

# Lösung von Beispiel Z 05

## 1. IR Spektrum:

> 3600 cm <sup>-1</sup>	Spur Wasser
3400 cm <sup>-1</sup>	O–H verbrückt oder N–H (?)
≈ 3000 cm <sup>-1</sup>	C–H
2450 cm <sup>-1</sup>	N–H (? ev. Ammonium)

Sonst wenig Information; Kein Aromat, keine Dreifachbindung

## 2. Massenspektrum:

ESI-MS Spektrum mit Fragmenten aus MS/MS

$m/z = 186 = M^+$  oder  $[M+H]^+$  i.O.

$187 \approx 12\% \Rightarrow$  ca. 11 C (ungenau....)

$\Delta m = 42 \rightarrow 144$  (unspezifisch)

$\Delta m = 72 \rightarrow 114$  ?

Alle Fragmente sind geradzahlig  $\Rightarrow$  N-haltiges Molekül?  
keine erkennbare Reihe

### 3. $^{13}\text{C}$ NMR-Spektrum

$\delta$ (ppm) =	62	17	12	ppm
	X-CH <sub>2</sub>	CH <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub>	
	$\approx$ T	(T?)	$\approx$ T	Kopplung?

mindestens C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>X (zu wenig für M)

### 4. HSQC:



### 5. $^1\text{H}$ NMR-Spektrum

$\delta$ (ppm) =	3.2	1.7	1	ppm
Integral	2	2	3	
	X-CH <sub>2</sub>	CH <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub>	
Multiplizität:	5L	7L	T	

### 6. COSY



### 7. Summenformel:

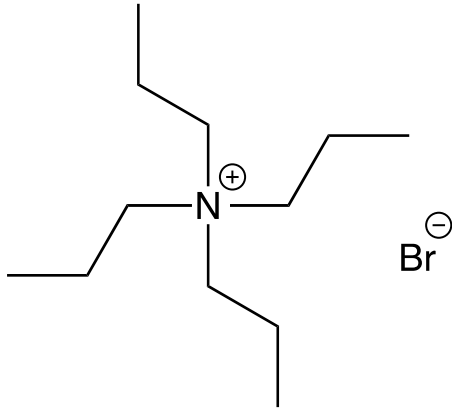
Bis jetzt nur: C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>X = 43 + m(X)

Vermutung: (C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>)<sub>a</sub>X<sub>b</sub> = 86 + 100 / 129 + 57 / 172 + 14

Idee: Kleine Triplette im  $^{13}\text{C}$  NMR von aufgelösten Kopplungen mit  $^{14}\text{N}$  (Isonitrile, Ammonium-Ionen)

=> (C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>)<sub>4</sub>N<sup>+</sup> = 172 + 14 = 186 DBE = 0

### 6. Konstitution:

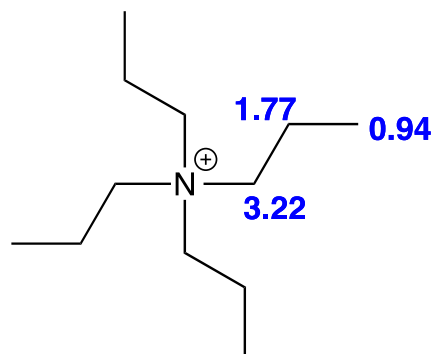
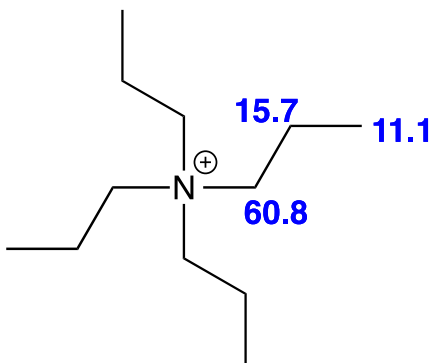


Gegenion?

Die Identität des Gegenions ( $\text{Br}^-$ ) kann nicht aus den Spektren hergeleitet werden

## 7. Verifizierung:

- Simulation der  $^{13}\text{C}$  und  $^1\text{H}$  NMR Verschiebungen:

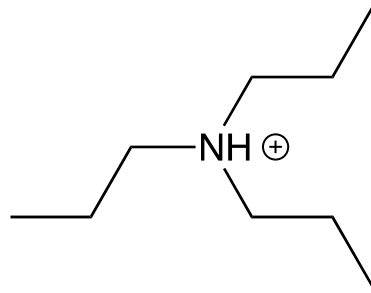


Spinsystem:  $\text{AA}'\text{MM}'\text{X}_3$

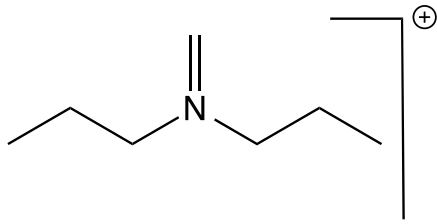
- IR-Spektrum:

3400 $\text{cm}^{-1}$	$\text{N-H}_{\text{st}}$ (Amin)
2450 $\text{cm}^{-1}$	$\text{N-H}_{\text{st}}$ (Ammonium)
1620 $\text{cm}^{-1}$	$\text{N-H}_{\text{def}}$

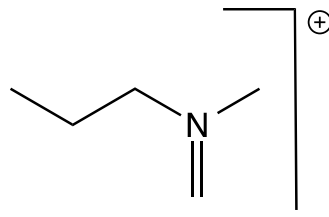
Alles Verunreinigungen!  
MS Fragmente



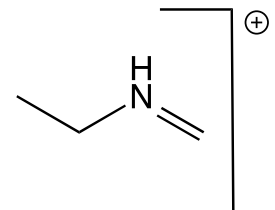
144



114



86



72