**磷酸氯喹片有关物质项目检验方法**

【检查】有关物质

**照高效液相色谱法（通则0512）测定**

**供试品溶液** 取磷酸氯喹100mg置50ml量瓶中，加流动相溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤，作为供试品溶液，避光保存。

**对照品溶液** 取磷酸氯喹对照品约20mg，精密称定，置100ml量瓶中，加流动相溶解并稀释至刻度，摇匀，精密量取5ml置50ml量瓶中，加流动相溶解并稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶液。

**系统适用性溶液** 精密称取硫酸羟氯喹10mg置100ml量瓶中，加流动相溶解并稀释至刻度，摇匀，作为硫酸羟氯喹储备溶液。称取磷酸氯喹对照品15mg，置50ml量瓶中，加硫酸羟氯喹储备溶液1ml，加流动相稀释至刻度，摇匀，作为系统适用性溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（Kromasil 100-5-C18或waters symmetry C18（250\*4.6mm，5μm）），以1.4g/L无水磷酸氢二钠溶液，用磷酸调pH至3.0为流动相A；0.4%三乙胺甲醇溶液为流动相B；A:B（35:65）为流动相；柱温50℃，检测波长260nm；进样体积20μL。

**系统适用性要求** 系统适用性溶液中，硫酸羟氯喹与去乙基磷酸氯喹、磷酸氯喹与相邻杂质峰分离度应满足要求。

**测定法** 精密量取供试品溶液与对照品溶液，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。供试品溶液中如有杂质峰，已知杂质按主成分外标法以校正后的峰面积（乘以校正因子）计算，其他单个杂质按主成分外标法计算。

表1 各已知杂质相对保留时间及校正因子

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 杂质名称 | 相对保留时间 | 校正因子 |
| 苯酚 | 0.21-0.23 | 3.4501 |
| 磷酸氯喹杂质G | 0.27-0.28 | 0.8664 |
| 硫酸羟氯喹 | 0.42-0.45 | 0.8359 |
| 去乙基磷酸氯喹 | 0.50 | 0.5778 |
| 磷酸氯喹杂质C | 0.60-0.62 | 1 |
| 磷酸氯喹杂质A | 0.88-0.90 | 1.9882 |
| 磷酸氯喹杂质E | 1.68-1.72 | 1.8387 |
| 其他单个未知杂质 | ---- | 1 |