



Doctoral Thesis

## **Beitrag zur strukturanalytischen Erfassung von Silylverbindungen mittels direkter instrumenteller Kopplung der Gas-Chromatographie mit der Massenspektrometrie**

**Author(s):**

Steiner, Hans

**Publication Date:**

1970

**Permanent Link:**

<https://doi.org/10.3929/ethz-a-000144188> →

**Rights / License:**

[In Copyright - Non-Commercial Use Permitted](#) →

This page was generated automatically upon download from the [ETH Zurich Research Collection](#). For more information please consult the [Terms of use](#).

**Diss. Nr. 4569**

**BEITRAG ZUR STRUKTURANALYTISCHEN  
ERFASSUNG VON SILYLVERBINDUNGEN MITTELS  
DIREKTER INSTRUMENTELLER KOPPLUNG DER  
GAS-CHROMATOGRAPHIE MIT DER  
MASSENSPEKTROMETRIE**

ABHANDLUNG

zur Erlangung der Würde eines Doktors der Naturwissenschaften  
der  
EIDGENÖSSISCHEN TECHNISCHEN HOCHSCHULE  
ZÜRICH

vorgelegt von

**HANS STEINER**  
dipl. Naturwissenschaftler ETH  
geboren am 23. Mai 1939  
von Neftenbach (Kt. Zürich)

Angenommen auf Antrag von  
Prof. Dr. W. Simon, Referent  
P.-D. Dr. J. Seibl, Korreferent

Juris Druck + Verlag Zürich  
1970

## 8. ZUSAMMENFASSUNG

1. Eine höher siedende Fraktion des Zigarettenrauchkondensats wurde in der instrumentellen Kopplung GC/MS untersucht. 55 Hauptkomponenten wurden identifiziert und von 203 Nebenkomponten wurde das Molekulargewicht erhalten.
2. Eine silylierte Probe höher siedenden Zigarettenrauchkodensats wurde im Vorversuch in der GC/MS-Kopplung untersucht und die Hauptkomponenten identifiziert. Es werden Modifikationen vorgeschlagen, wie dieses neue Verfahren praktisch brauchbar gemacht werden könnte.
3. a) Die Vielfalt der Silylierungsmethoden wurde in einer Uebersicht in tabellarischer Form zusammengefasst.  
b) Die in der einschlägigen Literatur verfügbaren strukturanalytischen Informationen wurden geordnet und im Sinne einer Interpretationshilfe zusammengestellt.
4. Als ideale Silylierungsmethode im Mikromasstab für Probleme wie dasjenige der Zigarettenrauchanalyse wurde eine Matrix-Silylierung vorgeschlagen, welche sich für die in situ-Silylierung von Gemischen eignet und den Vorteil hat, keine Nebenprodukte zu liefern. Einige Möglichkeiten zur Herstellung wurden getestet. Am günstigsten scheint eine Entwicklung in Richtung Biogel-Matrix zu sein.
5. Eine Reihe von Verbindungstypen wurde silyliert und in der GC/MS-Kopplung, sowie separat gas-chromatographisch und massenspektrometrisch untersucht. Ihre Massenspektren wurden eingehend studiert und diskutiert und strukturanalytisch brauchbare Zerfallsregeln abgeleitet.
6. Im Zuge dieser auf Strukturanalyse ausgerichteten Untersuchungen ergaben sich eine Reihe neuer Befunde über die Reaktivität von Ionen in der Gasphase.  
a) Siliciumanaloga der bei Kohlenwasserstoffen postulierten protonierten Cyclopropane wurden gefunden und alternative Formulierungen vorgeschlagen.  
b) Neue Si-Umlagerungen, Ionen-Molekülreaktionen und Reaktionen doppelt geladener Ionen wurden entdeckt und interpretiert.
7. Silylierte Amide wurden als O-Silylverbindungen identifiziert.