

# Tetracyclinhydrochlorid

Tetracyclini hydrochloridum

(Ph. Eur. 11.0)

**Löslichkeit:** Löslich in Wasser, schwer löslich in Ethanol (96% V/V), praktisch unlöslich in Aceton. Die Substanz löst sich in Alkalihydroxid- und Alkalicarbonat-Lösungen. Beim Stehenlassen entsteht eine Trübung durch sich abscheidendes Tetracyclin.

Zur Prüfung erforderlich:

- ▶ Identität: Ca. 27 mg.
- ▶ Qualitätssicherung: Ca. 1,1 g.

## Identität

### 1. Organoleptik

Gelbes, kristallines Pulver.

### 2. Dünnschichtchromatographie (Ph. Eur. 11.0)

**Octadecylsilyliertes Kieselgel F<sub>254</sub>.**

**Untersuchungslösung:** 5 mg Substanz in Methanol zu 10 ml lösen.

**Referenzlösung a:** 5 mg authentische Substanz in Methanol zu 10 ml lösen.

**Referenzlösung b:** 5 mg authentische Substanz, 5 mg Demeclocyclinhydrochlorid und 5 mg Oxytetracyclinhydrochlorid in Methanol zu 10 ml lösen.

**Aufzutragende Menge:** Je 1 µl.

**Fließmittel:** Acetonitril – Methanol – Oxalsäure-Lösung (6,3 % m/V, mit konz. Ammoniak-Lösung (25% m/m) auf pH 2 einstellen) (1+1+3).

**Laufhöhe:** 15 cm.

**Laufzeit:** Ca. 20 min.

- ▶ Fließmittel abdunsten
- ▶ Detektion im UV-Licht (254 nm).

*Der Hauptfleck der Untersuchungslösung entspricht in Farbe, Lage und Größe dem Fleck der Referenzlösung (a). Die drei Substanzen der Referenzlösung (b) wurden deutlich voneinander getrennt.*

**3. Reaktionen** (Ph. Eur. 11.0, DAC 2020 A1)**A.**

▶ 2 mg Substanz in 5 ml konz. Schwefelsäure (96% m/m) lösen *Violettfärbung.*

▶ Lösung in 2,5 ml Wasser eingießen. *Gelbfärbung.*

**B.**

▶ 20 mg Substanz in 2 ml Wasser lösen

▶ Mit 0,1 ml verdünnter Salpetersäure (12,5% m/V) versetzen

▶ 0,4 ml Silbernitrat-Lösung (4,25% m/V) zugeben

▶ Umschütteln und stehen lassen

*Weißer, sich zusammenballender Niederschlag.*

▶ Niederschlag abfiltrieren

▶ Dreimal mit je 1 ml Wasser waschen

▶ In 2 ml Wasser suspendieren

▶ 1,5 ml Ammoniak-Lösung (17% m/V) zugeben.

*Der Niederschlag löst sich leicht, wobei sich einige größere Partikel evtl. nur langsam lösen.*

## Einige Untersuchungen zur Qualitätssicherung

---

**1. Reinheit** (Ph. Eur. 11.0)**A. pH-Wert:**

▶ 0,1 g Substanz in 10 ml aufgekochtem und wieder abgekühltem Wasser lösen *Der pH-Wert muss zwischen 1,8 und 2,8 liegen.*

▶ Mit Universalindikatorpapier den pH-Wert bestimmen.

**B. Trocknungsverlust:**

▶ Ca. 1,000 g Substanz, genau gewogen, bei 60 °C 3 h lang bei höchstens 0,7 kPa trocknen. *Der Trocknungsverlust darf höchstens 2,0% betragen.*

---

**2. Weitere Prüfungen** (Ph. Eur. 11.0)

**In der Apotheke durchführbar:** Sulfatasche.

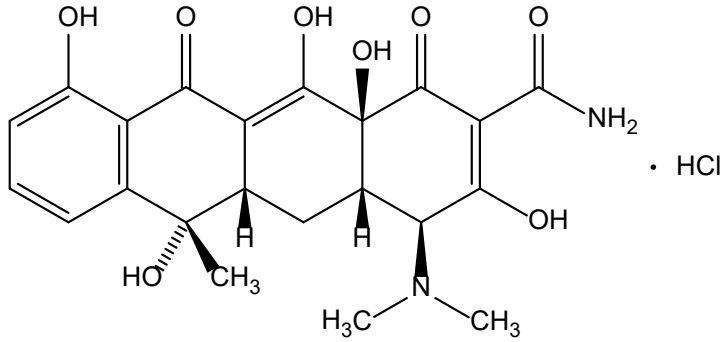
**Des Weiteren:** Spezifische Drehung, Verwandte Substanzen (Flüssigchromatographie), Bakterien-Endotoxine (bei Tetracyclinhydrochlorid zur Herstellung von Parenteralia), Gehaltsbestimmung (Flüssigchromatographie).

## Charakterisierung

---

Tetracyclinhydrochlorid

(4S,4aS,5aS,6S,12aS)-4-(Dimethylamino)-3,6,10,12,12a-pentahydroxy-6-methyl-1,11-dioxo-1,4,4a,5,5a,6,11,12a-octahydrotetracen-2-carboxamid-hydrochlorid



$C_{22}H_{25}ClN_2O_8$

$M_r = 480,9$

Antibiotikum

---

# Dronabinol

(DAC 2021)

Dronabinolum  
 $\Delta^9$ -Tetrahydrocannabinol  
 $\Delta^9$ -THC

---

**Löslichkeit:** Praktisch unlöslich in Wasser, leicht löslich in Ethanol (96% V/V) und Glycerol (85% m/m), löslich in fetten Ölen.

- ▶ Zur Prüfung erforderlich:
- ▶ Identität: Ca. 3 mg.

## Identität

---

### 1. Organoleptik

Fast farblose bis hellgelbe, ölige Flüssigkeit, an der Oberfläche evtl. blassviolett, oder harzartige, hellgelbe Masse.

---

### 2. Dünnschichtchromatographie (DAC 2021, DAC 2021 AI)

**Kieselgel (F<sub>254</sub>).**

**Untersuchungslösung:** 2 mg Substanz in 2 ml Methanol.

**Referenzlösung:** 2 mg authentische Substanz in 2 ml Methanol.

**Aufzutragende Menge:** Je 2 µl.

**Fließmittel:** Petrolether – *tert*-Butylmethylether (80 + 20).

**Laufhöhe:** 6 cm.

**Laufzeit:** Ca. 15 min

- ▶ Fließmittel abdunsten
- ▶ Mit Vanillin-Reagenz (RV) besprühen.

*Die Chromatogramme der Untersuchungslösung und der Referenzlösung zeigen violettrote Flecken mit gleicher Intensität und gleichem R<sub>f</sub>-Wert.*

---

### 3. Reaktion (DAC 2013)

- ▶ 10 mg Dimethylaminobenzaldehyd mit 1 ml konzentrierter Schwefelsäure (96% m/m) mischen
- ▶ 1 mg Substanz zugeben.

*Bräunlich rote Färbung.*

---

### 4. Weitere Prüfungen (DAC 2021)

**In der Apotheke durchführbar:** Keine

**Des Weiteren:** IR-Absorptionsspektrum, verwandte Substanzen (Flüssigchromatographie), Gehaltsbestimmung (Flüssigchromatographie).