

מזמין הדוח: נ.ל.ס דיאט בע"מ | The123

דרך עדן 9 ראשון לציון

20/10/2020

תאריך:

דוח אנליטי לבדיקת ריכוז גלברדין וגלציריזין

1. מטרת הבדיקה: קביעת ריכוז חומצה גליצריזינית וקביעת ריכוז הגלברדין
תאריך ביצוע הבדיקה: אוקטובר 2020

2. הדוגמאות הנבדקות:
* קפסולות בבקבוק אטום עליו רשום "ליקוריץ מור 123", ת. תוקף 10/23, מ. אצווה
B111020

3. 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 מור 123", ת. תוקף 10/23 , מ. אצווה B111020



שיטת הבדיקה:

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

אצווה מס' B111020- דוגמת מיצוי גלברדין במתנול

אצווה מס' B111020 – דוגמת מיצוי חומצה גליצריזינית במים

דגימה של 100 מ"ג הוכנסו ל- 10 מ"ל ממס (מתנול עבור גלברדין 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

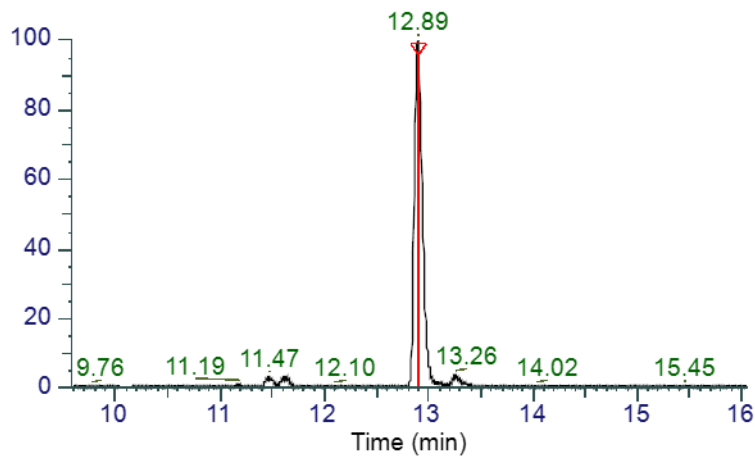
MS¹ and MS² analysis performed with Heated Electrospray ionization (HESI-II) source connected to a Q Exactive™ Plus Hybrid Quadrupole-Orbitrap™ Mass Spectrometer Thermo Scientific™. ESI capillary voltage was set to 3500 V, capillary temperature to 350C°, gas temperature to 250C° and Nitrogen gas flow 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.

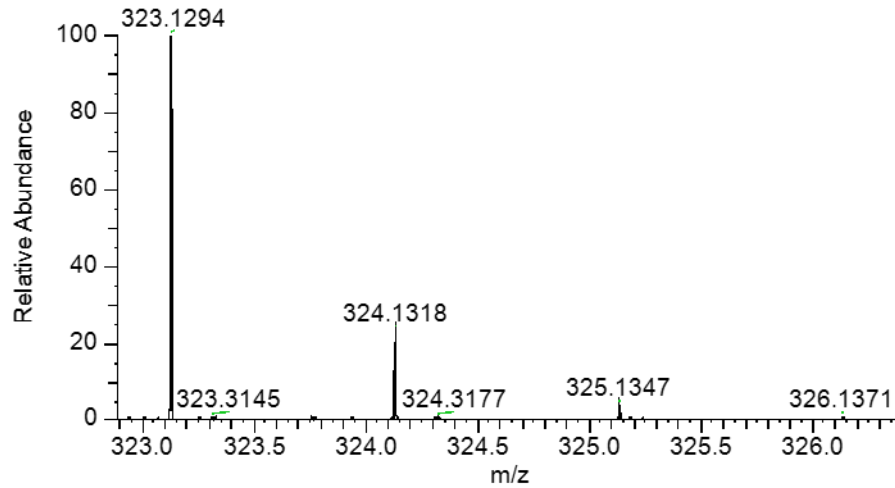
תוצאות עבור Glabridin:

RT :9.57-16.04

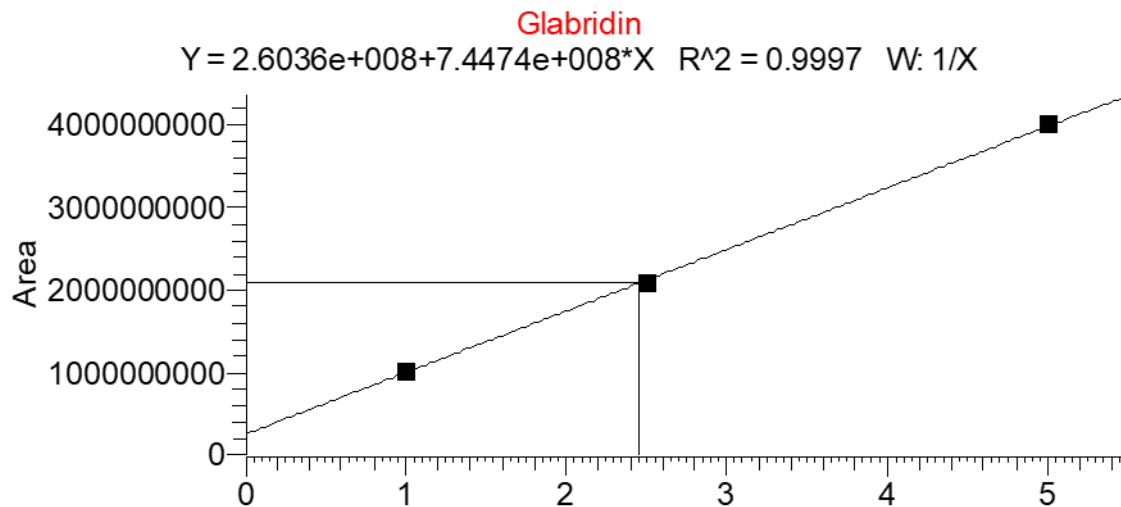


NL: 1.01E9
m/z= 323.1278-
323.1310 MS
C_G_50

C_G_50 #1807 RT: 12.89 AV: 1 NL: 9.44E+008
T: FTMS - p ESI Full ms [150.0000-900.0000]



איור 1: כרומטוגרמה וספקטרום מסות של החומר Glabridin

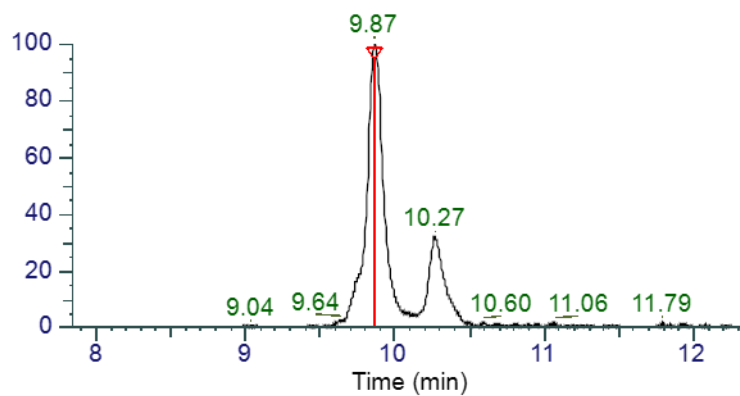


איור 2: עקום כיול Glabridin

טבלה 1: ריכוז החומר Glabridin מס' אצווה B111020

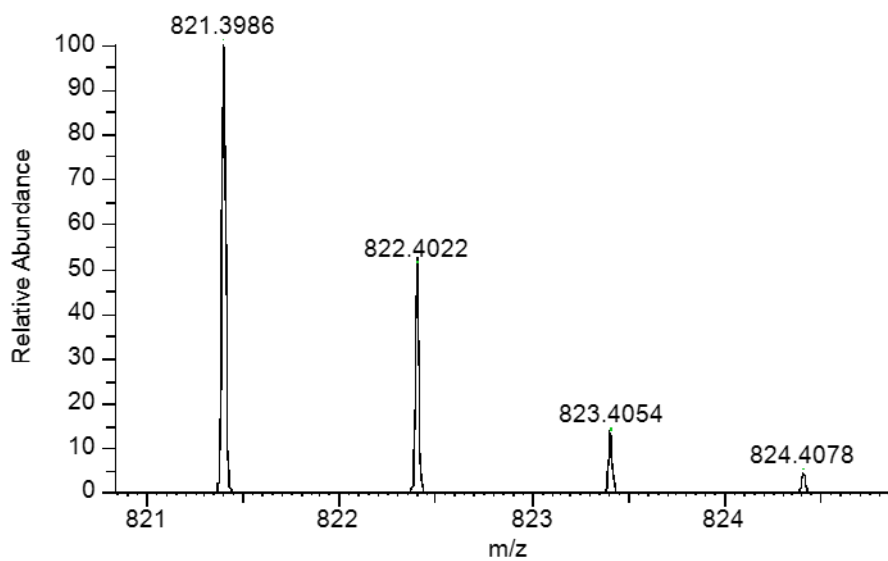
שם דוגמה	שטח פיק	ריכוז בתמצית (PPM)	מינימום גלברידין בכמוסה (מ"ג)
Licorich more	2984266114	1.742	10.04

RT :0.00-20.01 SM: 11G

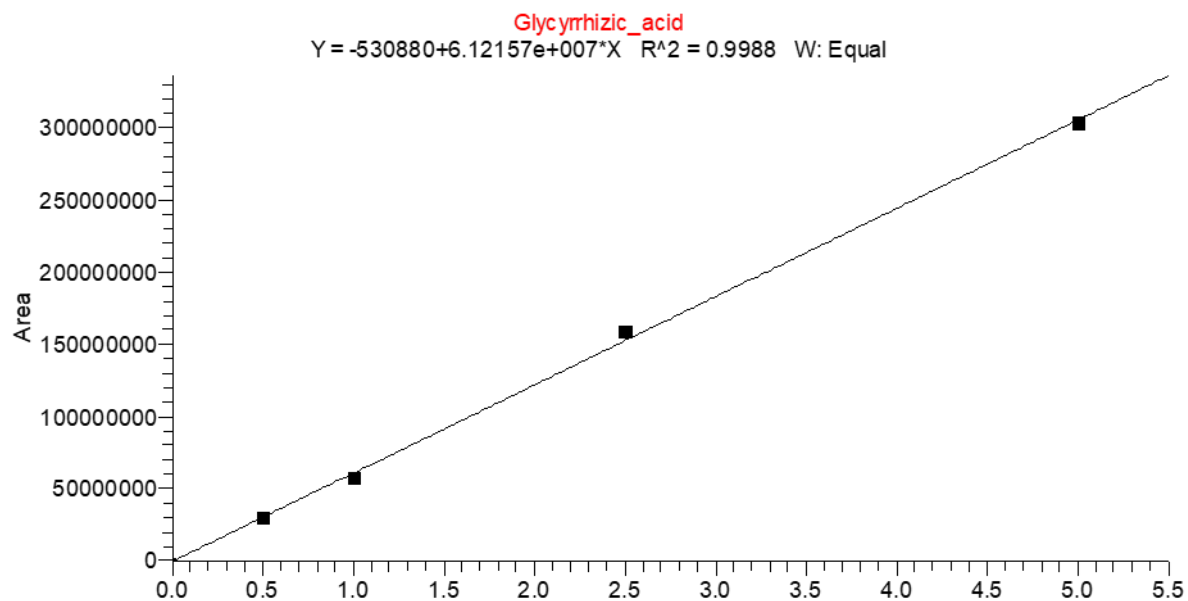


NL: 1.86E5
m/z= 821.3939-
821.4021 MS
C_A_50

C_A_50 #1193 RT: 9.87 AV: 1 NL: 1.76E+005
T: FTMS - p ESI Full ms [150.0000-900.0000]



איור 3: כרומטוגרמה וספקטרום מסות של החומר Glycyrrhizic acid



איור 4: עקום כיוול Glycyrrhizic acid

- לא זוהתה חומצה גליצריזינית בדוגמאות ולא הריכוז קטן מהריכוז של הבלנק