

Diss. Nr. 5289

**Beitrag zur Curie-Punkt-Pyrolyse/Massenspektrometrie
organischer Verbindungen**

ABHANDLUNG

zur Erlangung

des Titels eines Doktors der technischen Wissenschaften

der

**EIDGENÖSSISCHEN TECHNISCHEN HOCHSCHULE
ZÜRICH**

vorgelegt von

CHRISTIAN ULRICH OERTLI

Dipl. Chem. ETH

geboren am 27. Oktober 1944

von Zürich und Ossingen (Kt. Zürich)

Angenommen auf Antrag von

Prof. Dr. W. Simon, Referent

PD Dr. Seibl, Korreferent

Juris Druck + Verlag Zürich

1974

8. ZUSAMMENFASSUNG

- Die Verwendung von innenbeschichteten Hohlzylindern in der Curie-Punkt-Pyrolyse verbessert gegenüber der Verwendung von aussenbeschichteten Drähten die Ausbeute an Pyrolyseprodukten von etwa 50 auf 90 - 100%. Diese Ausbeute an Pyrolyseprodukten bleibt im Gegensatz zu derjenigen mit Drähten im Probemengenbereich von 1 bis 100 µg unverändert.
- Eine einfache Modifikation eines HF-Generators ermöglicht es, mit einem HF-Puls (1.5 kW) einen ferromagnetischen Hohlzylinder (Länge: 15 mm, i.D.: 1.5 mm, Wandstärke 7%) in 60 msec von Raumtemperatur auf 760°C zu erwärmen und auf dieser Temperatur zu stabilisieren.
- Die Konstruktion einer Pyrolysekammer mit Schleuse erlaubt es, Probenmengen von 1 µg und weniger im Hochvakuum der Ionenquelle eines MS derart zu pyrolysieren, dass Pyrolysemassenspektren mit einem Verhältnis Signal/Rauschen erhalten werden, das eine adäquate Interpretation zulässt.
- Das Massenspektrum der Pyrolyseprodukte im Hochvakuum (Pyrolysemassenspektrum) zeigt Fragmente, die sich direkt aus der Struktur der Ausgangsverbindung ableiten lassen. Im Vergleich zur Pyrolyse bei Normaldruck sind diese Pyrolyseprodukte vielfältiger und störende Rekombinationsreaktionen sind praktisch nicht vorhanden.