|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  | **عنوان** | **توضیحات****نکته قابل توجه دانشجو**  |
|  | به منظور نمونه برای آنالیز با استفاده از دستگاه طیف­سنجی مادون قرمز (InfraRed = IR) دو ماده موثره دارویی **استیل سالیسیلیک اسید (آسپیرین) و اسید سالیسیلیک** در نظر گرفته شد.ابتدا مشخصات زیر برای این ماده **بر اساس منبع معتبر** ارائه شود.  **آسپیرین اسید سالیسیلیک**  ساختار شیمیایی:  نقطه ذوب:خصوصیات فیزیکوشیمیایی:**معرفی منبع معتبر مورد استفاده:** |  |
|  | نمونه از پودر آسپیرین با کیفیت تجاری Merck و اسید سالیسیلیک با کیفیت تجاری Merck در نظر گرفته شد.کد محصولات تجاری مورد استفاده به عنوان نمونه را بنویسید.  |  |
|  | گروه های عاملی در ساختار شیمیایی آسپیرین و اسید سالیسیلیک را با ذکر نام گروه مشخص کنید. |  |
|  | ارتعاش های کششی برای تک تک گروه­های عاملی اصلی در مولکول آسپیرین را فهر ست وار بنویسید.ارتعاش های کششی شاخص را در بین موارد فهرست شده مشخص کنید.عدد موج (nm-1) برای هر یک از ارتعاش های کششی را بر اساس منبع معتبر بنویسید. **معرفی منبع معتبر مورد استفاده:** |  |
|  | ارتعاش های خمشی برای تک تک گروه­های عاملی اصلی در مولکول آسپیرین را فهر ست وار بنویسید.ارتعاش های خمشی شاخص را در بین موارد فهرست شده مشخص کنید.عدد موج (nm-1) برای هر یک از ارتعاش های خمشی را بر اساس منبع معتبر بنویسید. **معرفی منبع معتبر مورد استفاده:** |  |
|  | آشنایی با دستگاه طیف سنجی مادون قرمز FTIR در آزمایشگاه دستگاهی گروه شیمی دارویی:* Dispersive IR:

double beam * FTIR: F………… T…………… IR

mono beam & beam splitterدستگاه FTIR مورد استفاده، ساخت شرکت Bruker و مدل Vertex70 می­باشد.مشاهده محل قرار گیری نمونه:برای طیف سنجی در مد معمولی از نمونه جامد در قالب قرص KBr برای طیف سنجی در مد معمولی از نمونه روغن در قالب قرص KBrبرای طیف سنجی در مد ATR (...Attenuated ) از نمونه جامد یا روغن \* مشاهده ابزار و cell های تعبیه شده برای قرار گیری انواع نمونه در دستگاه طیف سنجی IR: جنس ابعادکاربرد شرایط نگهداری و احتیاط های لازممحل قرار گیری منبع نور در دستگاه طیف سنجی IR مسیر عبور نور از محلول نمونه در دستگاه طیف سنجی IR نرم افزار مورد استفاده در دستگاه طیف سنجی IR  |  |
|  | ویژگی های نمونه برای آنالیز طیفی IR: ...مقدار مناسب برای تهیه نمونه آنالیز طیفی IR: ...در مد معمولی: جامد یا روغندر مد ATR: جامد یا روغن  |  |
|  | 9-1- **تهیه و قرارگیری نمونه از مواد جامد: پودر** **آسپیرین و اسید سالیسیلیک برای آنالیز FTIR در مد معمولی**:شرح روش تهیه نمونه قرص خالص از آسپیرین یا اسید سالیسیلیک: **ابتدا**:**تهیه قرص از نمونه آسپیرین:**مقدار ... گرم (... مول) از نمونه تجاری پودر آسپیرین ... با ... گرم از پودر KBr بدون آب در ... به خوبی ساییده می شود تا به صورت پودر نرم یکنواخت در آید.**تهیه قرص از نمونه اسید سالیسیلیک:**مقدار ... گرم (... مول) از نمونه تجاری پودر اسید سالیسیلیک ... را با ... گرم از پودر KBr بدون آب به خوبی در ... به خوبی ساییده می شود تا به صورت پودر نرم یکنواخت در آید.**تهیه قرص مخلوط آسپیرین و اسید سالیسیلیک:** مقدار ... گرم (... مول) از نمونه تجاری پودر آسپیرین ... و مقدار ... گرم (... مول) از نمونه تجاری پودر اسید سالیسیلیک ... را با ... گرم از پودر KBr بدون آب در ... به خوبی ساییده می شود تا به صورت پودر نرم یکنواخت در آید.**سپس**: با استفاده از دستگاه پرس مناسب، از پودر یکنواخت تهیه شده از هریک از سه نمونه جداگانه قرص نازک و یکنواخت شفاف تهیه می شود.\* ارزیابی کیفیت قرص تهیه شده برای اجرای مناسب IR را در نظر بگیرید.\* شرایط نگهداری پودر KBr که کاملا **عاری از رطوبت** باشد (نگهداری در ظرف دسیکاتور)\* نسبت پودر نمونه به KBr : ... **تهیه و قرارگیری نمونه از مواد مایع یا روغن:** حدود یک یا دو قطره از نمونه مایع در دو تا سه قطره از حلال مناسب وارد شده یکنواخت شود.\* بدیهی است برای آنالیز کمی از نمونه مایع یا روغن لازم هست حجم و وزن قطرات به دقت منظور شود.**پرسش**: آیا نیاز به طیف سنجی بلانک در آنالیز از این نمونه وجود دارد؟نمونه قرص در محل مناسب (holder) در مسیر نور با طول موج در بازه IR در دستگاه FTIR قرار گرفت.9-2- **قرارگیری نمونه از آسپیرین یا اسید سالیسیلیک برای آنالیز FTIR در مد ATR**:مقدار بسیار بسیار کم از نمونه جامد به فرم پودر یا نمونه مایع به فرم روغن یا مایع در بستر قرارگیری نمونه برای آنالیز در مد ATR قرار داده می شود.**پرسش**: آیا نیاز به طیف سنجی بلانک در آنالیز از این نمونه وجود دارد؟ |  |
|  | نرم افزار سازگار با دستگاه در سیستم ویندوز در کامپیوتر فعال شده، ویژگی های لازم برای اجرای IR تعیین شد.اجرای آنالیز طیفی با عنوان measure در نرم افزار برای هر یک از موارد زیر به صورت جداگانه انجام شد.پودر KBr به عنوان بلانک در مد معمولیپودر KBr به عنوان بلانک در مد ATR قرص اسید سالیسیلیک اسید در مد معمولیقرص اسید سالیسیلیک اسید در مد ATR قرص آسپیرین در مد معمولیقرص آسپیرین در مد ATR \* فایل خروجی هر یک از آنالیزها با استفاده از **قابلیت های نرم افزار** بر اساس عدد موج لیبل گذاری (peak picking) شده، در دو فرمت اختصاصی نرم افزار و فایل تصویری عمومی (jpeg) ذخیره شد.  |  |
|  | فایل خروجی هر یک از آنالیزها در هر یک از دو مد اجرا شده (معمولی و ATR) با استفاده از قابلیت های اولیه نرم افزار یک بار به صورت مستقل ارزیابی شده؛ بار دیگر به صورت مقایسه ای (superimposition) با آنالیز مرتبط (بلانک و ...) از نظر **کیفی و کمی** مورد پردازش و ارزیابی قرار گرفت.\* نسبت مقادیر استفاده شده در مقایسه کمی طیف های به دست آمده منظور شود. |  |
|  | **طیف های IR** برای **آسپیرین و اسید سالیسیلیک** از **منبع معتبر اقتباس نموده،** در این قسمت گزارش نمایید. **معرفی منبع معتبر مورد استفاده:** |  |
|  | طیف های به دست آمده از هر یک از نمونه های سالیسیلیک اسید و استیل سالیسیلیک اسید (آسپیرین) با طیف های گزارش شده در منبع معتبر معتبر مقایسه و تفسیر شود.بر این اساس نسبت به خلوص نمونه ها تصمیم گیری و اظهار نظر شود.در صورت تایید ناخالصی در آسپیرین، آیا **درصد ناخالصی** محتمل از هیدرولیز آسپیرین قابل سنجش می باشد؟ |  |