

Diplomarbeit

Untersuchungen zur Pharmakokinetik von Aromastoffen

Angestrebter akademischer Grad

Magistra der Naturwissenschaften (Mag. rer. nat.)

Verfasserin:	Katharina Oedendorfer
Matrikelnummer:	0206943
Studienrichtung:	A 474 Ernährungswissenschaften
Betreuer:	Univ.-Prof. Dr. Mag. Gerhard Buchbauer

Wien, im März 2010

Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich zuallererst recht herzlich bei Herrn Univ.-Prof. Dr. Mag. Gerhard Buchbauer bedanken, der es mir durch die Übernahme dieser Diplomarbeit ermöglicht hat, meine Fähigkeiten an einem sehr interessanten und lehrreichen Thema zu erweitern, und der mir stets mit fachlichem Rat zur Seite stand.

Ganz besonders möchte ich mich bei meiner lieben Kollegin Susi bedanken, die großen Anteil am Gelingen dieser Arbeit trägt, mit der ich immer meine Gedanken und Ideen austauschen und so manches nette Plauscherl bei einer Tasse Kaffee führen konnte.

Großer Dank gilt auch René, der mich in technischen Fragen stets unterstützt hat, und auch sonst immer ein offenes Ohr für meine Sorgen hatte.

Bedanken möchte ich mich auch bei der Firma Thermo Fisher, für die Zusammenarbeit bei gerätetechnischen Belangen.

Tausend Dank an meine Eltern, die mir mein Studium ermöglicht haben. Vielen Dank, dass ihr mich stets gefördert und liebevoll unterstützt habt.

Ich möchte auch meinen Großeltern danken, die sich stets meine Sorgen und Nöte angehört haben und mich mit verständnisvollen Worten neu motivierten.

Vielen Dank auch an meinen lieben „kleinen“ Bruder Georg, dessen gute Laune so ansteckend ist, dass sie mich aus jedem Tief holen konnte.

Schließlich möchte ich meinem Mann Roman danken, der mir zu jeder Zeit den Rückhalt gegeben hat, der nötig war um diesen Weg zu gehen.

INHALTSVERZEICHNIS

Inhaltsverzeichnis	I
Tabellenverzeichnis	IV
Abbildungsverzeichnis	XII
Abkürzungsverzeichnis	XIV
1. Einleitung und Fragestellung	1
2. Literaturübersicht	3
2.1. (–)-Linalool	3
2.1.1. Kenndaten und Struktur	3
2.1.2. Vorkommen	3
2.1.3. Gewinnung und Anwendung	4
2.2. 1,8-Cineol	5
2.2.1. Kenndaten und Struktur	5
2.2.2. Vorkommen	5
2.2.3. Gewinnung und Anwendung	5
2.3. Grundlagen der Gaschromatographie	6
2.3.1. Definition	6
2.3.2. Prinzip und Aufbau eines Gaschromatographen	6
2.4. Grundlagen der Massenspektrometrie	8
2.4.1. Funktionsprinzip	8
2.4.2. Aufbau eines Massenspektrometers	9
2.5. Probenaufgabesysteme	10
2.5.1. Flüssiginjektion	10
2.5.2. Head Space Injektion	10
2.5.3. Head Space-Solid Phase Microextraction	11
2.5.4. Split Injektion	12
2.5.5. Splitlose Injektion – Totalaufgabe	12

2.6.	Methoden zur Bestimmung von Monoterpenen mittels Gaschromatographie	13
3.	Material und Methoden	15
3.1.	Chemikalien	15
3.2.	Geräte und Material	16
3.3.	Proben und Probenaufarbeitung	18
3.3.1.	Lösungen	18
3.3.2.	Proben für die Flüssiginjektion	20
3.3.2.1.	Erstellung der Lösungen im Testmedium	20
3.3.2.2.	Erstellung der Blutproben	20
3.3.3.	Proben für die Head Space Injektion	22
3.3.3.1.	Erstellung der Lösungen im Testmedium	22
3.3.3.2.	Erstellung der Blutproben	22
3.3.4.	Proben für die SPME-Injektion	23
3.3.4.1.	Erstellung der Lösungen im Testmedium	23
3.3.4.2.	Erstellung der Blutproben	23
3.4.	Methoden und Geräteeinstellungen	24
3.4.1.	Flüssiginjektion	24
3.4.1.1.	Methoden für (–)-Linalool	24
3.4.1.2.	Methoden für 1,8-Cineol	60
3.4.2.	Headspace Injektion	76
3.4.2.1.	(–)-Linalool	76
3.4.2.2.	Methoden für 1,8-Cineol	121
3.4.3.	SPME Injektion	144
3.4.3.1.	Methoden für (–)-Linalool	144
3.4.3.2.	Methoden für 1,8-Cineol	168
3.5.	Auswertung	186
4.	Ergebnisse und Diskussion	187
4.1.	Allgemeines	187
4.2.	Vergleich und Festlegung der Methodenparameter	191
4.2.1.	SIM-Parameter	191
4.2.2.	Ofenprogramm	193
4.2.3.	Trärgasgeschwindigkeit	197

4.2.4.	Split- und Splitless-Injektion _____	200
4.2.5.	Scan Events _____	201
4.3.	Inkubationszeiten und Gleichgewichtseinstellung _____	203
4.3.1.	Inkubationszeiten für HS-Injektion _____	203
4.3.2.	Extraktionszeit für SPME-Injektion _____	205
4.4.	Erstellung von Kalibriergeraden in den Testmedien _____	206
4.4.1.	Kalibriergeraden von (–)-Linalool _____	206
4.4.2.	Kalibriergeraden von 1,8-Cineol _____	208
4.5.	Auswahl der Aufarbeitungsmethode für die Flüssiginjektion _____	210
4.6.	Erstellung von Kalibriergeraden für (–)-Linalool aus Blut _____	211
5.	Schlußbetrachtung _____	217
6.	Zusammenfassung _____	221
7.	Summary _____	222
8.	Literaturverzeichnis _____	223
9.	Anhang _____	226

TABELLENVERZEICHNIS

<i>Tabelle 1</i>	<i>Pipettierschema für Standards der Kalibriergeraden.....</i>	<i>18</i>
<i>Tabelle 2</i>	<i>Pipettierschema für den internen Standard der Kalibriergeraden</i>	<i>19</i>
<i>Tabelle 3</i>	<i>Methode KP81120 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion</i>	<i>24</i>
<i>Tabelle 4</i>	<i>Methode KP81120_2 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion</i>	<i>25</i>
<i>Tabelle 5</i>	<i>Methode KP81125_1 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion</i>	<i>25</i>
<i>Tabelle 6</i>	<i>Methode KP81125_2 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion</i>	<i>26</i>
<i>Tabelle 7</i>	<i>Methode KP81126_1 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion</i>	<i>26</i>
<i>Tabelle 8</i>	<i>Methode KP81126_2 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion</i>	<i>27</i>
<i>Tabelle 9</i>	<i>Methode KP81126_3 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion</i>	<i>27</i>
<i>Tabelle 10</i>	<i>Methode KP81126_4 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion</i>	<i>28</i>
<i>Tabelle 11</i>	<i>Methode KP81126_5 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion</i>	<i>28</i>
<i>Tabelle 12</i>	<i>Methode KP81126_6 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion</i>	<i>29</i>
<i>Tabelle 13</i>	<i>Methode KP81127_1 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion</i>	<i>29</i>
<i>Tabelle 14</i>	<i>Methode KP81127_2 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion</i>	<i>30</i>
<i>Tabelle 15</i>	<i>Methode KP81127_3 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion</i>	<i>30</i>
<i>Tabelle 16</i>	<i>Methode KP81127_4 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion</i>	<i>31</i>
<i>Tabelle 17</i>	<i>Methode KP81127_5 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion</i>	<i>31</i>
<i>Tabelle 18</i>	<i>Methode KP81201_1 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion</i>	<i>32</i>
<i>Tabelle 19</i>	<i>Methode KP81201_2 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion</i>	<i>32</i>
<i>Tabelle 20</i>	<i>Methode KP81201_3 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion</i>	<i>33</i>
<i>Tabelle 21</i>	<i>Methode KP81201_4 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion</i>	<i>33</i>
<i>Tabelle 22</i>	<i>Methode KP81202_1 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion</i>	<i>34</i>
<i>Tabelle 23</i>	<i>Methode KP81202_3 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion</i>	<i>34</i>
<i>Tabelle 24</i>	<i>Methode KP81202_4 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion</i>	<i>35</i>
<i>Tabelle 25</i>	<i>Methode KP81202_5 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion</i>	<i>35</i>
<i>Tabelle 26</i>	<i>Methode KP81203_1 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion</i>	<i>36</i>
<i>Tabelle 27</i>	<i>Methode SF81210_1 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion.....</i>	<i>36</i>
<i>Tabelle 28</i>	<i>Methode SF81210_2 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion.....</i>	<i>37</i>

Tabelle 29	Methode SF81210_3 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion.....	37
Tabelle 30	Methode SF81210_4 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion.....	38
Tabelle 31	Methode SF81210_5 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion.....	38
Tabelle 32	Methode SF81210_6 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion.....	39
Tabelle 33	Methode SF81210_7 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion.....	39
Tabelle 34	Methode KP81211_1 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion	40
Tabelle 35	Methode KP81211_2 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion	40
Tabelle 36	Methode KP81211_3 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion	41
Tabelle 37	Methode KP81211_4 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion	41
Tabelle 38	Methode KP81211_5 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion	42
Tabelle 39	Methode KP81211_6 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion	42
Tabelle 40	Methode KP81211_7 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion	43
Tabelle 41	Methode KP81211_8 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion	43
Tabelle 42	Methode KP81211_9 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion	44
Tabelle 43	Methode KP81211_10 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion	44
Tabelle 44	Methode KP81211_11 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion	45
Tabelle 45	Methode KP81212_1 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion	45
Tabelle 46	Methode KP81212_2 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion	46
Tabelle 47	Methode KP81212_3 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion	46
Tabelle 48	Methode KP81212_4 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion	47
Tabelle 49	Methode KP81212_5 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion	47
Tabelle 50	Methode KP81212_6 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion	48
Tabelle 51	Methode KP81212_7 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion	48
Tabelle 52	Methode KP81212_8 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion	49
Tabelle 53	Methode KP81212_9 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion	49
Tabelle 54	Methode KP81212_10 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion	50
Tabelle 55	Methode KP81212_11 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion	50
Tabelle 56	Methode KP81212_12 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion	51
Tabelle 57	Methode KP81212_13 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion	51
Tabelle 58	Methode KP81215_1 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion	52
Tabelle 59	Methode KP81215_2 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion	52
Tabelle 60	Methode KP81216_1 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion	53

Tabelle 61	Methode KP81217_1 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion	53
Tabelle 62	Methode KP81217_2 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion	54
Tabelle 63	Methode KP81217_3 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion	54
Tabelle 64	Methode KP81219_3 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion	55
Tabelle 65	Methode KP81219_5 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion	55
Tabelle 66	Methode KP81219_6 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion	56
Tabelle 67	Methode KP90113_1 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion	56
Tabelle 68	Methode KP90113_2 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion	57
Tabelle 69	Methode KP90206_1 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion	57
Tabelle 70	Methode KP90211_1 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion	58
Tabelle 71	Methode KP90112_1 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion	58
Tabelle 72	Methode KP90402_2 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion	59
Tabelle 73	Methode KP90615_2a für (–)-Linalool; Flüssiginjektion	59
Tabelle 74	Methode KP81216_2 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion	60
Tabelle 75	Methode KP81216_3 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion	60
Tabelle 76	Methode KP81216_4 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion	61
Tabelle 77	Methode KP81216_5 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion	61
Tabelle 78	Methode KP81216_6 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion	62
Tabelle 79	Methode KP81219_1 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion	62
Tabelle 80	Methode KP81219_2 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion	63
Tabelle 81	Methode KP81219_4 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion	63
Tabelle 82	Methode KP90114_1 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion	64
Tabelle 83	Methode KP90114_2 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion	64
Tabelle 84	Methode KP90114_3 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion	65
Tabelle 85	Methode KP90206_2 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion	65
Tabelle 86	Methode KP90210_1 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion	66
Tabelle 87	Methode KP90210_2 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion	66
Tabelle 88	Methode KP90210_3 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion	67
Tabelle 89	Methode KP90402_1 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion	67
Tabelle 90	Methode KP90402_3 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion	68
Tabelle 91	Methode KP90402_4 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion	68
Tabelle 92	Methode KP90402_5 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion	69

Tabelle 93	Methode KP90402_6 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion	69
Tabelle 94	Methode KP90402_7 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion	70
Tabelle 95	Methode KP90402_8 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion	70
Tabelle 96	Methode KP90402_8_2 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion	71
Tabelle 97	Methode KP90402_8_3 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion	71
Tabelle 98	Methode KP90609_1a für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion	72
Tabelle 99	Methode KP90609_1a_FS für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion.....	72
Tabelle 100	Methode KP90609_1b für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion	73
Tabelle 101	Methode KP90610_1a für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion	73
Tabelle 102	Methode KP90610_1b für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion	74
Tabelle 103	Methode KP90610_1c für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion	74
Tabelle 104	Methode KP90612_1a für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion	75
Tabelle 105	Methode KP90406_2 für (–)-Linalool; HS.....	76
Tabelle 106	Methode KP90406_2a für (–)-Linalool; HS.....	76
Tabelle 107	Methode KP90406_2b für (–)-Linalool; HS.....	77
Tabelle 108	Methode KP90406_2c für (–)-Linalool; HS.....	77
Tabelle 109	Methode KP90406_2d für (–)-Linalool; HS.....	78
Tabelle 110	Methode KP90406_2b2 für (–)-Linalool; HS.....	78
Tabelle 111	Methode KP90407_2 für (–)-Linalool; HS.....	79
Tabelle 112	Methode KP90427_2a für (–)-Linalool; HS.....	80
Tabelle 113	Methode KP90427_2b für (–)-Linalool; HS.....	81
Tabelle 114	Methode KP90427_2c für (–)-Linalool; HS.....	82
Tabelle 115	Methode KP90427_2d für (–)-Linalool; HS.....	83
Tabelle 116	Methode KP90428_2a für (–)-Linalool; HS.....	84
Tabelle 117	Methode KP90428_2b für (–)-Linalool; HS.....	85
Tabelle 118	Methode KP90428_2c für (–)-Linalool; HS.....	86
Tabelle 119	Methode KP90428_2d für (–)-Linalool; HS.....	87
Tabelle 120	Methode KP90428_2e für (–)-Linalool; HS.....	88
Tabelle 121	Methode KP90428_2f für (–)-Linalool; HS.....	89
Tabelle 122	Methode KP90429_2 für (–)-Linalool; HS.....	90
Tabelle 123	Methode KP90429_2a für (–)-Linalool; HS.....	91
Tabelle 124	Methode KP90430_2a für (–)-Linalool; HS.....	92

Tabelle 125	Methode KP90430_2c für (–)-Linalool; HS.....	93
Tabelle 126	Methode KP90527_2a für (–)-Linalool; HS.....	94
Tabelle 127	Methode KP90527_2b für (–)-Linalool; HS.....	94
Tabelle 128	Methode KP90527_2c für (–)-Linalool; HS.....	95
Tabelle 129	Methode KP90527_2ad für (–)-Linalool; HS.....	95
Tabelle 130	Methode KP90527_2e für (–)-Linalool; HS.....	96
Tabelle 131	Methode KP90527_2f für (–)-Linalool; HS.....	96
Tabelle 132	Methode KP90528_2a für (–)-Linalool; HS.....	97
Tabelle 133	Methode KP90528_2b für (–)-Linalool; HS.....	98
Tabelle 134	Methode KP90528_2c für (–)-Linalool; HS.....	99
Tabelle 135	Methode KP90528_2d für (–)-Linalool; HS.....	100
Tabelle 136	Methode KP90528_2e für (–)-Linalool; HS.....	101
Tabelle 137	Methode KP90528_2f für (–)-Linalool; HS.....	102
Tabelle 138	Methode KP90528_2g für (–)-Linalool; HS.....	103
Tabelle 139	Methode KP90529_2a für (–)-Linalool; HS.....	104
Tabelle 140	Methode KP90529_2b für (–)-Linalool; HS.....	105
Tabelle 141	Methode KP90529_2c für (–)-Linalool; HS.....	106
Tabelle 142	Methode KP90528_2e_FS für (–)-Linalool; HS	107
Tabelle 143	Methode KP90603_2a für (–)-Linalool; HS.....	108
Tabelle 144	Methode KP90603_2b für (–)-Linalool; HS.....	109
Tabelle 145	Methode KP90603_2c für (–)-Linalool; HS.....	110
Tabelle 146	Methode KP90603_2d für (–)-Linalool; HS.....	110
Tabelle 147	Methode KP90603_2e für (–)-Linalool; HS.....	111
Tabelle 148	Methode KP90603_2f für (–)-Linalool; HS.....	111
Tabelle 149	Methode KP90603_2g für (–)-Linalool; HS.....	112
Tabelle 150	Methode KP90604_2a für (–)-Linalool; HS.....	112
Tabelle 151	Methode KP90604_2b für (–)-Linalool; HS.....	113
Tabelle 152	Methode KP90604_2c für (–)-Linalool; HS.....	114
Tabelle 153	Methode KP90604_2d für (–)-Linalool; HS.....	115
Tabelle 154	Methode KP90605_2a für (–)-Linalool; HS.....	116
Tabelle 155	Methode KP90626_2a für (–)-Linalool; HS.....	117
Tabelle 156	Methode KP90626_2b für (–)-Linalool; HS.....	118

<i>Tabelle 157</i>	<i>Methode KP90626_2c für (–)-Linalool; HS.....</i>	<i>119</i>
<i>Tabelle 158</i>	<i>Methode KP90626_2d für (–)-Linalool; HS.....</i>	<i>120</i>
<i>Tabelle 159</i>	<i>Methode KP90406_1 für 1,8-Cineol; HS.....</i>	<i>121</i>
<i>Tabelle 160</i>	<i>Methode KP90407_1 für 1,8-Cineol; HS.....</i>	<i>122</i>
<i>Tabelle 161</i>	<i>Methode KP90407_1a für 1,8-Cineol; HS.....</i>	<i>122</i>
<i>Tabelle 162</i>	<i>Methode KP90407_1a1 für 1,8-Cineol; HS.....</i>	<i>123</i>
<i>Tabelle 163</i>	<i>Methode KP90407_1a2 für 1,8-Cineol; HS.....</i>	<i>123</i>
<i>Tabelle 164</i>	<i>Methode KP90407_1a3 für 1,8-Cineol; HS.....</i>	<i>124</i>
<i>Tabelle 165</i>	<i>Methode KP90407_1a4 für 1,8-Cineol; HS.....</i>	<i>124</i>
<i>Tabelle 166</i>	<i>Methode KP90407_1a5 für 1,8-Cineol; HS.....</i>	<i>125</i>
<i>Tabelle 167</i>	<i>Methode KP90422_1 für 1,8-Cineol; HS.....</i>	<i>125</i>
<i>Tabelle 168</i>	<i>Methode KP90422_2 für 1,8-Cineol; HS.....</i>	<i>126</i>
<i>Tabelle 169</i>	<i>Methode KP90422_3 für 1,8-Cineol; HS.....</i>	<i>126</i>
<i>Tabelle 170</i>	<i>Methode KP90422_2a für 1,8-Cineol; HS.....</i>	<i>127</i>
<i>Tabelle 171</i>	<i>Methode KP90422_4 für 1,8-Cineol; HS.....</i>	<i>127</i>
<i>Tabelle 172</i>	<i>Methode KP90427_1a für 1,8-Cineol; HS.....</i>	<i>128</i>
<i>Tabelle 173</i>	<i>Methode KP90427_1d für 1,8-Cineol; HS.....</i>	<i>129</i>
<i>Tabelle 174</i>	<i>Methode KP90430_1a für 1,8-Cineol; HS.....</i>	<i>130</i>
<i>Tabelle 175</i>	<i>Methode KP90430_1b für 1,8-Cineol; HS.....</i>	<i>131</i>
<i>Tabelle 176</i>	<i>Methode KP90430_1c für 1,8-Cineol; HS.....</i>	<i>132</i>
<i>Tabelle 177</i>	<i>Methode KP90608_1a für 1,8-Cineol; HS.....</i>	<i>133</i>
<i>Tabelle 178</i>	<i>Methode KP90608_1b für 1,8-Cineol; HS.....</i>	<i>134</i>
<i>Tabelle 179</i>	<i>Methode KP90608_1c für 1,8-Cineol; HS.....</i>	<i>135</i>
<i>Tabelle 180</i>	<i>Methode KP90608_1d für 1,8-Cineol; HS.....</i>	<i>136</i>
<i>Tabelle 181</i>	<i>Methode KP90608_1e für 1,8-Cineol; HS.....</i>	<i>137</i>
<i>Tabelle 182</i>	<i>Methode KP90608_1f für 1,8-Cineol; HS.....</i>	<i>138</i>
<i>Tabelle 183</i>	<i>Methode KP90630_1a für 1,8-Cineol; HS.....</i>	<i>139</i>
<i>Tabelle 184</i>	<i>Methode KP90630_1a2 für 1,8-Cineol; HS.....</i>	<i>140</i>
<i>Tabelle 185</i>	<i>Methode KP90630_1b für 1,8-Cineol; HS.....</i>	<i>141</i>
<i>Tabelle 186</i>	<i>Methode KP90630_1c für 1,8-Cineol; HS.....</i>	<i>142</i>
<i>Tabelle 187</i>	<i>Methode KP90630_1d für 1,8-Cineol; HS.....</i>	<i>143</i>
<i>Tabelle 188</i>	<i>Methode KP90223_1 für (–)-Linalool; SPME.....</i>	<i>144</i>

Tabelle 189	Methode KP90223_2 für (-)-Linalool; SPME.....	145
Tabelle 190	Methode KP90223_3 für (-)-Linalool; SPME.....	145
Tabelle 191	Methode KP90224_1 für (-)-Linalool; SPME.....	146
Tabelle 192	Methode KP90224_2 für (-)-Linalool; SPME.....	146
Tabelle 193	Methode KP90224_3 für (-)-Linalool; SPME.....	147
Tabelle 194	Methode KP90311_2 für (-)-Linalool; SPME.....	148
Tabelle 195	Methode KP90311_2_neu für (-)-Linalool; SPME.....	149
Tabelle 196	Methode KP90505_2a für (-)-Linalool; SPME.....	150
Tabelle 197	Methode KP90505_2b für (-)-Linalool; SPME.....	151
Tabelle 198	Methode KP90505_2c für (-)-Linalool; SPME.....	152
Tabelle 199	Methode KP90505_2d für (-)-Linalool; SPME.....	153
Tabelle 200	Methode KP90505_2e für (-)-Linalool; SPME.....	154
Tabelle 201	Methode KP90512_2 für (-)-Linalool; SPME.....	155
Tabelle 202	Methode KP90512_2a für (-)-Linalool; SPME.....	156
Tabelle 203	Methode KP90522_2a für (-)-Linalool; SPME.....	157
Tabelle 204	Methode KP90522_2b für (-)-Linalool; SPME.....	158
Tabelle 205	Methode KP90522_2c für (-)-Linalool; SPME.....	159
Tabelle 206	Methode KP90522_2d für (-)-Linalool; SPME.....	160
Tabelle 207	Methode KP90522_2e für (-)-Linalool; SPME.....	161
Tabelle 208	Methode KP90522_2f für (-)-Linalool; SPME.....	162
Tabelle 209	Methode KP90522_2g für (-)-Linalool; SPME.....	163
Tabelle 210	Methode KP90522_2h für (-)-Linalool; SPME.....	164
Tabelle 211	Methode KP90525_2 für (-)-Linalool; SPME.....	165
Tabelle 212	Methode KP90522_2h_FS für (-)-Linalool; SPME	166
Tabelle 213	Methode KP90702_2d für (-)-Linalool; SPME.....	167
Tabelle 214	Methode KP90225_1 für 1,8-Cineol; SPME	168
Tabelle 215	Methode KP90225_2 für 1,8-Cineol; SPME	168
Tabelle 216	Methode KP90225_3 für 1,8-Cineol; SPME	169
Tabelle 217	Methode KP90225_4 für 1,8-Cineol; SPME	169
Tabelle 218	Methode KP90305_1 für 1,8-Cineol; SPME	170
Tabelle 219	Methode KP90311_1 für 1,8-Cineol; SPME	171
Tabelle 220	Methode KP90311_1_neu für 1,8-Cineol; SPME	172

<i>Tabelle 221</i>	<i>Methode KP90505_1a für 1,8-Cineol; SPME</i>	<i>173</i>
<i>Tabelle 222</i>	<i>Methode KP90505_1b für 1,8-Cineol; SPME</i>	<i>174</i>
<i>Tabelle 223</i>	<i>Methode KP90505_1c für 1,8-Cineol; SPME.....</i>	<i>175</i>
<i>Tabelle 224</i>	<i>Methode KP90505_1d für 1,8-Cineol; SPME</i>	<i>176</i>
<i>Tabelle 225</i>	<i>Methode KP90505_1b2 für 1,8-Cineol; SPME</i>	<i>177</i>
<i>Tabelle 226</i>	<i>Methode KP90512_1 für 1,8-Cineol; SPME</i>	<i>178</i>
<i>Tabelle 227</i>	<i>Methode KP90512_1a für 1,8-Cineol; SPME</i>	<i>179</i>
<i>Tabelle 228</i>	<i>Methode KP90525_1 für 1,8-Cineol; SPME</i>	<i>180</i>
<i>Tabelle 229</i>	<i>Methode KP90701_1a für 1,8-Cineol; SPME</i>	<i>181</i>
<i>Tabelle 230</i>	<i>Methode KP90701_1a2 für 1,8-Cineol; SPME</i>	<i>182</i>
<i>Tabelle 231</i>	<i>Methode KP90701_1b für 1,8-Cineol; SPME</i>	<i>183</i>
<i>Tabelle 232</i>	<i>Methode KP90701_1c für 1,8-Cineol; SPME.....</i>	<i>184</i>
<i>Tabelle 233</i>	<i>Methode KP90701_1d für 1,8-Cineol; SPME</i>	<i>185</i>

ABBILDUNGSVERZEICHNIS

Abbildung 1	Struktur von (–)-Linalool	3
Abbildung 2	Struktur von 1,8-Cineol.....	5
Abbildung 3	Schematischer Aufbau eines Gaschromatographen	7
Abbildung 4	Schematischer Aufbau eines Massenspektrometers.....	9
Abbildung 5	Versuchsaufbau Vollblutauflaufarbeitung Flüssiginjektion.....	21
Abbildung 6	Herstellung von Proben im Testmedium für SPME-Analyse ...	23
Abbildung 7	Probe mit Lösungsmittel Methanol; Analysenmethode: KP81211_3 (Säule 60 m)	188
Abbildung 8	Probe mit Lösungsmittel n-Hexan; Analysenmethode: KP81211_3 (Säule 60 m)	188
Abbildung 9	Analyse von 1,8-Cineol mit 1,4-Cineol als internen Standard	189
Abbildung 10	Analyse von 1,8-Cineol mit (–)-Linalool als internen Standard	190
Abbildung 11	Massenspektrum von (–)-Linalool.....	191
Abbildung 12	Massenspektrum von 1,8-Cineol	192
Abbildung 13	Massenspektrum von α -Terpineol	192
Abbildung 14	Peakspaltung aufgrund zu hoher Analysentemperatur; Analysenmethode: KP81212_5	193
Abbildung 15	Starttemperatur 100°C; Analysenmethode: KP81212_2	194
Abbildung 16	Starttemperatur 60°C; Analysenmethode: KP81212_10	194
Abbildung 17	Starttemperatur 40°C; Analysenmethode: KP90615_2a	195
Abbildung 18	Heizrate 10°C/min; Analysenmethode: KP81201_4	195
Abbildung 19	Heizrate 20°C/min; Analysenmethode: KP81201_2	196
Abbildung 20	Trärgasgeschwindigkeit 1.5ml/min; Analysenmethode: KP81212_11.....	197
Abbildung 21	Trärgasgeschwindigkeit 2.0ml/min; Analysenmethode: KP81215_1.....	197
Abbildung 22	Trärgasgeschwindigkeit 2.5ml/min	198

Abbildung 23	Konstanter Trägergasfluss; Analysenmethode: KP90528_2d	199
Abbildung 24	Programmierter Trägergasfluss; Analysenmethode: KP90528_2e.....	199
Abbildung 25	HS-Analyse mit Split-Injektion; Analysenmethode: KP90527_2c	200
Abbildung 26	HS-Injektion mit Splitless-Injektion; Analysenmethode: KP90527_2f.....	200
Abbildung 27	Durchgehendes Scan Event; Analysenmethode: KP90604_2b	201
Abbildung 28	Abb. 28: Scan Events mit unterschiedlichen m/z; Analysenmethode: KP90626_2a	202
Abbildung 29	Ermittlung der Inkubationszeit für 1,8-Cineol	204
Abbildung 30	Ermittlung der Inkubationszeit für (–)-Linalool	204
Abbildung 31	Ermittlung der Extraktionszeit für SPME-Injektion	205
Abbildung 32	Kalibriergerade Flüssiginjektion – (–)-Linalool in n-Hexan.....	206
Abbildung 33	Kalibriergerade HS-Injektion – (–)-Linalool in aqua dest.	207
Abbildung 34	Kalibriergerade SPME-Injektion – (–)-Linalool in aqua dest. .	207
Abbildung 35	Kalibriergerade Flüssiginjektion – 1,8-Cineol in n-Hexan	208
Abbildung 36	Kalibriergerade HS-Injektion – 1,8-Cineol in aqua dest.	208
Abbildung 37	Kalibriergerade SPME-Injektion – 1,8-Cineol in aqua dest. ...	209
Abbildung 38	Analyse von (–)-Linalool aus menschlichem Blut in n-Hexan nach der Aufarbeitung mittels Extrelut®	211
Abbildung 39	Analyse von (–)-Linalool aus menschlichem Blut mittels HS- Injektion	212
Abbildung 40	Analyse von (–)-Linalool aus menschlichem Blut mittels SPME	212
Abbildung 41	Kalibriergerade Flüssiginjektion – (–)-Linalool aus Blut	213
Abbildung 42	Kalibriergerade HS-Injektion – (–)-Linalool aus Blut	213
Abbildung 43	Kalibriergerade SPME-Injektion – (–)-Linalool aus Blut	213

ABKÜRZUNGSVERZEICHNIS

bzw		beziehungsweise
°		Grad
°C		Grad Celsius
d		Dichte
d.h.		das heißt
fST		Standardkorrekturfaktor
g		Gramm
GC		Gaschromatographie
GC-MS		Gaschromatographie-Massenspektrometrie
HS		Head Space
IST		Interner Standard
kPa		Kilo Pascal
µl		Mikroliter
ml		Milliliter
µm		Mikrometer
mm		Millimeter
µMol		mikromolar
min		Minute
M		molar
MM		Molare Masse
m/z		Masse-Ladungs-Verhältnis
ng		Nanogramm
rpm		Revolutions per Minute (Umdrehungen/Minute)
SD		Standardabweichung
sec		Sekunde
SIM		Selected Ion Monitoring
SPME		Solid Phase Mikroextraktion
STD		Standard
TI		Totalionenstrom

KAPITEL I

1. EINLEITUNG UND FRAGESTELLUNG

Wir sind täglich von einer Vielzahl an Riechstoffen umgeben. Vielen davon werden bestimmte Wirkungen auf das menschliche Befinden zugeschrieben. Sie sollen, je nach Molekül, beispielsweise anregend oder entspannend auf uns wirken.

Obwohl in den letzten Jahrzehnten vermehrt an der Wirkung von Duftstoffen geforscht wurde, sind Ergebnisse von Studien noch uneinheitlich und Kenntnisse über deren Wirkungsweise noch rar.

In welcher Weise Duftstoffe Körperfunktionen beeinflussen, war bereits Gegenstand von Untersuchungen. Die Monoterpene 1,8-Cineol und (–)-Linalool wurden beispielsweise bezüglich ihrer Wirkung auf Aufmerksamkeit und Wohlbefinden getestet [HEUBERGER, 2004].

Um nun genauere Kenntnis über die Wirkungen der beiden Monoterpene zu erhalten, ist es notwendig, deren Bioverfügbarkeit genauer zu untersuchen. Dazu ist es zuerst notwendig zu wissen, wie viel von den Duftstoffen ins menschliche Blut aufgenommen werden.

Ziel dieser Arbeit war es, eine geeignete Methode zur Quantifizierung von 1,8-Cineol und (–)-Linalool aus humanem Blut zu finden. Da es sich bei den nachzuweisenden Substanzen um sehr flüchtige Verbindungen handelt, eignet sich die Gaschromatographie-Massenspektrometrie (GC-MS) besonders zur Untersuchung. Diese Methode fand schon bei der Analyse anderer Monoterpene Anwendung, wobei als Extraktions- und Injektionsmethode Head-Space Solid-Phase-Microextraktion (HS-SPME) verwendet wurde [FEWELL, 2007; KOHLERT, 2002]. Weitere Probenaufgabemethoden für die Gaschromatographie-Massenspektrometrie sind statische Head-Space Injektion mittels gasdichter Nadel oder Flüssiginjektion nach vorheriger Probenaufarbeitung [KOLB, 1997].

Im Zuge dieser Arbeit sollen nun die oben genannten Probeaufgabemethoden zur Quantifizierung von 1,8-Cineol und (–)-Linalool herangezogen, und bezüglich ihrer Eignung für diese Untersuchung verglichen werden.

Von Interesse dabei war, in wie weit sich die Methode überhaupt zur Qualifizierung von 1,8-Cineol und (–)-Linalool eignet und welche die geringste Nachweisgrenze aufweist. Mittels geeigneter Methode wurden danach Kalibriergeraden erstellt.

Die erarbeiteten Grundlagen sollen sich dazu eignen, um später Kalibriergeraden mit gespicktem Blut herzustellen und mittels diesen den Gehalt an 1,8-Cineol oder (–)-Linalool im Blut von Probanden zu bestimmen. Um die Übertragbarkeit der mit Lösungsmittel entwickelten Methode auf Blut als Medium zu überprüfen, sollen einzelne gespickte Blutproben mit der erstellten Methode untersucht werden.

KAPITEL II

2. LITERATURÜBERSICHT

2.1. (–)-Linalool

2.1.1. Kenndaten und Struktur

3,7-Dimethyl-1,6-octadien-3-ol

$C_{10}H_{18}O$

MM: 154.25

Siedepunkt: 198°C (101.3 kPa)

Brechungsindex n_D^{20} : 1.4616

Dichte d_4^{20} : 0.8700

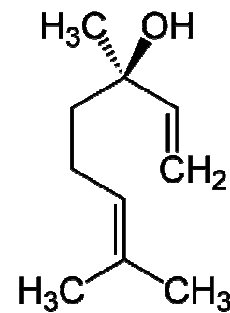


Abbildung 1 Struktur von (–)-Linalool

[BAUER, 1997]

2.1.2. Vorkommen

(–)-Linalool kommt zu 80-85% in Hoblattöl (*Cinnamomum camphora*), zu 80% in Rosenöl sowie zu 30-35% im Lavendelöl (*Lavandula angustifolia*) vor [BAUER, 1997].

2.1.3. Gewinnung und Anwendung

Linalool findet breite Anwendung in der Parfüm- und Kosmetikindustrie, nicht zuletzt aufgrund seines blumig-frischen Geruchs. Dabei ist zu beachten, dass sich die beiden Enantiomeren von Linalool etwas im Geruch unterscheiden.

(–)-Linalool ist im Handel genauso wie (+)-Linalool in nahezu reiner Form (>95%) erhältlich. Natürlich gewonnenes Linalool stammt hauptsächlich von Rosenöl, wobei der Großteil des in der Kosmetik- und Parfümindustrie verwendeten Linalools synthetisch gewonnen wird [BAUER, 1997].

2.2. 1,8-Cineol

2.2.1. Kenndaten und Struktur

1,8-Epoxy-*p*-menthane

Eucalyptol

$C_{10}H_{18}O$

MM: 154.25

Siedepunkt: 176-177°C

Brechungsindex n_D^{20} : 1.4586

Dichte d_4^{20} : 0.9267

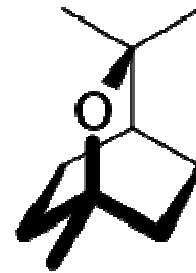


Abbildung 2 Struktur von 1,8-Cineol

[BAUER, 1997]

2.2.2. Vorkommen

1,8-Cineol ist in vielen ätherischen Ölen enthalten. Als Hauptkomponente findet man es in Eukalyptusöl, mit Gehalten bis zu 85%, sowie in Lorbeerblattöl, mit Gehalten bis zu 70% [BAUER, 1997].

2.2.3. Gewinnung und Anwendung

1,8-Cineol wird ausschließlich durch Isolation aus ätherischen Ölen, besonders Eukalyptusöl gewonnen. Es findet Anwendung in der Kosmetikindustrie genauso wie in der Lebensmittelindustrie, zum Beispiel zur Aromatisierung von Süßigkeiten, sowie in Zahnpflegeprodukten [BAUER, 1997].

2.3. Grundlagen der Gaschromatographie

2.3.1. Definition

Die Gaschromatographie ist eine Methode um qualitative und quantitative Informationen über Einzelkomponenten eines Probengemisches zu erhalten. Eine Auftrennung erfolgt durch Verteilung der gasförmigen Probe zwischen einer mobilen und stationären Phase.

Wesentlich dafür ist die Struktur und Flüchtigkeit der zu analysierenden Komponenten. Eine generelle Regel besagt, dass ein höheres Molekulargewicht, sowie Polarität mit einer geringeren Flüchtigkeit der Verbindung einhergeht [ROOD, 2007].

2.3.2. Prinzip und Aufbau eines Gaschromatographen

Ein Gaschromatograph besteht aus folgenden Hauptkomponenten: Gasanschluss sowie Strömungsregler, Injektor, Ofen und Säule, sowie Detektor und Aufzeichnungseinheit (Abb. 3).

Das Trägergas stellt die mobile Phase des Trennsystems dar. Es durchströmt stetig das GC-System und ist in seiner Menge bzw. Flussrate durch den Strömungsregler kontrolliert.

Eine Analysenprobe kann nun durch Injektion ins Probenaufgabesystem, den Injektorblock, dem GC-System zugeführt werden. Dort wird es von der mobilen Phase, dem Trägergas, erfasst, und in die Trenneinheit, die Säule, eingebracht.

Durch diese werden einzelne Komponenten der zu analysierenden Probe unterschiedlich schnell transportiert. Einfluss auf die Wanderungsgeschwindigkeit und damit die Retentionszeit haben einerseits Art und Filmdicke der Beschichtung der Kapillarsäule sowie deren Länge, andererseits das Temperaturprogramm des beheizbaren Ofens, in dem sich die Säule befindet.

Erreicht nun eine Verbindung das Ende der Kapillarsäule, so gelangt es über die Transferline in den Detektor. Dieser generiert ein elektrisches Signal, welches der Menge an Substanz entspricht. Dieses Signal wird vom Detektor an die Aufzeichnungseinheit weitergegeben, welche aus den eintreffenden Signalen der einzelnen Substanzen ein Chromatogramm erstellt [ROOD, 2007].

Gas Chromatograph

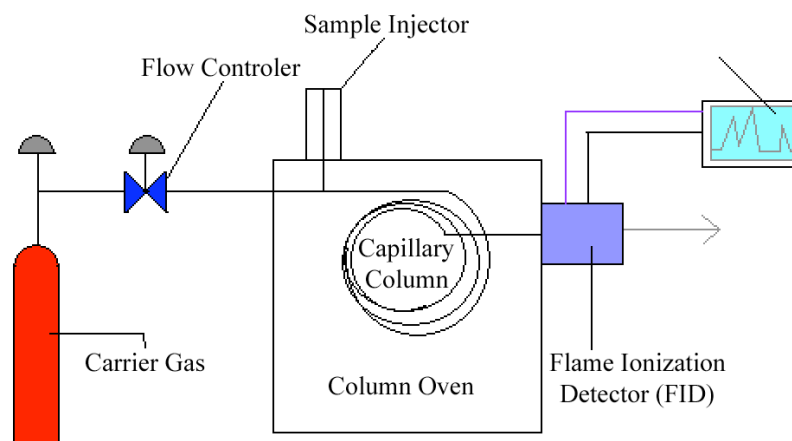


Abbildung 3 Schematischer Aufbau eines Gaschromatographen

Quelle: http://www.analytik.ethz.ch/praktika/phys_anal/GC/GCSkript2007.pdf

2.4. Grundlagen der Massenspektrometrie

2.4.1. Funktionsprinzip

Die Massenspektrometrie bietet die Möglichkeit, Rückschlüsse auf die Struktur einer Analysenprobe zu ziehen, das bedeutet qualitative Information über die Probe zu erhalten. Ebenso lassen sich durch die Massenspektrometrie quantitative Informationen ermitteln. Dies geschieht, indem durch Ionisierung Molekülonen sowie Fragmentionen aus einer Substanz gebildet werden. Die Bildung der Ionen ist abhängig von der Struktur des Analyten sowie von dessen funktionellen Gruppen. Sie sind daher charakteristisch für die analysierte Substanz. Molekül- und Fragmentionen werden durch ein elektrisches oder magnetisches Feld nach Masse und Ladung (m/z) getrennt und erzeugen so ein Massenspektrum. Es kann mit einem Massenspektrometer die gesamte Anzahl an gebildeten Ionen, der Totalionenstrom (TI) registriert werden. Außerdem kann, wenn nur Interesse an der Anwesenheit und Menge einer bestimmten Substanz in einem komplexen Probengemisch besteht, mit dem Selected Ion Monitoring (SIM) Verfahren gemessen werden. Bei diesem werden nur Ionenströme ausgewählter m/z -Werte gemessen.

Massenspektrometer können alleine, aber auch beispielsweise in Verbindung mit Gaschromatographen zur Substanzanalyse eingesetzt werden [BUDZIKIEWICZ, 2005].

2.4.2. Aufbau eines Massenspektrometers

Ein Massenspektrometer besteht prinzipiell aus einem Einlasssystem durch welches die Analysenprobe in das System eingebracht wird, einer Ionenquelle in der die Ionisierung der Probe stattfindet, einem Analysator, welcher die Ionen gemäß ihren m/z -Werten auftrennt, und einem Detektor, der die Daten erfasst und registriert (Abb. 4) [BUDZIKIEWICZ, 2005].

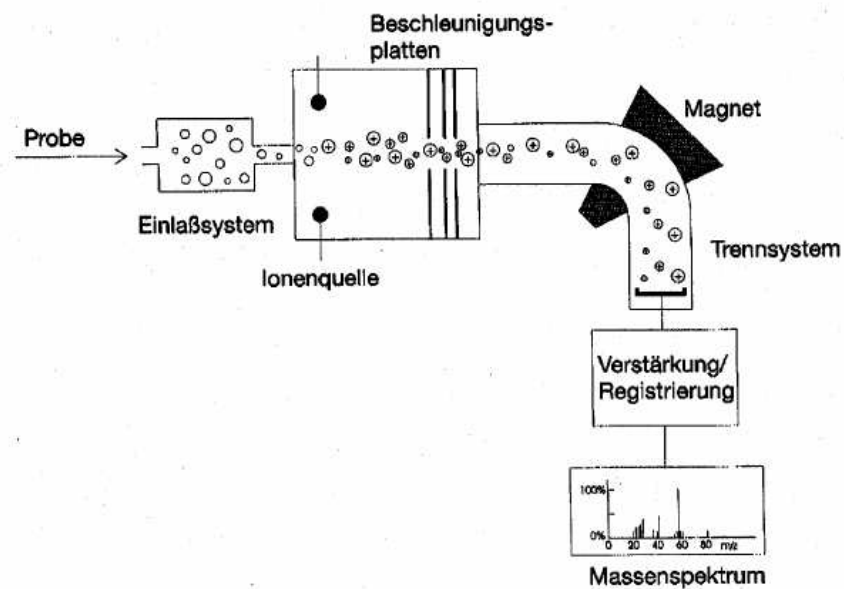


Abbildung 4 Schematischer Aufbau eines Massenspektrometers

Quelle: http://www.analytchem.tugraz.at/institut/download/Instrumentelle_Analytik_Teil_11.pdf

2.5. Probenaufgabesysteme

2.5.1. Flüssiginjektion

Bei der Flüssiginjektion wird die Probe mittels einer Mikroliterspritze, die in der Regel ein Fassungsvermögen von 0.1-10 µl hat, direkt in den Injektor, der in der Regel Temperaturen zwischen 200-300°C hat, injiziert. Dort verdampft sie und mischt sich mit dem Trägergas, das die Probe auf die Säule transportiert [BAUGH, 1997].

Bei dieser Art der Probenanalyse ist zu beachten, dass die meisten Probenmatrices sich nur bedingt oder gar nicht zur direkten Einspritzung in das GC-System eignen. Es ist daher notwendig, die Proben vor der Analyse aufzubereiten, und die zu ermittelnden Komponenten in ein geeignetes Medium überzuführen.

2.5.2. Head Space Injektion

Die statische Head Space Methode basiert auf der Verteilung von flüchtigen Komponenten zwischen der flüssigen oder festen Probe und der sie umgebenden Gasphase.

Bei dieser Methode wird eine Probe in ein Glasgefäß überführt, welches gasdicht verschlossen wird. Danach bildet sich in dem Gefäß ein Gleichgewicht der flüchtigen Komponenten zwischen der Probe und der Gasphase. Die Gleichgewichtseinstellung kann durch mechanische Oberflächenvergrößerung, d.h. durch Schütteln, bzw. durch Erwärmen beschleunigt werden. Mittels einer gasdichten Spritze kann nun Gas aus dem Dampfraum über der Probe entnommen, und in den Gaschromatographen injiziert werden [KOLB, 1997].

Grundsätzlich besteht die Möglichkeit, dabei nur ein Aliquot (statische HS-Injektion) oder durch Mehrfachinjektion auch den gesamten Gehalt des Analyten im Dampfraum (dynamische HS-Injektion) zu ermitteln [KOLB, 1997].

2.5.3. Head Space-Solid Phase Microextraction

Bei SPME handelt es sich um eine lösungsmittelfreie Extraktionstechnik [LORD and PAWLISZYN, 2000], die eine gleichzeitige Extraktion und Konzentrierung erlaubt [KATAOKA, 2005]. Durch eine polymerbeschichtete Faser ist es möglich, Analyten aus festen, flüssigen und gasförmigen Proben aufzunehmen, und sie mittels GC-MS zu analysieren. Bei der Methode der Head Space-Solid Phase Microextraction (HS-SPME) werden die Analyten aus dem Dampfraum über der Probe entnommen.

Ähnlich der statischen Head Space-Analyse wird auch bei SPME die Probe in ein Glasgefäß überführt und gasdicht verschlossen. Oft wird die Probe erwärmt und geschüttelt, um die Zeit der Gleichgewichtseinstellung zu reduzieren. Danach wird die SPME-Faser in das Gefäß eingeführt und die Analyten reichern sich an der Faser an. Danach werden die adsorbierten Analyten mittels Faser in ein Analysengerät, z.B. GC-MS, überführt und dort desorbiert [KATAOKA, 2005].

Mittels SPME kann somit eine aufwendige Probenaufarbeitung umgangen werden, was einerseits den Arbeitsaufwand reduziert sowie Präzision und Genauigkeit der Messmethode erhöht. Außerdem wird der Probenverlust minimiert [KATAOKA, 2005].

2.5.4. Split Injektion

Die Split Injektion ist eine Möglichkeit, größere Probenkonzentrationen an den linearen Bereich des Detektors anzupassen, und die Aufgabe einer schmalen Probenzone auf die Trennsäule zur Erreichung schmaler Peaks im Chromatogramm zu ermöglichen.

Dazu wird das Split-Ventil bei der Probeninjektion geöffnet und der Proben- bzw. Trägergasstrom in einem genau festgelegten Verhältnis aufgeteilt. Der größere Teil des Gasstroms verlässt den Injektor durch die Splitleitung, der kleinere Teil wird auf die Säule gespült [BRINKERT, 2005].

2.5.5. Splitlose Injektion – Totalaufgabe

Bei der Splitlosen Injektion wird der Proben- bzw. Trägergasstrom im Gesamten auf die Säule aufgebracht. Es wird nicht wie bei der Split Injektion ein Teil der Probe verworfen. Die splitlose Injektion eignet sich daher zur Spurenanalyse nicht aber für größere Konzentrationen an Probe.

Diese Art der Injektion erfordert Verdampferrohre (Liner) mit größerem Volumen als die Split Injektion, da das Gasvolumen nicht durch Aufteilung verringert wird. Dies ist notwendig, um eine Ausdehnung des Probendampfes über den Liner hinaus in kältere Regionen des Gaschromatographen zu verhindern, da dadurch Kontaminationsprobleme verursacht werden können [ROOD, 1997; BRINKERT, 2005].

2.6. Methoden zur Bestimmung von Monoterpenen mittels Gaschromatographie

Validierte Methoden zur Bestimmung biologisch aktiver Verbindungen aus ätherischen Ölen, zu denen auch Monoterpene gehören, sind immer gefragter, nicht zuletzt für solche, die in der pharmazeutischen Industrie verwendet werden. Für validierte Methoden sind jedoch folgende Parameter unabdingbar, wie Selektivität, Spezifität, Linearität im Arbeitsbereich, Präzision und Reproduzierbarkeit. Zur Spurenanalyse ist außerdem die Ermittlung der Nachweis- und der Bestimmungsgrenze wichtig. Daraus ist erkennbar, dass die Erforschung der Wirkung aller in ätherischen Ölen enthaltenen bioaktiven Substanzen zeit- und kostenaufwendig ist [BICCHI, 2008].

Trotzdem existieren bereits mehrere in vivo Studien zu Bioverfügbarkeit von Monoterpenen einerseits mit Tieren [BOYLE, 2002], andererseits mit Menschen [FEWELL, 2007; KOHLERT, 2002; WANG, 2007], wobei meist HS-SPME die Methode der Wahl war, da übliche Extraktions- und Probenaufarbeitungsmethoden meist schwierig oder gar nicht auf sehr flüchtige Verbindungen anwendbar sind [KOHLERT, 2002].

Vorhandene Studien konzentrieren sich auf die Optimierung einer Probenaufgabemethode. Ein Vergleich zwischen den Methoden, die in verschiedenen Studien verwendet wurden, ist nicht möglich, da einerseits unterschiedliche Detektoren, wie Flammenionisationsdetektor oder Massenspektrometer angewandt, sowie unterschiedliche Monoterpene untersucht werden [KOHLERT, 2002; WANG, 2007]. Daraus resultieren verschiedenste lineare Arbeitsbereiche der entwickelten Methoden, als auch unterschiedliche Nachweis- und Bestimmungsgrenzen.

Auch unterscheiden sich die Studien wesentlich darin, dass entweder die Plasmakonzentration der Monoterpene [KOHLERT, 2002] oder die Konzentration im Vollblut untersucht wird [FEWELL, 2007].

Für Untersuchungen im Plasma existieren Daten von zwei verschiedenen Versuchansätzen, einerseits HS-SPME [KOHLERT, 2002] als auch Flüssiginjektion [WANG, 2007]. Beide Ansätze lieferten Kalibriergeraden mit linearen Bereichen von 8-203 ng/ml [KOHLERT, 2002] bzw. 2-500 ng/ml [WANG, 2007] und haben damit einen weiten Arbeitsbereich. Jedoch unterscheiden sich die apparativen Einstellungen bei der Analyse wesentlich voneinander. *Wang* verwendete ein Ofenprogramm welches bei 60°C startete und mit einer Rate von 20°C/min auf 140°C anheizte. *Kohlert* verwendete im Gegensatz dazu ein Programm das von 80°C mit einer Rate von 4°C bis auf 240°C anheizte. Diese unterschiedlichen Ansätze können durch die Untersuchung unterschiedlicher Monoterpene, *Wang* verwendete d-Limonen und *Kohlert* verwendete Thymol, begründet werden.

Auch kommt die Probenaufgabe als wesentlicher Faktor für die Unterschiede in den Programmeinstellungen in Betracht, da andere Untersuchungen an d-Limonen die mittels HS-SPME durchgeführt wurden [FEWELL, 2007] eher dem Programm für Thymol mittels HS-SPME ähneln, als dem für d-Limonen mittels Flüssiginjektion.

Auch zur Bioverfügbarkeit von 1,8 Cineol existieren bereits Daten, die sich sowohl auf Tierversuche begründen [BOYLE, 2002], als auch auf Humanstudien [LANGENECKERT, 1999]. Aber auch in diesem Fall kann kein Vergleich zu den bereits erwähnten Studien gezogen werden.

Schlusßendlich bedeutet das, dass zwar Studien existieren, welche unterschiedliche Probenaufgabemethoden verwenden, diese aber aufgrund unterschiedlicher Untersuchungsansätze nicht vergleichbar sind. Daher ist es Ziel dieser Arbeit, ebendiese unterschiedlichen Aufgabesysteme an einem bestimmten Monoterpen zu untersuchen, um einen direkten Vergleich ihrer Eignung zu ermöglichen.

KAPITEL III

3. MATERIAL UND METHODEN

3.1. Chemikalien

Aqua destillata

n-Hexan >99% ROTIPURAN für Chromatographie, UN 1208, Art.Nr.: 4723.2 (Roth, Karlsruhe, Deutschland)

n-Hexan für Gaschromatographie 99%, Lot.:1385908 33 308 022 (Fluka, Sigma Aldrich, Steinheim, Deutschland)

Methanol SPECTRANAL für Chromatographie, UN 1230, Lot.:7156M (Riedel-de-Haën, Sigma Aldrich, Seelze, Deutschland)

Methanol für Flüssigkeitschromatographie, K39 408 107, 845 (Merk, Darmstadt, Deutschland)

(-)-Linalool 95%, d = 0.863, Siedepkt.: 76°C (Fluka, Sigma Aldrich, Steinheim, Deutschland)

α -Terpineol 98%, d = 0.937, Siedepkt.: 217-218°C (Sigma Aldrich, Steinheim, Deutschland)

1,8-Cineol 99%, d = 0.924, Siedepkt.: 175-179°C (Sigma Aldrich, Steinheim, Deutschland)

Heparinisiertes Vollblut 500ml (Bezug: Rotes Kreuz, 1040 Wien, Österreich)

Precinorm U 10171743 (Roche, Wien, Österreich)

3.2. Geräte und Material

Gaschromatograph Trace GC Ultra (Thermo Fisher Scientific, Wien, Österreich)
Massenspektrometer DSQ II (Thermo Fisher Scientific, Wien, Österreich) direkt gekoppelt mit Gaschromatographen

TriPlus Autosampler (Thermo Fisher Scientific, Wien, Österreich)

Kapillarsäule TR-1MS, 30m x 0.25mm Durchmesser x 0.25µm Filmdicke, Part-Nr.: 260B142P, Serien-Nr.: 110 33B 19 (Thermo Fisher Scientific, Wien, Österreich)

Kapillarsäule TR-5MS, 60m x 0.25mm Durchmesser x 0.25µm Filmdicke, Part-Nr.: 260F154P, Serien-Nr.: 104 2628 F6 (Thermo Fisher Scientific, Wien, Österreich)

Liner, Flüssiginjektion, Splitless 3 x 8 x 105 mm, 45350032 (Thermo Fisher Scientific, Wien, Österreich)

Liner, Headspace, Split 5 x 8 x 105 mm, 45350030 (Thermo Fisher Scientific, Wien, Österreich)

Liner, SPME, 0.8 x 8 x 105 mm, 2876601-U (Supelco, Bellefonte, USA)

SPME-Faser, Polydimethylsiloxan (PDMS) 100µm, Lot.: P386289, Art-Nr.: 57301 (Supelco, Bellefonte, USA)

Autosamplerfläschchen Thermo Scientific headspace crimp top vials, 20ml; Part.Nr.: 60 180-506, Seriennr.: 825 (Thermo Fisher Scientific, Wien, Österreich)

Autosamplerfläschchen Thermo Scientific headspace crimp top vials, 10ml; Part.Nr.: 60 180-504, Seriennr.: P739 (Thermo Fisher Scientific, Wien, Österreich)

Verschlusskappen Al Crimp Cap&Seal, 20mm, Part.Nr.: 60180-511, Seriennr.: 828 (Thermo Fisher Scientific, Wien, Österreich)

Verschlusskappen Al Crimp Cap&Seal, 20mm, Part.Nr.: 60180-511, Seriennr.: 513 (Thermo Fisher Scientific, Wien, Österreich)

Autosamplerfläschchen Screw Vial THERMO, 2ml, Part.Nr.: 60180-599, Seriennr.: M 705/711 (Thermo Fisher Scientific, Wien, Österreich)

Verschlusskappen P/N 240.140.19; Lot.: 00066015 (Thermo Fisher Scientific, Wien, Österreich)

Injektionskanülen 21Gx3-1/8" Lot.: 0049 (Erosa)

Extrelut[®] NT3 Röhrchen, Lot.: HC895554, Prod-Nr.: 1.15095.0001 (Merk, Darmstadt, Deutschland)

Analysenröhrchen HLB 1cc, Part-Nr.: WAT 094225 (Waters Corporation, Milford, USA)

Vortex Minishaker (IKA-Works INC., Wilmington NC 28450, USA)

Sartorius Waage, LC 621P (Sartorius, Göttingen, Deutschland)

Rotavapor, Heidolph VV 2011 (Bartelt, Graz, Österreich)

Wasserbad, Heidolph WB 2001 (Bartelt, Graz, Österreich)

50ml Rundkolben

3.3. Proben und Probenaufarbeitung

3.3.1. Lösungen

Die Lösungen wurden wie folgt, im Kühlraum bei einer konstanten Umgebungstemperatur von 4°C, erstellt:

Stocklösung A: 1 M; Einwaage von 1.5425 g (–)-Linalool bzw. 1,8-Cineol in einen 10-Milliliter-Messkolben und Auffüllen des Kolbens bis zur Marke.

Aus diesen Stocklösungen wurden die Standards der Verdünnungsreihe für jede Untersuchung frisch, nach folgendem Pipettierschema, zubereitet.

Standard	Konzentration	µl Standard	µl Lösungsmittel
Standard 1	1 mM	1	999
Standard 2	0.75 mM	750	250
Standard 3	0.5 mM	600	300
Standard 4	0.25 mM	500	500
Standard 5	0.1 mM	400	600
Standard 6	0.05 mM	500	500
Standard 7	0.025 mM	500	500
Standard 8	0.01 mM	400	600
Standard 9	0.001 mM	100	900

Tabelle 1 Pipettierschema für Standards der Kalibriergeraden

Die Konzentrationen der Standards wurden dabei so gewählt, dass diese die gesamte Bandbreite der ermittelten Werte aus bereits publizierten Studien abdeckten. Diese beliefen sich von 8 ng/ml [FEWELL, 2007] bis zu 100 ng/ml [JÄGER, 1992].

Lösungen der internen Standards:

Stocklösung A: 1 M; Einwaage von 1.5425 g α -Terpineol bzw. (-)-Linalool in einen 10-Milliliter-Messkolben und Auffüllen des Kolbens bis zur Marke.

Aus diesen Stocklösungen wurden die internen Standards für jede Untersuchung frisch, nach folgendem Pipettierschema, zubereitet.

Interner Standard	Konzentration	μl interner Standard	μl Lösungsmittel
IST 1	1 mM	1	999
IST 3	0.5 mM	500	500

Tabelle 2 Pipettierschema für den internen Standard der Kalibriergeraden

3.3.2. Proben für die Flüssiginjektion

3.3.2.1. Erstellung der Lösungen im Testmedium

Zur Erstellung der Methode zur Flüssiginjektion wurden sowohl n-Hexan als auch Methanol als Medium getestet, wobei zur weiteren Bearbeitung die Wahl auf n-Hexan als Medium gefallen ist.

Standards und interne Standards wurden nach obigem Schema in n-Hexan erstellt. Die Analysenproben für die Flüssiginjektion wurden wie folgt zubereitet: In ein 2-Milliliter-Autosamplerfläschchen wurde je ein Milliliter n-Hexan vorgelegt. Dieser wurde mit je einem Mikroliter Standard und einem Mikroliter internem Standard 3 gespickt. Die Autosamplerfläschchen wurden gut verschlossen und bei 1200 rpm 10 sec mittels Vortex Minishaker vermischt. Danach wurden sie einzeln der Analyse zugeführt.

3.3.2.2. Erstellung der Blutproben

Zur Aufarbeitung von Blutproben wurden zwei verschiedene Methoden getestet. Als erste Aufarbeitungsmethode für die Flüssiginjektion wurde die Aufreinigung über HLB 1cc Analysenröhrchen versucht.

Dazu wurde 1 ml Plasmaersatz (Precinorm) mit 1 ml Lösung von (–)-Linalool in destilliertem Wasser (Konzentration: 100 ng/ml) versetzt und bei 600 rpm für 20 sec am Vortex Minishaker vermischt.

Davon wurde 1 ml Lösung in ein Eppendorfgefäß übergeführt und 5 min zentrifugiert.

Während der Zentrifugation wurde das HLB cc1 Analysenröhrchen zuerst mit 1 ml Methanol, danach mit 1 ml destilliertem Wasser vorkonditioniert.

Danach wurde 500 µl Überstand aus dem Eppendorfgefäß entnommen und auf das Röhrchen aufgetragen.

Dann wurde wiederum mit 1 ml destilliertem Wasser gewaschen und im Folgenden mit 170 µl n-Hexan in ein 2-Milliliter-Autosamplerfläschchen eluiert.

Die zweite Aufarbeitungsmethode für die Blutproben der Flüssiginjektion erfolgte mittels Extrelut[®] NT3 Röhrchen.

Dazu wurden 4 ml Vollblut mit je 4 µl Standard und 4 µl internem Standard 3 gespickt und bei 600 rpm 20 sec am Vortex Minishaker vermischt.

Die nach obigem Schema hergestellten Blutproben wurden über Extrelut[®] NT3 Röhrchen aufgereinigt. Dazu wurden 3 ml der gespickten Blutprobe auf das Extrelut[®] Röhrchen pipettiert und dieses mit Parafilm verschlossen. Nachdem das Blut vollständig adsorbiert worden war, wurden die adsorbierten Analyten mit 15 ml n-Hexan in einen 50-Milliliter-Rundkolben eluiert. Das Eluat wurde mittels Rotavapor bis zur Trockenheit eingedampft. Der Rückstand wurde in 0.5 ml n-Hexan aufgenommen und in ein 2-Milliliter-Autosamplerfläschchen transferiert. Die Proben wurden analog jenen der Testlösungen einzeln der Analyse zugeführt.

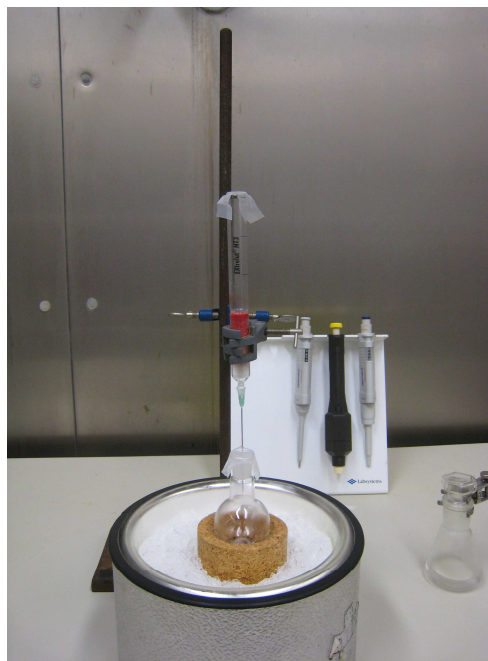


Abbildung 5 Versuchsaufbau Vollblutauferarbeitung Flüssiginjektion

[Foto: FRIEDL, 2009]

3.3.3. Proben für die Head Space Injektion

3.3.3.1. Erstellung der Lösungen im Testmedium

Als Testmedium für die HS-Injektion wurde destilliertes Wasser verwendet, aufgrund seiner Ähnlichkeit zu Eigenschaften des menschlichen Blutes.

Zur Herstellung der Proben wurden 4 ml destilliertes Wasser in ein 20-Milliliter-Autosampler-Fläschchen pipettiert und mit je 4 µl Standard und 4 µl internem Standard 3 gespickt. Diese wurden bei 600 rpm ca. 10 sec mittels Vortex Minishaker vermischt. Danach wurden sie der Analyse zugeführt.

Das optimale Probenvolumen von 4 ml für die Analysenmethoden, welche mit dem Dampfraum arbeiteten, ergab sich daraus, dass die Sensitivität der HS-Methode vom Verteilungskoeffizienten K sowie von der β -ratio abhängig ist. Ist der K-Wert einer Probensubstanz klein, hat die β -ratio einen größeren Einfluss auf das chromatographische Ergebnis, als bei großen K-Werten [KOLB, 1997].

Das bedeutete in diesem Fall, wird das Vial mit mehr Probenmaterial befüllt, verbessert sich das Ergebnis. Getestet wurden Füllvolumina von 3, 4 und 5 ml. Dabei konnte mit einem Volumen von 4 ml das beste Ergebnis erzielt werden.

3.3.3.2. Erstellung der Blutproben

Zur Erstellung einer Kalibriergeraden aus Blutproben wurden 4 ml Vollblut in ein 20-Milliliter-Autosampler-Fläschchen pipettiert. Dieses wurde anschließend mit 4 µl Standard und 4 µl internem Standard 3 gespickt. Das Fläschchen wurde luftdicht verschlossen, und nach Vermischen des Blutes mit den Standards mittels Vortex Minishaker (600 rpm, ca. 20 sec), der Analyse zugeführt.

3.3.4. Proben für die SPME-Injektion

3.3.4.1. Erstellung der Lösungen im Testmedium

Proben für die SPME-Injektion wurden analog zu jenen der HS-Injektion erstellt. Dazu wurden 4 ml destilliertes Wasser in ein 20-Milliliter-Autosampler-Fläschchen übertragen und mit je 4 μ l Standard bzw. internem Standard 3 versetzt. Auch diese Proben wurden bei 600 rpm ca. 20 sec vermischt und danach analysiert.



Abbildung 6 Herstellung von Proben im Testmedium für SPME-Analyse

[Foto: FRIEDL, 2009]

3.3.4.2. Erstellung der Blutproben

Auch bei der SPME-Injektion ist keine Probenaufarbeitung nötig. Daher wurden 4 ml Vollblut in ein 20-Milliliter-Autosampler-Fläschchen überführt und mit 4 μ l Standard bzw. internem Standard 3 gespickt. Die Fläschchen wurden bei 600 rpm ca. 20 sec gevortext und danach analysiert.

3.4. Methoden und Geräteeinstellungen

Im Folgenden werden die getesteten Methoden und deren Parameter tabellarisch, entsprechend ihrer Zuordnung zu einer Injektionstechnik, aufgelistet.

3.4.1. Flüssiginjektion

3.4.1.1. Methoden für (–)-Linalool

Methode: KP81120	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1.0 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	50°C (1 min)
	Aufheizrate	5°C/min
	Endtemperatur	150°C (5 min)
	Carriergas-flow	1.0 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.0 min
	SIM-Parameter	Fullscan
	Dwell-time	—
	Transferline	200°C

Tabelle 3 Methode KP81120 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81120_2	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1.0 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	50°C (1 min)
	Aufheizrate	5°C/min
	Endtemperatur	150°C (5 min)
	Carriergas-flow	1.0 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93+71
	Dwell-time	100
	Transferline	200°C

Tabelle 4 Methode KP81120_2 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81125_1	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1.0 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	50°C (1 min)
	Aufheizrate	5°C/min
	Endtemperatur	150°C (5 min)
	Carriergas-flow	1.0 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93+71
	Dwell-time	300
	Transferline	200°C

Tabelle 5 Methode KP81125_1 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81125_2	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1.0 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	50°C (1 min)
	Aufheizrate	5°C/min
	Endtemperatur	150°C (5 min)
	Carriergas-flow	1.0 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwell-time	300
	Transferline	200°C

Tabelle 6 Methode KP81125_2 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81126_1	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1.0 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	50°C (1 min)
	Aufheizrate	5°C/min
	Endtemperatur	150°C (5 min)
	Carriergas-flow	1.0 ml/min
	Scan-Events	1.) 6.0 min
	SIM-Parameter	93
	Dwell-time	300
	Transferline	200°C

Tabelle 7 Methode KP81126_1 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81126_2	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1.0 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	50°C (1 min)
	Aufheizrate	5°C/min
	Endtemperatur	150°C (5 min)
	Carriergas-flow	1.0 ml/min
	Scan-Events	1.) 6.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93+71
	Dwell-time	300
	Transferline	200°C
	Ergänzungen	TriPlus: 2x Washes (pre+post inj.) / Rinses

Tabelle 8 Methode KP81126_2 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81126_3	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1.0 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	50°C (1 min)
	Aufheizrate	5°C/min
	Endtemperatur	150°C (5 min)
	Carriergas-flow	1.0 ml/min
	Scan-Events	1.) 6.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwell-time	300
	Transferline	200°C
	Ergänzungen	TriPlus: 2x Washes (pre+post inj.) / Rinses

Tabelle 9 Methode KP81126_3 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81126_4	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1.0 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	50°C (1 min)
	Aufheizrate	5°C/min
	Endtemperatur	150°C (5 min)
	Carriergas-flow	1.0 ml/min
	Scan-Events	1.) 6.0 min
	SIM-Parameter	1.) 71
	Dwell-time	300
	Transferline	200°C
	Ergänzungen	TriPlus: 2x Washes (pre+post inj.) / Rinses

Tabelle 10 Methode KP81126_4 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81126_5	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1.0 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	50°C (1 min)
	Aufheizrate	5°C/min
	Endtemperatur	150°C (5 min)
	Carriergas-flow	1.0 ml/min
	Scan-Events	1.) 6.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93+71
	Dwell-time	100
	Transferline	200°C
	Ergänzungen	TriPlus: 2x Washes (pre+post inj.) / Rinses

Tabelle 11 Methode KP81126_5 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81126_6	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1.0 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	50°C (1 min)
	Aufheizrate	5°C/min
	Endtemperatur	150°C (5 min)
	Carriergas-flow	1.0 ml/min
	Scan-Events	1.) 6.0 min
	SIM-Parameter	1.) 71
	Dwell-time	100
	Transferline	200°C
	Ergänzungen	TriPlus: 2x Washes (pre+post inj.) / Rinses

Tabelle 12 Methode KP81126_6 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81127_1	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1.0 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	50°C (1 min)
	Aufheizrate	5°C/min
	Endtemperatur	150°C (5 min)
	Carriergas-flow	1.0 ml/min
	Scan-Events	1.) 6.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93+121+136
	Dwell-time	300
	Transferline	200°C

Tabelle 13 Methode KP81127_1 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81127_2	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1.0 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	50°C (1 min)
	Aufheizrate	5°C/min
	Endtemperatur	150°C (5 min)
	Carriergas-flow	1.0 ml/min
	Scan-Events	1.) 6.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93+121+136
	Dwell-time	100
	Transferline	200°C

Tabelle 14 Methode KP81127_2 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81127_3	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 2.0 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (2 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	240°C
	Carriergas-flow	1.0 ml/min
	Scan-Events	1.) 6.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93+121+136
	Dwell-time	300
	Transferline	260°C

Tabelle 15 Methode KP81127_3 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81127_4	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 2.0 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (2 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	240°C
	Carriergas-flow	1.0 ml/min
	Scan-Events	1.) 2.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93+121+136
	Dwell-time	300
	Transferline	260°C

Tabelle 16 Methode KP81127_4 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81127_5	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 2.0 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (2 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	240°C
	Carriergas-flow	1.0 ml/min
	Scan-Events	1.) 2.0 min
	SIM-Parameter	Fullscan
	Dwell-time	—
	Transferline	260°C

Tabelle 17 Methode KP81127_5 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81201_1	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 2.0 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (2 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	240°C
	Carriergas-flow	1.0 ml/min
	Scan-Events	1.) 6 min
	SIM-Parameter	Fullscan
	Dwell-time	—
	Transferline	260°C

Tabelle 18 Methode KP81201_1 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81201_2	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 2.0 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (2 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	240°C
	Carriergas-flow	1.0 ml/min
	Scan-Events	1.) 6 min
	SIM-Parameter	1.) 93+121+136
	Dwell-time	100
	Transferline	260°C

Tabelle 19 Methode KP81201_2 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81201_3	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 2.0 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (2 min)
	Aufheizrate	10°C/min
	Endtemperatur	240°C
	Carriergas-flow	1.0 ml/min
	Scan-Events	1.) 6 min
	SIM-Parameter	1.) 93+121+136
	Dwell-time	300
	Transferline	260°C

Tabelle 20 Methode KP81201_3 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81201_4	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 2.0 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (2 min)
	Aufheizrate	10°C/min
	Endtemperatur	240°C
	Carriergas-flow	1.0 ml/min
	Scan-Events	1.) 6 min
	SIM-Parameter	1.) 93+121+136
	Dwell-time	100
	Transferline	260°C

Tabelle 21 Methode KP81201_4 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81202_1	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 2.0 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (2 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	240°C
	Carriergas-flow	1.0 ml/min
	Scan-Events	1.) 8.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93+121+136
	Dwell-time	200
	Transferline	260°C

Tabelle 22 Methode KP81202_1 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81202_3	Split/Flow	Splitless; flow:10 ml/min Splitless-time: 2.0 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (2 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	240°C
	Carriergas-flow	2.0 ml/min
	Scan-Events	1.) 8.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93+121+136
	Dwell-time	300
	Transferline	260°C

Tabelle 23 Methode KP81202_3 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81202_4	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 2.0 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	50°C (2 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	240°C
	Carriergas-flow	1.0 ml/min
	Scan-Events	1.) 8.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93+121+136
	Dwell-time	300
	Transferline	260°C

Tabelle 24 Methode KP81202_4 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81202_5	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 2.0 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (2 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	240°C
	Carriergas-flow	1.0 ml/min
	Scan-Events	1.) 8.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93+121+136
	Dwell-time	300
	Transferline	260°C

Tabelle 25 Methode KP81202_5 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81203_1	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 2.0 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (2 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	240°C
	Carriergas-flow	1.0 ml/min
	Scan-Events	1.) 8.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwell-time	300
	Transferline	260°C

Tabelle 26 Methode KP81203_1 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: SF81210_1	Split/Flow	Splitless; flow: - ml/min Splitless-time: 1.0 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (2 min)
	Aufheizrate	1.) 15°C/min bis 120°C (2 min) 2.) 25°C/min
	Endtemperatur	260°C (2 min)
	Carriergas-flow	1.0 ml/min
	Scan-Events	1.) 6.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwell-time	100
	Transferline	280°C

Tabelle 27 Methode SF81210_1 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: SF81210_2	Split/Flow	Splitless; flow: - ml/min Splitless-time: 1.0 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	12°C/min
	Endtemperatur	220°C
	Carriergas-flow	1.0 ml/min
	Scan-Events	1.) 6.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwell-time	100
	Transferline	240°C

Tabelle 28 Methode SF81210_2 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: SF81210_3	Split/Flow	Splitless; flow: - ml/min Splitless-time: 1.0 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	50°C (2 min)
	Aufheizrate	15°C/min
	Endtemperatur	240°C
	Carriergas-flow	1.0 ml/min
	Scan-Events	1.) 6.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwell-time	100
	Transferline	260°C

Tabelle 29 Methode SF81210_3 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: SF81210_4	Split/Flow	Splitless; flow: - ml/min Splitless-time: 1.0 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	50°C (2 min)
	Aufheizrate	15°C/min
	Endtemperatur	240°C
	Carriergas-flow	1.0 ml/min
	Scan-Events	1.) 7.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwell-time	100
	Transferline	260°C

Tabelle 30 Methode SF81210_4 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: SF81210_5	Split/Flow	Splitless; flow: - ml/min Splitless-time: 1.0 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	40°C
	Aufheizrate	10°C/min
	Endtemperatur	200°C
	Carriergas-flow	1.0 ml/min
	Scan-Events	1.) 7.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwell-time	100
	Transferline	260°C

Tabelle 31 Methode SF81210_5 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: SF81210_6	Split/Flow	Splitless; flow: - ml/min Splitless-time: 1.0 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	40°C
	Aufheizrate	10°C/min
	Endtemperatur	200°C
	Carriergas-flow	1.0 ml/min
	Scan-Events	1.) 7.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwell-time	100
	Transferline	220°C

Tabelle 32 Methode SF81210_6 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: SF81210_7	Split/Flow	Splitless; flow: - ml/min Splitless-time: 1.0 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	50°C (1 min)
	Aufheizrate	5°C/min
	Endtemperatur	170°C
	Carriergas-flow	1.0 ml/min
	Scan-Events	1.) 7.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwell-time	100
	Transferline	190°C

Tabelle 33 Methode SF81210_7 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81211_1	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	140°C (2 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 1.0 min
	SIM-Parameter	Fullscan
	Dwell-time	—
	Transferline	160°C
	Ergänzungen	Vacuum compensation

Tabelle 34 Methode KP81211_1 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81211_2	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	140°C (10 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.0 min
	SIM-Parameter	Fullscan
	Dwell-time	—
	Transferline	160°C

Tabelle 35 Methode KP81211_2 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81211_3	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	140°C (8 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwell-time	100
	Transferline	160°C

Tabelle 36 Methode KP81211_3 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81211_4	Split/Flow	Splitless; flow: - ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	140°C (13 min)
	Aufheizrate	—
	Endtemperatur	—
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwell-time	100
	Transferline	160°C

Tabelle 37 Methode KP81211_4 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81211_5	Split/Flow	Splitless; flow: - ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	140°C (13 min)
	Aufheizrate	—
	Endtemperatur	—
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.0 min
	SIM-Parameter	Fullscan
	Dwell-time	—
	Transferline	160°C

Tabelle 38 Methode KP81211_5 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81211_6	Split/Flow	Splitless; flow: - ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	140°C (13 min)
	Aufheizrate	—
	Endtemperatur	—
	Carriergas-flow	1.0 ml/min
	Scan-Events	1.) 2.0 min
	SIM-Parameter	Fullscan
	Dwell-time	—
	Transferline	160°C

Tabelle 39 Methode KP81211_6 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81211_7	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	140°C (13 min)
	Aufheizrate	—
	Endtemperatur	—
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.0 min
	SIM-Parameter	Fullscan
	Dwell-time	—
	Transferline	160°C

Tabelle 40 Methode KP81211_7 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81211_8	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	150°C (13 min)
	Aufheizrate	—
	Endtemperatur	—
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.0 min
	SIM-Parameter	Fullscan
	Dwell-time	—
	Transferline	160°C

Tabelle 41 Methode KP81211_8 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81211_9	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	150°C (13 min)
	Aufheizrate	—
	Endtemperatur	—
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwell-time	100
	Transferline	160°C

Tabelle 42 Methode KP81211_9 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81211_10	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	100°C (13 min)
	Aufheizrate	—
	Endtemperatur	—
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwell-time	100
	Transferline	160°C

Tabelle 43 Methode KP81211_10 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81211_11	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	100°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	140°C (10 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwell-time	100
	Transferline	160°C

Tabelle 44 Methode KP81211_11 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81212_1	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	140°C (7 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwell-time	300
	Transferline	160°C

Tabelle 45 Methode KP81212_1 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81212_2	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	100°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (10 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwell-time	100
	Transferline	180°C

Tabelle 46 Methode KP81212_2 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81212_3	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	150°C (1 min)
	Aufheizrate	—
	Endtemperatur	—
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwell-time	300
	Transferline	180°C

Tabelle 47 Methode KP81212_3 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81212_4	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	100°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	180°C (5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwell-time	100
	Transferline	200°C

Tabelle 48 Methode KP81212_4 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81212_5	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	100°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	200°C (5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwell-time	100
	Transferline	220°C

Tabelle 49 Methode KP81212_5 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81212_6	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	100°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	140°C (10 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwell-time	300
	Transferline	160°C

Tabelle 50 Methode KP81212_6 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81212_7	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	100°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (10 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwell-time	300
	Transferline	180°C

Tabelle 51 Methode KP81212_7 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81212_8	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	100°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	180°C (5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwell-time	300
	Transferline	200°C

Tabelle 52 Methode KP81212_8 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81212_9	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	80°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (10 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwell-time	100
	Transferline	180°C

Tabelle 53 Methode KP81212_9 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81212_10	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (4.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwell-time	100
	Transferline	180°C

Tabelle 54 Methode KP81212_10 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81212_11	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (4.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.5 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwell-time	300
	Transferline	180°C

Tabelle 55 Methode KP81212_11 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81212_12	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	80°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	180°C (4.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwell-time	100
	Transferline	200°C

Tabelle 56 Methode KP81212_12 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81211_13	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	80°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	180°C (3.0 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwell-time	300
	Transferline	200°C

Tabelle 57 Methode KP81212_13 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81215_1	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (4.5 min)
	Carriergas-flow	2.0 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwell-time	300
	Transferline	180°C

Tabelle 58 Methode KP81215_1 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81215_2	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (4.5 min)
	Carriergas-flow	2.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwell-time	300
	Transferline	180°C

Tabelle 59 Methode KP81215_2 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81216_1	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (9 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.0 min
	SIM-Parameter	Fullscan
	Dwell-time	—
	Transferline	180°C

Tabelle 60 Methode KP81216_1 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81217_1	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (4.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.5 min
	SIM-Parameter	1.) 71+136+154
	Dwell-time	300
	Transferline	180°C

Tabelle 61 Methode KP81217_1 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81217_2	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (4.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.0 min
	SIM-Parameter	1.) 71+93+136
	Dwell-time	300
	Transferline	180°C

Tabelle 62 Methode KP81217_2 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81217_3	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (4.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 6.5 min
	SIM-Parameter	1.) 59+71+154
	Dwell-time	300
	Transferline	180°C

Tabelle 63 Methode KP81217_3 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81219_3	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min
	SIM-Parameter	1.) 71+136+154
	Dwell-time	300
	Transferline	180°C

Tabelle 64 Methode KP81219_3 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81219_5	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (4.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 2.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwell-time	300
	Transferline	180°C

Tabelle 65 Methode KP81219_5 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP81219_6	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (4.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.5 min
	SIM-Parameter	Fullscan
	Dwell-time	—
	Transferline	180°C

Tabelle 66 Methode KP81219_6 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP90113_1	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min
	SIM-Parameter	Fullscan
	Dwell-time	—
	Transferline	180°C

Tabelle 67 Methode KP90113_1 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP90113_2	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwell-time	300
	Transferline	180°C

Tabelle 68 Methode KP90113_2 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP90206_1	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwell-time	300
	Transferline	180°C
	Ergänzungen	Sampling depth mode: half Sample type: viscous

Tabelle 69 Methode KP90206_1 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP90211_1	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwell-time	60
	Transferline	180°C
	Ergänzungen	Sampling depth mode: custom 80%

Tabelle 70 Methode KP90211_1 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP90212_1	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwell-time	60
	Transferline	180°C
	Ergänzungen	Sampling depth mode: custom 90%

Tabelle 71 Methode KP90112_1 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP90402_2	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwell-time	200
	Transferline	180°C
	Ergänzungen	Sampling depth mode: custom 90%

Tabelle 72 Methode KP90402_2 für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

Methode: KP90615_2a	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.0 min 2.) 7.5 min
	SIM-Parameter	1.) 59+71+93 2.) MS off
	Dwell-time	1.) 60 2.) —
	Transferline	180°C
	Ergänzungen	Sampling depth mode: custom 90%

Tabelle 73 Methode KP90615_2a für (–)-Linalool; Flüssiginjektion

3.4.1.2. Methoden für 1,8-Cineol

Methode: KP81216_2	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (4.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.0 min
	SIM-Parameter	Fullscan
	Dwell-time	—
	Transferline	180°C

Tabelle 74 Methode KP81216_2 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion

Methode: KP81216_3	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (4.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.0 min
	SIM-Parameter	1.) 59+71+93
	Dwell-time	300
	Transferline	180°C

Tabelle 75 Methode KP81216_3 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion

Methode: KP81216_4	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (4.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.0 min
	SIM-Parameter	1.) 59+71+93
	Dwell-time	300
	Transferline	180°C

Tabelle 76 Methode KP81216_4 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion

Methode: KP81216_5	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (4.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 7.5 min
	SIM-Parameter	1.) 59+71+93
	Dwell-time	300
	Transferline	180°C

Tabelle 77 Methode KP81216_5 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion

Methode: KP81216_6	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (4.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.0 min
	SIM-Parameter	1.) 108+111+154
	Dwell-time	300
	Transferline	180°C

Tabelle 78 Methode KP81216_6 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion

Methode: KP81219_1	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (4.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 2.0 min
	SIM-Parameter	Fullscan
	Dwell-time	—
	Transferline	180°C

Tabelle 79 Methode KP81219_1 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion

Methode: KP81219_2	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1. min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min
	SIM-Parameter	1.) 108+111+154
	Dwell-time	300
	Transferline	180°C

Tabelle 80 Methode KP81219_2 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion

Methode: KP81219_4	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.0 min)
	Carriergas-flow	1.0 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min
	SIM-Parameter	1.) 108+111+154
	Dwell-time	300
	Transferline	180°C

Tabelle 81 Methode KP81219_4 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion

Methode: KP90114_1	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.0 min)
	Carriergas-flow	1.0 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min
	SIM-Parameter	1.) 70
	Dwell-time	300
	Transferline	180°C

Tabelle 82 Methode KP90114_1 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion

Methode: KP90114_2	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.0 min)
	Carriergas-flow	1.0 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min
	SIM-Parameter	1.) 81
	Dwell-time	300
	Transferline	180°C

Tabelle 83 Methode KP90114_2 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion

Methode: KP90114_3	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.0 min)
	Carriergas-flow	1.0 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min
	SIM-Parameter	Fullscan
	Dwell-time	—
	Transferline	180°C

Tabelle 84 Methode KP90114_3 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion

Methode: KP90206_2	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.0 min)
	Carriergas-flow	1.0 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min
	SIM-Parameter	1.) 108+111+154
	Dwell-time	300
	Transferline	180°C
	Ergänzungen	Sampling depth mode: half Sample type: visous

Tabelle 85 Methode KP90206_2 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion

Methode: KP90210_1	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.0 min)
	Carriergas-flow	1.0 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93+111+154
	Dwell-time	300
	Transferline	180°C

Tabelle 86 Methode KP90210_1 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion

Methode: KP90210_2	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.0 min)
	Carriergas-flow	1.0 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93+108+154
	Dwell-time	300
	Transferline	180°C

Tabelle 87 Methode KP90210_2 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion

Methode: KP90210_3	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.0 min)
	Carriergas-flow	1.0 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93+108+154
	Dwell-time	60
	Transferline	180°C

Tabelle 88 Methode KP90210_3 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion

Methode: KP90402_1	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93+108+154
	Dwell-time	60
	Transferline	180°C
	Ergänzungen	Sampling depth mode: custom 90%

Tabelle 89 Methode KP90402_1 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion

Methode: KP90402_3	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min
	SIM-Parameter	1.) 81+93+154
	Dwell-time	60
	Transferline	180°C

Tabelle 90 Methode KP90402_3 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion

Methode: KP90402_4	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93+139+154
	Dwell-time	60
	Transferline	180°C

Tabelle 91 Methode KP90402_4 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion

Methode: KP90402_5	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93+108
	Dwell-time	60
	Transferline	180°C

Tabelle 92 Methode KP90402_5 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion

Methode: KP90402_6	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min
	SIM-Parameter	1.) 81+93
	Dwell-time	60
	Transferline	180°C

Tabelle 93 Methode KP90402_6 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion

Methode: KP90402_7	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93+139
	Dwell-time	60
	Transferline	180°C

Tabelle 94 Methode KP90402_7 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion

Methode: KP90402_8	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min 2.) 5.5 min
	SIM-Parameter	1.) 93+139+154 2.) MS off
	Dwell-time	1.) 60 2.) —
	Transferline	180°C

Tabelle 95 Methode KP90402_8 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion

Methode: KP90402_8_2	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min 2.) 5.5 min
	SIM-Parameter	1.) 93+139+154 2.) MS off
	Dwell-time	1.) 60 2.) —
	Transferline	180°C
	Ergänzungen	Sampling depth mode: custom 95%

Tabelle 96 Methode KP90402_8_2 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion

Methode: KP90402_8_3	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.0 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min 2.) 5.5 min
	SIM-Parameter	1.) 93+139+154 2.) MS off
	Dwell-time	1.) 60 2.) —
	Transferline	180°C

Tabelle 97 Methode KP90402_8_3 für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion

Methode: KP90609_1a	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	3.0 ml/min (1 min) mit 1.5 ml/min/min auf: 1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.0 min 2.) 6.0 min
	SIM-Parameter	1.) 71+81+154 2.) MS off
	Dwell-time	1.) 60 2.) —
	Transferline	180°C

Tabelle 98 Methode KP90609_1a für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion

Methode: KP90609_1a_FS	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	3.0 ml/min (1 min) mit 1.5 ml/min/min auf: 1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.0 min 2.) 6.0 min
	SIM-Parameter	1.) Fullscan 2.) MS off
	Dwell-time	—
	Transferline	180°C

Tabelle 99 Methode KP90609_1a_FS für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion

Methode: KP90609_1b	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.0 min 2.) 6.5 min
	SIM-Parameter	1.) 71+81+154 2.) MS off
	Dwell-time	1.) 60 2.) —
	Transferline	180°C

Tabelle 100 Methode KP90609_1b für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion

Methode: KP90610_1a	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.0 min 2.) 6.0 min
	SIM-Parameter	1.) 71+81+154 2.) MS off
	Dwell-time	1.) 60 2.) —
	Transferline	180°C

Tabelle 101 Methode KP90610_1a für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion

Methode: KP90610_1b	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min 2.) 5.5 min
	SIM-Parameter	1.) 71+81+154 2.) MS off
	Dwell-time	1.) 60 2.) —
	Transferline	180°C

Tabelle 102 Methode KP90610_1b für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion

Methode: KP90610_1c	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.0 min
	SIM-Parameter	1.) 71+81+154
	Dwell-time	60
	Transferline	180°C

Tabelle 103 Methode KP90610_1c für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion

Methode: KP90612_1a	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Stop purge time: 1 min
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.0 min 2.) 6.5 min
	SIM-Parameter	1.) 71+81+154 2.) MS off
	Dwell-time	1.) 60 2.) —
	Transferline	180°C

Tabelle 104 Methode KP90612_1a für 1,8-Cineol; Flüssiginjektion

3.4.2. Headspace Injektion

3.4.2.1. (–)-Linalool

Methode: KP90406_2	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Splitless; Flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwelltime	200

Tabelle 105 Methode KP90406_2 für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90406_2a	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Split; Flow: 11 ml/min Split ratio: 7 Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwelltime	200

Tabelle 106 Methode KP90406_2a für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90406_2b	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Split; Flow: 11 ml/min Split ratio: 7 Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwelltime	200
	Ergänzungen	Analysis time: 20 min

Tabelle 107 Methode KP90406_2b für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90406_2c	Inkubationszeit	20 min (40°C)
	Split/Flow	Split; Flow: 11 ml/min Split ratio: 7 Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwelltime	200

Tabelle 108 Methode KP90406_2c für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90406_2d	Inkubationszeit	30 min (40°C)
	Split/Flow	Split; Flow: 11 l/min Split ratio: 7 Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwelltime	200

Tabelle 109 Methode KP90406_2d für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90406_2b2	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Split; Flow: 11 ml/min Split ratio: 7 Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwelltime	200
	Ergänzungen	Analysis time: 11 min

Tabelle 110 Methode KP90406_2b2 für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90407_2	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Split; Flow: 11 ml/min Split ratio: 7 Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwelltime	200
	Ergänzungen	Analysis time: 12 min

Tabelle 111 Methode KP90407_2 für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90427_2a	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Split; Flow: 11 ml/min Split ratio: 7 Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min 2.) 4.75 min 3.) 4.95 min 4.) 5.48 min 5.) 5.70 min
	SIM-Parameter	1.) Fullscan 2.) 71+93+121+154 3.) Fullscan 4.) 93+121+136+154 5.) Fullscan
	Dwelltime	1.) — 2.) 50 3.) — 4.) 50 5.) —

Tabelle 112 Methode KP90427_2a für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90427_2b	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Split; Flow: 11 ml/min Split ratio: 7 Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min 2.) 4.75 min 3.) 4.95 min 4.) 5.48 min 5.) 5.70 min
	SIM-Parameter	1.) Fullscan 2.) 71+154 3.) Fullscan 4.) 121+154 5.) Fullscan
	Dwelltime	1.) — 2.) 100 3.) — 4.) 100 5.) —

Tabelle 113 Methode KP90427_2b für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90427_2c	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Split; Flow: 11 ml/min Split ratio: 7 Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min 2.) 4.75 min 3.) 4.95 min 4.) 5.48 min 5.) 5.70 min
	SIM-Parameter	1.) MS off 2.) 71+154 3.) MS off 4.) 121+154 5.) MS off
	Dwelltime	1.) — 2.) 100 3.) — 4.) 100 5.) —

Tabelle 114 Methode KP90427_2c für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90427_2d	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Split; Flow: 11 ml/min Split ratio: 7 Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min 2.) 4.75 min 3.) 5.48 min 4.) 5.70 min
	SIM-Parameter	1.) MS off 2.) 71+154 3.) 121+154 4.) MS off
	Dwelltime	1.) — 2.) 100 3.) 100 4.) —

Tabelle 115 Methode KP90427_2d für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90428_2a	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Split; Flow: 11 ml/min Split ratio: 7 Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min 2.) 4.75 min 3.) 5.48 min 4.) 5.70 min
	SIM-Parameter	1.) MS off 2.) 71+154 3.) 81+154 4.) MS off
	Dwelltime	1.) — 2.) 100 3.) 100 4.) —

Tabelle 116 Methode KP90428_2a für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90428_2b	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Split; Flow: 11 ml/min Split ratio: 7 Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min 2.) 4.75 min 3.) 4.95 min 4.) 5.70 min
	SIM-Parameter	1.) MS off 2.) 71+154 3.) 81+154 4.) MS off
	Dwelltime	1.) — 2.) 100 3.) 100 4.) —

Tabelle 117 Methode KP90428_2b für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90428_2c	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Split; Flow: 11 ml/min Split ratio: 7 Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min 2.) 4.75 min 3.) 4.95 min 4.) 5.70 min
	SIM-Parameter	1.) MS off 2.) 71 3.) 81 4.) MS off
	Dwelltime	1.) — 2.) 200 3.) 200 4.) —

Tabelle 118 Methode KP90428_2c für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90428_2d	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Split; Flow: 11 ml/min Split ratio: 7 Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min 2.) 4.75 min 3.) 4.95 min 4.) 5.70 min
	SIM-Parameter	1.) MS off 2.) 71 3.) 59 4.) MS off
	Dwelltime	1.) — 2.) 200 3.) 200 4.) —

Tabelle 119 Methode KP90428_2d für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90428_2e	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Split; Flow: 11 mm/min Split ratio: 7 Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min 2.) 4.83 min 3.) 4.95 min 4.) 5.70 min
	SIM-Parameter	1.) MS off 2.) 71 3.) 59 4.) MS off
	Dwelltime	1.) — 2.) 200 3.) 200 4.) —

Tabelle 120 Methode KP90428_2e für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90428_2f	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Split; Flow: 11 ml/min Split ratio: 7 Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min 2.) 4.83 min 3.) 4.95 min 4.) 5.48 min 5.) 5.70 min
	SIM-Parameter	1.) MS off 2.) 71 3.) MS off 4.) 59 5.) MS off
	Dwelltime	1.) — 2.) 200 3.) — 4.) 200 5.) —

Tabelle 121 Methode KP90428_2f für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90429_2	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Split; Flow: 11 ml/min Split ratio: 7 Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min 2.) 4.75 min 3.) 4.95 min 4.) 5.70 min
	SIM-Parameter	1.) MS off 2.) 71+154 3.) 59+154 4.) MS off
	Dwelltime	1.) — 2.) 100 3.) 100 4.) —

Tabelle 122 Methode KP90429_2 für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90429_2a	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Split; Flow: 11 ml/min Split ratio: 7 Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min 2.) 4.75 min 3.) 4.95 min 4.) 5.70 min
	SIM-Parameter	1.) MS off 2.) 71+154 3.) 59+81 4.) MS off
	Dwelltime	1.) — 2.) 100 3.) 100 4.) —

Tabelle 123 Methode KP90429_2a für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90430_2a	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Split; Flow: 11 ml/min Split ratio: 7 Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min 2.) 4.75 min 3.) 5.48 min 4.) 5.70 min
	SIM-Parameter	1.) MS off 2.) 71+154 3.) 59+81 4.) MS off
	Dwelltime	1.) — 2.) 100 3.) 100 4.) —

Tabelle 124 Methode KP90430_2a für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90430_2c	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Split; Flow: 11 ml/min Split ratio: 7 Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.65 min 2.) 5.48 min 3.) 5.70 min
	SIM-Parameter	1.) 71+154 2.) 59+81 3.) MS off
	Dwelltime	1.) 100 2.) 100 3.) —

Tabelle 125 Methode KP90430_2c für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90527_2a	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Split; Flow: 11ml/min Split ratio: 7 Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.65 min 2.) 6.0 min
	SIM-Parameter	1.) 59+71+81+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 50 2.) —

Tabelle 126 Methode KP90527_2a für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90427_2b	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Split; Flow: 11 ml/min Split ratio: 7 Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.65 min 2.) 6.0 min
	SIM-Parameter	1.) 59+71+81+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 50 2.) —

Tabelle 127 Methode KP90527_2b für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90527_2c	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Split; Flow: 11 ml/min Split ratio: 7 Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.65 min 2.) 7.0 min
	SIM-Parameter	1.) 59+71+81+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 50 2.) —

Tabelle 128 Methode KP90527_2c für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90527_2d	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Split; Flow: 11 ml/min Split ratio: 7 Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.65 min 2.) 7.0 min
	SIM-Parameter	1.) 59+71+81+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 50 2.) —

Tabelle 129 Methode KP90527_2ad für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90527_2e	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Splitless; Flow: 11ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.65 min 2.) 7.0 min
	SIM-Parameter	1.) 59+71+81+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 50 2.) —
	Ergänzungen	Enrichment counts: 2

Tabelle 130 Methode KP90527_2e für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90527_2f	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Splitless; Flow: 30ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.65 min 2.) 7.0 min
	SIM-Parameter	1.) 59+71+81+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 50 2.) —
	Ergänzungen	Enrichment counts: 2

Tabelle 131 Methode KP90527_2f für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90528_2a	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Splitless; Flow: 30ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.65 min 2.) 7.0 min
	SIM-Parameter	1.) 59+71+81+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 50 2.) —
	Ergänzungen	Enrichment counts: 0

Tabelle 132 Methode KP90528_2a für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90528_2b	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Splitless; Flow: 30ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.65 min 2.) 7.0 min
	SIM-Parameter	1.) 59+71+81+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 50 2.) —
	Ergänzungen	Enrichment counts: 1 Filling counts: 1

Tabelle 133 Methode KP90528_2b für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90528_2c	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Splitless; Flow: 30ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	0.7 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.65 min 2.) 10.0 min
	SIM-Parameter	1.) 59+71+81+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 50 2.) —
	Ergänzungen	Enrichment counts: 1 Filling counts: 1

Tabelle 134 Methode KP90528_2c für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90528_2d	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Splitless; Flow: 30ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.65 min 2.) 10.0 min
	SIM-Parameter	1.) 59+71+81+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 50 2.) —
	Ergänzungen	Enrichment counts: 0 Syringe temp.: 80°C

Tabelle 135 Methode KP90528_2d für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90528_2e	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Split; Flow: 21 ml/min Split ratio: 7 Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	3 ml/min (1 min) mit 1.5 ml/min/min auf 1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.65 min 2.) 7.0 min
	SIM-Parameter	1.) 59+71+81+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 50 2.) —

Tabelle 136 Methode KP90528_2e für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90528_2f	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Split; Flow: 10ml/min Split ratio: 3 Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	3 ml/min (1 min) mit 1.5 ml/min/min auf 1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.65 min 2.) 7.0 min
	SIM-Parameter	1.) 59+71+81+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 50 2.) —

Tabelle 137 Methode KP90528_2f für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90528_2g	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Split; Flow: 21 ml/min Split ratio: 7 Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	3 ml/min (1 min) mit 1.5 ml/min/min auf 1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.65 min 2.) 7.0 min
	SIM-Parameter	1.) 59+71+81+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 50 2.) —
	Ergänzungen	Detector gain: 3

Tabelle 138 Methode KP90528_2g für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90529_2a	Inkubationszeit	20 min (40°C)
	Split/Flow	Split; Flow: 21 ml/min Split ratio: 7 Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	3 ml/min (1 min) mit 1.5 ml/min/min auf 1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.65 min 2.) 7.0 min
	SIM-Parameter	1.) 59+71+81+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 50 2.) —

Tabelle 139 Methode KP90529_2a für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90529_2b	Inkubationszeit	30 min (40°C)
	Split/Flow	Split; Flow: 21 ml/min Split ratio: 7 Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	3 ml/min (1 min) mit 1.5 ml/min/min auf 1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.65 min 2.) 7.0 min
	SIM-Parameter	1.) 59+71+81+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 50 2.) —

Tabelle 140 Methode KP90529_2b für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90529_2c	Inkubationszeit	60 min (40°C)
	Split/Flow	Split; Flow: 21 ml/min Split ratio: 7 Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	3 ml/min (1 min) mit 1.5 ml/min/min auf 1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.65 min 2.) 7.0 min
	SIM-Parameter	1.) 59+71+81+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 50 2.) —

Tabelle 141 Methode KP90529_2c für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90528_2e_FS	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Split; Flow: 21 ml/min Split ratio: 7 Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	3 ml/min (1 min) mit 1.5 ml/min/min auf 1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.65 min 2.) 7.0 min
	SIM-Parameter	1.) Fullscan 2.) MS off
	Dwelltime	—

Tabelle 142 Methode KP90528_2e_FS für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90603_2a	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Split; Flow: 21 ml/min Split ratio: 7 Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	3 ml/min (1 min) mit 1.5 ml/min/min auf 1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.70 min 2.) 7.80 min
	SIM-Parameter	1.) 59+71+93 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 60 2.) —

Tabelle 143 Methode KP90603_2a für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90603_2b	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Split; Flow: 21 ml/min Split ratio: 7 Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	3 ml/min (1 min) mit 1.5 ml/min/min auf 1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.70 min 2.) 7.0 min
	SIM-Parameter	1.) 59+71+136 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 60 2.) —

Tabelle 144 Methode KP90603_2b für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90603_2c	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Split; Flow: 21 ml/min Split ratio: 7 Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	3 ml/min (1 min) mit 1.5 ml/min/min auf 1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.40 min 2.) 6.80 min
	SIM-Parameter	1.) 59+71+93 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 60 2.) —

Tabelle 145 Methode KP90603_2c für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90603_2d	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Split; Flow: 21 ml/min Split ratio: 7 Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.40 min 2.) 6.80 min
	SIM-Parameter	1.) 59+71+93 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 60 2.) —

Tabelle 146 Methode KP90603_2d für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90603_2e	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Splitless; flow: 30 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.40 min 2.) 6.80 min
	SIM-Parameter	1.) 59+71+93 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 60 2.) —

Tabelle 147 Methode KP90603_2e für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90603_2f	Inkubationszeit	20 min (40°C)
	Split/Flow	Splitless; flow: 30 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.40 min 2.) 6.80 min
	SIM-Parameter	1.) 59+71+93 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 60 2.) —

Tabelle 148 Methode KP90603_2f für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90603_2g	Inkubationszeit	60 min (40°C)
	Split/Flow	Splitless; flow: 30 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.40 min 2.) 6.80 min
	SIM-Parameter	1.) 59+71+93 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 60 2.) —

Tabelle 149 Methode KP90603_2g für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90604_2a	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Splitless; flow: 30 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	3 ml/min (1 min) mit 1.5 ml/min/min auf 1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.40 min 2.) 6.80 min
	SIM-Parameter	1.) 59+71+93 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 60 2.) —

Tabelle 150 Methode KP90604_2a für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90604_2b	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Splitless; flow: 30 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	3 ml/min (1 min) mit 1.5 ml/min/min auf 1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.40 min 2.) 6.80 min
	SIM-Parameter	1.) 59+71+93 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 60 2.) —

Tabelle 151 Methode KP90604_2b für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90604_2c	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Splitless; flow: 30 ml/min Splitless-time: 1 min Stop purge time: 1 min
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	3 ml/min (1 min) mit 1.5 ml/min/min auf 1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.40 min 2.) 6.80 min
	SIM-Parameter	1.) 59+71+93 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 60 2.) —

Tabelle 152 Methode KP90604_2c für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90604_2d	Inkubationszeit	30 min (40°C)
	Split/Flow	Splitless; flow: 30 ml/min Splitless-time: 1 min Stop purge time: 1 min
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	3 ml/min (1 min) mit 1.5 ml/min/min auf 1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.40 min 2.) 6.80 min
	SIM-Parameter	1.) 59+71+93 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 60 2.) —

Tabelle 153 Methode KP90604_2d für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90605_2a	Inkubationszeit	30 min (40°C)
	Split/Flow	Splitless; flow: 30 ml/min Splitless-time: 1 min Stop purge time: 1 min
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	3 ml/min (1 min) mit 1.5 ml/min/min auf 1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.40 min 2.) 6.80 min
	SIM-Parameter	1.) 71+81+93 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 60 2.) —

Tabelle 154 Methode KP90605_2a für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90626_2a	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Splitless; flow: 30 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	3 ml/min (1 min) mit 1.5 ml/min/min auf 1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.40 min 2.) 6.40 min 3.) 6.80 min
	SIM-Parameter	1.) 71+93 2.) 59+93 3.) MS off
	Dwelltime	1.) 100 2.) 100 3.) —

Tabelle 155 Methode KP90626_2a für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90626_2b	Inkubationszeit	20 min (40°C)
	Split/Flow	Splitless; flow: 30 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	3 ml/min (1 min) mit 1.5 ml/min/min auf 1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.40 min 2.) 6.40 min 3.) 6.80 min
	SIM-Parameter	1.) 71+93 2.) 59+93 3.) MS off
	Dwelltime	1.) 100 2.) 100 3.) —

Tabelle 156 Methode KP90626_2b für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90626_2c	Inkubationszeit	30 min (40°C)
	Split/Flow	Splitless; flow: 30 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	3 ml/min (1 min) mit 1.5 ml/min/min auf 1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.40 min 2.) 6.40 min 3.) 6.80 min
	SIM-Parameter	1.) 71+93 2.) 59+93 3.) MS off
	Dwelltime	1.) 100 2.) 100 3.) —

Tabelle 157 Methode KP90626_2c für (–)-Linalool; HS

Methode: KP90626_2d	Inkubationszeit	60 min (40°C)
	Split/Flow	Splitless; flow: 30 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	3 ml/min (1 min) mit 1.5 ml/min/min auf 1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.40 min 2.) 6.40 min 3.) 6.80 min
	SIM-Parameter	1.) 71+93 2.) 59+93 3.) MS off
	Dwelltime	1.) 100 2.) 100 3.) —

Tabelle 158 Methode KP90626_2d für (–)-Linalool; HS

3.4.2.2. Methoden für 1,8-Cineol

Methode: KP90406_1	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min 2.) 5.50 min
	SIM-Parameter	1.) 93+139+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 60 2.) —

Tabelle 159 Methode KP90406_1 für 1,8-Cineol; HS

Methode: KP90407_1	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	3.) 3.0 min 4.) 5.50 min
	SIM-Parameter	3.) 93+139+154 4.) MS off
	Dwelltime	3.) 60 4.) —
	Ergänzungen	Analysis time: 12 min

Tabelle 160 Methode KP90407_1 für 1,8-Cineol; HS

Methode: KP90407_1a	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min 2.) 5.50 min
	SIM-Parameter	1.) 93+108+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 60 2.) —

Tabelle 161 Methode KP90407_1a für 1,8-Cineol; HS

Methode: KP90407_1a1	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min 2.) 5.50 min
	SIM-Parameter	1.) 93+108+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 60 2.) —

Tabelle 162 Methode KP90407_1a1 für 1,8-Cineol; HS

Methode: KP90407_1a2	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	80°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min 2.) 5.50 min
	SIM-Parameter	1.) 93+108+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 60 2.) —

Tabelle 163 Methode KP90407_1a2 für 1,8-Cineol; HS

Methode: KP90407_1a3	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (2.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min 2.) 7.50 min
	SIM-Parameter	1.) 93+108+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 60 2.) —

Tabelle 164 Methode KP90407_1a3 für 1,8-Cineol; HS

Methode: KP90407_1a4	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Split; flow: 10 ml/min Split ratio: 7 Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min 2.) 6.50 min
	SIM-Parameter	1.) 93+108+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 60 2.) —

Tabelle 165 Methode KP90407_1a4 für 1,8-Cineol; HS

Methode: KP90407_1a5	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1.5 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min 2.) 6.50 min
	SIM-Parameter	1.) 71+81 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 100 2.) —

Tabelle 166 Methode KP90407_1a5 für 1,8-Cineol; HS

Methode: KP90422_1	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	10°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93+108+154
	Dwelltime	1.) 60

Tabelle 167 Methode KP90422_1 für 1,8-Cineol; HS

Methode: KP90422_2	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	10°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min
	SIM-Parameter	1.) 71+81
	Dwelltime	1.) 60

Tabelle 168 Methode KP90422_2 für 1,8-Cineol; HS

Methode: KP90422_3	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	10°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min
	SIM-Parameter	1.) 71+81+154
	Dwelltime	1.) 60

Tabelle 169 Methode KP90422_3 für 1,8-Cineol; HS

Methode: KP90422_2a	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	10°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min
	SIM-Parameter	1.) 71+81
	Dwelltime	1.) 100

Tabelle 170 Methode KP90422_2a für 1,8-Cineol; HS

Methode: KP90422_4	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	5°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min
	SIM-Parameter	1.) 71+81
	Dwelltime	1.) 100

Tabelle 171 Methode KP90422_4 für 1,8-Cineol; HS

Methode: KP90427_1a	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min 2.) 5.25 min 3.) 5.43 min 4.) 5.75 min 5.) 5.95 min
	SIM-Parameter	1.) Fullscan 2.) 81+108+139+154 3.) Fullscan 4.) 71+154 5.) Fullscan
	Dwelltime	1.) — 2.) 50 3.) — 4.) 100 5.) —

Tabelle 172 Methode KP90427_1a für 1,8-Cineol; HS

Methode: KP90427_1d	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min 2.) 5.25 min 3.) 5.75 min 4.) 5.95 min
	SIM-Parameter	1.) MS off 2.) 81+108+139+154 3.) 71+154 4.) MS off
	Dwelltime	1.) — 2.) 50 3.) 100 4.) —

Tabelle 173 Methode KP90427_1d für 1,8-Cineol; HS

Methode: KP90430_1a	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min 2.) 5.25 min 3.) 5.75 min 4.) 5.95 min
	SIM-Parameter	1.) MS off 2.) 81+154 3.) 71+154 4.) MS off
	Dwelltime	1.) — 2.) 100 3.) 100 4.) —

Tabelle 174 Methode KP90430_1a für 1,8-Cineol; HS

Methode: KP90430_1b	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.20 min 2.) 5.75 min 3.) 6.0 min
	SIM-Parameter	1.) 81+154 2.) 71+154 3.) MS off
	Dwelltime	1.) 100 2.) 100 3.) —

Tabelle 175 Methode KP90430_1b für 1,8-Cineol; HS

Methode: KP90430_1c	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.0 min 2.) 5.75 min 3.) 6.0 min
	SIM-Parameter	1.) 81+154 2.) 71+154 3.) MS off
	Dwelltime	1.) 100 2.) 100 3.) —

Tabelle 176 Methode KP90430_1c für 1,8-Cineol; HS

Methode: KP90608_1a	Inkubationszeit	30 min (40°C)
	Split/Flow	Splitless; flow: 30 ml/min Splitless-time: 1 min Stop purge time: 1 min
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	3 ml/min (1 min) mit 1.5 ml/min/min auf 1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.0 min 2.) 6.0 min
	SIM-Parameter	1.) 71+81+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 60 2.) —

Tabelle 177 Methode KP90608_1a für 1,8-Cineol; HS

Methode: KP90608_1b	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Splitless; flow: 30 ml/min Splitless-time: 1 min Stop purge time: 1 min
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	3 ml/min (1 min) mit 1.5 ml/min/min auf 1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.0 min 2.) 7.0 min
	SIM-Parameter	1.) 71+81+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 60 2.) —

Tabelle 178 Methode KP90608_1b für 1,8-Cineol; HS

Methode: KP90608_1c	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Splitless; flow: 30 ml/min Splitless-time: 1 min Stop purge time: 1 min
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	3 ml/min (1 min) mit 1.5 ml/min/min auf 1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.0 min 2.) 6.0 min
	SIM-Parameter	1.) 71+81+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 60 2.) —

Tabelle 179 Methode KP90608_1c für 1,8-Cineol; HS

Methode: KP90608_1d	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Splitless; flow: 30 ml/min Splitless-time: 1 min Stop purge time: 1 min
	Injektortemperatur	180°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	3 ml/min (1 min) mit 1.5 ml/min/min auf 1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.0 min 2.) 6.0 min
	SIM-Parameter	1.) 71+81+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 60 2.) —

Tabelle 180 Methode KP90608_1d für 1,8-Cineol; HS

Methode: KP90608_1e	Inkubationszeit	30 min (40°C)
	Split/Flow	Splitless; flow: 30 ml/min Splitless-time: 1 min Stop purge time: 1 min
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	3 ml/min (1 min) mit 1.5 ml/min/min auf 1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.0 min 2.) 6.0 min
	SIM-Parameter	1.) 71+81+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 60 2.) —

Tabelle 181 Methode KP90608_1e für 1,8-Cineol; HS

Methode: KP90608_1f	Inkubationszeit	60 min (40°C)
	Split/Flow	Splitless; flow: 30 ml/min Splitless-time: 1 min Stop purge time: 1 min
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	3 ml/min (1 min) mit 1.5 ml/min/min auf 1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.0 min 2.) 6.0 min
	SIM-Parameter	1.) 71+81+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 60 2.) —

Tabelle 182 Methode KP90608_1f für 1,8-Cineol; HS

Methode: KP90630_1a	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Splitless; flow: 30 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	3 ml/min (1 min) mit 1.5 ml/min/min auf 1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.0 min 2.) 5.80 min 3.) 7.20 min
	SIM-Parameter	1.) 71+154 2.) 81+154 3.) MS off
	Dwelltime	1.) 100 2.) 100 3.) —

Tabelle 183 Methode KP90630_1a für 1,8-Cineol; HS

Methode: KP90630_1a2	Inkubationszeit	10 min (40°C)
	Split/Flow	Splitless; flow: 30 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	3 ml/min (1 min) mit 1.5 ml/min/min auf 1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.0 min 2.) 7.20 min
	SIM-Parameter	1.) 71+81+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 60 2.) —

Tabelle 184 Methode KP90630_1a2 für 1,8-Cineol; HS

Methode: KP90630_1b	Inkubationszeit	20 min (40°C)
	Split/Flow	Splitless; flow: 30 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	3 ml/min (1 min) mit 1.5 ml/min/min auf 1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.0 min 2.) 7.20 min
	SIM-Parameter	1.) 71+81+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 60 2.) —

Tabelle 185 Methode KP90630_1b für 1,8-Cineol; HS

Methode: KP90630_1c	Inkubationszeit	30 min (40°C)
	Split/Flow	Splitless; flow: 30 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	3 ml/min (1 min) mit 1.5 ml/min/min auf 1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.0 min 2.) 7.20 min
	SIM-Parameter	1.) 71+81+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 60 2.) —

Tabelle 186 Methode KP90630_1c für 1,8-Cineol; HS

Methode: KP90630_1d	Inkubationszeit	40 min (40°C)
	Split/Flow	Splitless; flow: 30 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-flow	3 ml/min (1 min) mit 1.5 ml/min/min auf 1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.0 min 2.) 7.20 min
	SIM-Parameter	1.) 71+81+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 60 2.) —

Tabelle 187 Methode KP90630_1d für 1,8-Cineol; HS

3.4.3. SPME Injektion

3.4.3.1. Methoden für (–)-Linalool

Methode: KP90223_1	Inkubationszeit	10 min
	Adsorptionszeit	10 min
	Desorptionszeit	2 min
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-Flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwelltime	1.) 300
	Ergänzungen	Konditionieren: 20 min

Tabelle 188 Methode KP90223_1 für (–)-Linalool; SPME

Methode: KP90223_2	Inkubationszeit	10 min
	Adsorptionszeit	15 min
	Desorptionszeit	2 min
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (1.5 min)
	Carriergas-Flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwelltime	1.) 300
	Ergänzungen	Konditionieren: 20 min

Tabelle 189 Methode KP90223_2 für (–)-Linalool; SPME

Methode: KP90223_3	Inkubationszeit	10 min
	Adsorptionszeit	15 min
	Desorptionszeit	2 min
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (26 min)
	Carriergas-Flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwelltime	1.) 300
	Ergänzungen	Konditionieren: 30 min

Tabelle 190 Methode KP90223_3 für (–)-Linalool; SPME

Methode: KP90224_1	Inkubationszeit	10 min
	Adsorptionszeit	20 min
	Desorptionszeit	2 min
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (26 min)
	Carriergas-Flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwelltime	1.) 300
	Ergänzungen	Konditionieren: 30 min

Tabelle 191 Methode KP90224_1 für (–)-Linalool; SPME

Methode: KP90224_2	Inkubationszeit	10 min
	Adsorptionszeit	10 min
	Desorptionszeit	2 min
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (26 min)
	Carriergas-Flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwelltime	1.) 300
	Ergänzungen	Konditionieren: 30 min

Tabelle 192 Methode KP90224_2 für (–)-Linalool; SPME

Methode: KP90224_3	Inkubationszeit	10 min
	Adsorptionszeit	30 min
	Desorptionszeit	2 min
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (26 min)
	Carriergas-Flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93
	Dwelltime	1.) 300
	Ergänzungen	Konditionieren: 30 min

Tabelle 193 Methode KP90224_3 für (–)-Linalool; SPME

Methode: KP90311_2	Inkubationszeit	10 min
	Adsorptionszeit	15 min
	Desorptionszeit	2 min
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min (160°C) 40°C/min (60°C)
	Endtemperatur	160°C (1 min) 60°C (30.50 min)
	Carriergas-Flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min 2.) 7.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 300 2.) —

Tabelle 194 Methode KP90311_2 für (–)-Linalool; SPME

Methode: KP90311_2_neu	Inkubationszeit	10 min
	Adsorptionszeit	10 min
	Desorptionszeit	2 min
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min (160°C) 40°C/min (60°C)
	Endtemperatur	160°C (1 min) 60°C (30.50 min)
	Carriergas-Flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.40 min 2.) 5.40 min 3.) 5.80 min
	SIM-Parameter	1.) 71+154 2.) 59+81 3.) MS off
	Dwelltime	1.) 100 2.) 100 3.) —

Tabelle 195 Methode KP90311_2_neu für (–)-Linalool; SPME

Methode: KP90505_2a	Inkubationszeit	10 min
	Adsorptionszeit	10 min
	Desorptionszeit	2 min
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min (160°C) 40°C/min (60°C)
	Endtemperatur	160°C (1 min) 60°C (30.50 min)
	Carriergas-Flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.40 min 2.) 5.80 min
	SIM-Parameter	1.) 59+71+81+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 50 2.) —

Tabelle 196 Methode KP90505_2a für (–)-Linalool; SPME

Methode: KP90505_2b	Inkubationszeit	10 min
	Adsorptionszeit	10 min
	Desorptionszeit	2 min
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min (160°C) 40°C/min (60°C)
	Endtemperatur	160°C (1 min) 60°C (30.50 min)
	Carriergas-Flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.40 min 2.) 6.40 min 3.) 6.80 min
	SIM-Parameter	1.) 71+154 2.) 59+81 3.) MS off
	Dwelltime	1.) 100 2.) 100 3.) —

Tabelle 197 Methode KP90505_2b für (–)-Linalool; SPME

Methode: KP90505_2c	Inkubationszeit	10 min
	Adsorptionszeit	10 min
	Desorptionszeit	2 min
	Split/Flow	Splitless; flow: 20 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min (160°C) 40°C/min (60°C)
	Endtemperatur	160°C (1 min) 60°C (30.50 min)
	Carriergas-Flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.40 min 2.) 5.40 min 3.) 5.80 min
	SIM-Parameter	1.) 71+154 2.) 59+81 3.) MS off
	Dwelltime	1.) 100 2.) 100 3.) —

Tabelle 198 Methode KP90505_2c für (–)-Linalool; SPME

Methode: KP90505_2d	Inkubationszeit	10min
	Adsorptionszeit	10 min
	Desorptionszeit	2 min
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min (160°C) 40°C/min (60°C)
	Endtemperatur	160°C (1 min) 60°C (30.50 min)
	Carriergas-Flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.40 min 2.) 5.40 min 3.) 5.80 min
	SIM-Parameter	1.) 71+154 2.) 59+154 3.) MS off
	Dwelltime	1.) 100 2.) 100 3.) —

Tabelle 199 Methode KP90505_2d für (–)-Linalool; SPME

Methode: KP90505_2e	Inkubationszeit	10 min
	Adsorptionszeit	15 min
	Desorptionszeit	2 min
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min (160°C) 40°C/min (60°C)
	Endtemperatur	160°C (1 min) 60°C (30.50 min)
	Carriergas-Flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min 2.) 7.0 min
	SIM-Parameter	1.) 59+71+93 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 60 2.) —

Tabelle 200 Methode KP90505_2e für (–)-Linalool; SPME

Methode: KP90512_2	Inkubationszeit	10 min
	Adsorptionszeit	10 min
	Desorptionszeit	2 min
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min (160°C) 40°C/min (60°C)
	Endtemperatur	160°C (1 min) 60°C (30.50 min)
	Carriergas-Flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.40 min 2.) 6.40 min 3.) 6.80 min
	SIM-Parameter	1.) 71+154 2.) 59+81 3.) MS off
	Dwelltime	1.) 100 2.) 100 3.) —

Tabelle 201 Methode KP90512_2 für (–)-Linalool; SPME

Methode: KP90512_2a	Inkubationszeit	10 min
	Adsorptionszeit	10 min
	Desorptionszeit	2 min
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min (160°C) 40°C/min (60°C)
	Endtemperatur	160°C (1 min) 60°C (30.50 min)
	Carriergas-Flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.40 min 2.) 6.40 min 3.) 6.80 min
	SIM-Parameter	1.) 71+154 2.) 59+81 3.) MS off
	Dwelltime	1.) 100 2.) 100 3.) —
	Ergänzungen	Ionenquelle: 250°C

Tabelle 202 Methode KP90512_2a für (–)-Linalool; SPME

Methode: KP90522_2a	Inkubationszeit	10 min
	Adsorptionszeit	10 min
	Desorptionszeit	2 min
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstartemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min (160°C) 40°C/min (60°C)
	Endtemperatur	160°C (1 min) 60°C (30.50 min)
	Carriergas-Flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.40 min 2.) 6.80 min
	SIM-Parameter	1.) 59+71+81+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 50 2.) —

Tabelle 203 Methode KP90522_2a für (–)-Linalool; SPME

Methode: KP90522_2b	Inkubationszeit	10 min
	Adsorptionszeit	15 min
	Desorptionszeit	2 min
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min (160°C) 40°C/min (60°C)
	Endtemperatur	160°C (1 min) 60°C (30.50 min)
	Carriergas-Flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.40 min 2.) 6.80 min
	SIM-Parameter	1.) 59+71+81+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 50 2.) —

Tabelle 204 Methode KP90522_2b für (–)-Linalool; SPME

Methode: KP90522_2c	Inkubationszeit	10 min
	Adsorptionszeit	20 min
	Desorptionszeit	2 min
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstartemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min (160°C) 40°C/min (60°C)
	Endtemperatur	160°C (1 min) 60°C (30.50 min)
	Carriergas-Flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.40 min 2.) 6.80 min
	SIM-Parameter	1.) 59+71+81+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 50 2.) —

Tabelle 205 Methode KP90522_2c für (–)-Linalool; SPME

Methode: KP90522_2d	Inkubationszeit	10 min
	Adsorptionszeit	30 min
	Desorptionszeit	2 min
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min (160°C) 40°C/min (60°C)
	Endtemperatur	160°C (1 min) 60°C (30.50 min)
	Carriergas-Flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.40 min 2.) 6.80 min
	SIM-Parameter	1.) 59+71+81+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 50 2.) —

Tabelle 206 Methode KP90522_2d für (–)-Linalool; SPME

Methode: KP90522_2e	Inkubationszeit	5 min
	Adsorptionszeit	10 min
	Desorptionszeit	2 min
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min (160°C) 40°C/min (60°C)
	Endtemperatur	160°C (1 min) 60°C (30.50 min)
	Carriergas-Flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.40 min 2.) 6.80 min
	SIM-Parameter	1.) 59+71+81+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 50 2.) —

Tabelle 207 Methode KP90522_2e für (–)-Linalool; SPME

Methode: KP90522_2f	Inkubationszeit	5 min
	Adsorptionszeit	15 min
	Desorptionszeit	2 min
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min (160°C) 40°C/min (60°C)
	Endtemperatur	160°C (1 min) 60°C (30.50 min)
	Carriergas-Flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.40 min 2.) 6.80 min
	SIM-Parameter	1.) 59+71+81+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 50 2.) —

Tabelle 208 Methode KP90522_2f für (–)-Linalool; SPME

Methode: KP90522_2g	Inkubationszeit	5 min
	Adsorptionszeit	20 min
	Desorptionszeit	2 min
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time:1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstartemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min (160°C) 40°C/min (60°C)
	Endtemperatur	160°C (1 min) 60°C (30.50 min)
	Carriergas-Flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.40 min 2.) 6.80 min
	SIM-Parameter	1.) 59+71+81+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 50 2.) —

Tabelle 209 Methode KP90522_2g für (–)-Linalool; SPME

Methode: KP90522_2h	Inkubationszeit	5 min
	Adsorptionszeit	30 min
	Desorptionszeit	2 min
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min (160°C) 60°C/min (60°C)
	Endtemperatur	20°C/min (160°C) 40°C/min (60°C)
	Carriergas-Flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.40 min 2.) 6.80 min
	SIM-Parameter	1.) 59+71+81+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 50 2.) —

Tabelle 210 Methode KP90522_2h für (–)-Linalool; SPME

Methode: KP90525_2	Inkubationszeit	5 min
	Adsorptionszeit	60 min
	Desorptionszeit	2 min
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstartemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min (160°C) 60°C/min (60°C)
	Endtemperatur	20°C/min (160°C) 40°C/min (60°C)
	Carriergas-Flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.40 min 2.) 6.80 min
	SIM-Parameter	1.) 59+71+81+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 50 2.) —

Tabelle 211 Methode KP90525_2 für (–)-Linalool; SPME

Methode: KP90522_2h_FS	Inkubationszeit	5 min
	Adsorptionszeit	30 min
	Desorptionszeit	2 min
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min (160°C) 40°C/min (60°C)
	Endtemperatur	160°C (1 min) 60°C (30.50 min)
	Carriergas-Flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.40 min 2.) 6.80 min
	SIM-Parameter	1.) Fullscan 2.) MS off
	Dwelltime	—

Tabelle 212 Methode KP90522_2h_FS für (–)-Linalool; SPME

Methode: KP90702_2d	Inkubationszeit	20 min
	Adsorptionszeit	40 min
	Desorptionszeit	2 min
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstartemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min (160°C) 40°C/min (60°C)
	Endtemperatur	160°C (1 min) 60°C (30.50 min)
	Carriergas-Flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.0 min 2.) 7.0 min
	SIM-Parameter	1.) 59+71+93 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 60 2.) —
	Ergänzungen	Ionenquelle: 200°C

Tabelle 213 Methode KP90702_2d für (–)-Linalool; SPME

3.4.3.2. Methoden für 1,8-Cineol

Methode: KP90225_1	Inkubationszeit	10 min
	Adsorptionszeit	10 min
	Desorptionszeit	2 min
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (26 min)
	Carriergas-Flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min
	SIM-Parameter	1.) 91+108+154
	Dwelltime	1.) 60

Tabelle 214 Methode KP90225_1 für 1,8-Cineol; SPME

Methode: KP90225_2	Inkubationszeit	10 min
	Adsorptionszeit	15 min
	Desorptionszeit	2 min
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (26 min)
	Carriergas-Flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93+108+154
	Dwelltime	1.) 60

Tabelle 215 Methode KP90225_2 für 1,8-Cineol; SPME

Methode: KP90225_3	Inkubationszeit	10 min
	Adsorptionszeit	20 min
	Desorptionszeit	2 min
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (26 min)
	Carriergas-Flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min
	SIM-Parameter	1.) 91+108+154
	Dwelltime	1.) 60

Tabelle 216 Methode KP90225_3 für 1,8-Cineol; SPME

Methode: KP90225_4	Inkubationszeit	10 min
	Adsorptionszeit	30 min
	Desorptionszeit	2 min
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min
	Endtemperatur	160°C (26 min)
	Carriergas-Flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min
	SIM-Parameter	1.) 91+108+154
	Dwelltime	1.) 60

Tabelle 217 Methode KP90225_4 für 1,8-Cineol; SPME

Methode: KP90305_1	Inkubationszeit	10 min
	Adsorptionszeit	15 min
	Desorptionszeit	2 min
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min (160°C) 40°C/min (60°C)
	Endtemperatur	160°C (1 min) 60°C (30.50 min)
	Carriergas-Flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min 2.) 7.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93+108+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 60 2.) —

Tabelle 218 Methode KP90305_1 für 1,8-Cineol; SPME

Methode: KP90311_1	Inkubationszeit	10 min
	Adsorptionszeit	15 min
	Desorptionszeit	2 min
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstartemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min (160°C) 40°C/min (60°C)
	Endtemperatur	160°C (1 min) 60°C (30.50 min)
	Carriergas-Flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min 2.) 7.0 min
	SIM-Parameter	1.) 93+108+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 60 2.) —

Tabelle 219 Methode KP90311_1 für 1,8-Cineol; SPME

Methode: KP90311_1_neu	Inkubationszeit	10 min
	Adsorptionszeit	10 min
	Desorptionszeit	2 min
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min (160°C) 40°C/min (60°C)
	Endtemperatur	160°C (1 min) 60°C (30.50 min)
	Carriergas-Flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.20 min 2.) 4.75 min 3.) 5.10 min
	SIM-Parameter	1.) 81+154 2.) 71+154 3.) MS off
	Dwelltime	1.) 100 2.) 100 3.) —

Tabelle 220 Methode KP90311_1_neu für 1,8-Cineol; SPME

Methode: KP90505_1a	Inkubationszeit	10 min
	Adsorptionszeit	10 min
	Desorptionszeit	2 min
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstartemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min (160°C) 40°C/min (60°C)
	Endtemperatur	160°C (1 min) 60°C (30.50 min)
	Carriergas-Flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.20 min 2.) 5.10 min
	SIM-Parameter	1.) 71+81+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 60 2.) —

Tabelle 221 Methode KP90505_1a für 1,8-Cineol; SPME

Methode: KP90505_1b	Inkubationszeit	10 min
	Adsorptionszeit	10 min
	Desorptionszeit	2 min
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min (160°C) 40°C/min (60°C)
	Endtemperatur	160°C (1 min) 60°C (30.50 min)
	Carriergas-Flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 5.20 min 2.) 5.75 min 3.) 6.10 min
	SIM-Parameter	1.) 81+154 2.) 71+154 3.) MS off
	Dwelltime	1.) 100 2.) 100 3.) —

Tabelle 222 Methode KP90505_1b für 1,8-Cineol; SPME

Methode: KP90505_1c	Inkubationszeit	10 min
	Adsorptionszeit	10 min
	Desorptionszeit	2 min
	Split/Flow	Splitless; flow: 20 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min (160°C) 40°C/min (60°C)
	Endtemperatur	160°C (1 min) 60°C (30.50 min)
	Carriergas-Flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.20 min 2.) 4.75 min 3.) 5.10 min
	SIM-Parameter	1.) 81+154 2.) 71+154 3.) MS off
	Dwelltime	1.) 100 2.) 100 3.) —

Tabelle 223 Methode KP90505_1c für 1,8-Cineol; SPME

Methode: KP90505_1d	Inkubationszeit	10 min
	Adsorptionszeit	10 min
	Desorptionszeit	2 min
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min (160°C) 40°C/min (60°C)
	Endtemperatur	160°C (1 min) 60°C (30.50 min)
	Carriergas-Flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.20 min 2.) 4.75 min 3.) 5.10 min
	SIM-Parameter	1.) 81+154 2.) 71+154 3.) —
	Dwelltime	1.) 100 2.) 100 3.) —

Tabelle 224 Methode KP90505_1d für 1,8-Cineol; SPME

Methode: KP90505_1b2	Inkubationszeit	10 min
	Adsorptionszeit	10 min
	Desorptionszeit	2 min
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	200°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min (160°C) 40°C/min (60°C)
	Endtemperatur	160°C (1 min) 60°C (30.50 min)
	Carriergas-Flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 3.0 min 2.) 4.75 min 3.) 7.0 min
	SIM-Parameter	1.) 81+154 2.) 71+154 3.) MS off
	Dwelltime	1.) 100 2.) 100 3.) —

Tabelle 225 Methode KP90505_1b2 für 1,8-Cineol; SPME

Methode: KP90512_1	Inkubationszeit	10 min
	Adsorptionszeit	10 min
	Desorptionszeit	2 min
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min (160°C) 40°C/min (60°C)
	Endtemperatur	160°C (1 min) 60°C (30.50 min)
	Carriergas-Flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.20 min 2.) 5.10 min
	SIM-Parameter	1.) 71+81+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 60 2.) —

Tabelle 226 Methode KP90512_1 für 1,8-Cineol; SPME

Methode: KP90512_1a	Inkubationszeit	10 min
	Adsorptionszeit	10 min
	Desorptionszeit	2 min
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstartemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min (160°C) 40°C/min (60°C)
	Endtemperatur	160°C (1 min) 60°C (30.50 min)
	Carriergas-Flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.20 min 2.) 5.10 min
	SIM-Parameter	1.) 71+81+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 60 2.) —
	Ergänzungen	Ionenquelle: 250°C

Tabelle 227 Methode KP90512_1a für 1,8-Cineol; SPME

Methode: KP90525_1	Inkubationszeit	5 min
	Adsorptionszeit	30 min
	Desorptionszeit	2 min
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min (160°C) 40°C/min (60°C)
	Endtemperatur	160°C (1 min) 60°C (30.50 min)
	Carriergas-Flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.20 min 2.) 5.10 min
	SIM-Parameter	1.) 71+81+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 60 2.) —
	Ergänzungen	Ionenquelle: 250°C

Tabelle 228 Methode KP90525_1 für 1,8-Cineol; SPME

Methode: KP90701_1a	Inkubationszeit	20 min
	Adsorptionszeit	10 min
	Desorptionszeit	2 min
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstartemperatur	60°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min (160°C) 40°C/min (60°C)
	Endtemperatur	160°C (1 min) 60°C (30.50 min)
	Carriergas-Flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.0 min 2.) 7.0 min
	SIM-Parameter	1.) 71+81+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 60 2.) —
	Ergänzungen	Ionenquelle: 200°C

Tabelle 229 Methode KP90701_1a für 1,8-Cineol; SPME

Methode: KP90701_1a2	Inkubationszeit	20 min
	Adsorptionszeit	10 min
	Desorptionszeit	2 min
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min (160°C) 40°C/min (60°C)
	Endtemperatur	160°C (1 min) 60°C (29.50 min)
	Carriergas-Flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.0 min 2.) 7.0 min
	SIM-Parameter	1.) 71+81+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 60 2.) —

Tabelle 230 Methode KP90701_1a2 für 1,8-Cineol; SPME

Methode: KP90701_1b	Inkubationszeit	20 min
	Adsorptionszeit	20 min
	Desorptionszeit	2 min
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstartemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min (160°C) 40°C/min (60°C)
	Endtemperatur	160°C (1 min) 60°C (29.50 min)
	Carriergas-Flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.0 min 2.) 7.0 min
	SIM-Parameter	1.) 71+81+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 60 2.) —

Tabelle 231 Methode KP90701_1b für 1,8-Cineol; SPME

Methode: KP90701_1c	Inkubationszeit	20 min
	Adsorptionszeit	30 min
	Desorptionszeit	2 min
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstarttemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min (160°C) 40°C/min (60°C)
	Endtemperatur	160°C (1 min) 60°C (29.50 min)
	Carriergas-Flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.0 min 2.) 7.0 min
	SIM-Parameter	1.) 71+81+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 60 2.) —

Tabelle 232 Methode KP90701_1c für 1,8-Cineol; SPME

Methode: KP90701_1d	Inkubationszeit	20 min
	Adsorptionszeit	40 min
	Desorptionszeit	2 min
	Split/Flow	Splitless; flow: 10 ml/min Splitless-time: 1 min Constant septum purge
	Injektortemperatur	220°C
	Ofenstartemperatur	40°C (1 min)
	Aufheizrate	20°C/min (160°C) 40°C/min (60°C)
	Endtemperatur	160°C (1 min) 60°C (29.50 min)
	Carriergas-Flow	1.5 ml/min
	Scan-Events	1.) 4.0 min 2.) 7.0 min
	SIM-Parameter	1.) 71+81+154 2.) MS off
	Dwelltime	1.) 60 2.) —

Tabelle 233 Methode KP90701_1d für 1,8-Cineol; SPME

3.5. Auswertung

Die Bearbeitung der Chromatogramme und die Erstellung der Kalibriergeraden erfolgte mittels Xcalibur® Software. Der lineare Bereich der Methode wurde durch die Berechnung des Standardkorrekturfaktors mit nachfolgender Formel ermittelt.

$$f_{ST} = \frac{ng_{STD} \times Area_{ISTD}}{ng_{ISTD} \times Area_{STD}}$$

Die Berechnung erfolgte mittels Microsoft EXCEL 2003.

KAPITEL IV

4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

4.1. Allgemeines

Prinzipiell konnte gezeigt werden, dass eine Analyse sowohl von (–)-Linalool als auch von 1,8-Cineol mit Flüssiginjektion, HS-SPME und HS möglich ist.

Kriterium für die Auswahl des geeigneten Mediums für HS-SPME und HS war die größtmögliche Ähnlichkeit zum gewünschten späteren Untersuchungsmedium Blut, bei kostengünstiger Beschaffung. Dabei erwies sich destilliertes Wasser als gut verwendbar.

Für die Flüssiginjektionsmethode wurden sowohl Methanol als auch n-Hexan als mögliche Medien getestet (Abb. 7-8).

Die Lösungsmittelversuche wurden mit einer 60 m Säule durchgeführt, die danach durch eine 30 m Säule ersetzt wurde. Es konnte festgestellt werden, dass diese eine ausreichende Trennung gewährleistet, die Analysenzeit jedoch wesentlich verkürzt wird [BAUGH, 1997].

RT: 0.00 - 13.01 SM: 7G

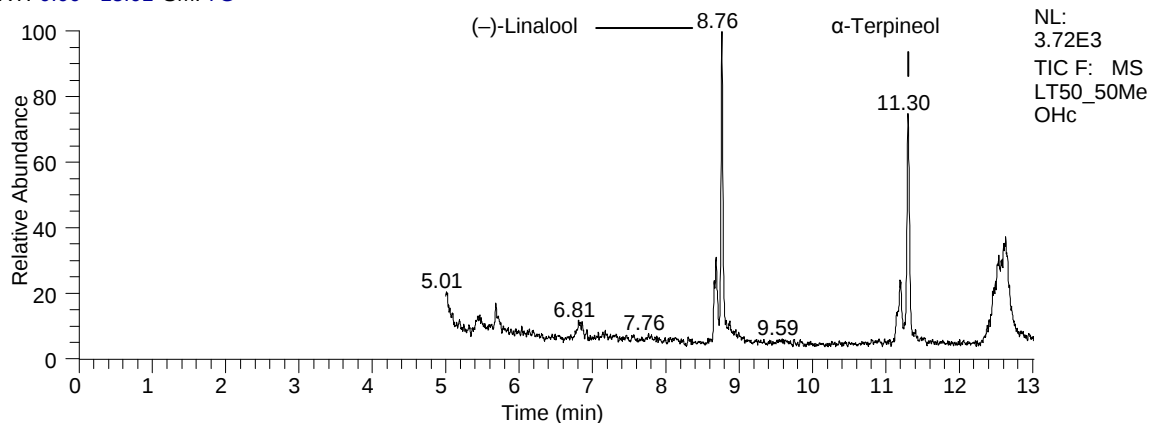


Abbildung 7 Probe mit Lösungsmittel Methanol;
Analysemmethode: KP81211_3 (Säule 60 m)

RT: 0.00 - 13.02 SM: 7G

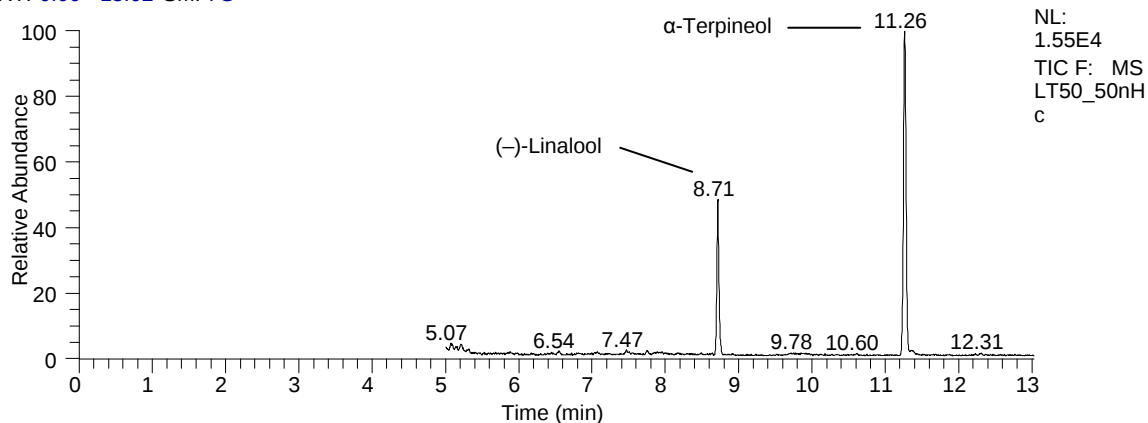


Abbildung 8 Probe mit Lösungsmittel n-Hexan;
Analysemmethode: KP81211_3 (Säule 60 m)

Aus den Lösungsmittelversuchen ging hervor, dass n-Hexan als Medium für die Flüssiginjektion besser geeignet ist als Methanol.

Die Entscheidung basiert darauf, dass n-Hexan zu einer ruhigeren Grundlinie als Methanol führte, was einen entscheidenden Vorteil im Hinblick darauf darstellt, dass im Weiteren kleinste Mengen der Untersuchungssubstanzen detektiert werden sollen.

Außerdem wurden Versuche zur Auswahl eines geeigneten internen Standards für die jeweiligen Untersuchungssubstanzen durchgeführt.

Für (–)-Linalool wurde α -Terpineol als interner Standard gewählt.

Für 1,8-Cineol wurden Versuche mit 1,4-Cineol (Abb. 9) und (–)-Linalool (Abb. 10) durchgeführt.

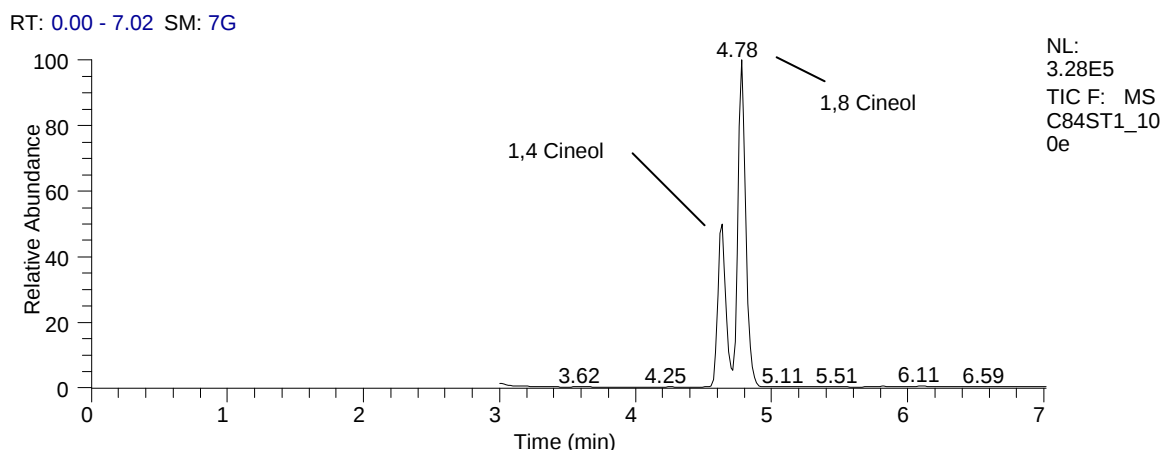


Abbildung 9 Analyse von 1,8-Cineol mit 1,4-Cineol als internen Standard

1,4-Cineol wäre aufgrund der strukturellen Ähnlichkeit zu 1,8-Cineol ein geeigneter interner Standard, jedoch liegen gerade aufgrund dieser starken Ähnlichkeit die Retentionszeiten zu eng beieinander, um eine gute Integration zu gewährleisten. Eine bessere Auflösung wäre mit einer 60 m Säule erreichbar gewesen, jedoch würde deren Verwendung zu einer verdoppelten Analysenzeit und niedrigerer Empfindlichkeit infolge breiterer Peaks führen [BAUGH, 1997]. Daher wurde im Folgenden (–)-Linalool als interner Standard gewählt, da für diesen eine gute Trennung gewährleistet war, und er sich schon in anderen Studien als kompatibel erwies [BOYLE, 2002].

RT: 0.00 - 7.02 SM: 7G

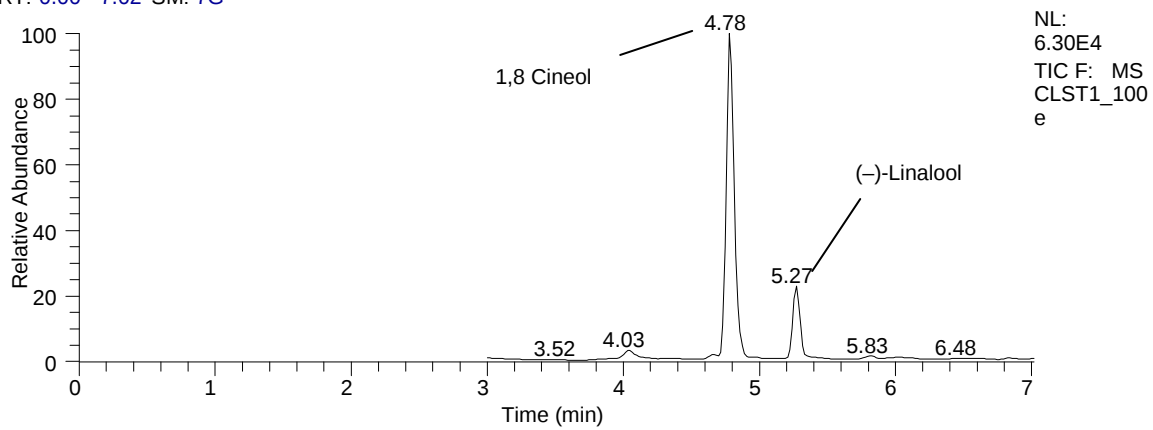


Abbildung 10 Analyse von 1,8-Cineol mit (-)-Linalool als internen Standard

4.2. Vergleich und Festlegung der Methodenparameter

4.2.1. SIM-Parameter

An erster Stelle zur Ermittlung einer geeigneten Untersuchungsmethode stand die Auswahl der passenden SIM-Parameter für die jeweilige zu untersuchende Substanz.

Dazu wurde zuerst ein Fullscan von (–)-Linalool, 1,8-Cineol und α -Terpineol durchgeführt, um das jeweilige Massenspektrum der Substanz zu erhalten (Abb. 11-13).

LST0_FS #91 RT: 4.83 AV: 1 NL: 2.49E6
T: + c Full ms [50.00-650.00]

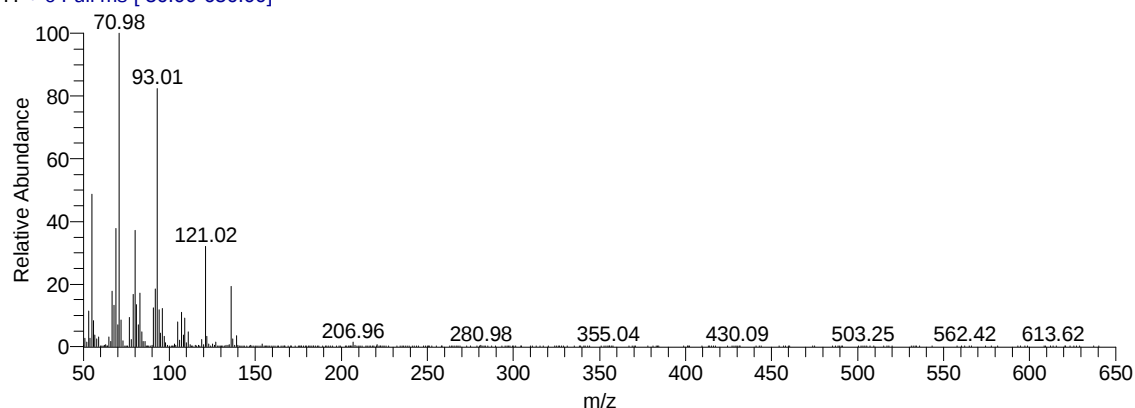


Abbildung 11 Massenspektrum von (–)-Linalool

CST0_FS #116 RT: 5.34 AV: 1 NL: 1.28E7
T: + c Full ms [50.00-650.00]

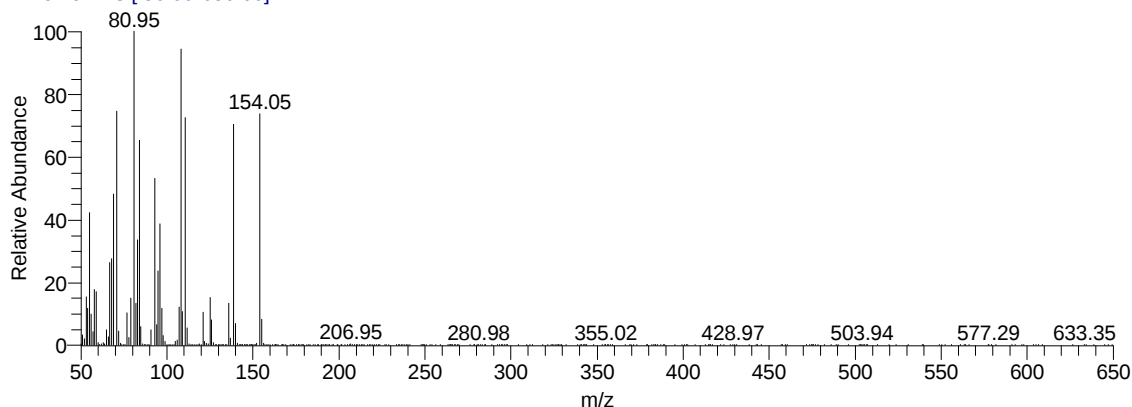


Abbildung 12 Massenspektrum von 1,8-Cineol

TST0_FS #127 RT: 5.57 AV: 1 NL: 5.15E5
T: + c Full ms [50.00-650.00]

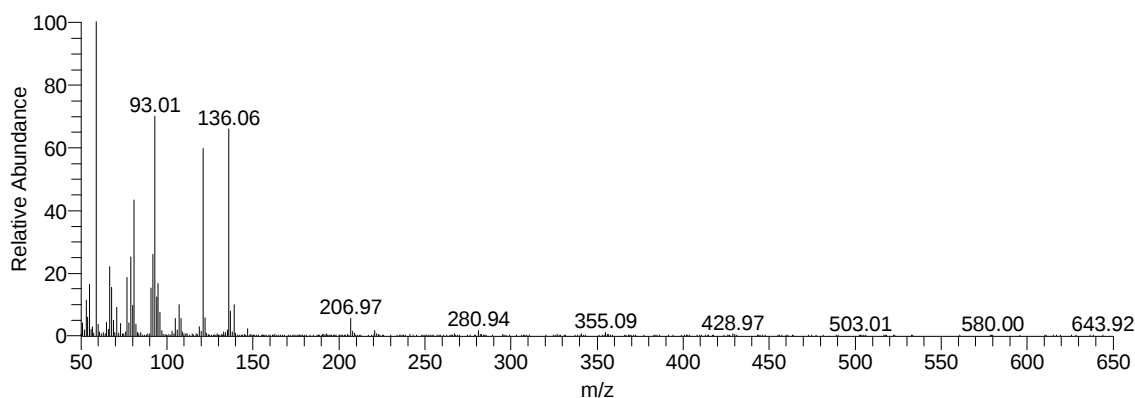


Abbildung 13 Massenspektrum von α -Terpineol

Getestet wurden daher für (–)-Linalool und dessen internen Standard α -Terpineol m/z 59, 71, 81, 93, 121, 136 und 154.

Für 1,8-Cineol und dessen internen Standard (–)-Linalool wurden m/z 71, 81, 93, 108, 111, 139 und 154 verwendet.

Aufgrund der optimalen chromatographischen Ergebnisse und ihrer relativen Abundance wurden für (–)-Linalool und α -Terpineol m/z 59, 71 und 81 bzw. für 1,8-Cineol und (–)-Linalool m/z 71, 81 und 154 ausgewählt.

4.2.2. Ofenprogramm

Erste Versuche mit isothermen Temperaturprogrammen konnten nicht zu geeigneten Chromatogrammen führen.

Es stellte sich heraus, dass zum Erreichen auswertbarer Peak-Formen ein Temperaturprogramm nötig war.

Das erste Temperaturprogramm verlief von 50°C bis 150°C mit einer Aufheizrate von 5°C/min. Dieses Programm lieferte bereits sichtbare Verbesserungen hinsichtlich der Peakform, jedoch noch nicht bezüglich deren Abundance.

Daher wurde bei den nächsten Versuchen eine größere Temperaturspanne von 60°C bis 240°C gewählt. Dabei zeigte sich im Chromatogramm ein Störpeak bei nahezu derselben Retentionszeit als jener von α -Terpineol (Abb. 14).

Dies ist ein mögliches Zeichen einer Zersetzung der Analysensubstanz aufgrund einer zu hohen Temperatur [ROOD, 2007]. Versuche zeigten, dass die Zersetzung des Analyten ab einer Temperatur von 200°C sichtbar wurde.

RT: 0.00 - 11.01 SM: 7G

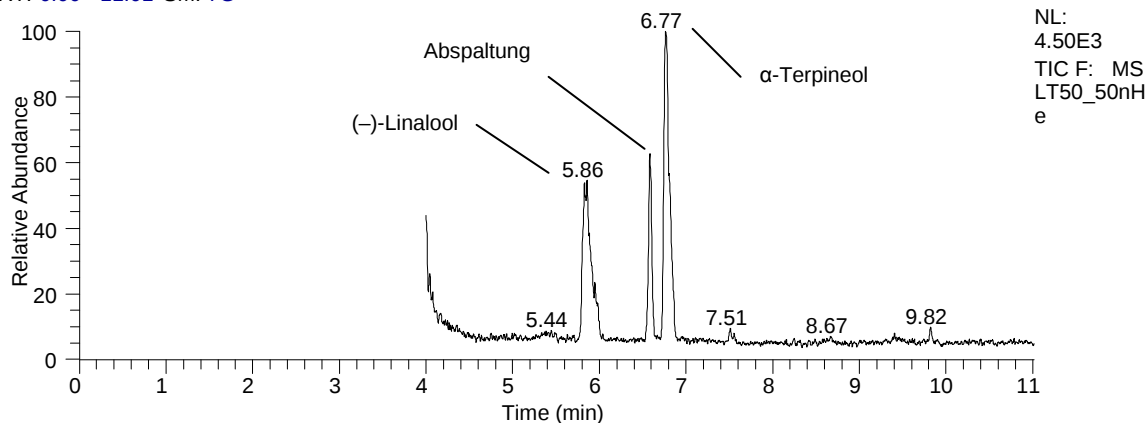


Abbildung 14 Peakspaltung aufgrund zu hoher Analysentemperatur;
Analysemmethode: KP81212_5

Im Folgenden wurden daher nur mehr Temperaturprogramme bis zu einer Endtemperatur von 180°C verwendet.

Versuche mit Temperaturprogrammen von 100°C bis 180 °C, sowie von 100°C bis 160°C (Abb. 15) wurden durchgeführt. Auch dabei wurden keine optimalen Peakformen erzielt. Begründet kann dies durch die hohe Anfangstemperatur von 100°C werden. Erniedrigt man die Anfangstemperatur des Temperaturprogramms, werden deutlich verbesserte Peakformen sichtbar (Abb. 16), denn es gilt zu beachten, dass die Anfangstemperatur eines Programms generell 10°C unter der Siedetemperatur des Lösungsmittels der Probe sein sollte [ROOD, 2007].

RT: 0.00 - 14.01 SM: 7G

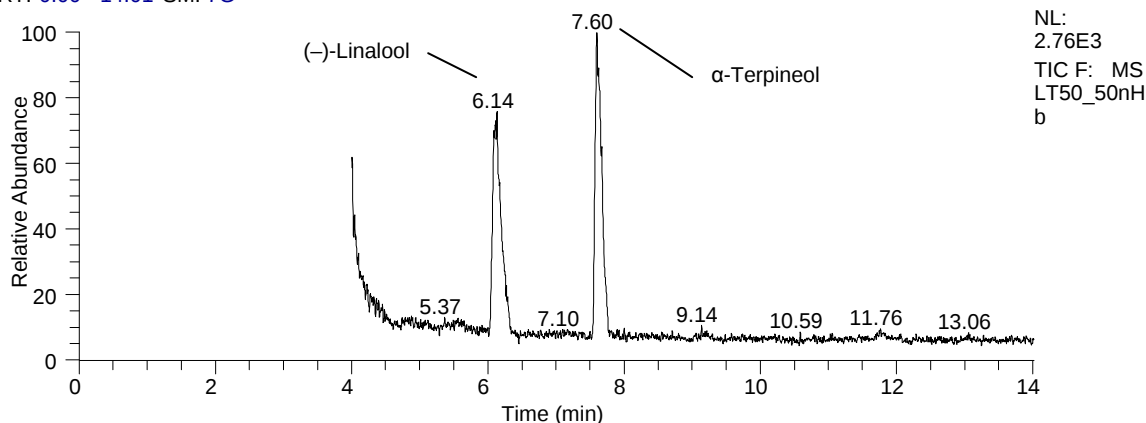


Abbildung 15 Starttemperatur 100°C; Analysenmethode: KP81212_2

RT: 0.00 - 16.01 SM: 7G

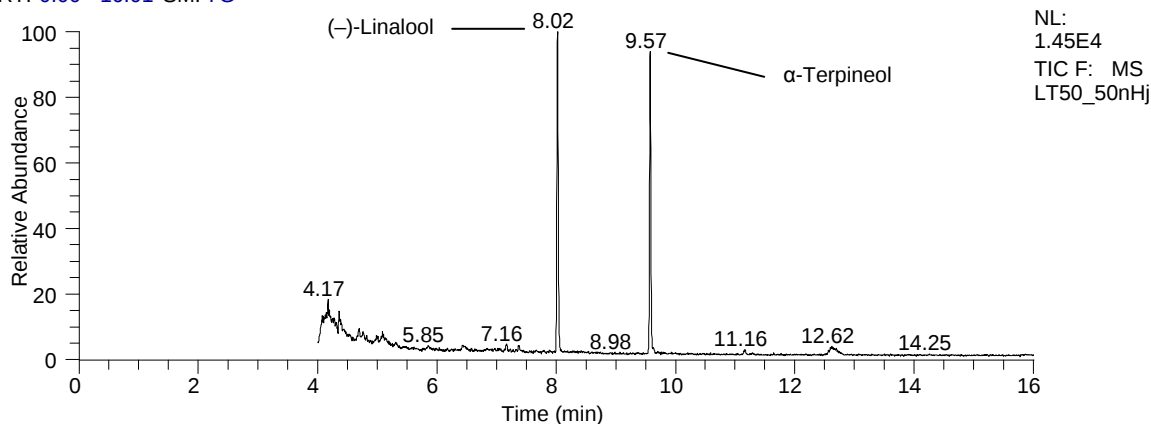


Abbildung 16 Starttemperatur 60°C; Analysenmethode: KP81212_10

In manchen Fällen kann durch eine Erniedrigung der Starttemperatur auf 20°C unter den Siedepunkt des Lösungsmittels eine weitere Verbesserung erlangt werden (Abb. 17).

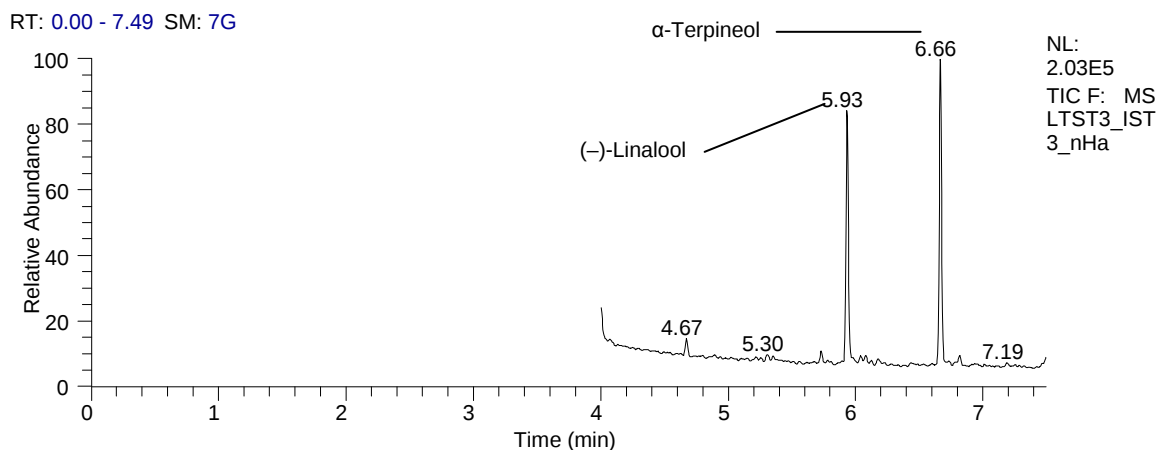


Abbildung 17 Starttemperatur 40°C; Analysenmethode: KP90615_2a

Abgesehen von der Anfangs- und Endtemperatur eines Temperaturprogramms kann auch die Heizrate variiert werden. Es wurden daher auch verschiedene Aufheizraten von 10°C/min (Abb. 18) und 20°C/min (Abb. 19) getestet.

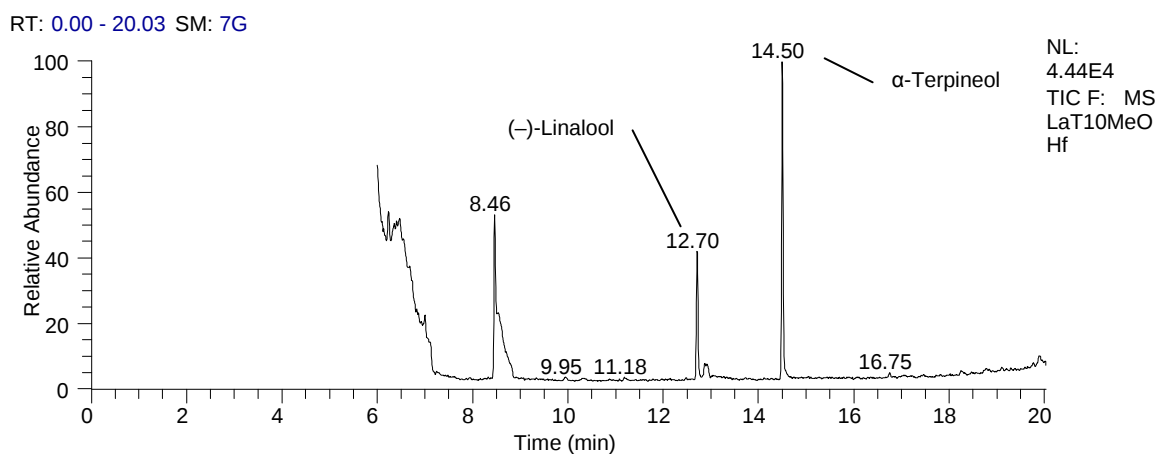


Abbildung 18 Heizrate 10°C/min; Analysenmethode: KP 81201_4

RT: 0.00 - 11.02 SM: 7G

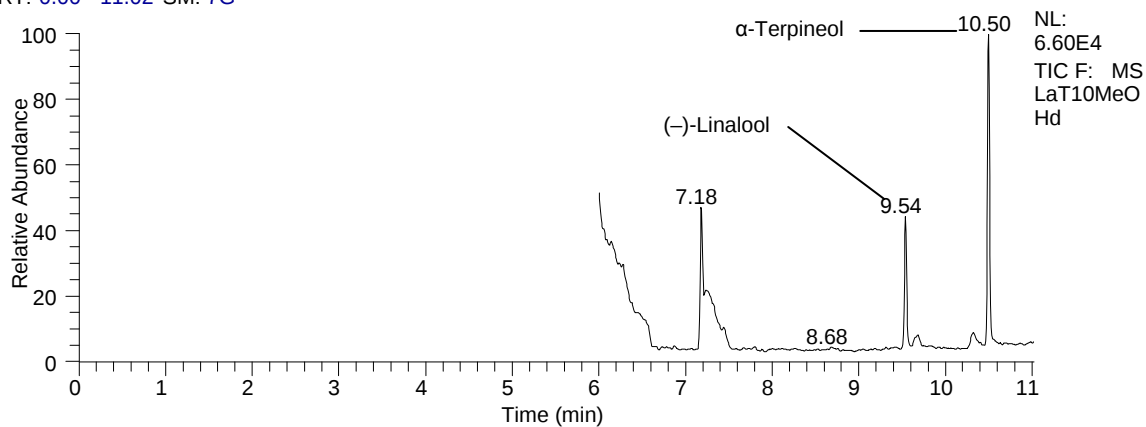


Abbildung 19 Heizrate 20°C/min; Analysenmethode: KP 81201_2

In diesem Fall hat sich eine Heizrate von 20°C/min als günstig erwiesen, da sich das Chromatogramm im Vergleich zu einer Heizrate von 10°C/min weder stark verbesserte noch verschlechterte, jedoch die Gesamtlaufzeit durch das schnellere Erreichen der Endtemperatur wesentlich verkürzt wurde.

4.2.3. Trägergasgeschwindigkeit

Grundsätzlich liegen Trägergasgeschwindigkeiten zwischen 1.0ml/min und 3.0ml/min [ROOD, 2007]. Es wurden daher konstante Trägergasgeschwindigkeiten von 1.5ml/min, 2.0ml/min und 2.5ml/min getestet (Abb. 20-22).

RT: 0.00 - 10.51 SM: 7G

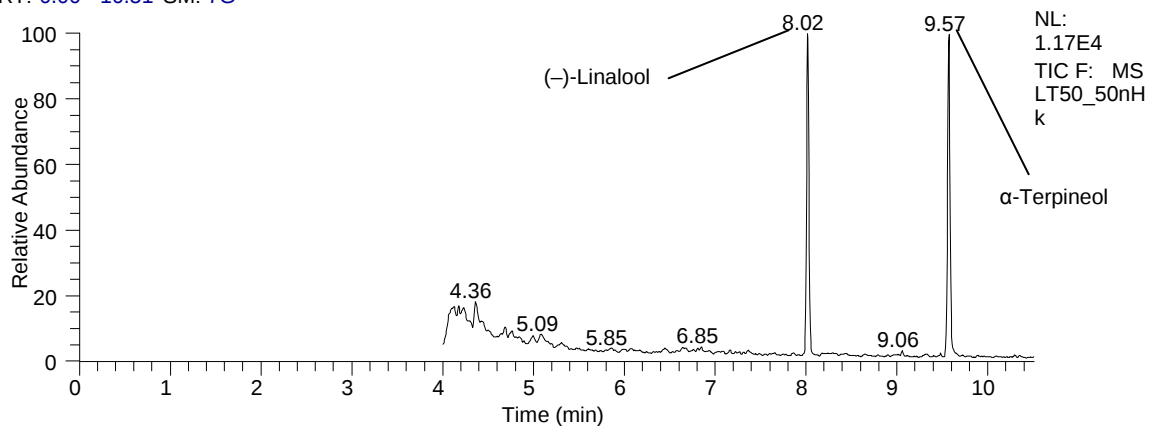


Abbildung 20 Trägergasgeschwindigkeit 1.5ml/min; Analysenmethode: KP81212_11

RT: 0.00 - 10.53 SM: 7G

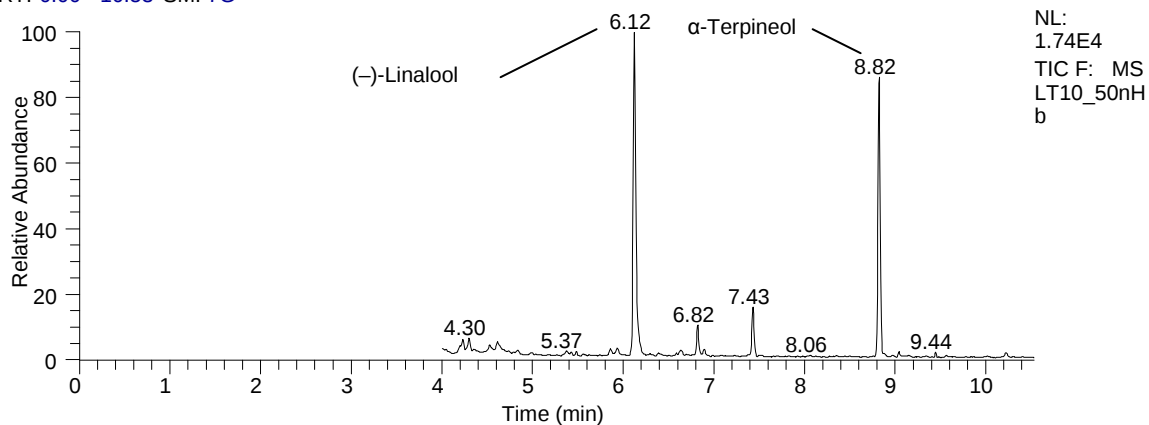


Abbildung 21 Trägergasgeschwindigkeit 2.0ml/min; Analysenmethode: KP81215_1

RT: 0.00 - 10.51 SM: 7G

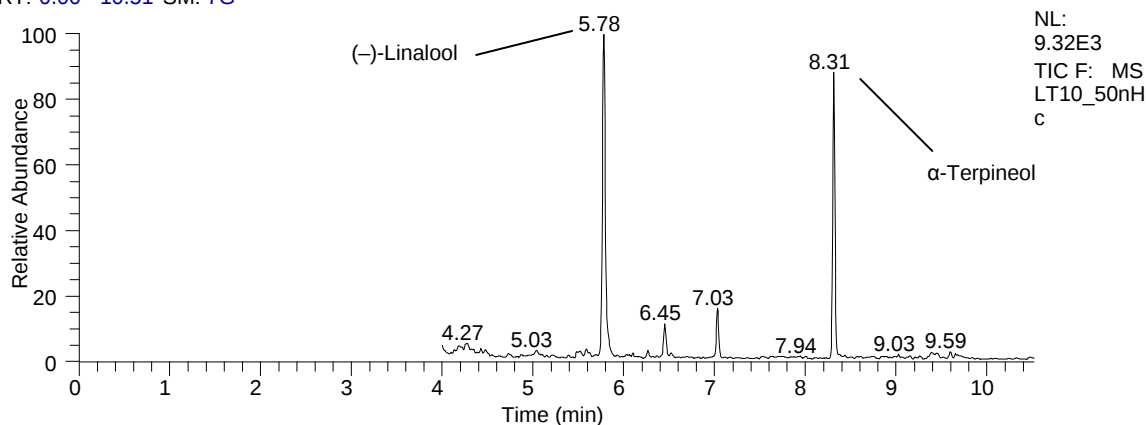


Abbildung 22 Trägergasgeschwindigkeit 2.5ml/min

Höhere Trägergasgeschwindigkeiten bieten die Möglichkeit die Retentionszeiten nach vorne zu verschieben und damit die Analysenzeiten zu verkürzen. Jedoch haben sie den Nachteil, dass eine größere Menge an Trägergas die Ionisierung und Fragmentierung der Analysensubstanzen herabsetzt. Dies führt dazu, dass die Sensitivität vermindert wird, da eine kleinere Menge an Ionen den Detektor erreicht [ROOD, 2007].

Aufgrund dessen wurde ein Trägergasfluss von 1.5ml/min zur weiteren Verwendung gewählt. Begründet liegt dies darin, dass die Verkürzung der Analyse durch Verschiebung der Retentionszeiten um ca. 2 Minuten zwar positiv zu bewerten ist, jedoch nicht die eventuell auftretenden Sensitivitätsverluste wettmacht. Eine hohe Sensitivität hat Priorität in Hinblick darauf, die Methode zur Detektion kleinster Mengen an Monoterpenen im menschlichen Blut zu verwenden, da bereits durchgeführte Studien darauf hindeuten, dass sich Blutwerte von aufgenommenen Monoterpenen im Nanogramm-pro-Milliliter-Bereich befinden [FEWELL, 2007].

Ein konstanter Trägergasfluss eignete sich sowohl für Flüssiginjektion also auch für SPME. Als Ausnahme ist die HS-Injektion zu sehen. Bei dieser wurde sowohl eine konstante Einstellung des Trägergasflusses auf 1.5ml/min getestet (Abb. 23), als auch ein programmierter Verlauf des Trägergases. Dieser startete

bei einem Fluss von 3.0ml/min und verlief dann mit 1.5ml/min/min auf 1.5ml/min (Abb. 24).

RT: 0.00 - 6.99 SM: 7G

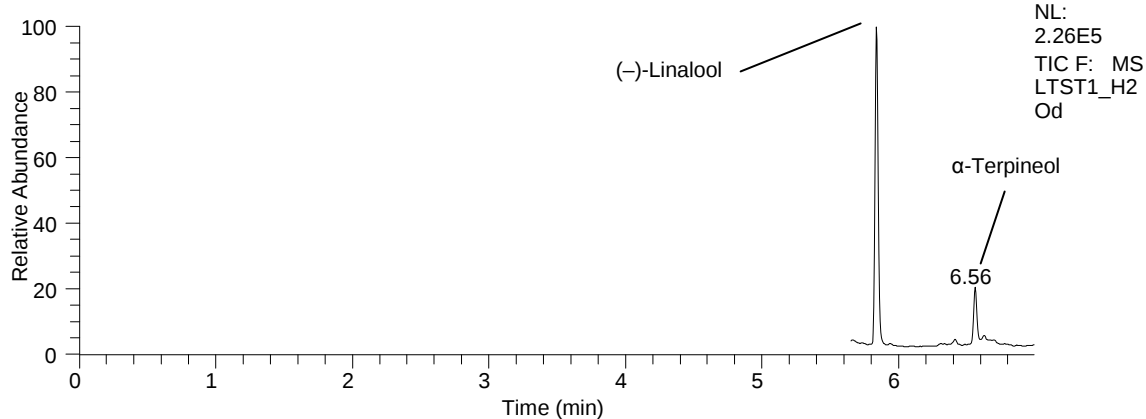


Abbildung 23 Konstanter Trägergasfluss; Analysenmethode: KP90528_2d

RT: 0.00 - 6.99 SM: 7G

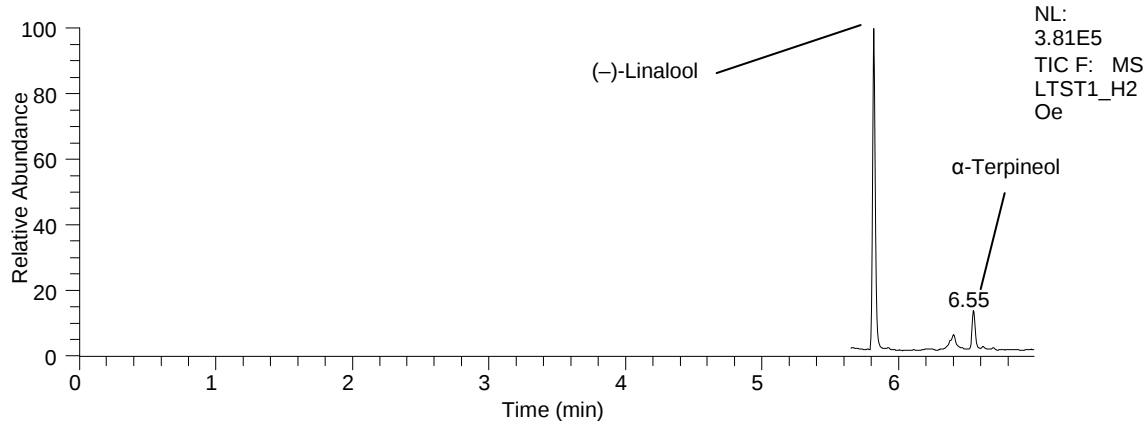


Abbildung 24 Programmierter Trägergasfluss; Analysenmethode: KP90528_2e

Der programmierte Trägergasfluss verbesserte die Einbringung der Probe auf die Säule, wodurch wieder ein Vorteil im Hinblick auf die zu erwartenden geringen Analysenmengen entstand.

4.2.4. Split- und Splitless-Injektion

Für HS-Injektion wird generell Split-Injektion durchgeführt.

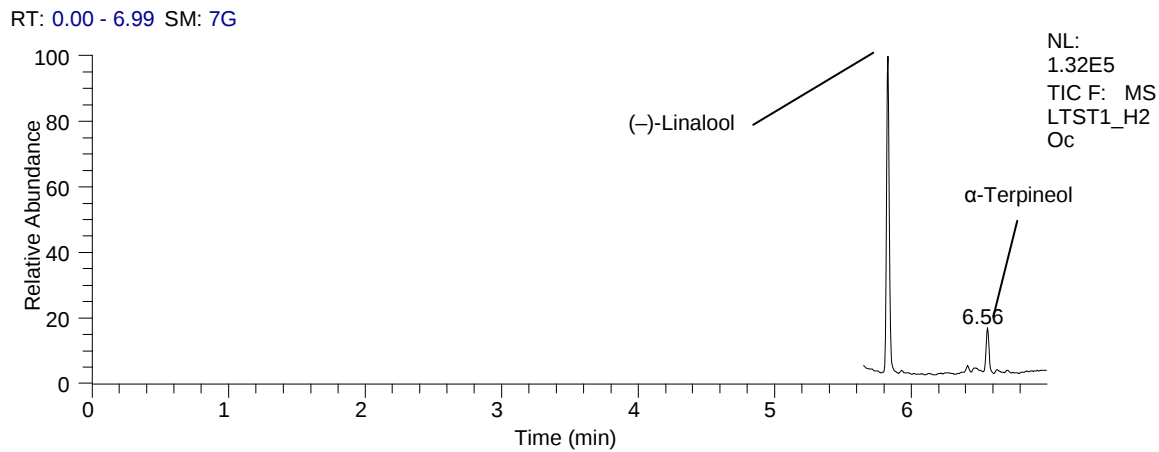


Abbildung 25 HS-Analyse mit Split-Injektion; Analysenmethode: KP90527_2c

Es wurden durch die Split-Injektion schärfere Peak-Formen erhalten als mittels Splitless-Injektion (Abb. 25-26) [GROB, 2004].

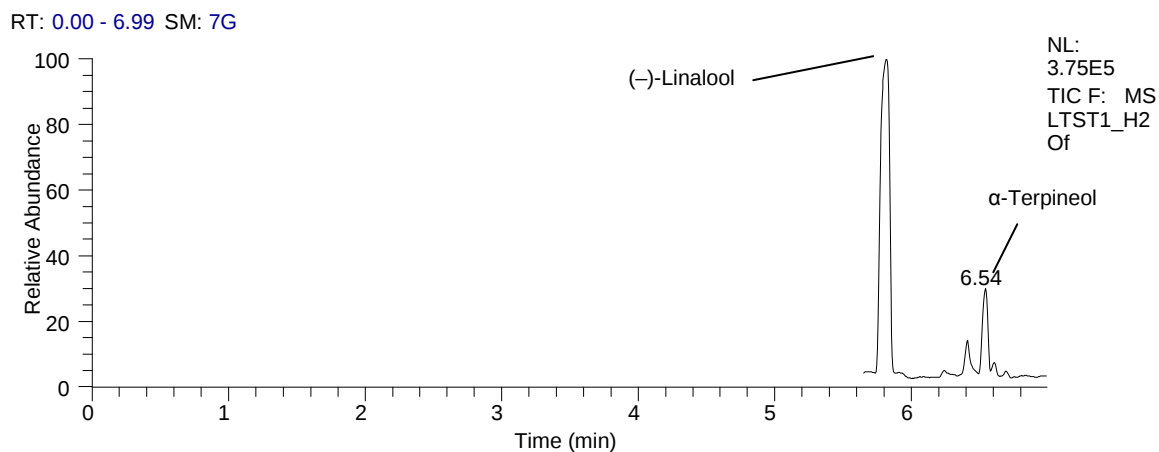


Abbildung 26 HS-Injektion mit Splitless-Injektion; Analysenmethode: KP90527_2f

Trotzdem wurde für HS-Injektion die Splitless-Injektion gewählt, da der Vorteil der Einbringung der größeren Menge an Probenmaterial gegenüber der besseren Peak-Form überwiegt [GROB, 2004].

4.2.5. Scan Events

Bei der Analyse von (–)-Linalool und dessen internen Standard α -Terpineol zeigte sich, dass sich ein kleinerer Peak zu nahe am Peak von α -Terpineol befand, um eine gute spätere Integration zu gewährleisten (Abb. 27).

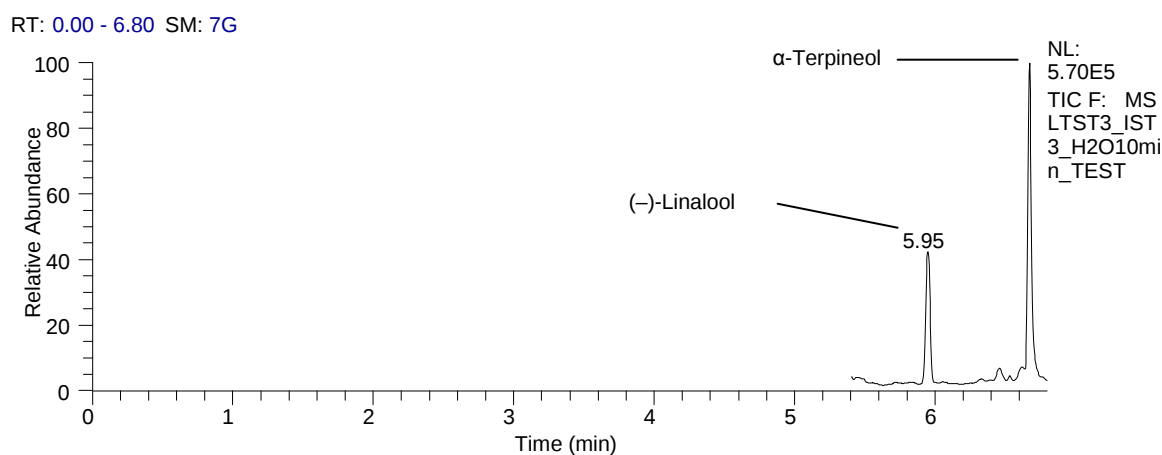


Abbildung 27 Durchgehendes Scan Event; Analysenmethode: KP90604_2b

Um dieses Problem zu lösen wurden anstelle durchlaufender SIM-Parameter Scan Events eingeführt. Dies bedeutet, dass die SIM-Parameter von (–)-Linalool bei einer Laufzeit von 5.40 min bis 6.40 min, und die SIM-Parameter von α -Terpineol ab einer Laufzeit von 6.40 min detektiert werden. Damit konnte eine Diskriminierung der Störpeaks von α -Terpineol erreicht werden (Abb. 28).

RT: 0.00 - 6.79 SM: 7G

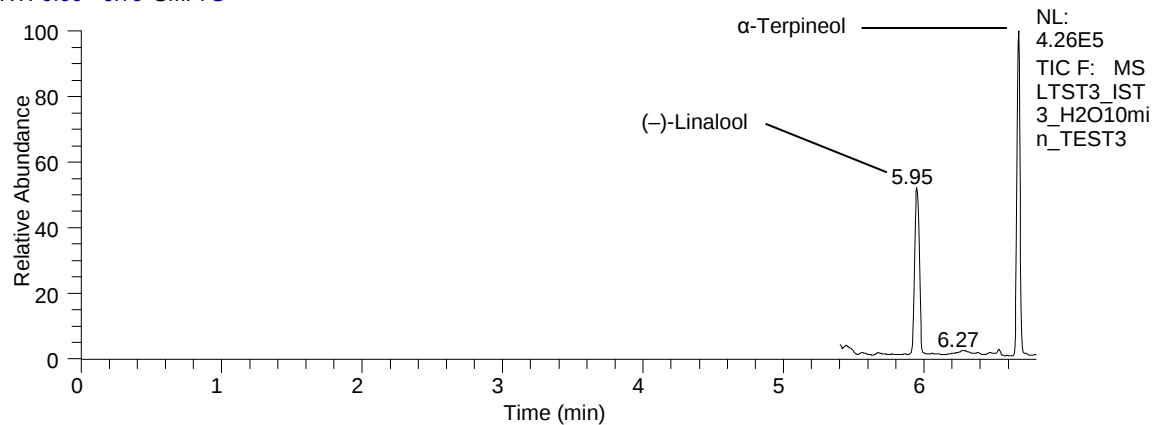


Abbildung 28 Abb. 28: Scan Events mit unterschiedlichen m/z; Analysenmethode: KP90626_2a

4.3. Inkubationszeiten und Gleichgewichtseinstellung

4.3.1. Inkubationszeiten für HS-Injektion

Nach Festlegung der geeigneten Methodenparameter für die HS-Injektion, wurde die Einstellung des Gleichgewichts im Probenvial mittels verschiedener Inkubationszeiten ermittelt.

Dazu wurden in 20-Milliliter-Vials je 4 ml destilliertes Wasser pipettiert, welches danach mit jeweils 4 µl Standard 3 bzw. internem Standard 3 gespickt wurde. Mit diesen Proben wurden nun verschiedene Inkubationszeiten getestet.

Dazu wurden die Vials im Agitator auf eine Temperatur von 40°C gebracht, um die Gleichgewichtseinstellung zu beschleunigen. Eine weitere Erhöhung der Temperatur würde eventuell eine weitere Verkürzung der benötigten Zeit bis zur Gleichgewichtseinstellung bedeuten. Dies wurde jedoch vermieden, um bei der Analyse von Vollblut eine Denaturierung von Blutbestandteilen zu verhindern. Um jedoch trotzdem eine Beschleunigung der Gleichgewichtseinstellung zu erreichen, wurde das Probenvial im Agitator während der Inkubationszeit geschüttelt [KOLB, 1997].

Getestet wurden jeweils Inkubationszeiten von zehn, zwanzig, dreißig und vierzig Minuten.

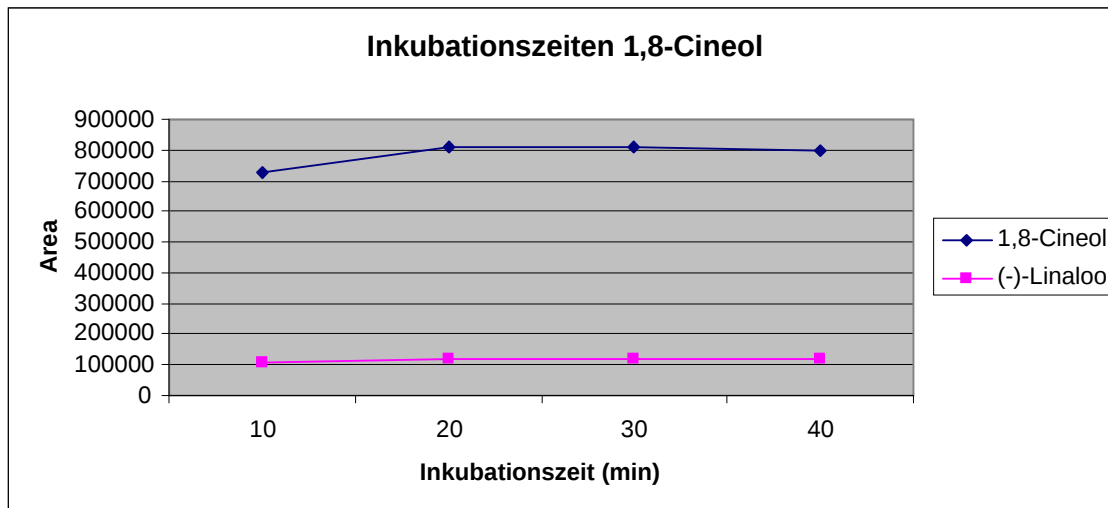


Abbildung 29 Ermittlung der Inkubationszeit für 1,8-Cineol

Bei 1,8 Cineol ist eine Gleichgewichtseinstellung schon bei zwanzig Minuten Inkubationszeit erreicht (Abb. 29).

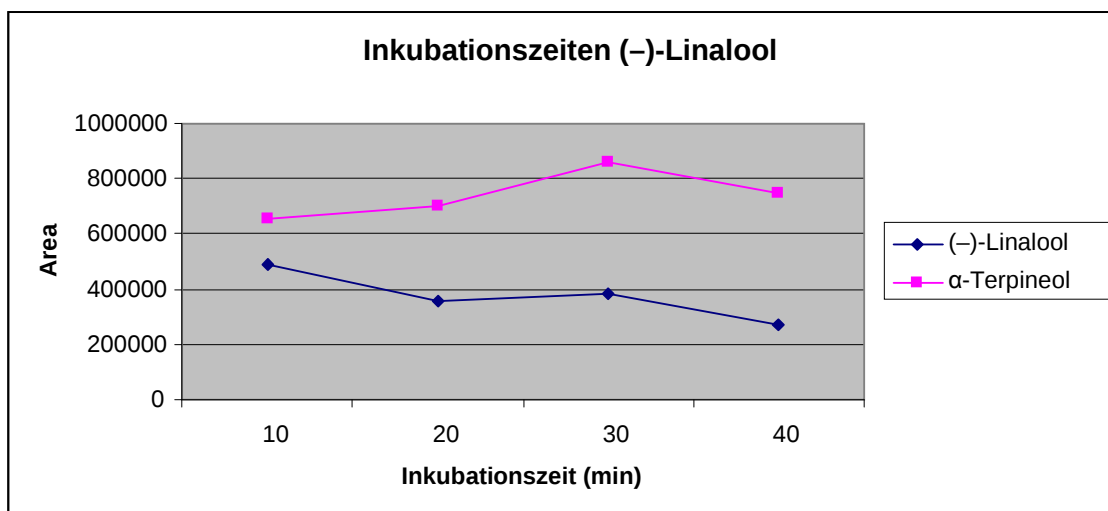


Abbildung 30 Ermittlung der Inkubationszeit für (-)-Linalool

Bei (-)-Linalool werden jedoch dreißig Minuten bis zur Gleichgewichtseinstellung benötigt (Abb. 30).

4.3.2. Extraktionszeit für SPME-Injektion

Als Extraktionszeiten für SPME-Injektion wurden zehn, zwanzig, dreißig und vierzig Minuten, bei einer Inkubationszeit von zwanzig Minuten, getestet.

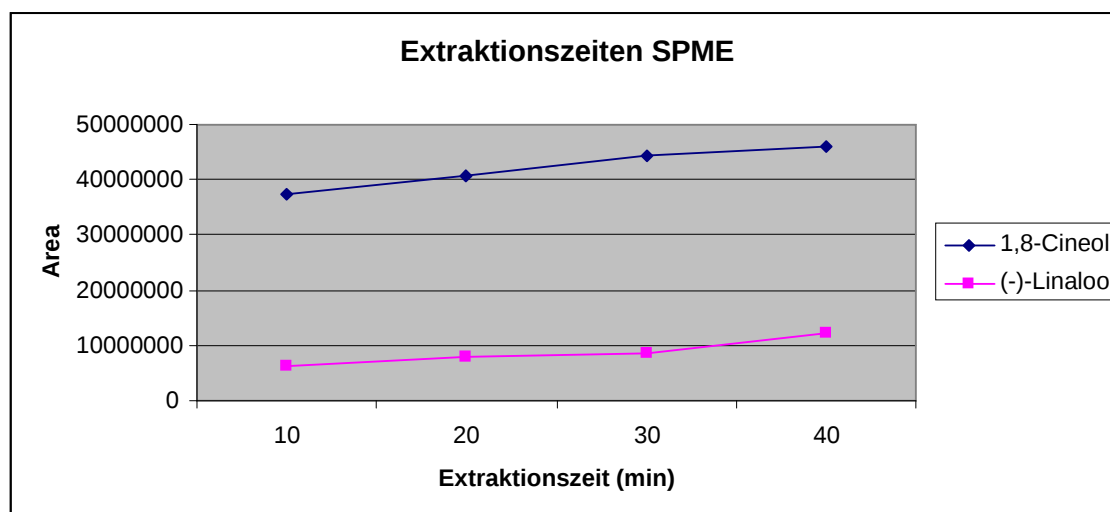


Abbildung 31 Ermittlung der Extraktionszeit für SPME-Injektion

Obwohl auch bei vierzig Minuten noch nicht die obere Grenze der Adsorption an die Faser erreicht ist, ist erkennbar, dass keine große Steigerung der Menge an adsorbierter Probe mehr möglich ist (Abb. 31). Da bei SPME-Injektion keine absolute Gleichgewichtseinstellung erforderlich ist [EISERT, 1996], wurden vierzig Minuten als Adsorptionszeit gewählt. Bei diesen Bedingungen konnten gute chromatographische Auswertungen erzielt werden.

4.4. Erstellung von Kalibriergeraden in den Testmedien

Nach Festlegung der geeigneten Analysemethode für alle drei Applikationsvarianten wurden Kalibriergeraden von (–)-Linalool und 1,8-Cineol in den jeweiligen Testmedien erstellt.

4.4.1. Kalibriergeraden von (–)-Linalool

Die Konzentrationen der für die Kalibriergeraden verwendeten Lösungen reichten von 0.001 µMol bis 1.0 µMol.

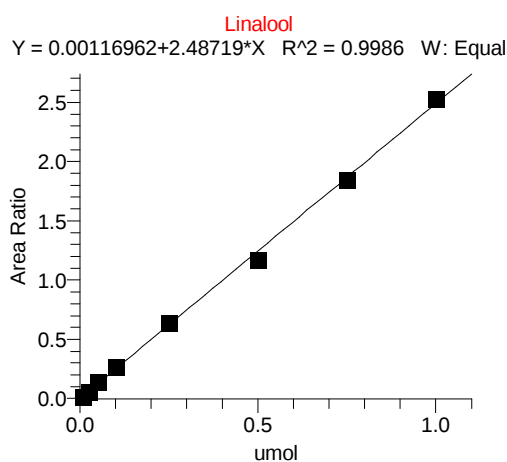


Abbildung 32 Kalibriergerade Flüssiginjektion – (–)-Linalool in n-Hexan

Die Methode zur Analyse von (–)-Linalool in n-Hexan ist linear im Bereich von 0.025 µMol bis 1.0 µMol mit einer Standardabweichung von ± 0.05 (Abb. 32).

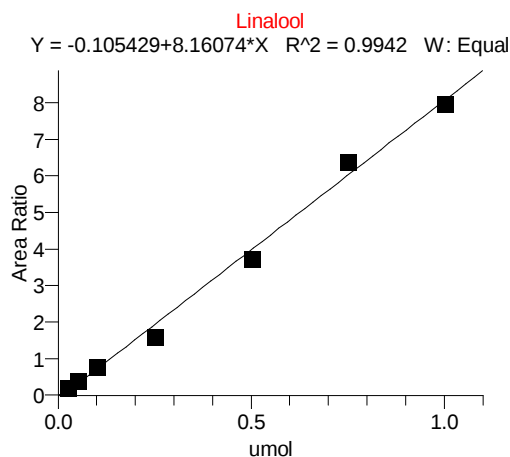


Abbildung 33 Kalibriergerade HS-Injektion – (–)-Linalool in aqua dest.

Linearität zeigte sich für die Analysemethode mittels HS-Injektion ebenfalls von 0.025 μMol bis 1.0 μMol mit einer Standardabweichung von ± 0.03 (Abb. 33).

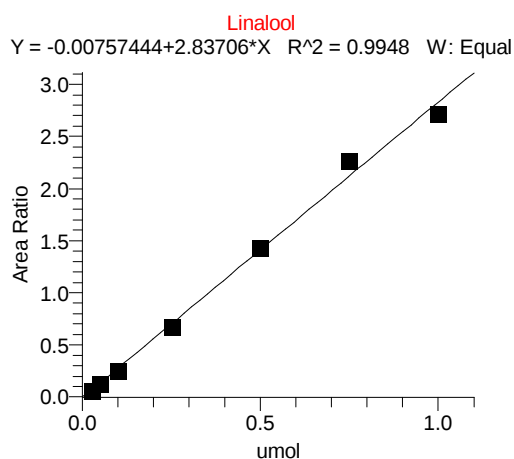


Abbildung 34 Kalibriergerade SPME-Injektion – (–)-Linalool in aqua dest.

Auch für die Methode zur Analyse mittels SPME ist Linearität im Bereich von 0.025 μMol bis 1.0 μMol mit einer Standardabweichung von ± 0.05 gegeben (Abb.34).

4.4.2. Kalibriergeraden von 1,8-Cineol

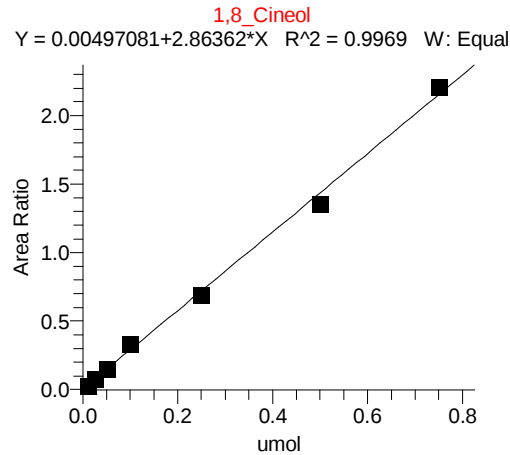


Abbildung 35 Kalibriergerade Flüssiginjektion – 1,8-Cineol in n-Hexan

Die Methode zur Erstellung der Kalibriergeraden von 1,8-Cineol in n-Hexan ist linear im Bereich der Konzentrationen von 0.01 μMol bis 0.75 μMol mit einer Standardabweichung von ± 0.05 (Abb. 35).

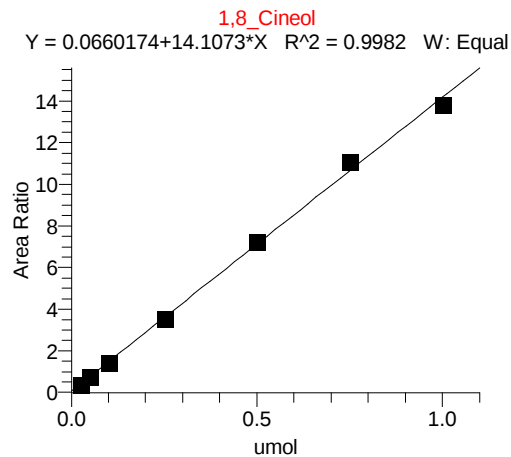


Abbildung 36 Kalibriergerade HS-Injektion – 1,8-Cineol in aqua dest.

Die für die HS-Injektion verwendete Methode ist linear bei Konzentrationen von 0.025 μMol bis 1.0 μMol mit einer Standardabweichung von ± 0.003 (Abb. 36).

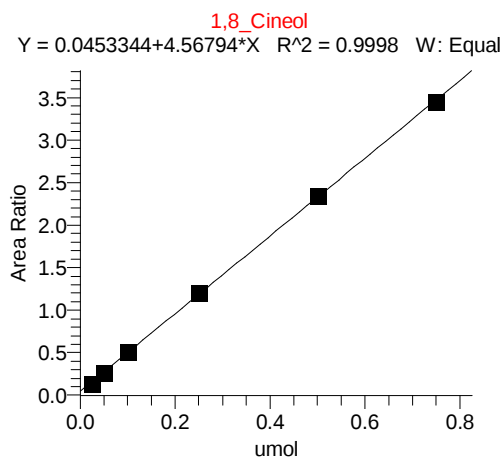


Abbildung 37 Kalibriergerade SPME-Injektion – 1,8-Cineol in aqua dest.

Die Methode zur Analyse von 1,8-Cineol mittels SPME ist linear im Bereich von 0.025 μMol bis 0.75 μMol mit einer Standardabweichung von ± 0.05 (Abb. 37).

4.5. Auswahl der Aufarbeitungsmethode für die Flüssiginjektion

Die Verwendung von Flüssiginjektion zur Analyse von Blutproben macht eine Aufarbeitung der Proben notwendig.

Die Aufarbeitung über HLB 1cc Analysenröhrchen bietet den Vorteil weniger kostenintensiv zu sein als die Aufarbeitung über die Extrelut[®] NT3 Röhrchen. Jedoch müssen die Blutproben zuerst zentrifugiert werden, bevor sie analysiert werden können, bzw. müssen HLB 1cc Röhrchen auch vorkonditioniert werden. Diese Schritte entfallen bei der Aufarbeitung mittels Extrelut[®] NT3 Röhrchen. Zwar ist laut Herstellerangaben auch für Extrelut[®] NT3 Röhrchen eine Vorkonditionierung notwendig, jedoch konnten Versuche zeigen, dass sich hinsichtlich des Ergebnisses kein Unterschied ergab.

Das bedeutet, dass das Blut für die Aufarbeitung weder zentrifugiert werden, noch die Säulchen vorkonditioniert werden müssen. Dies ist hinsichtlich des Arbeitsaufwandes von Vorteil.

Außerdem müssen HLB 1cc Röhrchen mit destilliertem Wasser behandelt werden, wodurch die Gefahr besteht, dass die aufbereiteten Proben nicht hundertprozentig wasserfrei sind.

Da das Einspritzen von Wasser in die GC-Säule diese zerstören kann, wurde die Extrelut[®]-Methode die Methode der Wahl, da bei dieser vollkommen auf den Einsatz von destilliertem Wasser verzichtet werden konnte.

4.6. Erstellung von Kalibriergeraden für (–)-Linalool aus Blut

Nach erfolgreicher Erstellung von Kalibriergeraden für alle Applikationsmethoden in den Testmedien und der Auswahl der geeignetsten Aufarbeitungsmethode für die Flüssiginjektion, wurde die Anwendbarkeit der Methoden auf die Erstellung von Kalibriergeraden von (–)-Linalool im menschlichen Blut getestet.

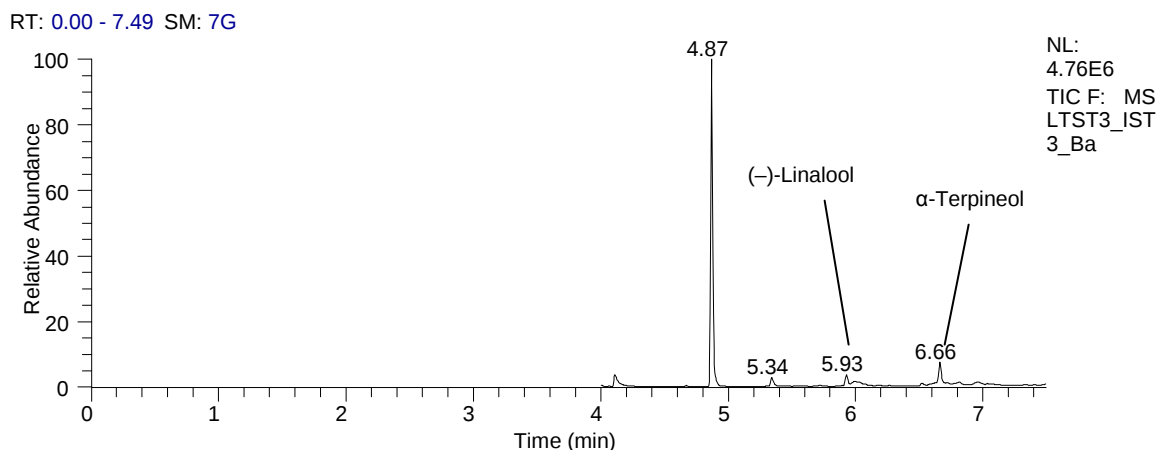


Abbildung 38 Analyse von (–)-Linalool aus menschlichem Blut in *n*-Hexan nach der Aufarbeitung mittels Extrelut®

RT: 0.00 - 6.79 SM: 7G

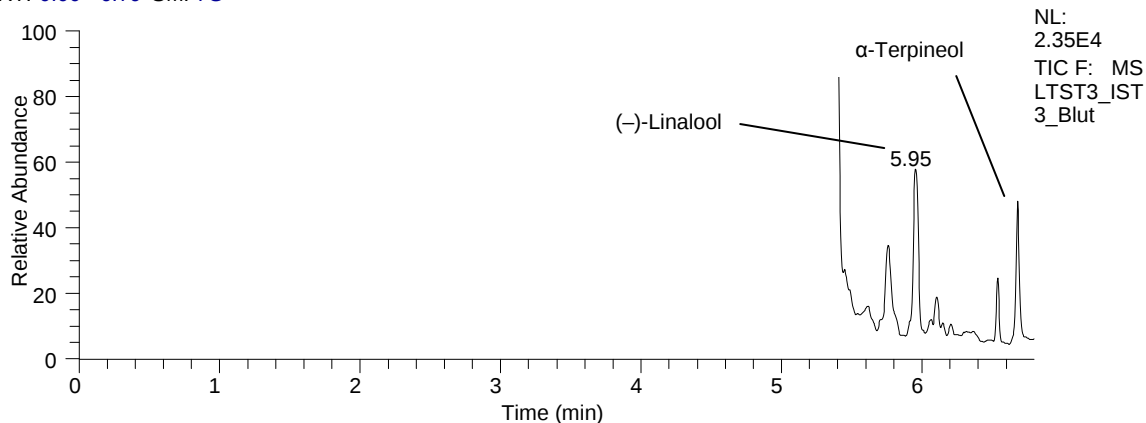


Abbildung 39 Analyse von (-)-Linalool aus menschlichem Blut mittels HS-Injektion

RT: 0.00 - 6.99 SM: 7G

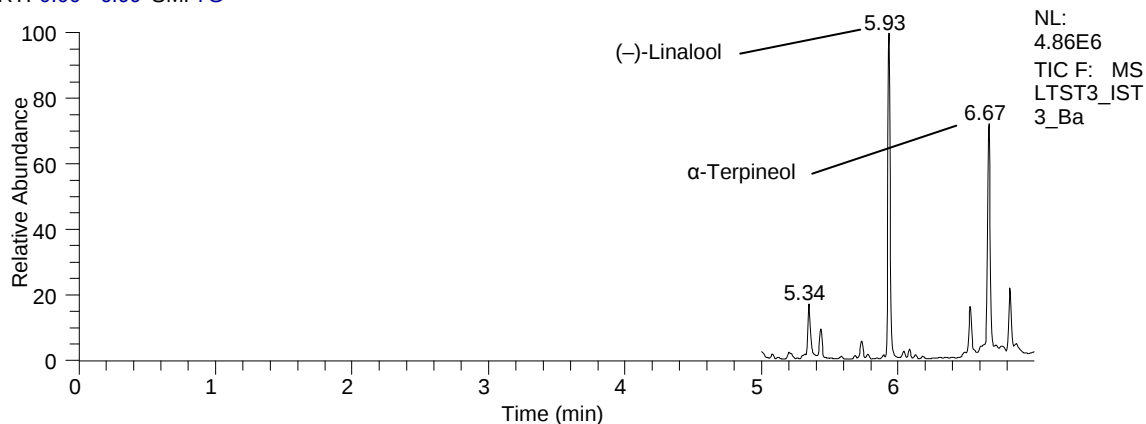


Abbildung 40 Analyse von (-)-Linalool aus menschlichem Blut mittels SPME

Es konnte gezeigt werden, dass eine Analyse mittels aller drei Methoden möglich war (Abb. 38-40), und Kalibriergeraden aus gespicktem Blut erfolgreich erstellt werden konnten.

Die Kalibriergeraden der Methoden für Flüssiginjektion und HS waren linear von 0.05 μMol bis 1.0 μMol (SD: ± 0.17 bzw. 0.07) (Abb. 41-42). Für SPME ist die Linearität der Methode zwischen 0.025 μMol und 1.0 μMol (SD: ± 0.05) gegeben (Abb. 43).

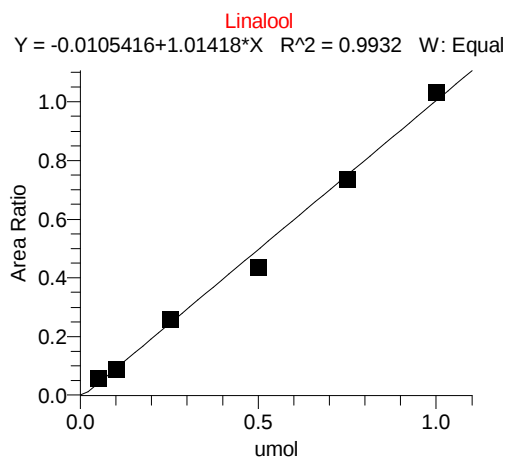


Abbildung 41 Kalibriergerade Flüssiginjektion – (–)-Linalool aus Blut

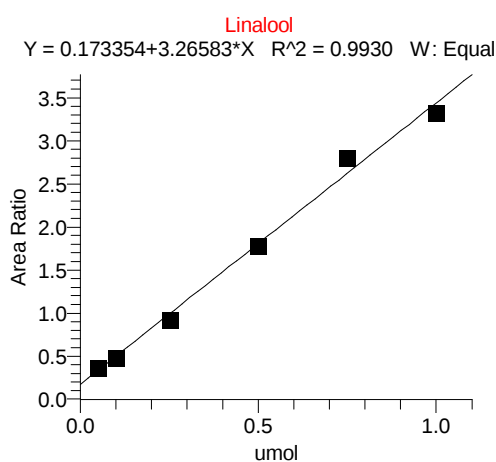


Abbildung 42 Kalibriergerade HS-Injektion – (–)-Linalool aus Blut

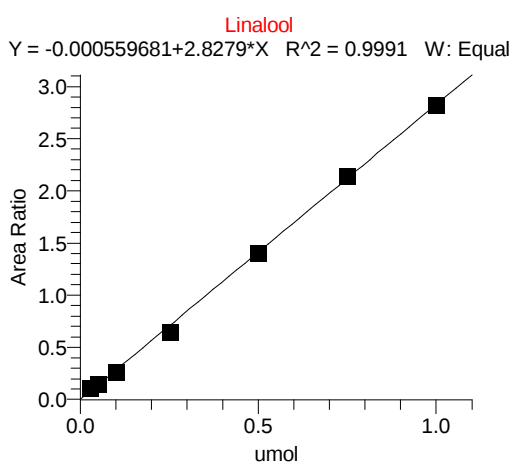


Abbildung 43 Kalibriergerade SPME-Injektion – (–)-Linalool aus Blut

Die Nachweisgrenze wurde experimentell bestimmt. Sie liegt für Flüssiginjektion sowie HS bei 0.01 μMol . Für die SPME-Analysenmethode liegt sie im Vergleich dazu bei 0.001 μMol . Die Peaks der Analysensubstanzen mit der Konzentration, an der die Nachweisgrenze festgestellt wurde, weisen ein S/N-Verhältnis von 3:1 auf [GROB, 2004].

Auch die Bestimmungsgrenze liegt für SPME mit 0.025 μMol etwas niedriger als für Flüssig- und HS-Injektion. Für diese beiden Methoden konnte sie bei 0.05 μMol festgelegt werden.

Prinzipiell ist nun ersichtlich, dass sich alle drei Methoden zur Analyse von (–)-Linalool aus menschlichem Blut eignen.

Ziel dieser Arbeit war jedoch, jene optimale Methode zu finden, welche eine möglichst rasche Bearbeitung von acht Blutproben, die einem Probanden über einen Zeitraum von 45 Minuten abgenommen werden sollen, ermöglicht.

Die Methode der Flüssiginjektion bietet den Vorteil der kürzesten Analysenzeit am GC. Jedoch ist die notwendige Aufarbeitung der Proben zeit- und kostenintensiv. Der Vorteil der Methode, die kürzere Laufzeit, wird dadurch minimiert.

SPME bietet den Vorteil einer geringeren Nachweisgrenze als die Vergleichsmethoden. Auch liegt die Bestimmungsgrenze etwas niedriger als bei Flüssig- und HS-Injektion.

SPME bietet den Vorteil, dass bereits in anderen Studien zur Analyse von Monoterpenen aus Blut dieses als Matrix verwendet wurde [FEWELL, 2007; BOYLE, 2002]. Es ist daher davon auszugehen, mittels dieser Methode verwertbare Ergebnisse bei Verwendung innerhalb einer Studie am Menschen zu erhalten.

Weiters ist es von Vorteil, dass bei dieser Methode keine aufwendige Probenaufarbeitung nötig ist. Die Probe kann direkt nach der Zugabe des internen Standards analysiert werden.

Der Nachteil von SPME ist, dass die Analysenzeit im GC die längste aller drei verglichenen Methoden ist. (–)-Linalool benötigt eine Adsorptionszeit von vierzig Minuten, um in ausreichender Menge an die Faser adsorbiert zu werden [EISERT, 1996]. Weiters wird zusätzlich Zeit benötigt, um die Faser nach der Analyse auszuheizen, um eventuell darauf verbliebene Substanzen zu entfernen. Insgesamt wäre somit eine Analysenzeit von 90 Minuten pro Blutprobe nötig, pro Proband also 12 Stunden. Zusätzlich sollte mittels einem Blank (Leerwert) festgestellt werden, ob die Faser auch quantitativ ausgeheizt wurde. Dies stellt wiederum einen erheblichen Zeitfaktor dar.

HS als Analysenmethode bietet den Vorteil, ebenso wie SPME, dass eine Probenaufarbeitung entfällt. Da für die Analyse mittels HS die Adsorptionszeit an die Faser, sowie das Ausheizen der Faser nach der Analyse, wie es für SPME nötig ist, entfällt, verkürzt sich die Analysenzeit wesentlich.

Für die quantitative Analyse mittels HS ist im Vergleich zu SPME eine vollständige Gleichgewichtseinstellung im Probenvial nötig. Versuche zur Inkubationszeit haben gezeigt, dass sich dieses bereits bei einer Inkubationszeit von dreißig Minuten einstellt. Daher lässt sich die Analysenzeit pro Probe im Vergleich zu SPME halbieren. Außerdem ist es bei der HS-Methode möglich, Proben gleichzeitig zu inkubieren, wobei dies im Vergleich dazu bei HS-SPME aufgrund der gerätetechnischen Möglichkeiten nicht machbar ist. Dies bedeutet, dass sich die insgesamt Laufzeit bei der HS-Methode nochmals entscheidend verringern lässt.

Weiters hat eine Injektionsnadel für die HS-Injektion eine weitaus längere Lebensdauer als eine SPME-Faser, die, um quantitativ gute chromatographische Ergebnisse zu erzielen, regelmäßig ersetzt werden muss. Dies stellt wiederum einen Kostenfaktor dar, der bei Anwendung der HS-Methode entfällt.

Nach Abwägung aller Vor- und Nachteile der verschiedenen Methoden kann die Schlussfolgerung gezogen werden, dass die HS-Methode aufgrund von Zeit- und Kostenfaktoren eine gute Basis für zukünftige Untersuchungen darstellt.

KAPITEL V

5. SCHLUßBETRACHTUNG

Riechstoffe sind Teil unserer täglichen Wahrnehmung. Es existieren bereits Studien, die einzelne Riechstoffe bezüglich deren pharmakologischen Wirkungen erforschten [HEUBERGER, 2004; HEUBERGER, 2008].

Um pharmakologische Wirkungen einzelner Stoffe zu bestätigen ist es von Interesse, ihre Aufnahme ins menschliche Blut zu ermitteln.

Ziel dieser Arbeit war es, eine geeignete Methode dafür zu finden. Die Untersuchungen sollten mittels GC-MS durchgeführt werden. Dabei boten sich drei verschiedene Untersuchungsansätze an.

Es wurden bereits Studien mit ähnlichen Untersuchungszielen durchgeführt, welche HS-SPME als Applikationsvariante wählten [FEWELL, 2007; BOYLE, 2002]. Auch eine Studie, welche Flüssiginjektion zur Probenanalyse verwendete, existiert ebenfalls [WANG, 2007].

Da eine Analyse mittels HS-SPME möglich ist, bot sich auch die Möglichkeit, eine Analyse mittels statischer HS-Injektion durchzuführen [LANGENECKERT, 1999].

Da alle drei Applikationsvarianten für die Suche nach einer geeigneten Analysenmethode interessant erschienen, wurden sie in dieser Arbeit verglichen.

Anfangs wurden geeignete SIM-Parameter für die Analyse ermittelt, da die Methode zur Spurenanalyse verwendet werden sollte.

Auch Lösungsmittelversuche beinhaltet diese Arbeit. Die Auswahl für HS-SPME und HS fiel auf destilliertes Wasser als Testmedium, da es einerseits bei großer Ähnlichkeit zu Blut doch kostengünstig und einfach zu beschaffen war, andererseits auch gute Untersuchungsergebnisse lieferte. Für die Flüssiginjektion wurde n-Hexan als Untersuchungsmedium gewählt, da dieses im Vergleich zu Methanol ein geringeres Rauschen hervorrief, was eine ruhigere Grundlinie bedeutete.

Weitere Parameter, die Einfluss auf die Optimierung der Methode hatten und in dieser Arbeit untersucht wurden, waren Temperatur, Heizrate, Trägergasgeschwindigkeit, Split- und Splitless-Injektion und Scan Events.

Das optimale Temperaturprogramm für alle drei Untersuchungsvarianten reichte von einer Starttemperatur von 40°C bis zu einer Endtemperatur von 160°C. Eine Heizrate von 20°C/min wurde verwendet.

Für Flüssig- und HS-SPME-Injektion wurde ein konstanter Trägergasfluss von 1.5ml/min als optimal ermittelt. Für die HS-Injektion verbesserte ein programmierter Trägergasfluss die Ergebnisse. Dieser startete bei 3.0ml/min und verlief mit 1.5ml/min/min auf 1.5ml/min.

Die Anwendung von Splitless-Injektion wurde für alle drei Probeneinbringungsmethoden als die Geeignete gewählt. Bei der Analyse mit HS verbesserte die Split-Injektion zwar die Peakform, jedoch ist der Verlust an Probe für die Spurenanalyse ein zu hoher Preis dafür [GROB, 2004].

Für die Verwendung der Methode für 1,8-Cineol eignete sich ein durchgehendes Analysieren der ausgewählten SIM-Parameter. Bei der Analyse von (–)-Linalool verbesserte der Einsatz der SIM-Parameter in voneinander getrennten Zeitfenstern die Ergebnisse, da dadurch ein vorhandener Störpeak eliminiert werden konnte.

Für Analysen aus dem Dampfraum über einer Probe, muss die Zeit bis zur Einstellung des Gleichgewichts zwischen Dampfraum und Probe experimentell ermittelt werden. Dazu wurden verschiedene Inkubationszeiten für 1,8-Cineol und für (–)-Linalool getestet. Eine Inkubationszeit von 20 min für 1,8-Cineol und eine Inkubationszeit von 30 min für (–)-Linalool, bei jeweils 40°C, war für die Gleichgewichtseinstellung nötig.

Für die HS-SPME-Methode wurden verschiedene Extraktionszeiten hinsichtlich der adsorbierten Menge an Probe durchgeführt. Ab einer Extraktionszeit von vierzig Minuten konnte keine starke Steigerung der Analysenmenge mehr festgestellt, aber gute chromatographische Ergebnisse erzielt werden. Nicht zuletzt aufgrund dessen und da ca. 70-80% der maximal adsorbierbaren Menge an Substanz in den ersten 20% der totalen Extraktionszeit adsorbiert werden [EISERT, 1996], wurden vierzig Minuten als Extraktionszeit gewählt.

Um die Tauglichkeit der Methoden für Analysen aus dem Medium Blut festzustellen, wurden aus heparinisiertem menschlichem Blut, durch Spicken mit den Analysensubstanzen, Proben hergestellt. Diese wurden im Folgenden mit den vorher erstellten Methoden untersucht.

Für HS und HS-SPME konnten die Proben direkt, ohne Aufarbeitung, verwendet werden, da man den Dampfraum zur Analyse nutzte.

Bei der Flüssiginjektion wurden zwei Probenaufarbeitungsmethoden hinsichtlich deren Eignung verglichen.

Dabei war die Aufarbeitung mittels Extrelut[®] NT3 Röhrchen schlussendlich die Methode der Wahl, da diese im Vergleich zur Aufarbeitung mittels HLB 1cc Analysenröhrchen vollkommen wasserfrei durchgeführt werden konnte.

Als Abschluss dieser Arbeit wurden Kalibriergeraden der Untersuchungssubstanzen in den Testmedien, sowie Kalibriergeraden von (–)-Linalool aus heparinisertem Blut erstellt.

Es kann festgestellt werden, dass sich mit allen drei Methoden Monoterpene aus menschlichem Blut analysieren lassen.

Am geeignetsten sind jedoch die Methoden, die auf der Analyse des Dampfraumes basieren, da die Flüssiginjektion am zeit- und kostenaufwendigsten ist.

Die beiden anderen Methoden haben beide sowohl Vor- als auch Nachteile. HS-SPME bietet den Vorteil, sich bezüglich des Untersuchungsansatzes bereits als Methode bewährt zu haben [FEWELL, 2007; BOYLE, 2002]. Ihr Nachteil ist die eindeutig längere Analysenzeit im Vergleich zur HS-Methode.

Fazit dieser Arbeit ist, dass alle Methoden zur Untersuchung verwendet werden können. Die HS-Methode bietet jedoch, aufgrund ihrer Kosten- und Zeitvorteile, eine gute Möglichkeit für zukünftige Untersuchungen.

KAPITEL VI

6. ZUSAMMENFASSUNG

Um Bioverfügbarkeit und Wirkungen von (–)-Linalool und 1,8-Cineol zu untersuchen, ist es notwendig, die Menge an aufgenommener Substanz ins menschliche Blut zu ermitteln.

Ziel dieser Arbeit war, eine praktikable Methode dafür zu finden. Dazu wurden die Methoden der Flüssiginjektion, HS-SPME und statischen HS-Injektion miteinander verglichen.

Die ermittelten GC-Einstellungen waren: Splitless-Injektion, mit einer Injektortemperatur von 200°C für Flüssiginjektion und 220°C für HS-SPME und HS-Injektion. Die Ofentemperatur begann bei einer Temperatur von 40°C für eine Minute, und wurde dann bis zu 160°C mit einer Heizrate von 20°C/min erhöht. Die Analyse mittels Flüssiginjektion und HS-SPME wurde mit konstantem Trägergasfluss von 1.5ml/min durchgeführt. Im Gegensatz dazu wurde für die statische HS-Methode ein programmierter Fluss verwendet, der bei 3.0ml/min startete und mit 1.5ml/min/min auf 1.5ml/min gesenkt wurde. Die Detektion erfolgte im SIM-Modus, wobei m/z 59, 71 und 81 für (–)-Linalool, und m/z 71, 81 und 154 für 1,8-Cineol, verwendet wurden.

Bei der HS-Methode wurde eine Inkubationszeit von 30 min bei 40°C für (–)-Linalool, bzw. 20 min bei 40°C für 1,8-Cineol verwendet.

Bei der SPME-Methode kam eine Adsorptionszeit von 40 min für beide Untersuchungssubstanzen zum Einsatz.

Kalibriergeraden für alle Applikationsvarianten wurden in den Testmedien und in heparinisiertem Blut erstellt. Die Konzentrationen der verwendeten Standards reichten von 0.001 µMol bis 1.0 µMol.

Die Bestimmungsgrenze für Flüssig- und HS-Injektion lag bei 0.05 µMol und für SPME bei 0.025 µMol. Die Nachweisgrenze befindet sich für Flüssig- und HS-Injektion bei 0.01 µMol und für SPME bei 0.001 µMol (S/N=1:3).

KAPITEL VII

7. SUMMARY

In order to investigate bioavailability and effects of (–)-Linalool and 1,8-Cineole, it is necessary to determine the amount actually migrating into the blood of a subject.

The aim of the present work was to develop a convenient method. Therefore methods using liquid injection, HS-SPME and static HS for application were compared.

GC-operating conditions were: splitless injection with an injector temperature of 200°C for liquid injection and 220°C for HS-SPME and HS injection. The oven temperature was set at 40°C for one minute and then increased to 160°C at a rate of 20°C/min. Chromatography for liquid injection and HS-SPME was carried out in constant flow mode with a flow rate of 1.5ml/min. By contrast for static HS programmed flow was applied, starting at a flow rate of 3.0ml/min and decreasing to 1.5ml/min at a rate of 1.5ml/min/min. Detection occurred in SIM-mode, using *m/z* values of 59, 71 and 81 for (–)-Linalool and 71, 81 and 154 for 1,8-Cineole.

For HS an incubation time of 30 min at 40°C for (–)-Linalool and 20 min at 40°C for 1,8-Cineole was used.

HS-SPME used an adsorption time for both substances of 40 min.

Calibration graphs for all application methods were established either in the test media and heparinised blood. Concentrations of the used standards ranged from 0.001 µMol to 1.0 µMol

The limit of quantification for liquid injection and HS was found at 0.05 µMol and for SPME at 0.025 µMol. Limits of detection were 0.01 µMol for liquid injection and HS and 0.001 µMol for SPME (S/N=3:1), respectively.

KAPITEL VIII

8. LITERATURVERZEICHNIS

BAUER K, GARBE D, SURBURG H: Common Fragrance and Flavour Materials; Wiley-VCH, Weinheim, 1997; 28-29; 138; 188; 195

BAUGH P J (Hrsg.), ENGEWALD W (Hrsg. Dt. Ausgabe), STRUPPE H G (Hrsg. dt. Ausgabe): Gaschromatographie, eine anwenderorientierte Darstellung; Vieweg, Analytische Chemie; Braunschweig, Wiesbaden 1997, 13, 18-19, 107

BICCHI C, LIBERTO E, MATTEODO M, SGORBINI B, MONDELLO L, D'ACAMPORA ZELLNER B, COSTA R, RUBIOLO P (2008). Quantitative analysis of essential oils: a complex task: Flavour and Fragrance Journal, 2008: 23, 382-391

BOYLE R R, McLEAN S, BRANDON S, PASS G J, DAVIES N W (2002). Application of solid-phase microextraction to the quantitative analysis of 1,8-cineole in blood and expired air in a Eucalyptus herbivore, the brushtail possum (*Trichosurus vulpecula*): Journal of Chromatography B, 2002: 780, 397-406

BRINKERT T: Grundlagen der Gaschromatographie; über: http://www.semibyte.de/dokuwiki/media/nat:chemie:grundlagen_der_gaschromatographie.pdf ; Stand: 04.2009

BUDZIKIEWICZ H, SCHÄFER M: Massenpektrometrie – Eine Einführung; Wiley-VCH, Weinheim 2005, 1-11, 46-47

EISERT R, LEVSEN K (1996). Solid-phase microextraction coupled to gas chromatography: a new method for the analysis of organics in water: *Journal of Chromatography A*, 1996: 733, 143-157

FEWELL F, McVICAR A, GRANSBY R, MORGAN P (2007). Blood concentration and uptake of d-limonene during aromatherapy massage with sweet orange oil. A pilot study: *International Journal of Essential Oil Therapeutics*, 2007: 1, 97-102

GROB R L, BARRY E F: *Modern Practice of Gas Chromatography*; Wiley Interscience, Hoboken New Jersey, 2004; 980

HEUBERGER E, ILMBERGER J, HARTTER E, BUCHBAUER G (2008). Physiological and behavioral effects of 1,8-cineole and (+/-) linalool: A comparison of inhalation and massage aromatherapy: *Natural Products Communication*, 2008: 3, 1-8

HEUBERGER E, REDHAMMER S, BUCHBAUER G (2004). Transdermal absorption of (–)-Linalool induces autonomic deactivation but has no impact on ratings of well-being in humans: *Neuropsychopharmacology*, 2004: 29, 1925-1932

JÄGER W, BUCHBAUER G, JIROVETZ L, FRITZER M (1992). Percutaneous absorption of lavender oil from a massage oil: *Journal of the Society of Cosmetic Chemists*, 1992: 43, 49-54

KATAOKA H (2005). Recent Advances in Solid-Phase Microextraction and Related Techniques for Pharmaceutical and Biomedical Analysis: *Current Pharmaceutical Analysis*, 2005: 1, 65-84

KOHLERT C, ABEL G, SCHMID E, VEIT M (2002). Determination of thymol in human plasma by automated headspace solid-phase microextraction-gas chromatographic analysis: *Journal of Chromatography B*, 2001: 767, 11-18

KOLB B, ETTRE S L: *Headspace-Gaschromatography Theory and Practice*; Wiley-VCH, New York, 1997; 1

LANGENECKERT A: *Untersuchungen zur Pharmakokinetik und relativen Bioverfügbarkeit von α -Pinen, 1,8 Cineol und Menthol nach dermalen, inhalativer und peroraler Applikation ätherischer Öle*; Shaker-Verlag, Aachen, 1999.

LORD H, PAWLISZYN J (2000). Evolution of solid-phase microextraction technology: *Journal of Chromatography B*, 2000: 885, 153-193

ROOD D: *The Troubleshooting and Maintenance Guide for Gas Chromatographers*; Wiley-VCH, Weinheim, 2007; 3-6, 105-109, 181, 251-252

WANG S, CHEN Y, GAO Z, XIONG M, ZHONG Z, YE L (2007). Gas chromatographic-mass spectrometric analysis of d-limonene in human plasma: *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, 2007: 44, 1095-1099

KAPITEL IX

9. ANHANG

CURRICULUM VITAE

PERSÖNLICHE DATEN

Name:	<i>Katharina Oedendorfer</i>
Adresse/Kontakt:	Schulgasse 8 2721 Bad Fischau-Brunn kpiribauer@yahoo.de
Geburtsdaten:	12. Mai 1984
Staatsbürgerschaft:	Österreich

AUSBILDUNG

1990-1994	Volksschule Bad Fischau-Brunn
1994-2002	Bundesgymnasium Babenbergerring Wr. Neustadt
Seit 2002	Studium der Ernährungswissenschaften an der Universität Wien Wahlschwerpunkt: Lebensmittelproduktion und –technologie

STUDIENRELEVANTE PRAKTIKA

2006	Qualitätskontrolle Coca Cola Beverages Austria, Wien
2006	Mitarbeit im Rahmen des Projekts „NutritionDay in European Hospitals“ AKE, Wien
2007	Qualitätskontrolle Coca Cola Beverages Austria, Wien
2008	Qualitätskontrolle Coca Cola Beverages Austria, Wien
2008	Kooperation zur Erstellung des „Saisonkalender für Obst und Gemüse“ REWE Austria Group, Wr. Neudorf

POSTERPRÄSENTATIONEN

2009	Friedl S.M., <u>Oedendorfer K</u> , Reznicek G, Heuberger E. <i>Quantification of (–)-Linalool in Human Blood by GC-MS. A Pilot Study</i> , 40 th International Symposium on Essential Oils (ISEO), Savigliano (Italien)
------	---

WEITERE QUALIFIKATIONEN

Sprachkenntnisse:	Englisch, Französisch Business English Certificate 2, University of Cambridge Rhetorikseminar, T.A.S.K. Wien
EDV:	MS Office