

## **Development of a fast-cycling gas chromatography module for thermal analysis-mass spectrometry and applications in food chemistry**

Die Untersuchung der Zusammensetzung von kontinuierlich emittierten Emissionsgasen komplexer Naturstoffe, aus der Pyrolyse (Tabak) oder von simulierten Röstprozessen (Kaffee, Nüsse) stellt eine große Herausforderung dar. Emissionsgase von Naturprodukten enthalten eine Vielzahl verschiedener Komponenten, auch Isomere und Isobare. Dabei ist es entscheidend die Zeitauflösung nicht zu verlieren um die dynamischen Prozesse verfolgen zu können.

Diese Dissertation beschäftigt sich mit der Entwicklung und Optimierung einer neuen Technik zur schnellen mehrdimensionalen chemischen Analyse von thermischen Prozessen. In einer online-Kopplung werden die Emissionsgase der Thermischen Analyse (TA) quasi-kontinuierlich, in Anlehnung an zweidimensionale Gaschromatographie, durch Ausfrieren und Remobilisierung der Analyten in entsprechender Taktung, in einer zweiten Dimension (GC) verfolgt und massenspektrometrisch detektiert. Ermöglicht wird das durch ein neuartiges, schnelles, optisch geheiztes GC Modul (OHGC) welches eigens für diesen Zweck entwickelt und erfolgreich getestet wurde. Zusätzlich wurde eine Identifizierung der durch die OHGC Trennung separierten Substanzen durch schnellen Wechsel zwischen weicher, nahezu fragmentierungsfreien Einphotonenionisation (SPI) und der klassischen Elektronenionisation (EI) erreicht. Dieses Verfahren verbindet die molekularen Informationen mit der strukturspezifischen Fragmentierung der EI und ermöglicht somit die Fragment-Muster basierende Bestimmung mittels Datenbankabgleich

Direct analysis of the composition of continuously evolving gases from complex natural samples, pyrolysis (tobacco) or simulated roasting (coffee, nuts), is very challenging. Evolved gases of natural products contain an enormous variety of compounds including isobars and isomers. Maintaining the online character is necessary to monitor the dynamics of the roasting process.

This thesis describes the development and the optimization of a new technique for fast and multi-dimensional analysis of thermal processes. The composition of the continuously evolving gases of the temperature controlled thermal analysis (TA) could be analyzed quasi online by trapping and remobilizing of the effluent, similar to comprehensive two-dimensional gas chromatography (GC×GC), additional gas chromatographic (GC) separation in the second dimension and detection by mass spectrometry. For this purpose, an optically heated fast-GC module (OHGC) has been developed and tested successfully. Furthermore, the application of classical electron ionization (EI) and single photon ionization (SPI), exclusively or in an alternating-mode, enabled comprehensive peak assignment since the EI fragmentation patterns could be compared to spectral data bases and SPI produces molecular ions.