

 Łukasiewicz PORT Polski Ośrodek Rozwoju Technologii	SPRAWOZDANIE Z BADAŃ NR Spy-Lab-2023-059 Z 2023-06-14	  AB 1661
		Strona: 1 z 6
		Egzemplarz nr 2

I. Dane Klienta

Nazwa i adres Klienta	Mateusz Kurlus SmartChem.pro ul. Piękna 61/3 60-589 Poznań
Numer Umowy/ Zlecenia usług laboratoryjnych/ Zlecenia wewnętrznego*	ZK/10/05/2023

*niepotrzebne skreślić

II. 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

III. Identyfikacja obiektów do badań

Numer Protokołu przyjęcia obiektów do badań	0498-23
Data przyjęcia obiektów do badań	2023-06-01
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

 Łukasiewicz PORT Polski Ośrodek Rozwoju Technologii	SPRAWOZDANIE Z BADAŃ NR Spy-Lab-2023-059 Z 2023-06-14	 
		Strona: 2 z 6
		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 2-feniloetyloaminy	Chlorowodorek 2-feniloetyloaminy (CAS: 156-28-5)	0,5 g	23-3201B
Chlorowodorek hordeniny	Chlorowodorek hordeniny Próbka 1 (CAS: 6027-23-2)	0,5 g	23-3202B
Chlorowodorek hordeniny	Chlorowodorek hordeniny Próbka 2 (CAS: 6027-23-2)	0,5 g	23-3203B
Chlorowodorek johimbiny	Chlorowodorek johimbiny (CAS: 65-19-0)	0,5 g	23-3204B

V. 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
Data rozpoczęcia badania	2023-06-06
Data zakończenia badania	2023-06-06
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)

 Łukasiewicz PORT Polski Ośrodek Rozwoju Technologii	SPRAWOZDANIE Z BADAŃ NR Spy-Lab-2023-059 Z 2023-06-14	 
		Strona: 3 z 6
		Egzemplarz nr 2

VI. Wyniki

Nazwa obiektu	Kod próbki	Badany parametr	Jednostka	Wynik ± niepewność
Chlorowodorek 2-fenyletyloaminy	23-3201B	Czystość (zawartość)	%	96,81 ± 0,18
Chlorowodorek hordeniny Próbka 1	23-3202B			99,28 ± 0,18
Chlorowodorek hordeniny Próbka 2	23-3203B			Nie wykryto
Chlorowodorek johimbiny	23-3204B			99,81 ± 0,18

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-53/01 – Kwas maleinowy (Sigma Aldrich; CAS: 110-16-7; nr katalogowy / nr serii: 92816 / BCCC6481).

VII.5. Obliczenia:

Na podstawie poniższego wzoru wyznaczono czystość analitu:

$$P_x = \frac{I_x}{I_{Std}} \cdot \frac{N_{Std}}{N_x} \cdot \frac{M_x}{M_{Std}} \cdot \frac{m_{Std}}{m_x} P_{Std}, \text{ gdzie:}$$

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

N_x – liczba protonów biorących udział w rezonansie analitu

N_{Std} – liczba protonów biorących udział w rezonansie wzorca

M_x – masa molowa analitu

M_{Std} – masa molowa wzorca

m_x – masa naważki materiału badanego

m_{Std} – masa naważki wzorca

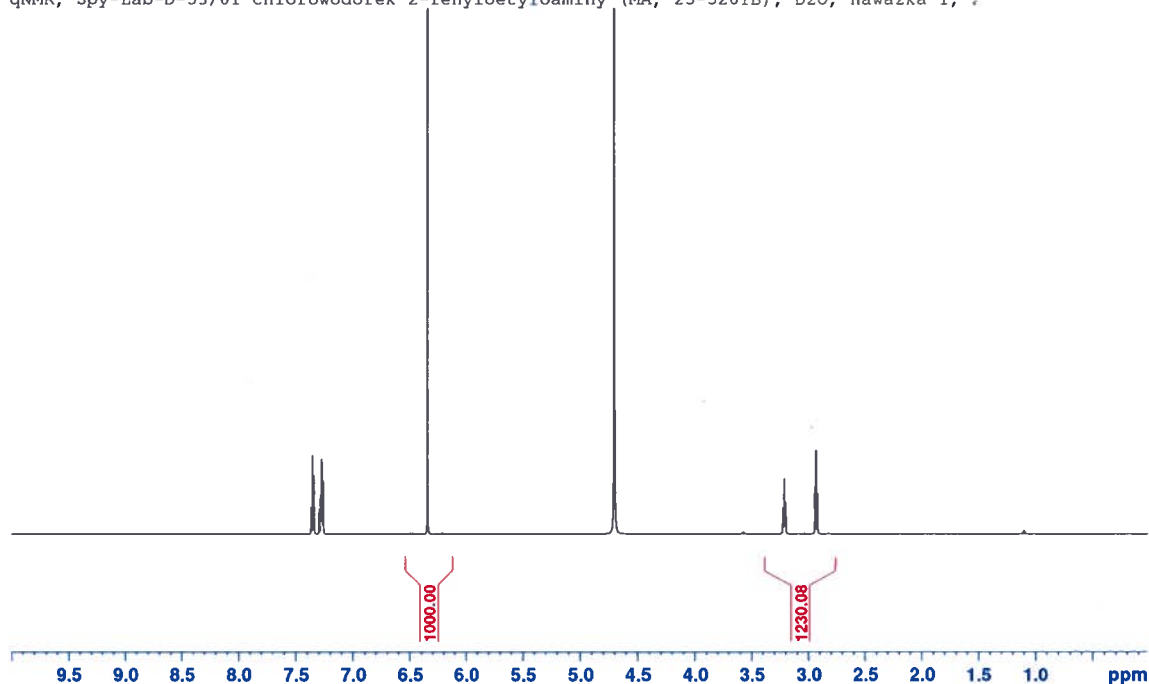
P_{Std} – czystość wzorca wewnętrznego

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

VII.6. Widma NMR:

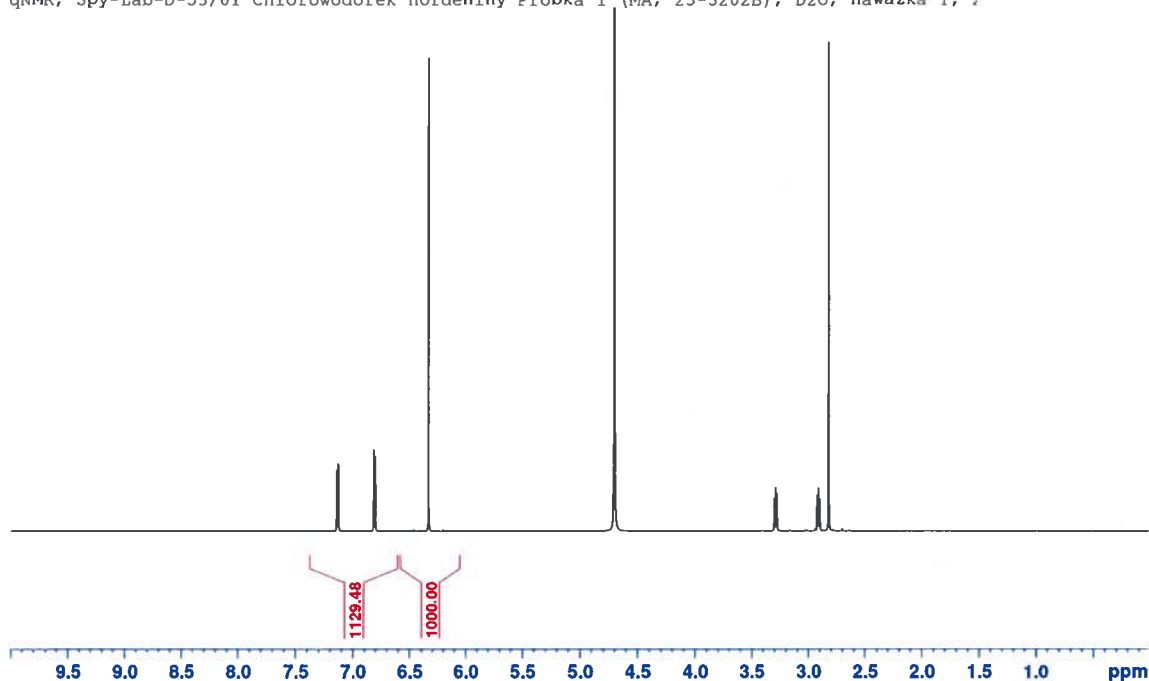
W każdym przypadku pokazano reprezentatywne widmo dla jednego z pomiarów:

qNMR, Spy-Lab-D-53/01 Chlorowodorek 2-fenyletyloaminy (MA, 23-3201B), D₂O, nawózka I, 2



Widmo ¹H qNMR, Chlorowodorek 2-fenyletyloaminy (23-3201B), kwas maleinowy (Spy-Lab-D-53/01) w D₂O.

qNMR, Spy-Lab-D-53/01 Chlorowodorek hordeniny Probka 1 (MA, 23-3202B), D₂O, nawózka I, 2



Widmo ¹H qNMR, Chlorowodorek hordeniny Próbkka 1 (23-3202B), kwas maleinowy (Spy-Lab-D-53/01) w D₂O.



Łukasiewicz
PORT
Polski Ośrodek
Rozwoju
Technologii

SPRAWOZDANIE Z BADAŃ
NR Spy-Lab-2023-059
Z 2023-06-14

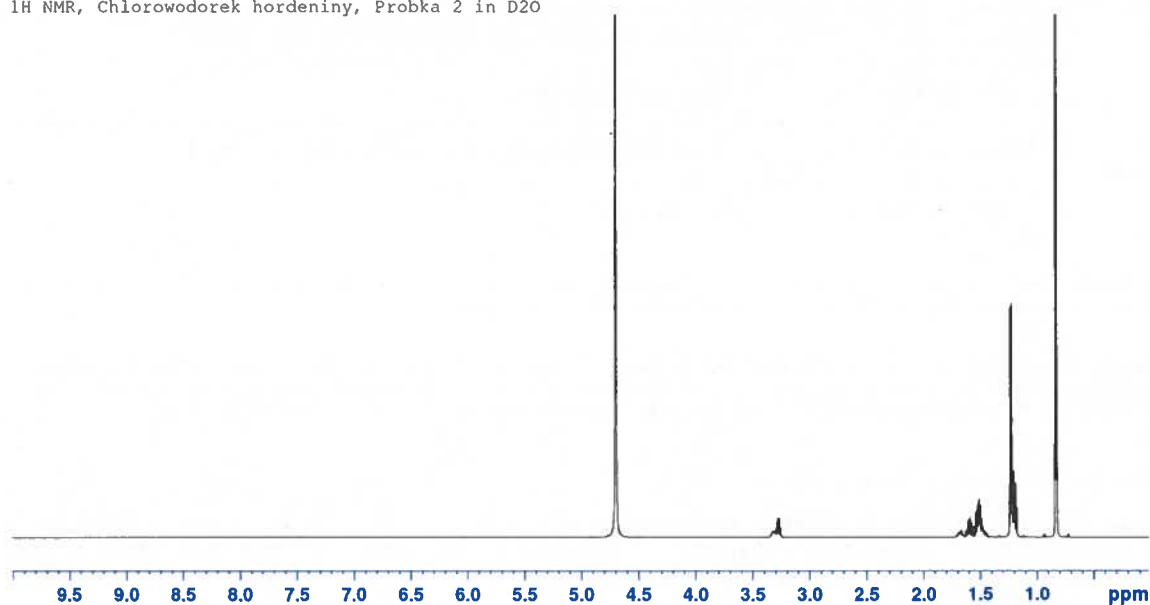


AB 1661

Strona: 5 z 6

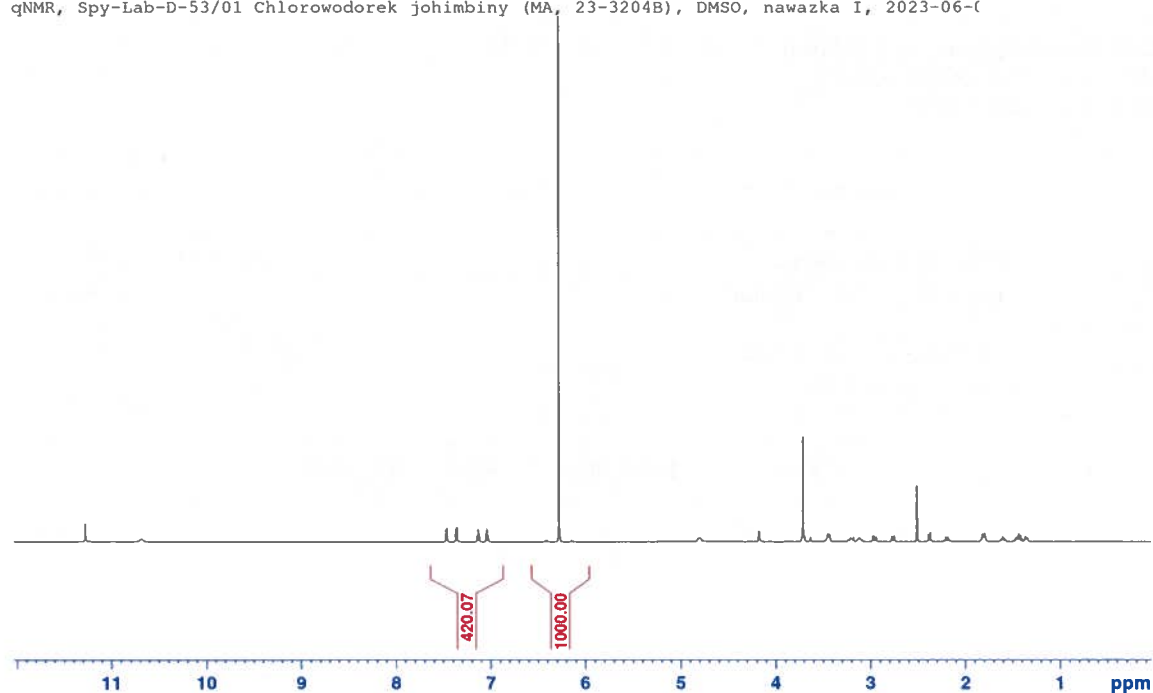
Egzemplarz nr 2

^1H NMR, Chlorowodorek hordeniny, Probka 2 in D_2O



Widmo ^1H NMR, Chlorowodorek hordeniny Próbka 2 (23-3203B) w D_2O . Nie wykryto chlorowodoru hordeniny.

^1H qNMR, Spy-Lab-D-53/01 Chlorowodorek johimbiny (MA, 23-3204B), DMSO , nawazka I, 2023-06-



Widmo ^1H qNMR, Chlorowodorek johimbiny (23-3204B), kwas maleinowy (Spy-Lab-D-53/01) w $\text{DMSO}-d_6$.

	SPRAWOZDANIE Z BADAŃ NR Spy-Lab-2023-059 Z 2023-06-14	 
		Strona: 6 z 6
		Egzemplarz nr 2

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	2023-06-14 

* 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).

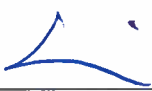
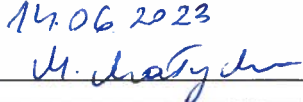
Sprawozdanie bez pisemnej zgody laboratorium nie może być powielane inaczej, jak tylko w całości. Laboratorium ponosi odpowiedzialność za wszystkie informacje w Sprawozdaniu z badań, za wyjątkiem informacji dostarczonych przez Klienta. Termin zgłaszania skarg nie może przekraczać 2 tygodni od daty wysłania Sprawozdania z badań. Skargi można kierować na adres: jakosc@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	2023-06-14 
Zatwierdził	Starszy Specjalista ds. Koordynacji Laboratoriów	Marta Małycha	14.06.2023 

KONIEC SPRAWOZDANIA Z BADAŃ