

נ.ל.ס דיאט בע"מ | The123

מזמין הדוח:

דרך עדן 9 ראשון לציון

30.8.23

תאריך:

### דוח אנליטי לבדיקת ריכוז גלברידין וגלציריזין

1. מטרת הבדיקה : קביעת ריכוז חומצה גליצריזינית וקביעת ריכוז הגלברידין
2. תאריך ביצוע הבדיקה : אוגוסט 2023
3. הדוגמה הנבדקת :
  - קפסולות בבקבוק אטום עליו רשום "ליקוריץ פלוס 123", ת. תוקף 08/26, מ. אצווה B020823
4. מבצע האנליזה : ד"ר רפי שטקלר

מעבדות  
המכללה האקדמית  
תל חי

דוגמה מספר 1 – פריט שהתקבל באריזה מקורית וסגורה

נתוני הדוגמה :

- קפסולות בבקבוק אטום עליו רשום "ליקוריץ פלוס 123", תוקף 08/26, מ. אצווה B020823



שיטת הבדיקה:

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

אצווה מס' B020823 - דוגמת מיצוי גלברידין במתנול

אצווה מס' B020823 – דוגמת מיצוי חומצה גליצריזינית במים

שלוש קפסולות נדגמו, נשקלו ללא הקפסולה (1.314 גר') ועורבבו ומתוכם נלקחה דגימה של 100 מ"ג. הדגימה הוכנסה 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

נעשו 2 הרצות לכל דוגמה כדי לוודא הדירות.

משקל ממוצע של כל אחת מ-3 הקפסולות – 0.44 גרם

סיכום התוצאות:

טבלה 1: ריכוז החומר Glabridin מס' אצווה B020823

שם דוגמה	שטח פיק	ריכוז בתמצית (PPM)	גלברידין בקפסולה (mg)
B020823	1.01E+09	5.74	12.63

טבלה 2: ריכוז Glycyrrhizic acid מס' אצווה B290323

שם דוגמה	שטח פיק	ריכוז בתמצית (PPM)	ח.גליצריזינית בקפסולה (mg)
B020823	9.51E+06	<0.1	<0.22

#### HPLC conditions

The samples were injected (5  $\mu$ L) into UHPLC connected to a photodiode array detector (Dionex Ultimate 3000), with a reverse-phase column (Ace Excel, 100\*3 mm, 1.7  $\mu$ 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.

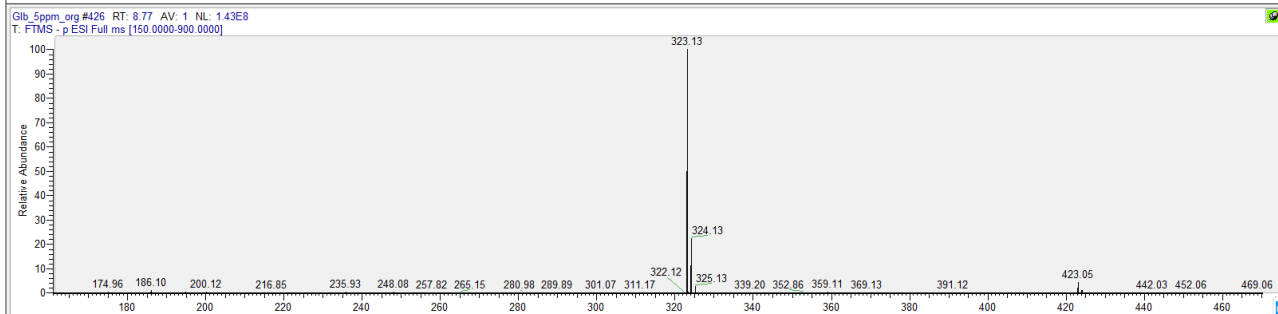
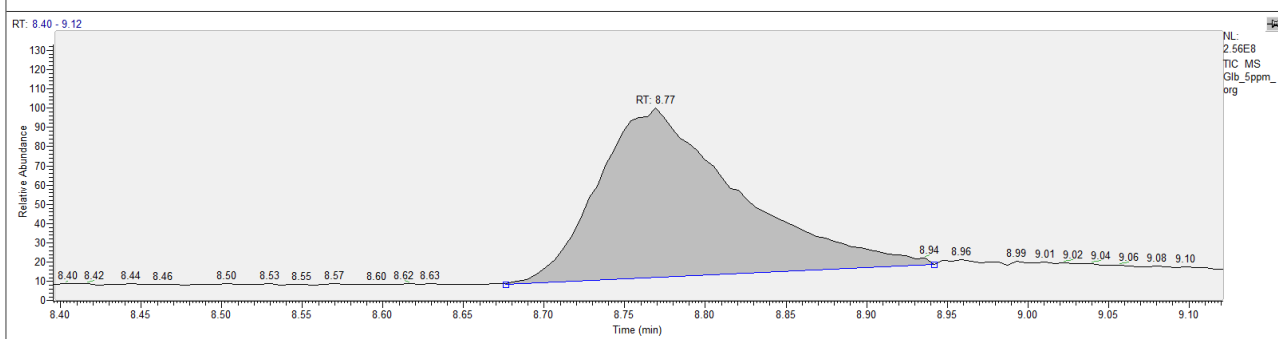
#### LC/MS analysis

MS<sup>1</sup> and MS<sup>2</sup> 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.

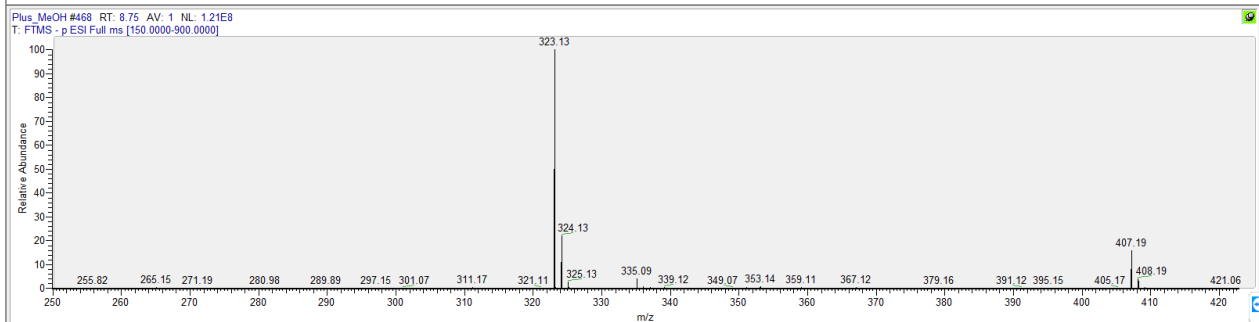
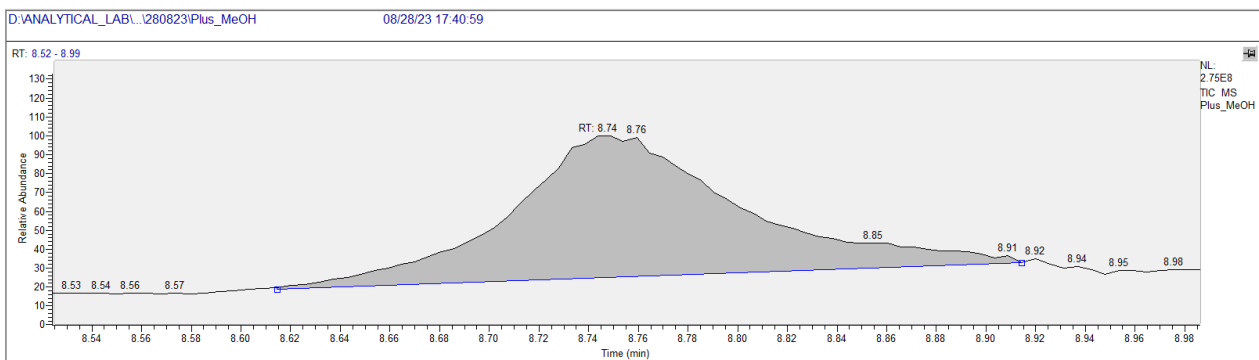
#### Data preprocessing

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

תוצאות עבור Glabridin



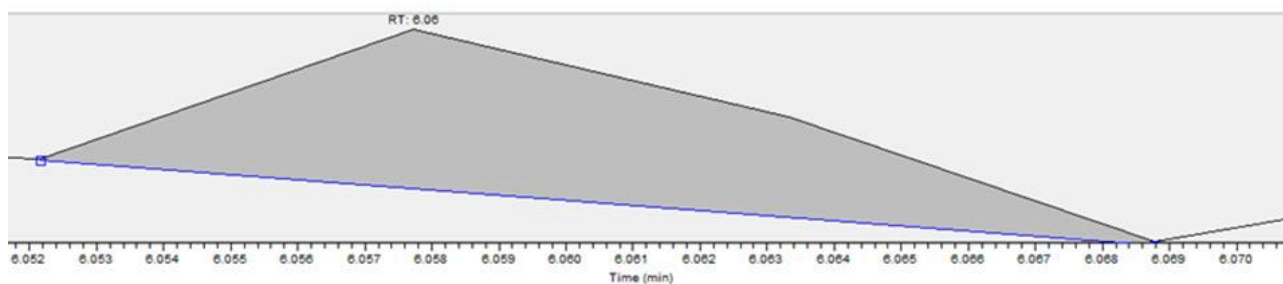
איור 1: כרומטוגרמה וספקטרום מסות של החומר Glabridin בדוגמת סטנדרט בריכוז 0.5ppm



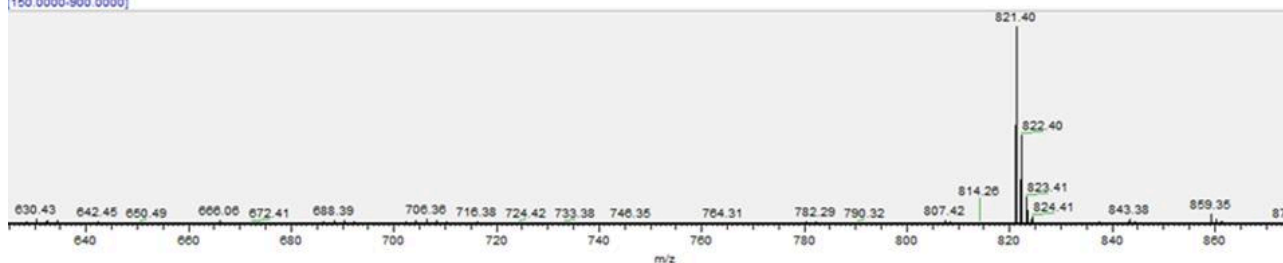
איור 2: כרומטוגרמה וספקטרום מסות של החומר Glabridin בדוגמה B020823

תוצאות עבור חומצה גליצריזינית  
08/28/23 21:03:21

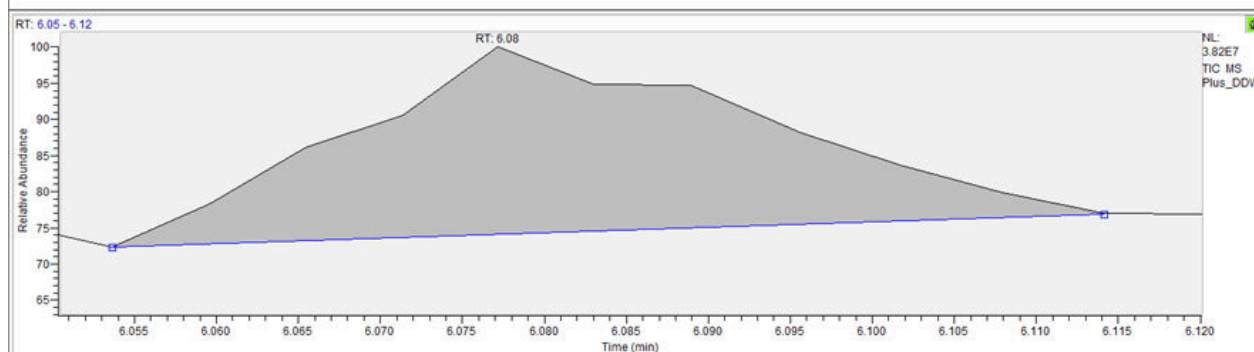
LAB\...\Glyc\_0p1ppm\_org



T: 6.06 AV: 1 NL: 4.86E6  
[150.0000-900.0000]

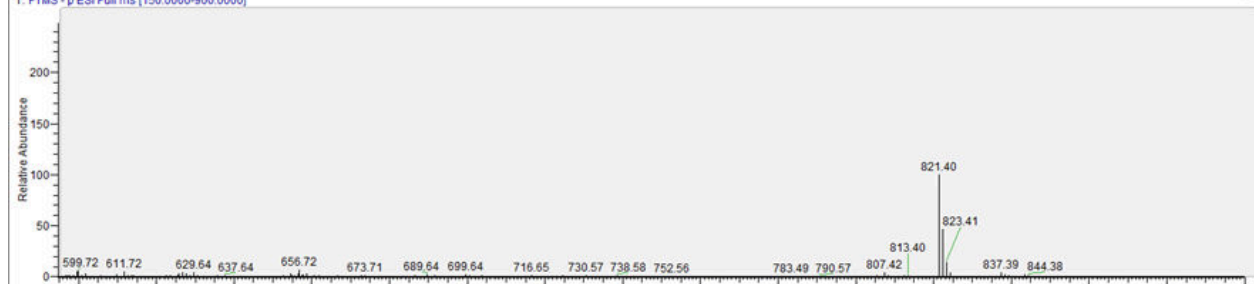


איור 3: כרומטוגרמה וספקטרום מסות של החומר Glycyrrhizic acid בדוגמת סטנדרט בריכוז 0.1ppm



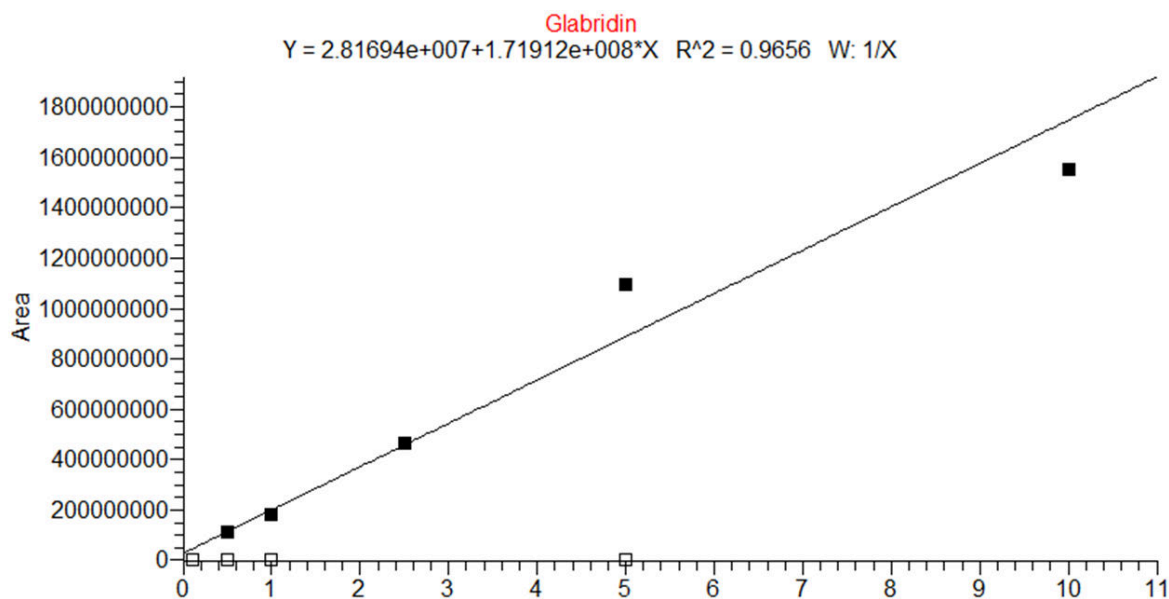
NL: 3.82E7  
TIC MS  
Plus\_DDW

Plus\_DDW#12 RT: 6.08 AV: 1 NL: 4.50E5  
T: FTMS - p ESI Full ms [150.0000-900.0000]

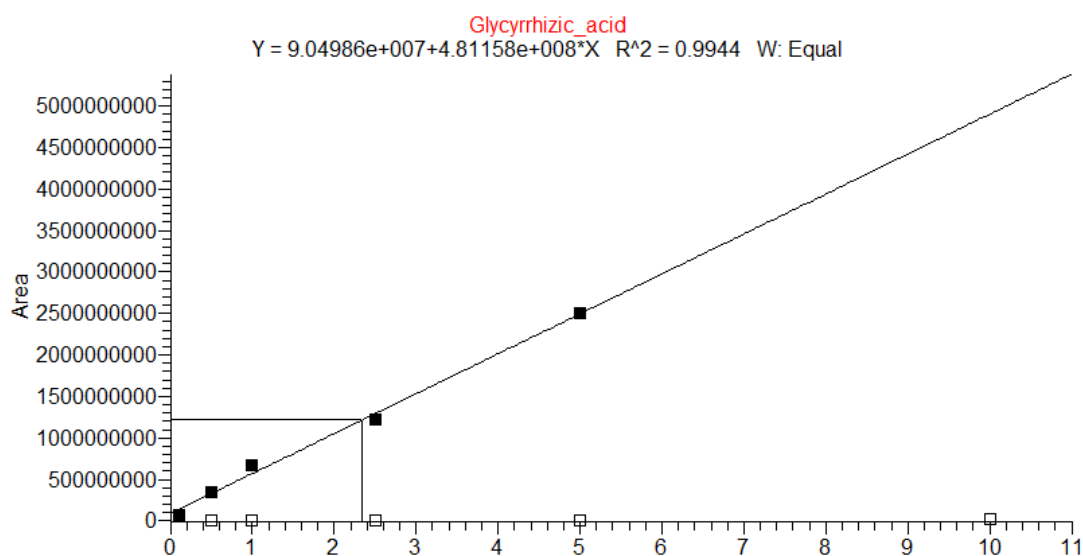


איור 4: כרומטוגרמה וספקטרום מסות של החומר Glycyrrhizic acid בדוגמה B020823

עקומות כיוול:



איור 5: עקום כיוול Glabridin



איור 6: עקום כיוול Glycyrrhizic acid