

# 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- <sup>13</sup> 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 Schadstoffkonzentrationen 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 Durchbruchvolumina 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