

מזמין הדוח: נ.ל.ס דיאט בע"מ | The123

דרך עדן 9 ראשון לציון

13/08/2020

תאריך:

דוח אנליטי לבדיקת ריכוז גלברדין וגלציריזין

1. מטרת הבדיקה : קביעת ריכוז חומצה גליצרזינית וקביעת ריכוז הגלברדין
2. תאריך ביצוע הבדיקה : אוגוסט 2020
3. הדוגמה הנבדקת : קפסולות בבקבוק אטום עליו רשום "ליקוריץ פלוס 123", ת. תוקף 08/23, מ. אצווה B040820
4. מבצע האנליזה : סעיד מחמוד – כימאי אנליטיקאי

מעבדות
המכללה האקדמית
תל חי

דוגמה מספר 1 – פריט שהתקבל באריזה מקורית וסגורה

נתוני הדוגמה :

1. קפסולות בבקבוק אטום עליו רשום "ליקוריץ פלוס 123", ת. תוקף 08/23, מ. אצווה B040820



שיטת הבדיקה:

גלברידין מסיס טוב במתנול וחומצה גליצריזינית מסיסה טוב במים. לכן המצויים נעשו בהתאם.

אצווה מס' B040820- דוגמת מיצוי גלברידין במתנול.

אצווה מס' B040820 – דוגמת מיצוי חומצה גליצריזינית במים.

דגימה של 100 מ"ג הוכנסו ל- 10 מ"ל ממש (מתנול עבור גלברידין ומים עבור חומצה גליצריזינית)

הדוגמאות עברו ערבוב וטלטול במשך שעתיים, סינון, מיהול פי 50 והזרקה ל LCMS

התוצאות לפי בדיקה אחת ללא חזרות

פירוט השיטה אנליטית :

HPLC conditions

The samples were injected (5 μ L) into UHPLC connected to a photodiode array detector (Dionex Ultimate 3000), with a reverse-phase column (Ace Excel, 100*3 mm, 1.7 μ m). The mobile phase consisted of (A) DDW with 1mM ammonium acetate and (B) Methanol containing 1mM ammonium acetate. The gradient was started with 40% B and kept isocratic for 2 min, then increased to 80% B in 8 min, then increased to 90% B in 2 minutes, and then kept isocratic for 5 min before returning to 40% B in 1 min and column was allowed to equilibrate at 40% B for 4 min before the next injection. The flow rate was 0.4 mL/min. column temperature was 35C.

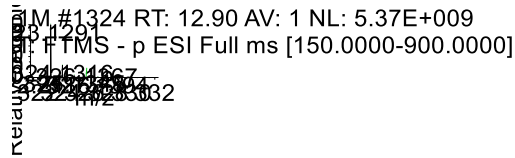
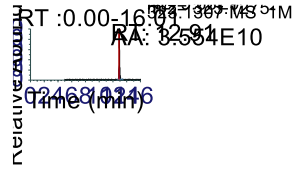
LC/MS analysis

MS¹ and MS² analysis performed with Heated Electrospray ionization (HESI-II) source connected to a Q Exactive™ Plus Hybrid Quadrupole-Orbitrap™ Mass Spectrometer Thermo Scientific™. ESI capillary voltage was set to 3500 V, capillary temperature to 350C°, gas temperature to 250C° and Nitrogen gas flow to 35 mL/min. The mass spectra (m/z 150–900) were acquired using negative ion mode

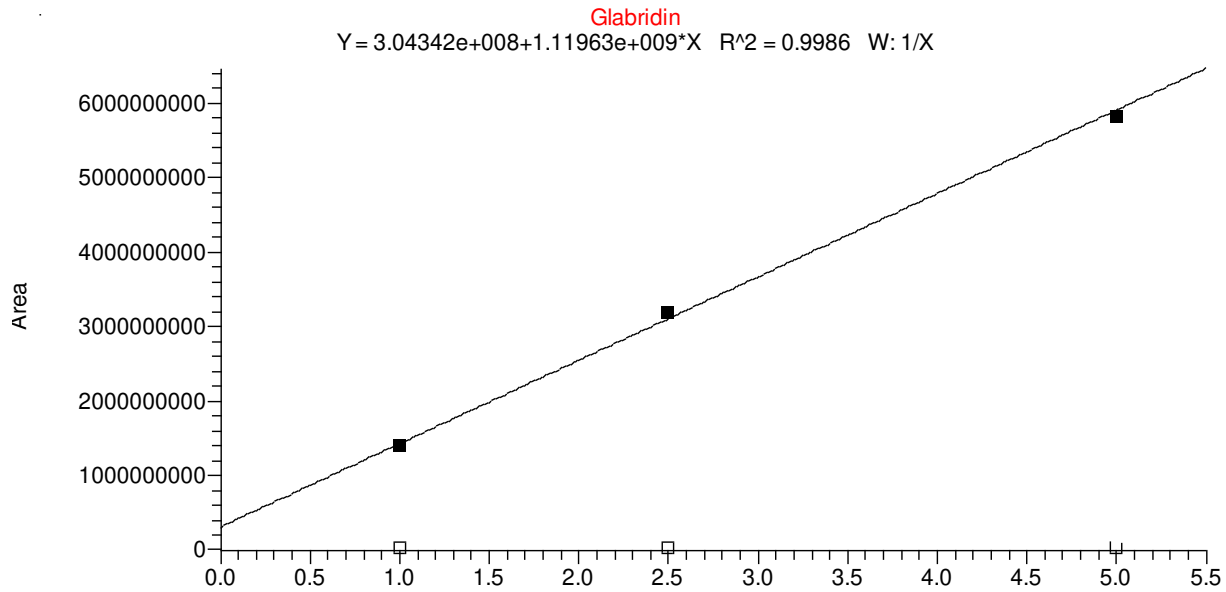
Data preprocessing

Peak determination, peak area integration, removing blank peaks, compound identification applied using Qn™ software.

תוצאת עבור Glabridin:



איור 1: כרומטוגרמה וספקטרום מסות של החומר Glabridin

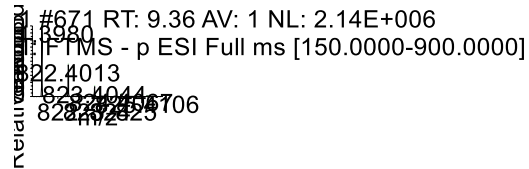
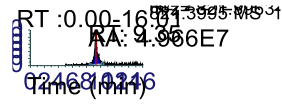


איור 2: עקום כיוול Glabridin

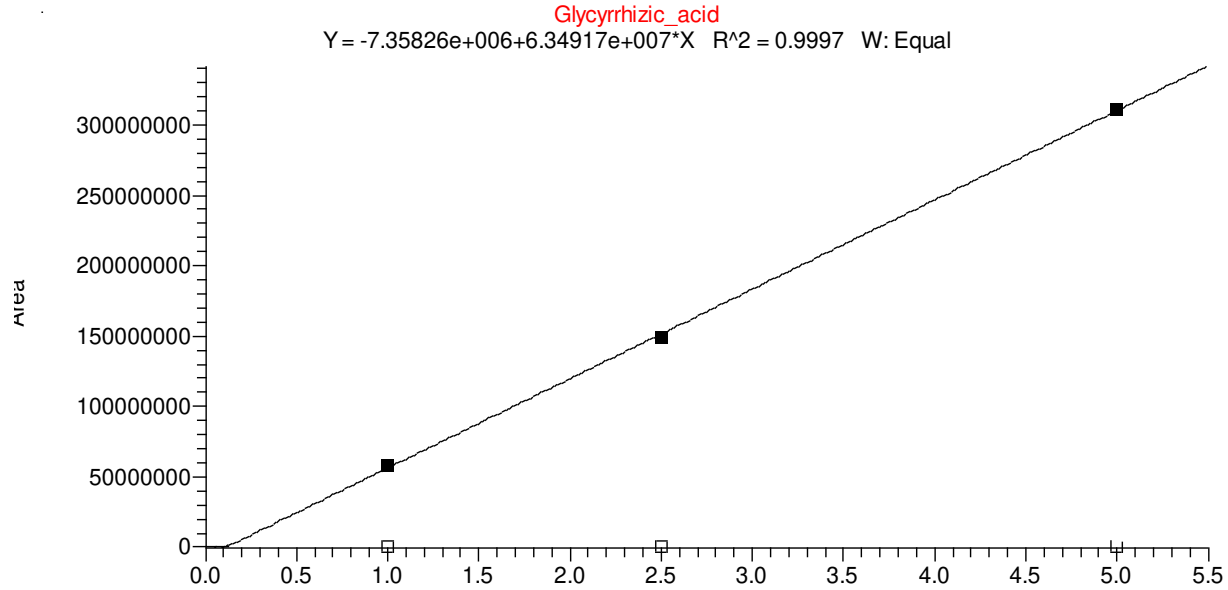
תוצאות:

טבלה 1: ריכוז החומר Glabridin

שם דוגמה	שטח פיק	ריכוז בתמצית (PPM)	ריכוז (%) בדוגמה (mg/100mg)
Glabridin	3898019592	3.210	3.210



איור 3: כרומטוגרמה וספקטרום מסות של החומר Glycyrrhizic acid בדוגמת סטנדרט בריכוז 1ppm



איור 4: עקום כיוול Glycyrrhizic acid

טבלה 1: ריכוז החומר Glycyrrhizic acid

שם דוגמה	שטח פיק	ריכוז בתמצית (PPM)	ריכוז (%) בדוגמה (mg/100mg)
Glycyrrhithinic	501896	0.124	ND*
Blank	498215	0.124	ND*

ND* - Not Detected

הערות:

התוצאות בגרמים לכמוסה:

אצווה מספר B040820
0.015087

סה"כ גלברדין בכמוסה – 15.087 מ"ג

סה"כ חומצה גליציריזינית בכמוסה – Not Detected