

Doxylamin

$C_{17}H_{22}N_2O$  Mol.-Gew. = 270

Antihistaminicum: u.a. enthalten in Lenotan<sup>R</sup>, Hereprine<sup>R</sup> u.a.

Extraktion aus alkal. Lösung mit u.a. Chloroform

DC

Als Fließmittel dienen (ml; Ammoniak 250 g/kg):

A Benzol/Dioxan/Ammoniak (Oberphase)	60 + 35 + 5
B Essigester/Methanol/Ammoniak	85 + 10 + 5
C Chloroform/Ethanol/Ammoniak (Unterphase)	80 + 15 + 5
D Chloroform/n-Heptan/Methanol	85 + 10 + 5
E Toluol/Ethanol/Ammoniak	80 + 20 + 1
F Chloroform/Methanol/Ammoniak	80 + 20 + 1
G Methanol/Ammoniak	100 + 1.5

Fließmittel E erwies sich am geeignetsten.

Zur *Detektion* wurden benutzt (34):

- 1 Kaliumiodoplatinat.
- 2 Dragendorff-Reagenz nach Thies & Reuther und Nachbesprühen mit einer wäßrigen, 50 g/l Eisen(III)-chlorid-Lösung.

UV

Me-OH 260 nm (Max.)

IR

700, 1431/1470/1590  $cm^{-1}$  (Clarke I, S. 755)

Schmelzpunkt

100-104 °C (Succinat)

GC/MS

EI; CI: Quadrupol; 70 eV

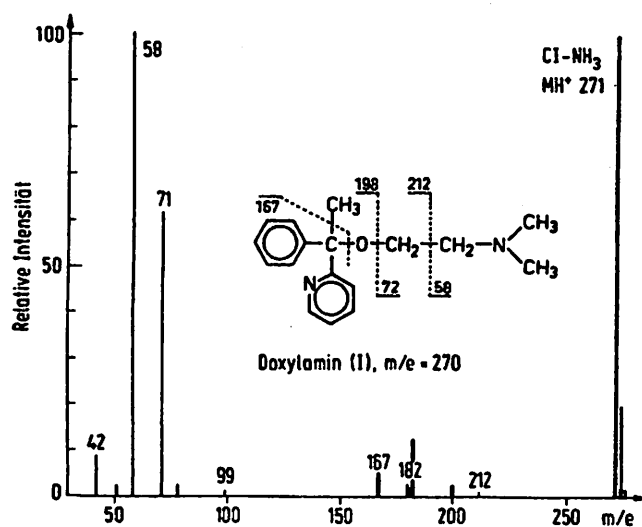
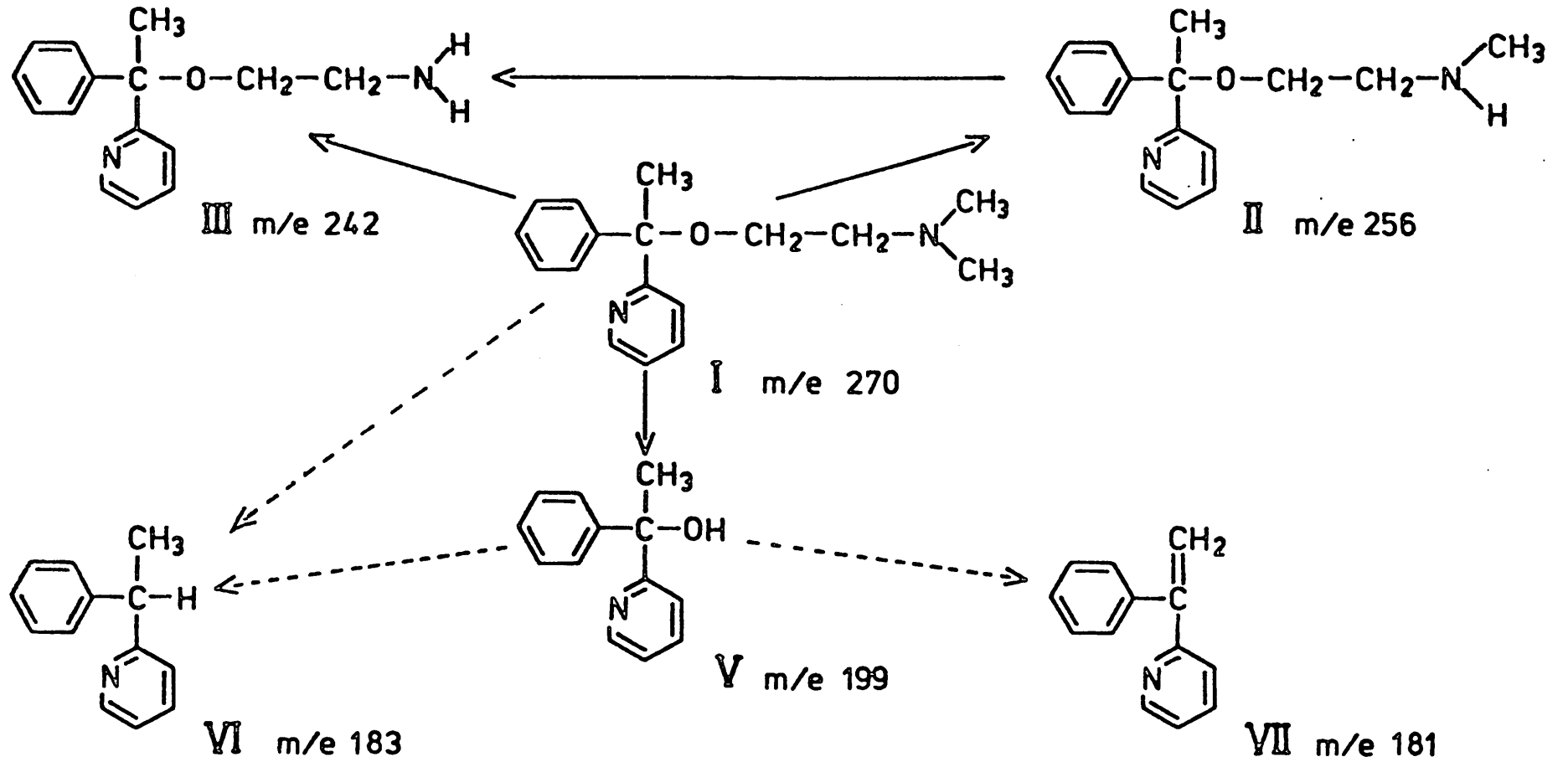


Fig. 1. EI/CI-NH<sub>3</sub>-Massenspektrum des Doxylamin (I); die Spektren sind durch unterschiedliche Strichstärken differenziert



Doxylamin



# Doxylamin

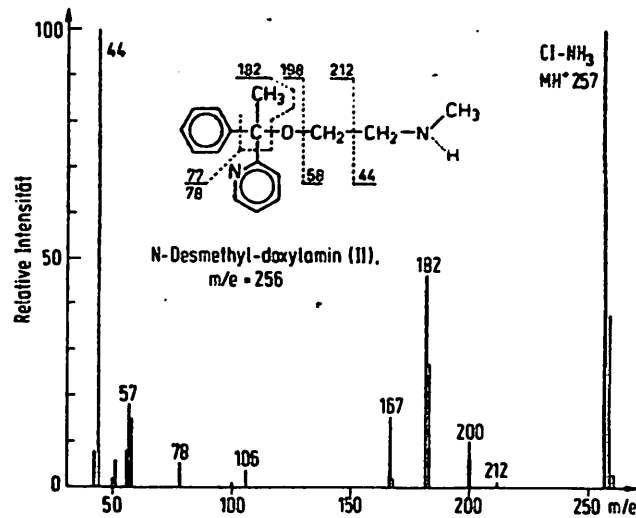


Fig. 2. EI/CI-NH<sub>3</sub>-Massenspektrum des Hauptmetaboliten N-Mono-desmethyl-doxylamin (II); die Spektren sind durch unterschiedliche Strichstärken differenziert.

Tab. 1. Die massenspektrometrischen Kenndaten (EI/CI) der nachgewiesenen Verbindungen.

Verbindung	<i>M<sub>r</sub></i>	<i>EI</i>	Reaktandgas	<i>CI</i>
	Summenformel	Molekülion; starke Ionen (m/e; % rel. Int.)		Quasimolekülion; starke Ionen (m/e; % rel. Int.)
III	242	Bis-trimethylsilyl-Derivat (CI-NH <sub>3</sub> ) 405 (8); 372 (100); 184 (3)	NH <sub>3</sub>	243 (10); 200 (15); 184 (100); 155 (2)
	C <sub>15</sub> H <sub>18</sub> N <sub>2</sub> O		<i>iso</i> -Butan	243 (40); 171 (5); 114 (100); 85 (79)
IV	284	198 (18); 182 (62); 167 (50); 152 (4); 135 (6); 86 (100); 78 (24); 72 (17); 58 (36)	NH <sub>3</sub>	285 (78); 184 (100); 104 (82)
	C <sub>17</sub> H <sub>20</sub> N <sub>2</sub> O <sub>2</sub>		<i>iso</i> -Butan	285 (100); 180 (48); 104 (70)
V	199	199 (48); 182 (37); 167 (3); 156 (10); 122 (27); 105 (18); 79 (58); 51 (34); 43 (100)	NH <sub>3</sub>	200 (70); 184 (60); 182 (100); 122 (38)
	C <sub>13</sub> H <sub>13</sub> NO		<i>iso</i> -Butan	200 (100); 182 (70); 167 (2)
VI	183	183 (42); 182 (100); 167 (54); 106 (24); 77 (38); 51 (42)	NH <sub>3</sub>	184 (100); 108 (4)
	C <sub>13</sub> H <sub>13</sub> N		Methan	184 (100); 212 (20); 106 (5)
VII	181	181 (24); 180 (100); 152 (8); 103 (3); 77 (15); 63 (2); 51 (20)	NH <sub>3</sub>	182 (100); 108 (6)
	C <sub>13</sub> H <sub>11</sub> N		Methan	182 (100); 210 (15); 167 (3); 106 u. 79 (2)

Literatur: Gielisdorf/Schubert, J. Clin. Chem. Clin. Biochem. 19, 485 (1981)

GIELSDORF 1981