co-DVB).....	57
5.11.1.	Synthese von Poly-N-(Chlor)sulfonamid-(St-co-DVB).....	57
5.11.2.	Charakterisierung von Poly-N-(Chlor)sulfonamid-(St-co-DVB)	57
5.11.2.1.	IR-Spektroskopie.....	57
5.11.2.2.	Iodometrische Bestimmung des aktiven Chlorgehaltes	58
6.	ERPROBUNG DER SAMMELPHASEN	59
6.1.	Erläuterung der Meßvorrichtungen.....	60
6.1.1.	Durchführung der Messungen	61
6.1.1.1.	Bestimmung von Beladungshöhen bei hohen Schadstoffkonzentrationen.....	63
6.1.1.2.	Aufnahme der Adsorptionsisothermen.....	64
6.1.2.	Berechnung der Kalibriergase	65
6.1.2.1.	Dampfdruckkurve von n-Butylmerkaptan.....	67
6.1.2.2.	Dampfdruckkurve von Ethylmerkaptan	68
6.1.2.3.	Dampfdruckkurve von Methylethylthioether	69
6.1.2.4.	Dampfdruckkurve von Dimethylsulfid	69
6.2.	Adsorptionsuntersuchungen mit n-Butylmerkaptan als Schadstoff.....	70
6.2.1.	Bestimmung der Beladungshöhen und Durchbruchvolumina mit n-Butylmerkaptan als Schadstoff.....	70

6.2.1.1.	Beladungshöhen und Durchbruchsvolumina für initial chlormethylierte Sammelphasen	71
6.2.1.2.	Beladungshöhen und Durchbruchsvolumina für initial amidomethylierte Sammelphasen	75
6.2.1.3.	Beladungshöhen und Durchbruchsvolumina für initial nitrierte Sammelphasen.....	77
6.2.1.4.	Beladungshöhen und Durchbruchsvolumina für initial chlorsulfonierte Sammelphasen	79
6.2.2.	Bestimmung von Beladungshöhen bei hohen Schadstoffkonzentrationen und Aufnahme von Adsorptionsisothermen ausgewählter Sammelphasen mit n-Butylmerkaptan als Schadstoff	81
6.2.2.1.	Bestimmung von Beladungshöhen bei hohen Schadstoff- konzentrationen ausgewählter Sammelphasen	81
6.2.2.2.	Aufnahme von Isothermen ausgewählter Sammelphasen	82
6.3.	Adsorptionsuntersuchungen mit Ethylmerkaptan als Schadstoff	85
6.3.1.	Bestimmung der Beladungshöhen und Durchbruchsvolumina ausgewählter Sammelphasen mit Ethylmerkaptan als Schadstoff	85
6.4.	Adsorptionsuntersuchungen mit Methylethylthioether als Schadstoff.....	86
6.4.1.	Bestimmung der Beladungshöhen und Durchbruchsvolumina ausgewählter Sammelphasen mit Methylethylthioether als Schadstoff.....	86
6.5.	Adsorptionsuntersuchungen mit Dimethylsulfid als Schadstoff	88
6.5.1.	Bestimmung der Beladungshöhen und Durchbruchsvolumina ausgewählter Sammelphasen mit Dimethylsulfid als Schadstoff.....	88
6.5.2.	Aufnahme von Adsorptionsisothermen ausgewählter Sammelphasen mit Dimethylsulfid als Schadstoff	90
6.6.	Untersuchungen zur Wirkungsweise der Sammelphasen.....	91
6.6.1.	Oberflächenbestimmungen der Sammelphasen	91
6.6.1.1.	Oberflächenbestimmungen von initial chlormethylierten Sammelphasen	92
6.6.1.2.	Oberflächenbestimmungen von initial amidomethylierten Sammelphasen	94
6.6.1.3.	Oberflächenbestimmungen von initial nitrierten Sammelphasen	96
6.6.1.4.	Oberflächenbestimmungen von initial chlorsulfonierten Sammelphasen.....	97
6.6.2.	Porengrößenverteilungen ausgewählter Sammelphasen.....	98
6.6.3.	Beschreibung der Adsorptionsisothermen und Desorptionseigenschaften ausgewählter Sammelphasen	101
6.6.3.1.	Theoretische Grundlagen.....	101
6.6.3.1.1.	Interpretation von Adsorptionsisothermen	101
6.6.3.1.2.	Unterscheidung zwischen Physisorption und Chemisorption	103
6.6.3.2.	Interpretation der gemessenen Adsorptionsisothermen	104
6.6.3.3.	Desorptionseigenschaften ausgewählter Sammelphasen	106
6.6.4.	Spektroskopische Untersuchungen von beladenen Sammelphasen.....	107

6.6.4.1.	Merkaptane als Adsorptive	107
6.6.4.2.	Thioether als Adsorptive	110
6.7	Bewertung der erprobten Sammelphasen	113
6.7.1.	Vergleich gefundener Durchbruchsvolumina mit Literaturdaten.....	113
6.7.2.	Zur Adsorption von n-Butylmerkaptan.....	114
6.7.2.1.	Initial chlormethylierte Sammelphasen.....	114
6.7.2.2.	Initial amidomethylierte Sammelphasen.....	115
6.7.2.3.	Initial nitrierte Sammelphasen	115
6.7.2.4.	Initial chlorsulfonierte Sammelphasen	116
6.7.3.	Zur Adsorption von Ethylmerkaptan	116
6.7.4.	Zur Adsorption von Methylethylthioether.....	116
6.7.5.	Zur Adsorption mit Dimethylsulfid.....	117
6.7.6.	Modifizierte Polystyrole als Adsorptionsmittel	117
7.	ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK.....	118
8.	EXPERIMENTELLER TEIL.....	122
8.1.	Synthese der Sammelphasen.....	122
8.2.	Photometrische Bestimmung von Butylmerkaptan	131
8.3.	Bestimmung der spezifischen Oberfläche der Polymeren.....	132
8.4.	Angaben zu den verwendeten Geräten	134
9.	VERZEICHNIS DER ABBILDUNGEN.....	135
10.	VERZEICHNIS DER TABELLEN	138
11.	LITERATURVERZEICHNIS.....	141