

נ.ל.ס דיאט בע"מ | The123

מזמין הדוח:

דרך עדן 9 ראשון לציון

23/12/2022

תאריך:

דוח אנליטי לבדיקת ריכוז גלברידין וגלציריזין

1. מטרות הבדיקה : קביעת ריכוז חומצה גליציריזינית וקביעת ריכוז הגלברידין
 2. תאריך ביצוע הבדיקה : דצמבר 2022
 3. הדוגמה הנבדקת :
- קפסולות בבקבוק אטום עליו רשום "ליקוריץ פלוס 123", ת. תוקף 11/25, מ. אצווה B271122
4. מבצע האנליזה : רון שוייצר – כימאי אנליטיקי

מעבדות
המכללה האקדמית
תל חי

דוגמה מספר 1 – פריט שהתקבל באריזה מקורית וסגורה

נתוני הדוגמה :

- קפסולות בבקבוק אטום עליו רשום "ליקוריץ פלוס 123", ת. תוקף 11/25, מ. אצווה B271122



שיטת הבדיקה:

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

אצווה מס' B271122- דוגמת מיצוי גלברידין במתנול

אצווה מס' B271122 – דוגמת מיצוי חומצה גליצריזינית במים

שלוש קפסולות נדגמו, נשקלו ללא הקפסולה ועורבבו ומתוכם נלקחה דגימה של 100 מ"ג. הדגימה הוכנסה ל- 10 מ"ל ממס (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

משקל ממוצע של 3 קפסולות – 0.42 גרם

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

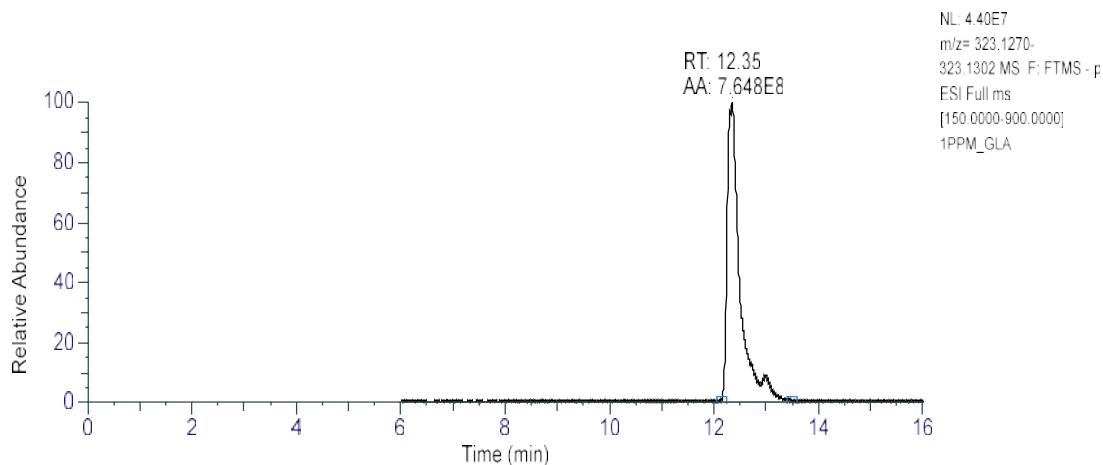
MS¹ and MS² analysis performed with Heated Electrospray ionization (HESI-II) source connected to a Q Exactive™ Plus Hybrid Quadrupole-Orbitrap™ Mass Spectrometer Thermo Scientific™. ESI capillary voltage was set to 3500 V, capillary temperature to 350C°, gas temperature to 250C° and Nitrogen gas flow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

Data preprocessing

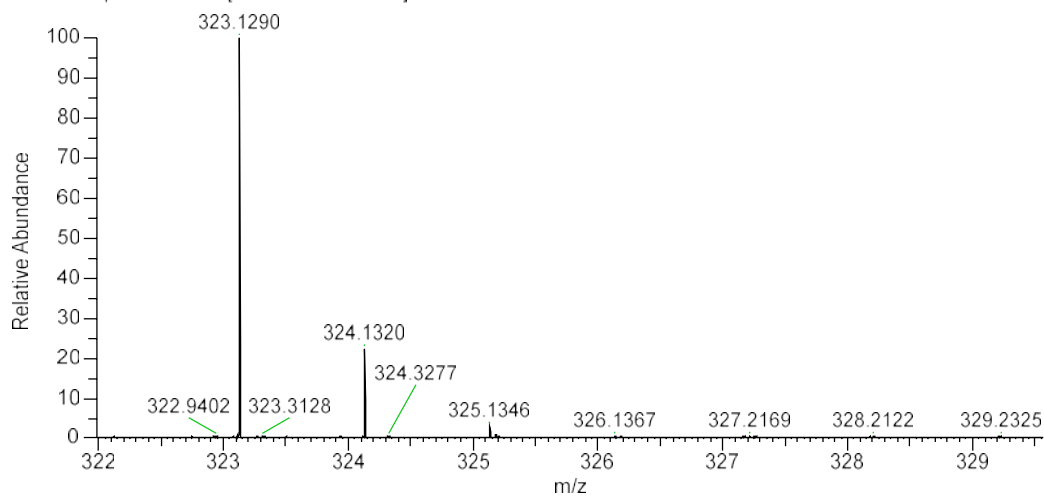
Peak determination, peak area integration, removing blank peaks, compound identification applied using Qn™ software.

תוצאות עבור Glabridin:

RT : 0.00-16.00 SM: 11G

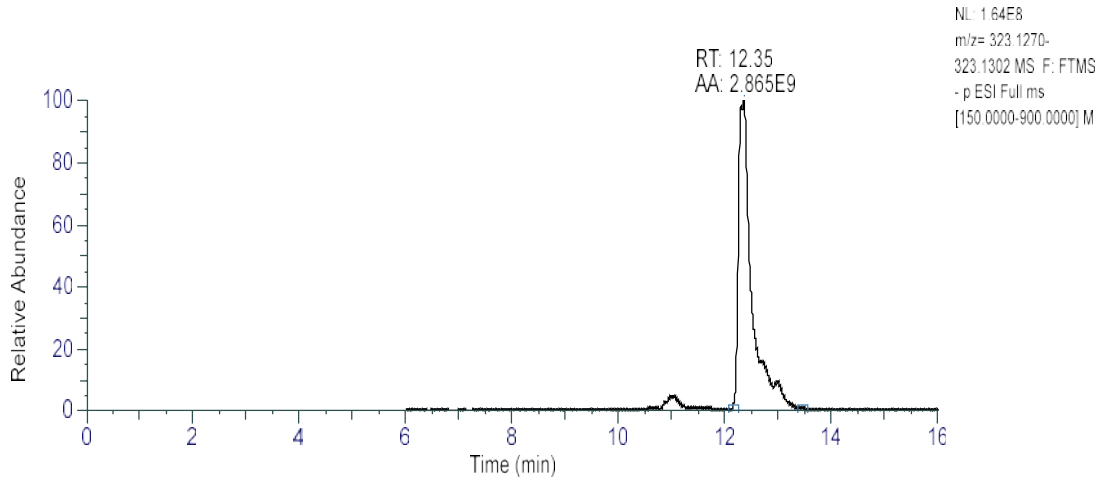


1PPM_GLA #837 RT: 12.31 AV: 1 NL: 4.36E7
T: FTMS - p ESI Full ms [150.0000-900.0000]

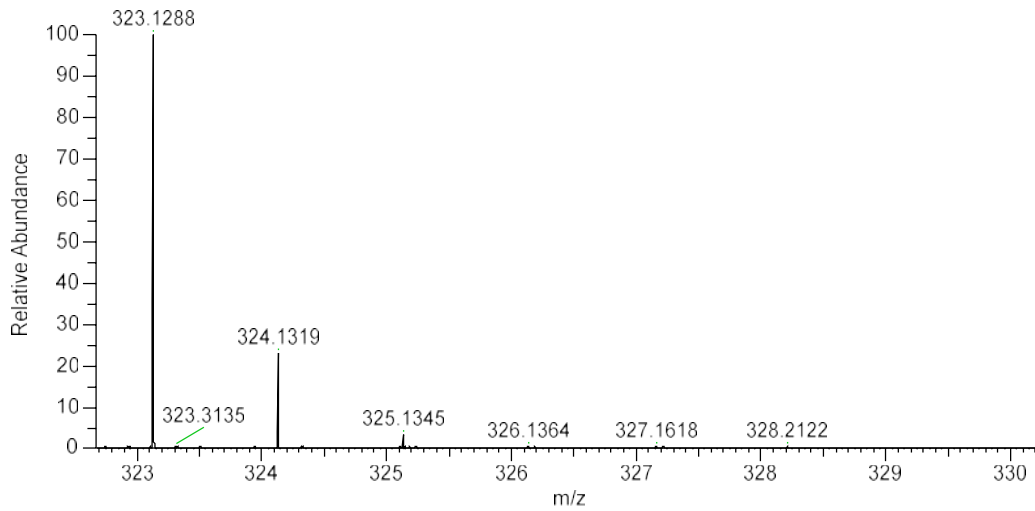


איור 1: כרומטוגרמה וספקטרום מסות של החומר Glabridin בדוגמת סטנדרט בריכוז 1ppm

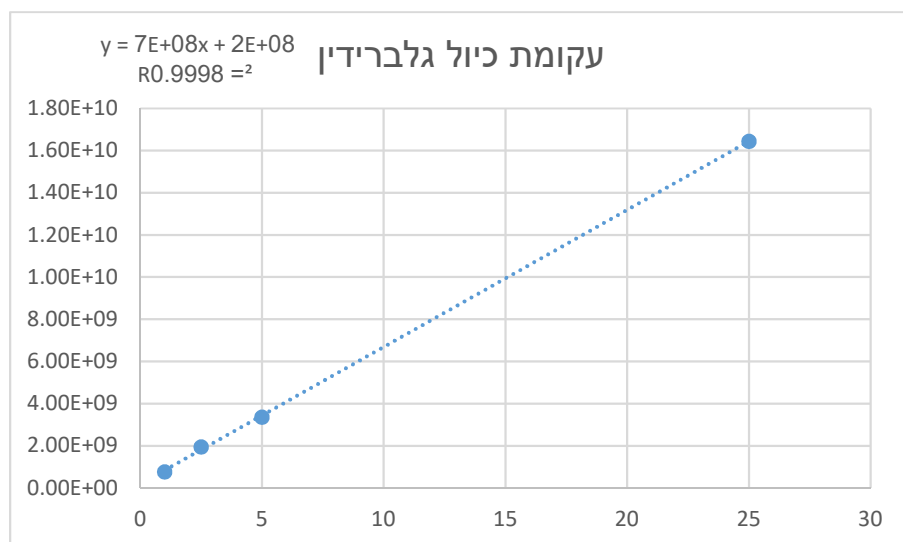
RT : 0.00-16.00 SM: 11G



M #977 RT: 12.34 AV: 1 NL: 1.53E8
T: FTMS - p ESI Full ms [150.0000-900.0000]



איור 2: כרומטוגרמה וספקטרום מסות של החומר Glabridin בדוגמה B271122



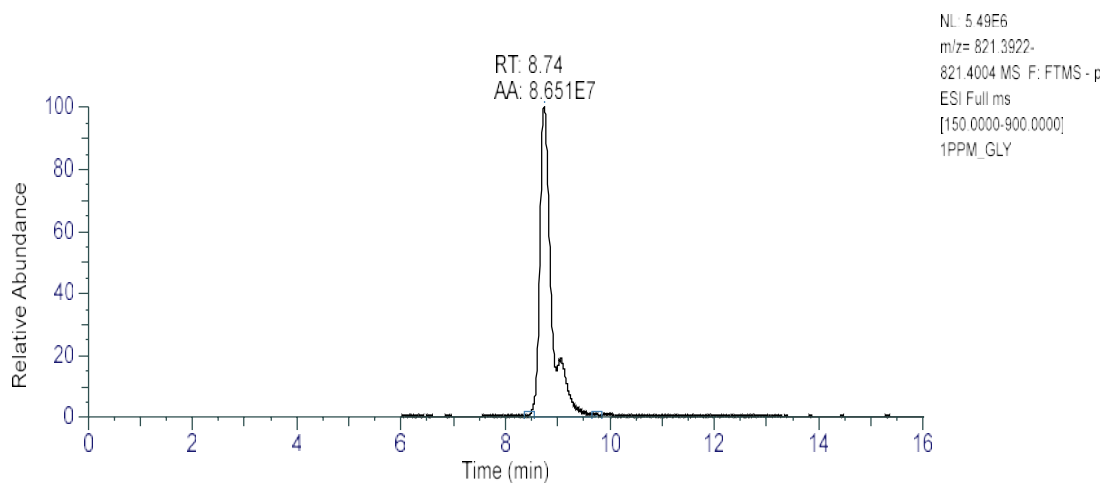
איור 3: עקום כיוול Glabridin

טבלה 1: ריכוז החומר Glabridin מס' אצווה B271122

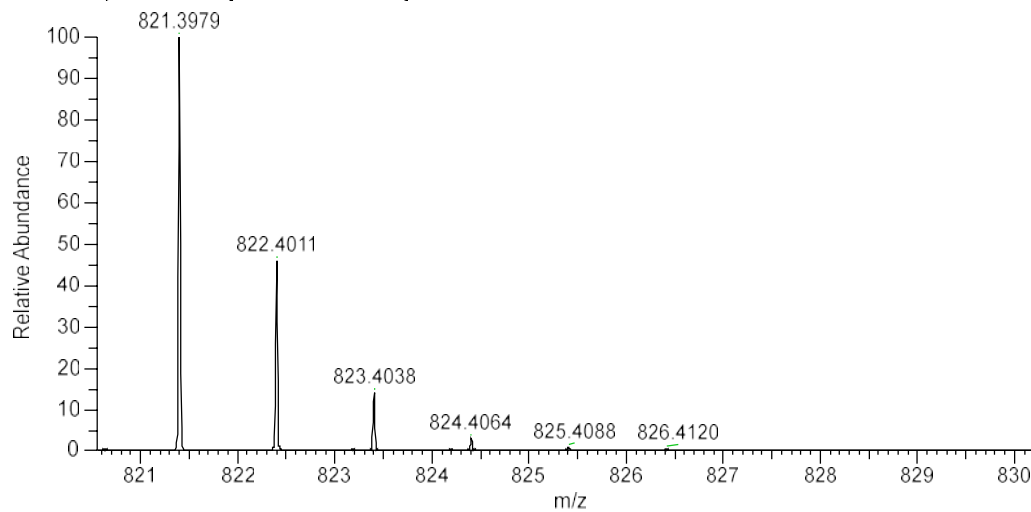
שם דוגמה	שטח פיק	ריכוז בתמצית (PPM)	מינימום מ"ג גלברידין בקפסולה
B271122	2.87E+09	3.81	7.99

תוצאות עבור חומצה גליצריזינית:

RT :0.00-16.00 SM: 11G

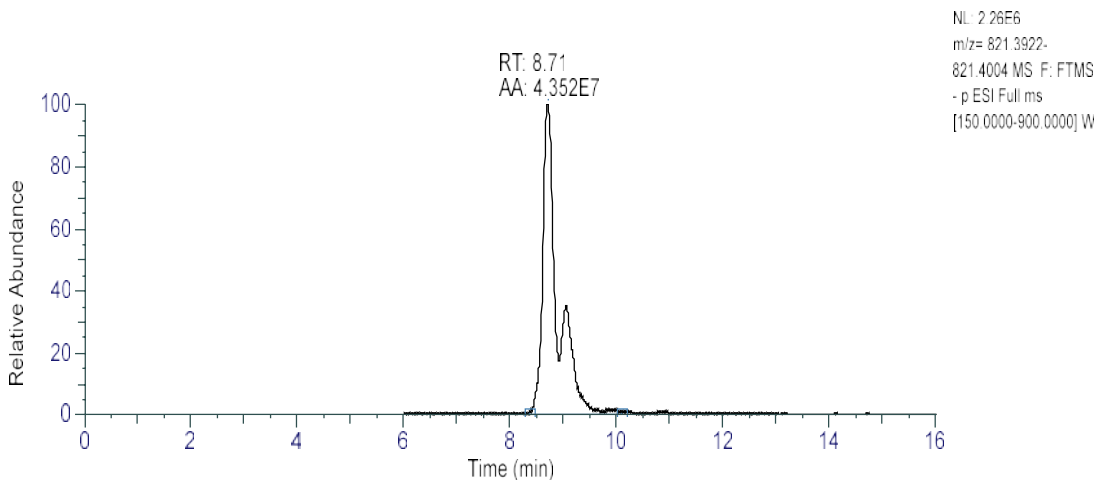


1PPM_GLY #334 RT: 8.73 AV: 1 NL: 5.48E6
T: FTMS - p ESI Full ms [150.0000-900.0000]

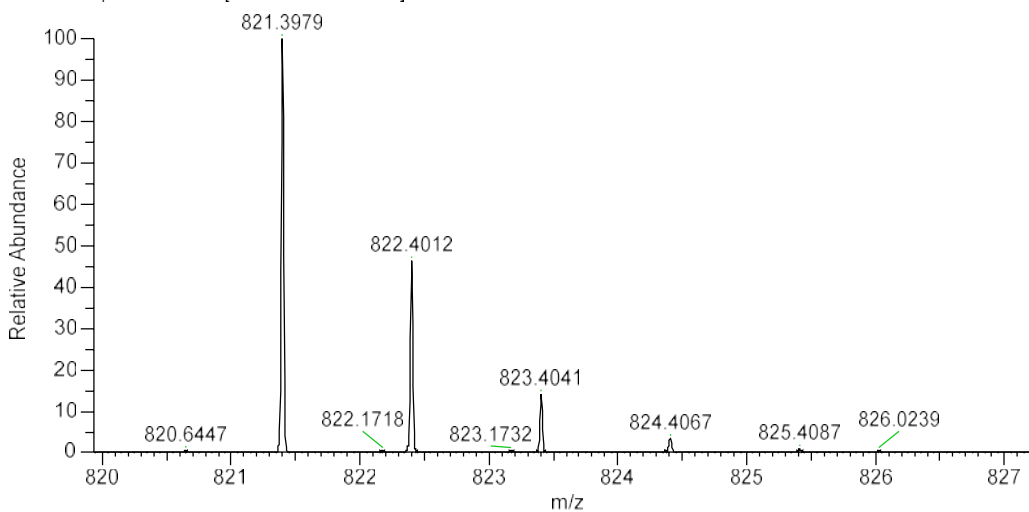


איור 4: כרומטוגרמה וספקטרום מסות של החומר Glycyrrhizic acid בדוגמת סטנדרט בריכוז 1ppm

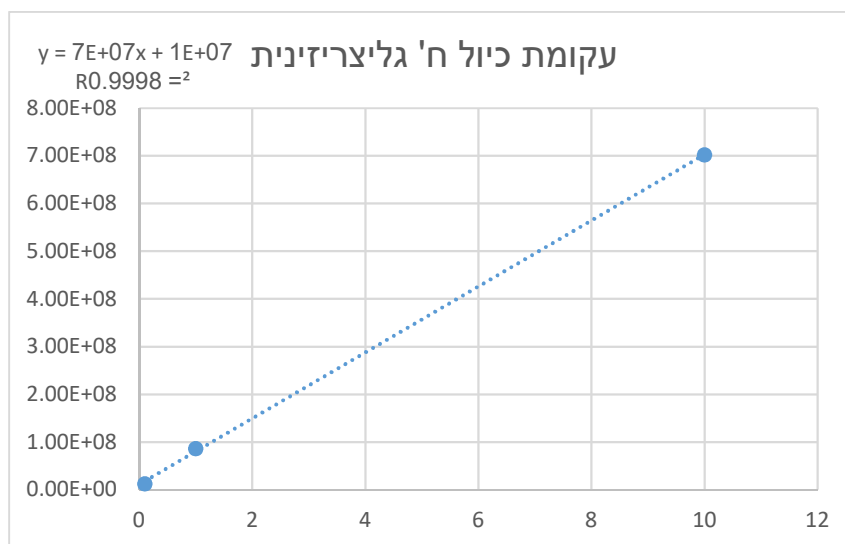
RT : 0.00-16.00 SM: 11G



W #340 RT: 8.71 AV: 1 NL: 2.22E6
T: FTMS - p ESI Full ms [150.0000-900.0000]



איור 5: כרומטוגרמה וספקטרום מסות של החומר Glycyrrhizic acid בדוגמה B271122



איור 6: עקום כיוול Glycyrrhizic acid

טבלה 2: ריכוז Glycyrrhizic acid מס' אצווה B271122

שם דוגמה	שטח פיק	ריכוז בתמצית (PPM)	מינימום מ"ג חומצה גליצריזינית בקפסולה
B271122	4.35E+07	0.48	1.01