
 <p>Łukasiewicz PORT Polski Ośrodek Rozwoju Technologii</p>	<p>SPRAWOZDANIE Z BADAŃ NR Spy-Lab- 2023-033 z 2023-04-20</p>	 <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; display: inline-block;">PCA</div>
		Strona: 1 z 13
		Egzemplarz nr 2

1. Dane Klienta

Nazwa i adres Klienta	Mateusz Kurlus SmatChem.pro ul.Piękna 61/3 60-589 Poznań
Numer Umowy/ Zlecenia usług laboratoryjnych/ Zlecenia wewnętrznego*	ZK/14/03/2023




niepotrzebne skreślić

11. Miejsce wykonania badań

Nazwa i adres wykonawcy	Sieć Badawcza Łukasiewicz - PORT Polski Ośrodek Rozwoju Technologii, ul. Stabłowicka 147, 54-066 Wrocław Tel: +48 71 734 7777, email: biuro@port.lukasiewicz.gov.pl
Nazwa/-y laboratorium/-ów	Laboratorium Analiz Spektroskopowych i Spektrometrycznych

111. Identyfikacja obiektów do badań

Numer Protokołu przyjęcia obiektów do badań	0322-23
Data przyjęcia obiektów do badań	2023-03-29
Metoda pobrania obiektów do badań	Próbki pobrane przez Klienta bez podania metody pobrania
Dane dostarczone przez Klienta, w tym informacje od Klienta które mogą wpływać na ważność wyników	Nie dotyczy
Dodatkowe informacje	Nie dotyczy




 <p>Łukasiewicz PORT Polski Ośrodek Rozwoju Technologii</p>	SPRAWOZDANIE Z BADAŃ NR Spy-Lab- 2023-033 z 2023-04-20	  AB 1661
		Strona: 2 z 13
		Egzemplarz nr 2

IV. Informacje o obiektach do badań

Opis obiektu do badań	Nr identyfikacyjny/nazwa obiektu do badań nadana przez Klienta	Wielkość obiektu do badań (masa/objętość/ wymiary)	Kod obiektu do badań
Chlorowodorek johimbiny	Chlorowodorek johimbiny (CAS: 65-19-0)	1 g	23-20238
Chlorowodorek hordeniny	Chlorowodorek hordeniny (CAS: 602703-2)	1 g	23-2024B
Alfosceran choliny	Alfosceran choliny (CAS: 28319-77-9)	1 g	23-20258
Noopept	Noopept (CAS: 157115-85-0)	1 g	23-20268
Fasoracetam	Fasoracetam (CAS: 110958-19-5)	1 g	23-20278
Apigenina	Apigenina (CAS: 52CB6-5)	1 g	23-20288
Luteolina	Luteolina (CAS: 491-70-3)	1 g	23-20298
Ikaryna	Ikaryna (CAS: 489-320)	1 g	23-20308
Piperyna	Piperyna (CAS: 94-62-2)	1 g	23-20318
Hialuronian sodu	Hialuronian sodu (CAS: 9004-61-9)	1 g	23-20328
Siarczan agmatyny	Siarczan agmatyny (CAS: 2482-00-0)	1 g	23-20338
Emoksypina	Emoksypina (CAS: 2364-75-2)	1 g	23-20358
Ambroksan	Ambroksan (CAS: 6790-58-5)	1 g	23-20368




V. Realizacja i wyniki badań*

Nazwa laboratorium	Laboratorium Analiz Spektroskopowych i Spektrometrycznych
Cel badania	Do celów wewnętrznych zamawiającego

 <p>Łukasiewicz PORT Polski Ośrodek Rozwoju Technologii</p>	SPRAWOZDANIE Z BADAŃ NR Spy-Lab- 2023-033 z 2023-04-20		  AB 1661
			Strona: 3 z 13
			Egzemplarz nr 2
Wyniki mogą być stosowane w obszarze regulowanym prawnie:	O Tak - w metodach (wymień metody)		
	8 Nie		
Data rozpoczęcia badania	2023-04-11		
Data zakończenia badania	2023-04-11		
Identyfikacja wyposażenia pomiarowego (nazwa, typ)	Spy-Lab-BADD-000358-A1 (Spektrometr NMR600 MHz)		
Metoda badawcza (nazwa, numer edycji, data wydania, symbol (A), (N), (P-AB...) lub (W))	Badanie czystości związków organicznych techniką NMR - badanie ilościowe, PB-Spy-Lab-02, edycja dziewiąta z dnia 2020-04-01 (zakres 10 - 100%) (A)		

VI. Wyniki

Nazwa obiektu	Kod próbki	Badany parametr	Jednostka	± niepewność
Chlorowodorek johimbiny	23-2023B	Czystość (zawartość)		92,68 ± 0,18
Chlorowodorek hordeniny	23-2024B			Nie wykryto
Alfosceran choliny	23-2025B			98,50 ± 0,18
Noopept	23-2026B			97,82 ± 0,18
Fasoracetam	23-2027B			96,33 ± 0,18
Apigenina	23-20288			98,17 ± 0,21

 <p>Łukasiewicz PORT Polsted Ośrodek Rozwoju Technologii</p>	SPRAWOZDANIE Z BADAŃ NR Spy-Lab- 2023-033 z 2023-04-20		  AB 1661
			Strona: 4 z 13
			Egzemplarz nr 2

Luteolina	23-20298		96,52 ± 0,21
Ikaryna	23-2030B		99,55 ± 0,18
Piperyna	23-2031B		97,09 ± 0,21
Siarczan agmatyny	23-20338		97,47 ± 0,18
Emoksyypina	23-20358		97,69 ± 0,18
Ambroksan	23-2036B		99,99 ± 0,21

VII. Dodatkowe informacje VII.

1. Opis metody badawczej:

Pomiar qNMR (ilościowy NMR) za pomocą Spektroskopii Magnetycznego Rezonansu Jądrowego (NMR) z wykorzystaniem rezonansu jąder ¹H.

VII. 2. Dodatkowe informacje o wyposażeniu pomiarowym:

Pomiary wykonano na sondzie BBFO w temperaturze 300 K.

VII. 3. Przygotowanie próbek:

Użyto 5 mm probówek NMR, w których umieszczono po 600 µl- roztworów badanych substancji i wzorców integracyjnych przygotowanych z naważek rzędu 10 mg rozpuszczonych w 1000 µl odpowiednich rozpuszczalników deuterowanych.

VII.4. Wzorce integracyjne:

Spy-Lab-D-42/02 - Tereftalan dimetylu (Sigma Aldrich; CAS: 120-61-6; nr katalogowy / nr serii: 07038 / BCBZ7645). Spy-Lab-D-53/01 - Kwas maleinowy (Sigma Aldrich; CAS: 110-16-7; nr katalogowy / nr serii: 92816 / BCCC6481).

Spy-Lab-D-60/01 - Dimetylosulfon (Supelco; CAS: 67-71-0; nr katalogowy / nr serii: 41867 / BCCH9571).

VII.5. Obliczenia:

Na podstawie poniższego wzoru wyznaczono czystość analitu:

$$I_{Std} = \frac{1}{NI Ms,d} \frac{I_{Nstd M ms,d}}{m_{Nstd}} \text{ gdzie:}$$

I_x - intensywności (pole powierzchni pod krzywą) wybranego sygnału analitu na widmie NMR

I_{std} - intensywności (pole powierzchni pod krzywą) wybranego sygnału wzorca na widmie NMR

Nx - liczba protonów biorących udział w rezonansie analitu
Nstd - liczba protonów biorących udział w rezonansie wzorca
MX - masa molowa analitu Mstd - masa
molowa wzorca mx - masa naważki
materiału badanego mstd - masa
naważki wzorca pstd — czystość wzorca
wewnętrznego

Czystość podano jako średnią z dwóch pomiarów spełniających kryteria akceptacji wyniku.

VII.6. Widma NMR:

W każdym przypadku pokazano reprezentatywne widmo dla jednego z pomiarów:



Łukasiewicz
PORT
Polski Ośrodek
Rozwoju
Technologii

SPRAWOZDANIE Z
BADAŃ NR Spy-Lab-
2023-033 z 2023-04-20



PCA

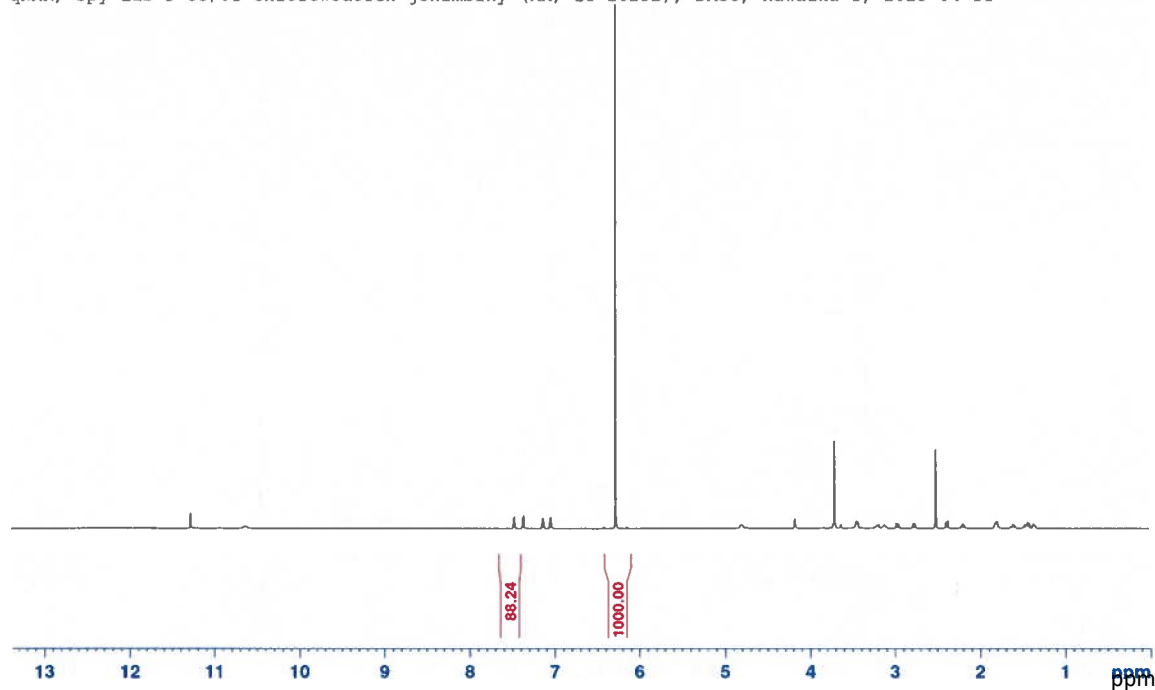
AB

1661

Strona: 5 z 13

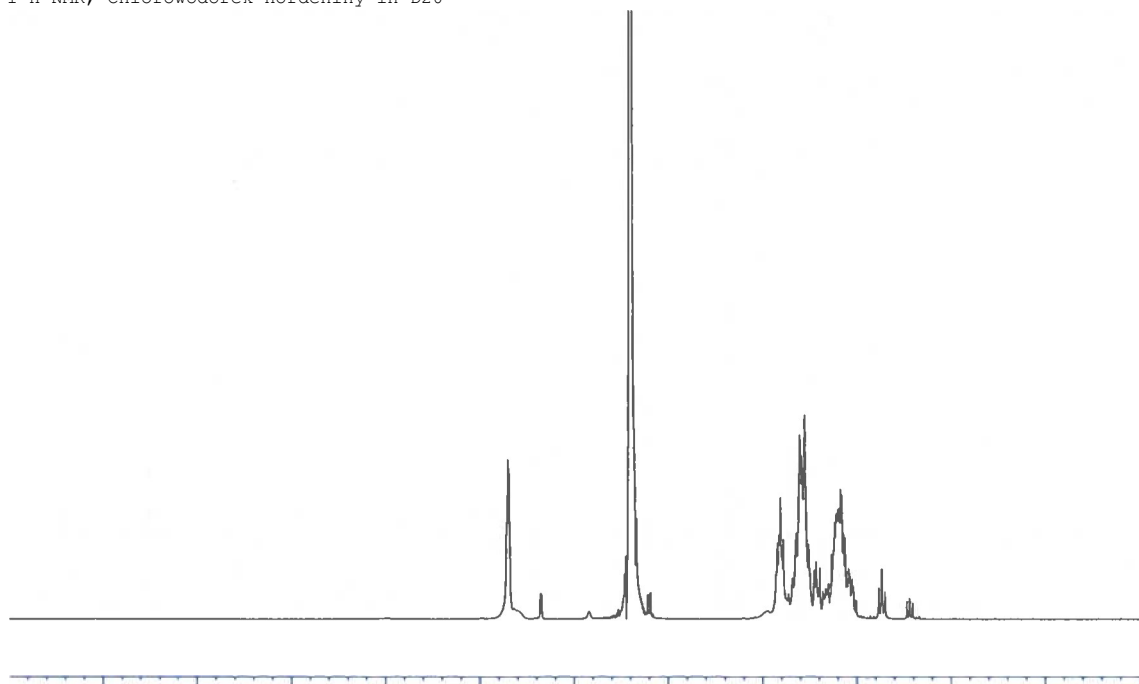
Egzemplarz nr 2

¹H NMR, Spy-Lab-D-53/01 Chlorowodorek johimbiny (MA, 23-2023B), DMSO, nawazka I, 2023-04-11



Widmo ¹H qNMR, Chlorowodorek johimbiny (23-20238), kwas maleinowy (Spy-Lab-D-53/01) w DMSO-d₆.

¹H NMR, Chlorowodorek hordeniny in D₂O



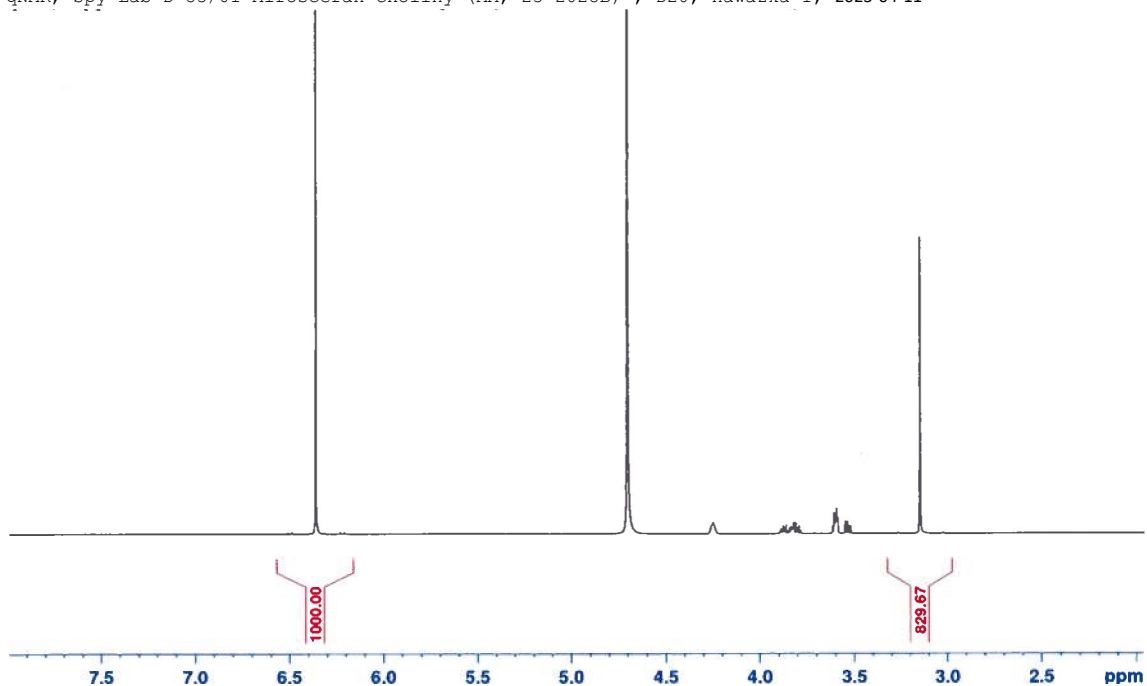
Widmo ¹H NMR,

7.5 7.0 6.5 6.0 5.5 5.0 4.5 4.0 3.5 3.0 2.5

Chlorowodorek hordeniny (23-20248) w D2O. Nie wykryto chlorowodoru hordeniny.

ed. 15,

qNMR, Spy-Lab-D-53/01 Alfosceran choliny (MA, 23-2025B) , D2O, nawazka I, 2023-04-11



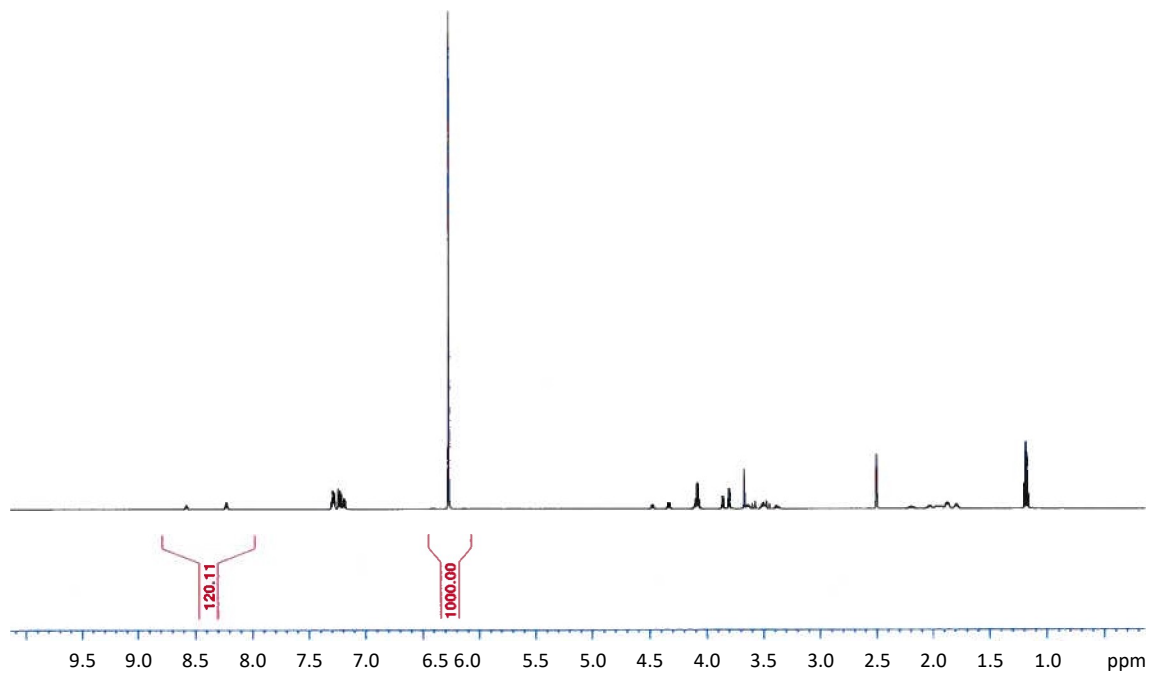
Widmo ¹H qNMR, Alfosceran choliny (23-20258), kwas maleinowy (Spy-Lab-D-53/01) w DIO.

qNMR, Spy-Lab-D-53/01 Noopept (MA, 23-2026B) , DMSO, nawa z ka 1, 2023-04-11

Widmo ¹H qNMR,

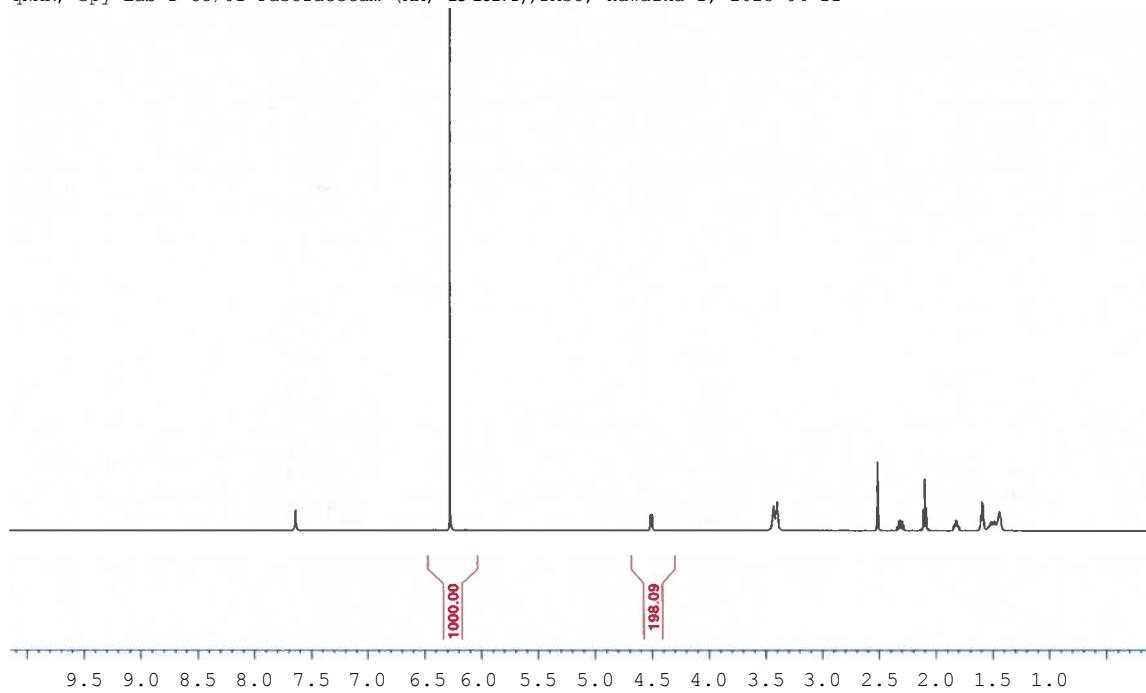
(23-2028B),

w DMSO-d6.



Noopept kwas maleinowy (Spy-Lab-D-53/01)

qNMR, Spy-Lab-D-53/01 Fasoracetam (MA, 23-2027B), DMSO, naważka I, 2023-04-11



ppmWidmo ¹H qNMR, Fasoracetam (23-2027B), kwas maleinowy (Spy-Lab-D-53/01) w DMSO-d6

Widmo ¹H qNMR, (23-20268),

w DMSO-d6.

P-15•F-01-Q

obowiązuje od: 2022.08.08



Lukasiewicz
PORT
Polski 090dek
Rozwołu
Technot0811

SPRAWOZDANIE Z
BADAŃ NR Spy-Lab-
2023-033 z 2023-
04-20



PCA

Ct.st.***

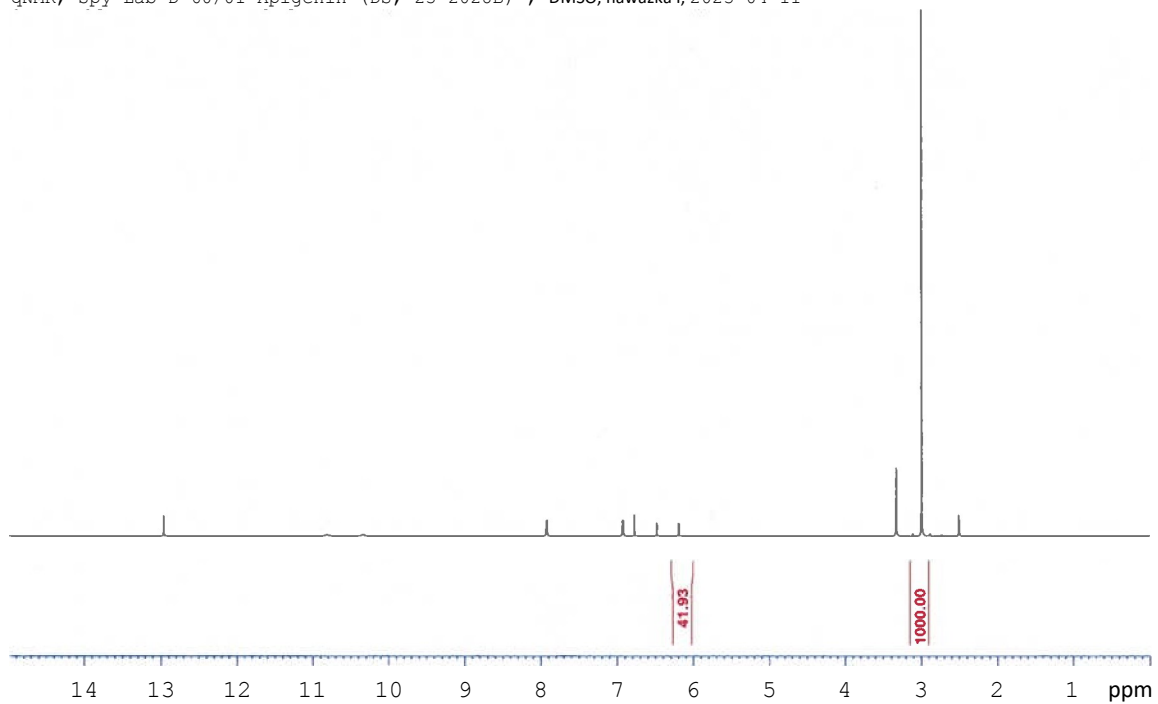


AB 1661

Strona: 7 z 13

Egzemplarz nr 2

¹H NMR, Spy-Lab-D-60/01 Apigenin (DS, 23-2028B), DMSO, naważka I, 2023-04-11



Apigenina

dimetylosulfon (Spy-Lab-D-60/01)

¹H NMR, Spy-Lab-D-42/02 Luteolina (DT, 23-2029B), DMSO, naważka I, 2023-04-11

Widmo ¹H NMR,

(23-2028B),

w DMSO-d₆.



Łukasiewicz
PORT
Polski Ośrodek
Rozwoju
Technologii

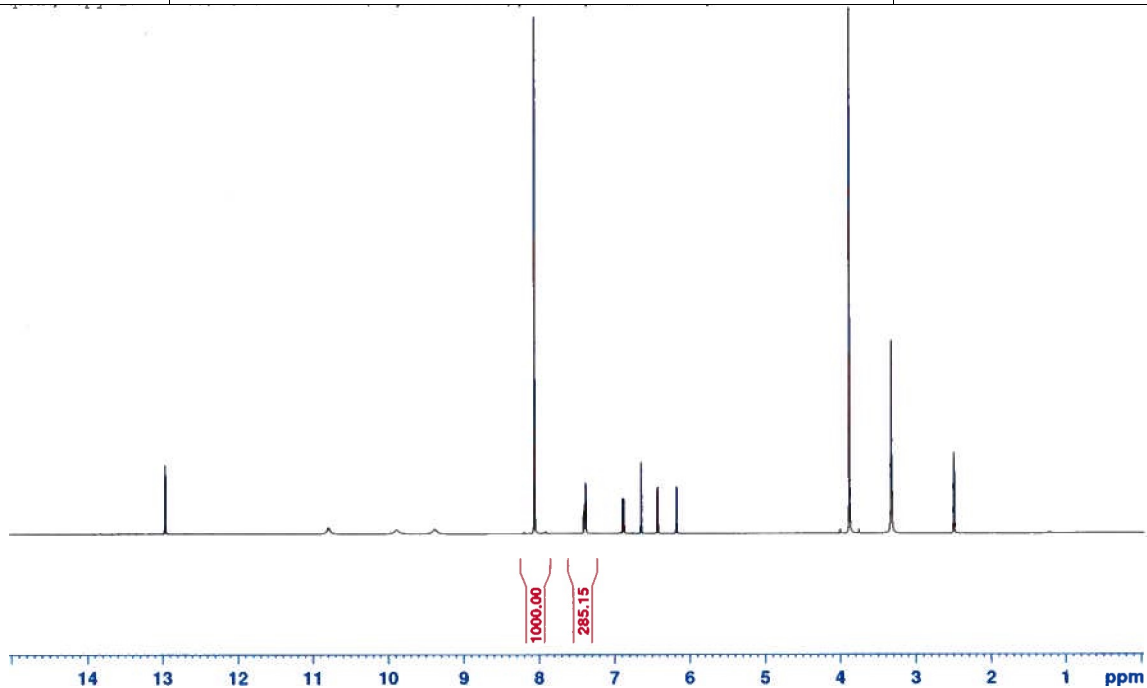
SPRAWOZDANIE Z
BADAŃ NR Spy-Lab-
2023-033 z 2023-
04-20



AB 1661

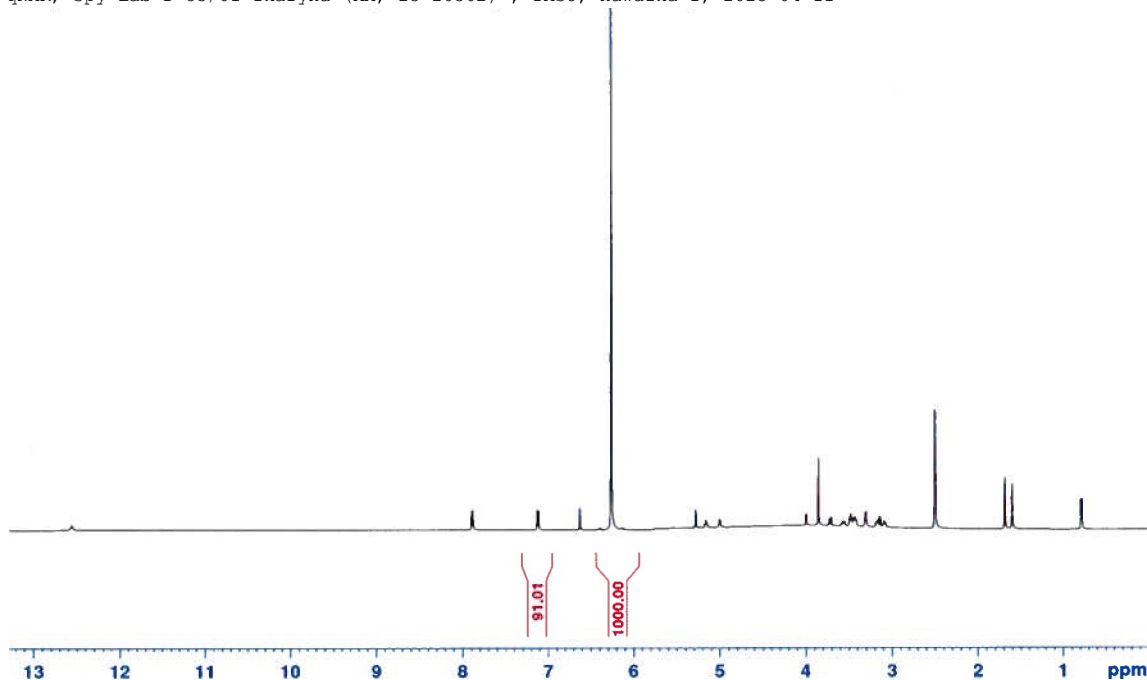
Strona: 8 z 13

Egzemplarz nr 2



Widmo ¹H qNMR, Luteolina (23-20298), tereftalan dimetylu (Spy-Lab-D-42/02) w DMSO-d₆.

qNMR, Spy-Lab-D-53/01 Ikaryna (MA, 23-2030B), DMSO, naważka 1, 2023-04-11



Widmo ¹H qNMR, (23-20268),

w DMSO-d₆.

ed.
15,



Łukasiewicz
PORT
Polski Ośrodek
ROZWOJU
Technolog

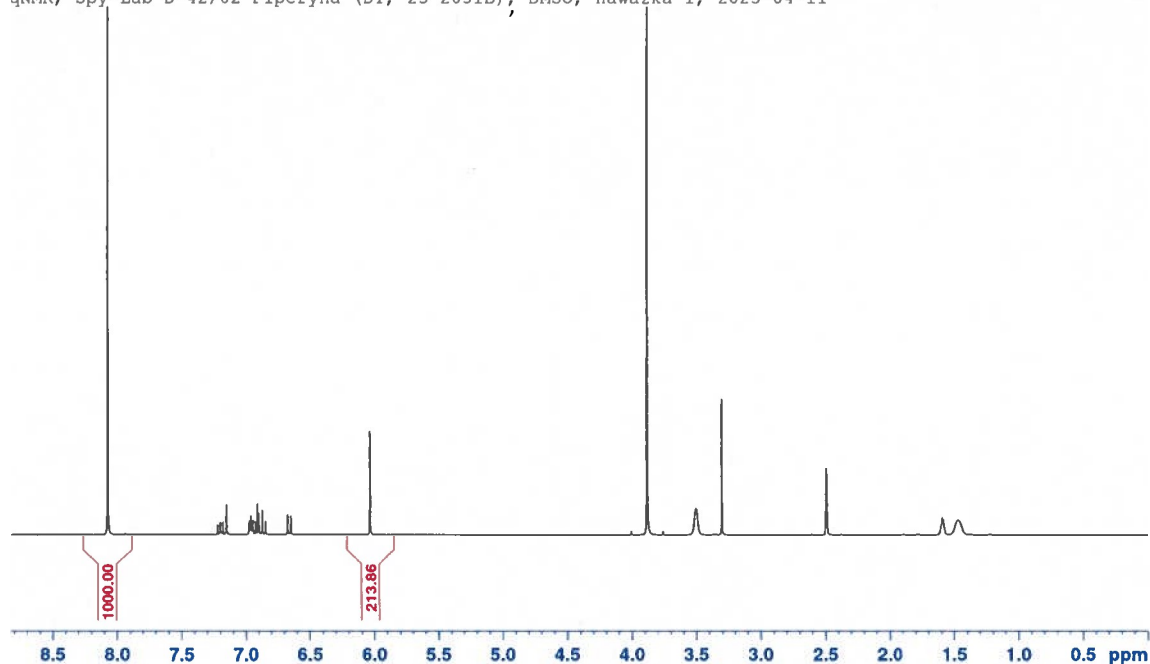
SPRAWOZDANIE Z
BADAŃ NR Spy-Lab-
2023-033 z 2023-
04-20



Strona: 9 z 13

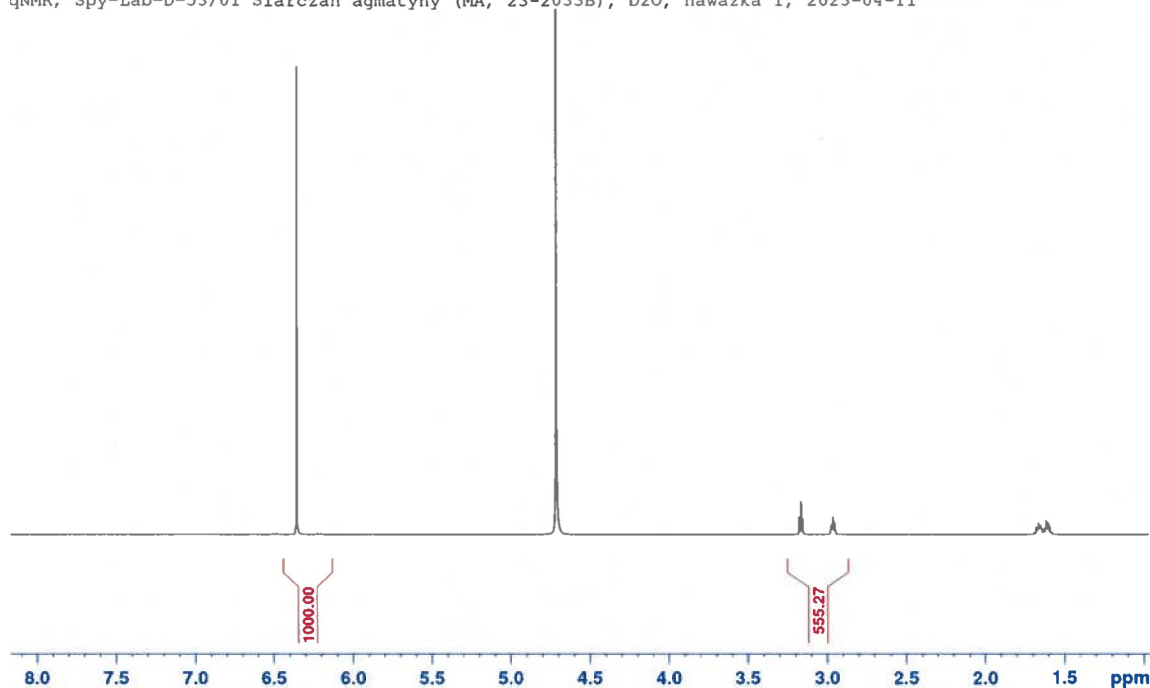
Egzemplarz nr 2

qNMR, Spy-Lab-D-42/02 Piperyna (DT, 23-2031B), DMSO, nawazka I, 2023-04-11





Widmo ¹H qNMR, Piperyna (23-20318), tereftalan dimetylu (Spy-Lab-D-42/02) w DMSO-d₆.

qNMR, Spy-Lab-D-53/01 Siarczan agmatyny (MA, 23-2033B), D₂O, nawazka I, 2023-04-11

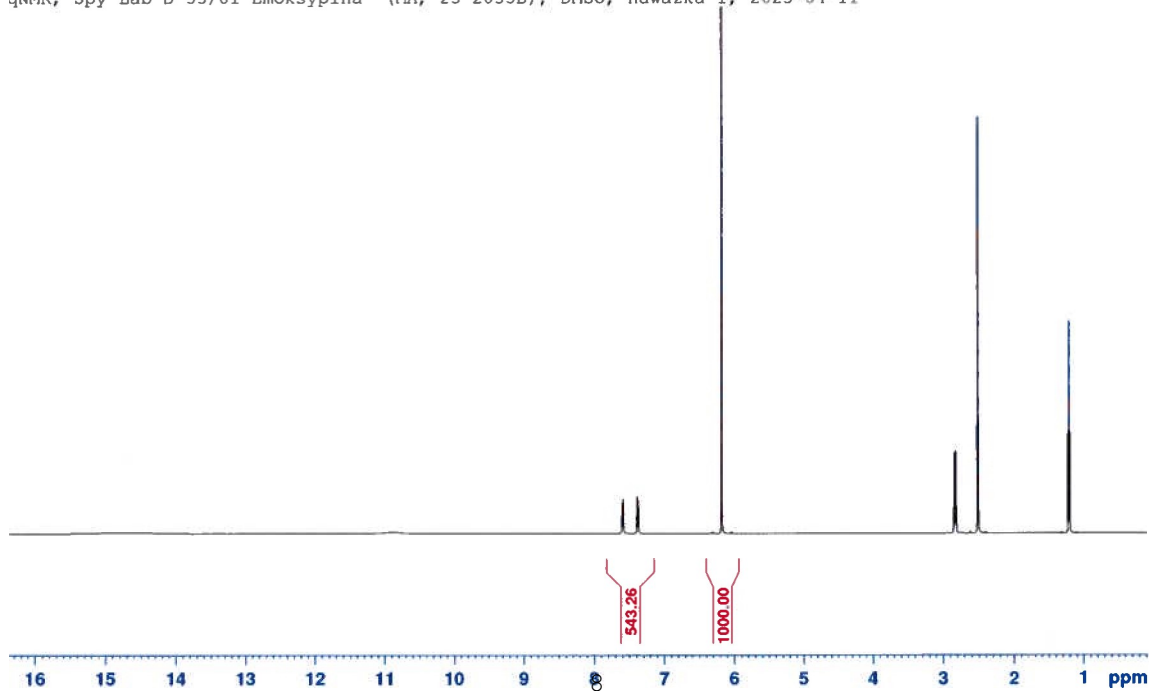


Siarczan agmatyny (23-2033B), kwas maleinowy (Spy-Lab-D-53/01) w D₂O.

Widmo ¹H qNMR,

 <p>Łukasiewicz PORT Palski Ośrodek RONolu Technolog</p>	<p>SPRAWOZDANIE Z BADAŃ NR Spy-Lab- 2023-033 z 2023- 04-20</p>	  <p>AB 1661</p>
		<p>Strona: 10 z 13</p>
		<p>Egzemplarz nr 2</p>
 <p>Łukasiewicz PORT ośrodek Rozwoju Technologii</p>	<p>SPRAWOZDANIE Z BADAŃ NR Spy-Lab- 2023-033 z 2023-04-20</p>	  <p>1661 AB</p>
		<p>Strona: 11 z 13</p>
		<p>Egzemplarz nr 2</p>


¹H NMR, Spy-Lab-D-53/01 Emoksyypina (MA, 23-2035B) DMSO, nawazka I, 2023-04-11



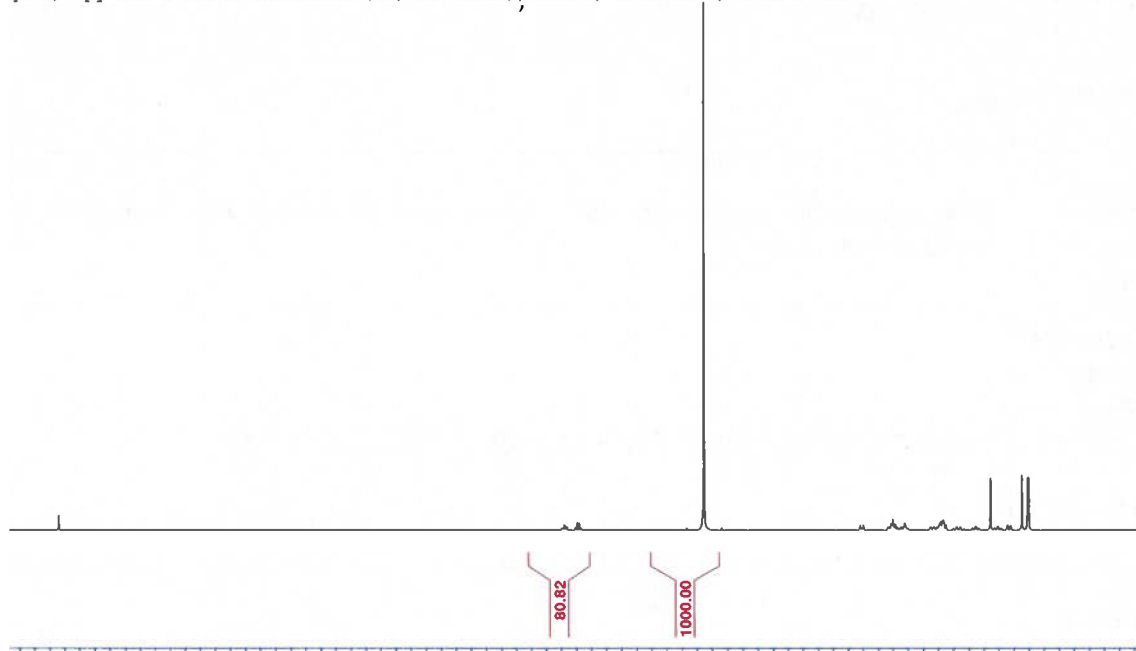
Emoksyypina (23-20358), kwas maleinowy (Spy-Lab-D-53/01) w DMSO-d₆.

7.0 6.5 6.0 5.5 5.0 4.5 4.0 3.5 3.0 2.5 2.0 1.5 1.0 0.5 ppm

VIII. Autoryzacja

Badanie wykonał* **	Imię i nazwisko	Janusz Skonieczny
	Stanowisko	Główny Specjalista - Kierownik Laboratorium
Wyniki autoryzował	Imię i nazwisko	Janusz Skonieczny
	Stanowisko	Główny Specjalista - Kierownik Laboratorium
	Data i podpis	2023-04-20 

qNMR, Spy-Lab-D-60/01 Ambroksan (DS, 23-2036B), CDC13, nawazka I, 2023-04-11






IX. Widmo ^1H qNMR, Ambroksan (23-2036B), dimetylosulfon (Spy-Lab-D-60/01) w CDC13.

X. Realizacja i wyniki badań*

Nazwa laboratorium	Laboratorium Analiz Spektroskopowych i Spektrometrycznych
Cel badania	Do celów wewnętrznych zamawiającego
Wyniki mogą być stosowane w obszarze regulowanym prawnie:	Tak - w metodach (wymień metody)
	Nie

Widmo qNMR,

 <p>Łukasiewicz PORT Polsk Ośrodek ROZWOJU Technologii</p>	SPRAWOZDANIE Z BADAŃ NR Spy-Lab- 2023-033 z 2023-04-20	  AB 1661
		Strona: 12 z 13
		Egzemplarz nr 2
Data rozpoczęcia badania	2023-04-03	
Data zakończenia badania	2023-04-18	
Identyfikacja wyposażenia pomiarowego (nazwa, typ)	Ultrawysokosprawny chromatograf cieczowy z detektorem UV-VIS z matrycą diodową UltiMate 3000 (Dionex)	
Metoda badawcza (nazwa, numer edycji, data wydania, symbol (A), (N), (P-AB...) lub (W))	Analiza zawartości hialuronianu sodu metodą HPLC-SEC-DAD (N)	

X. Wyniki

Kod próbki	Badany parametr	Jednostka	Wynik ± odchylenie standardowe
23-20328	Zawartość hialuronianu sodu	mg/kg	952833,0 ± 4785,8
		(0/0)	(95,3)




XI. Dodatkowe informacje

a. Przygotowanie próbki do analiz

Do badań odważono od ok. 0,012 g próbki do kolby 25 ml i uzupełniono 0,05 M diwodorofosforanem potasu PH 7,0. Próbkę rozcieńczono i wymieszano na mieszadle typu vortex. Do analiz przygotowano także próbkę ślepą rozpuszczalnikową. Tak przygotowane próbki nastrzykiwano na kolumnę chromatograficzną. Do badań wykorzystano rozpuszczalniki czystości HPLC.

b. Parametry metody HPLC-SEC-DAD

Temp. pieca kolumn	300C
Temp. autosamplera	150C
Kolumna chromatograficzna	BioSep SEC-s2000, mm, 5 (Phenomenex)
Faza ruchoma	0,05 M diwodorofosforan potasu PH 7,0

 <p>Łukasiewicz PORT Pot4d Ośrodek Rozwoju Technologii</p>	SPRAWOZDANIE Z BADAŃ NR Spy-Lab-2023-033 z 2023-04-20	 
		Strona: 13 z 13
		Egzemplarz nr 2

Prędkość przepływu fazy ruchomej	0,7 mL/min
Program gradientu faz	izokratyczny
Objętość nastrzyku	40 PL
Długość fali detektora	205 nm
Parametry kalibracji	16-255 mg/l, 5 punktów kalibracyjnych r^2 (HIA)=0,9997

Do badań zastosowano wzorzec hialuronianu sodu (USP kat. nr 1614159, Lot FOM296).

XII. Autoryzacja

Badanie wykonał* **	Imię i nazwisko	Anna Czajkowska
	Stanowisko	Główny Specjalista - Starszy Inżynier Badań
Wyniki autoryzował	Imię i nazwisko	Anna Czajkowska
	Stanowisko	Główny Specjalista - Starszy Inżynier Badań
	Data i podpis	2023-04-20 <i>Czajkowska</i>

* w przypadku badań wykonywanych przez kilka laboratoriów lub autoryzowanych przez różne osoby należy powielić następujące sekcje: V. Realizacja i wyniki badań; VI. Wyniki; VII. Dodatkowe informacje; VIII. Autoryzacja.

** oznaczenia metod i wyników: (A) - badanie akredytowane z Zakresu Akredytacji PCA AB 1661, (N) - badanie nieakredytowane, (P-AB...) - badanie akredytowane w Zakresie Akredytacji zewnętrznego laboratorium dostarczającego usługi, gdzie AB... oznacza numer akredytacji zleceniobiorcy, który należy wpisać w wykropkowane miejsce; (W) - badanie nieakredytowane wykonane przez zewnętrznego podwykonawcę.

*** w razie potrzeby powielić wiersz „Badanie wykonał”.

Laboratorium nie ponosi odpowiedzialności za pobranie i transport obiektów do badań, jeśli zostały pobrane i dostarczone przez Klienta. Wyniki badań nie uwzględniają etapu pobierania obiektów do badań. Wyniki badań, stwierdzenia zgodności/niezgodności odnoszą się wyłącznie do otrzymanego obiektu do badań (próbki).

Sprawozdanie bez pisemnej zgody laboratorium nie może być powielane inaczej, jak tylko w całości. Laboratorium ponosi odpowiedzialność za wszystkie informacje w Sprawozdaniu z badań, za wyjątkiem informacji dostarczonych przez Klienta. Termin zgłaszania skarg nie może przekraczać 2 tygodni od daty wysłania Sprawozdania z badań. Skargi można kierować na adres: iakosc@port.lukasiewicz.gov.pl.

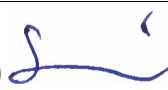
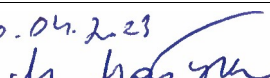
Laboratorium podaje niepewność: na życzenia Klienta, przy ocenie zgodności z wymaganiami, gdy jest istotne dla ważności lub zastosowania wyników badań. W przypadku podawania niepewności, laboratorium określa niepewność, jako niepewność rozszerzoną przy poziomie ufności 95% i współczynniku rozszerzenia $k=2$. Wynikom poniżej (<) powyżej (>) zakresu akredytacyjnego laboratorium nie podaje niepewności.

Wyniki ze znakiem < oznaczają, że wyniki znajdują się poniżej granicy oznaczalności metody badawczej, natomiast wyniki ze znakiem > oznaczają, że wyniki znajdują się powyżej zakresu akredytacji i nie są akredytowane. Podana niepewność pomiaru nie obejmuje etapu pobierania obiektów do badań.

Sprawozdanie sporządzono w 2 jednobrzmiących egzemplarzach:

Egzemplarz nr 1 - dla Laboratorium

Egzemplarz nr 2 - dla Klienta

	Stanowisko	Imię i nazwisko	Data i podpis
Sporządził	Główny Specjalista Kierownik Laboratorium	Janusz Skonieczny	2023-04-20 
Zatwierdził	Starszy Specjalista ds. Koordynacji Laboratoriów	Marta Małycha	20.04.2023 

KONIEC SPRAWOZDANIA Z BADAŃ

