

**p-Dimetilaminosinnamaldehit ile Yapılan Spektrofotometrik Miktar
Tayinleri II : Fenazon ***

**Spectrophotometric Determinations Made by the Use of
p-Dimethylaminocinnamaldehyde II: Phenazone**

REZÜME

Rasim TULUS ve Yıldız AYDOĞAN**

GİRİŞ

Fenazonun absorpsiyometrik miktar tayininde kullanılan usul-lerden⁽¹⁻⁸⁾ bir kısmında⁽⁹⁻¹²⁾ p-dimetilaminobenzaldehit (p-DAB) ile renk reaksiyonundan faydalanılır. Bunun yerine p-dimetilaminosinnamaldehit (p-DAC) kullanılmak suretiyle fenazon miktar tayini için yeni bir usul geliştirildi. Yıldız Aydoğan'ın doktora tezinin bir kısmından faydalanılarak hazırlanan bu yayında bu yeni usul hakkında bilgi verilecektir.

İNCELEMELER ve SONUÇLARI

a) Usulün geliştirilmesi :

Suhunetin tesiri : Fenazon, sülfanilamid ve türevlerinin absorpsiyometrik tayinindeki şartlarda⁽¹³⁾, yani oda suhnetinde p-DAC ile renk vermediğinden karışımı ısıtmak icap etmiştir. 50°C ye ısıtma neticesinde mavi bir renk husule gelmişse de 500 µg madde için okunan absorbands (A = 0.240) az olmakta ve bu kıymet zamanla azalmaktadır. Kaynar su banyosunda değişik müddet bekletilerek en

* Yayın No. I: *İstanbul Ecz. Fak. Mec.*, 3, 105 (1967).

** Analitik Kimya Kürsüsü, Eczacılık Fakültesi, Üniversite, İstanbul.

uygun zamanın tespitine çalışıldı. Cetvel 1 de görüldüğü üzere 30 dakika ısıtma neticesinde renk şiddeti azamisine erişmektedir.

Cetvel 1. Isıtma müddeti

Müddet (dakika)	5	15	30	45	60
A	0.620	1.100	1.550	1.550	1.550

(500 μg fenazon)

Miyar çözeltisi hazırlanmasında kullanılacak çözücü: Miyarın 4 N HCl deki çözeltisiyle yapılan çalışmalarda tekrarlanabilen neticeler elde edilemedi. 2 N HCl deki çalışmada ise absorbands çok düşük bulunmuştur. Miyar çözeltisi hazırlanmasında çözücü olarak metanol kullanılması icap ettiği tespit edilmiştir. Miyar metanol yerine etanolde çözülmüşse absorbands daha az olmaktadır (Cetvel 2).

Cetvel 2. Çözücünün rolü

Çözücü	Metanol	Etanol
A	0.567	0.355

(300 μg fenazon)

Seyreltmede kullanılan çözücünün cinsi: Isıtmadan sonra seyreltmede kullanılan en uygun çözücünün etanol olduğu tespit edilmiştir (Cetvel 3).

Cetvel 3. Seyreltmede kullanılan çözücü

Çözücü	Su	3 N HCl	Etanol	Metanol	Aseton	Glasiyal Asetik asit
A	0.890	0.224	1.080	1.020	0.795	0.222

(100 μg fenazon)

Asit normalitesi: Muhtelif normalitelere HCl ile yapılan çalışmalarda en fazla absorbands 8 N HCl ile elde edildi (Cetvel 4).

Cetvel 4. Asit normalitesi

HCl (N)	0,1	1	2	6	8
A	0.305	0.605	0.810	0.980	0.985

(100 µg fenazon)

Absorbansın en uygun ölçme alanının dışında olması sebebiyle 50 - 500 µg miktarlar için 6 N HCl seçildi. Buna mukabil 5 - 50 µg miktarlar için 3 N HCl uygun görülmüştür (Cetvel 5).

Cetvel 5. Asit normalitesi

HCl (N)	3	6
A	0.540	0.248

(60 µg fenazon)

Miyar miktarı : 300 µg madde ve 0.5 - 2.0 ml % 0.1 lik miyar çözeltisi (metanolde) ile yapılan tecrübelerde absorbans devamlı bir artış göstermiştir. Hata nisbetinin en az olduğu absorbans alanına isabet etmesi sebebiyle 1 ml miyar çözeltisi uygun görülmüştür (Cetvel 6).

Cetvel 6. Miyar miktarı

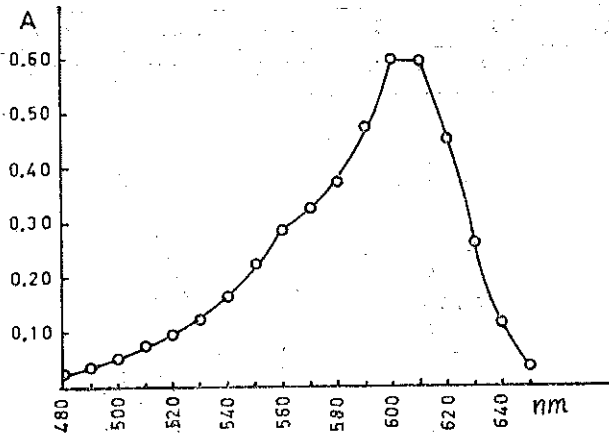
Miyar (ml)	0.5	1	1.5	2
A	0.380	0.567	0.875	1.080

En uygun dalga boyu : 300 µg madde ile elde edilen yeşilimsi mavi renkli çözeltinin absorbansı 480 - 650 nm arasında ölçüldüğünde, absorbansın en yüksek olduğu dalga boylarının 600 - 610 nm olduğu tespit edildi (Cetvel 7, Şekil 1).

Cetvel 7. Muhtelif dalga boylarındaki absorbans

λ (nm)	480	490	500	510	520	530	540	550	560
A	0.025	0.038	0.055	0.077	0.095	0.123	0.165	0.225	0.288
λ (nm)	570	580	590	600	610	620	630	640	650
A	0.327	0.375	0.475	0.598	0.595	0.455	0.263	0.114	0.037

(300 µg fenazon)



Şekil 1. Absorpsiyon eğrisi

Rengin dayanıklılığı : Teşekkül eden renk dayanıklı olup ilk 30 dakika içinde renk şiddetinde farkedilir bir azalma olmamaktadır. 1.5 saat sonunda bile fark ihmal edilebilecek kadar azdır (Cetvel 8).

Cetvel 8. Rengin dayanıklığı

Müddet (dakika)	0	5	10	15	30	45	60	90
A	0.540	0.540	0.540	0.540	0.540	0.545	0.545	0.545

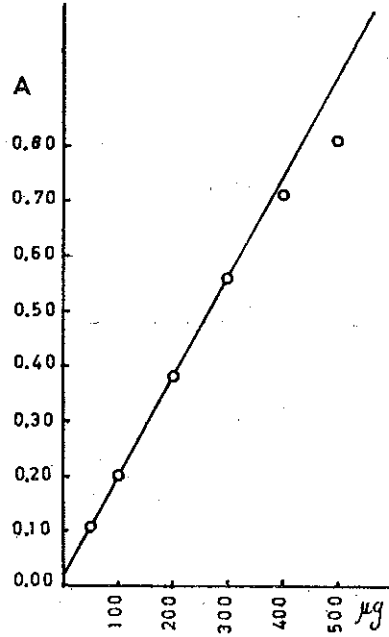
(300 µg fenazon)

Konsantrasyonla absorbans arasındaki münasebet : Nihai usule (Teknik I) göre çalışmak suretiyle absorbansın, 50 - 300 µg arasında konsantrasyonla oranlı olarak değiştiği tespit edildi (Cetvel 9). Cetvel 9 da görülen adetler dört tayinin ortalamasıdır. Bunlar yardımcıyla çizilen grafik şekil 2 dedir.

Teknik II de sistem 5 - 40 µg arasındaki konsantrasyonlarda, Beer kanununa uymaktadır (Cetvel 10, Şekil 3).

Cetvel 9. Konsantrasyonla absorbands arasındaki münasebet (Teknik I)

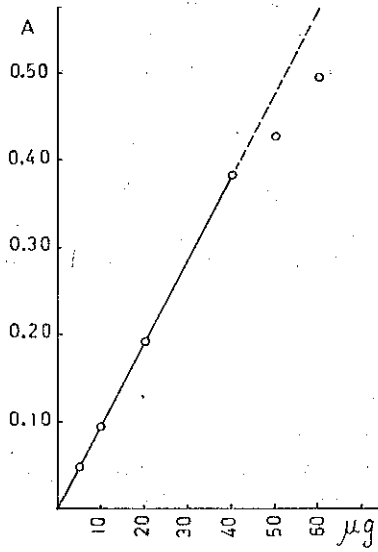
C (μg)	50	100	200	300	400	500
A	0.109	0.202	0.381	0.563	0.710	0.815



Şekil 2. Ölçü eğrisi

Cetvel 10. Konsantrasyonla absorbands arasındaki münasebet (Teknik II)

C (μg)	5	10	20	40	50	60
A	0.048	0.094	0.193	0.384	0.426	0.495



Şekil 3. Ölçü eğrisi

b) *Nihai usul* :

Teknik I (50 - 300 µg madde için) : Bir tübe 1 ml, fenazonun metanoldeki çözeltisi (50 - 300 µg) ve 1 ml miyar (p-DAC in metanoldeki % 0.1 lik) çözeltisi ve 2 ml 6 N HCl ilâve edilir. Sonra tübün kenarlarına yapışmış olan sıvı kısımları 0.5 ml metanol ilâvesiyle esas kısım ile birleştirilir. Aynı şekilde hazırlanan mukayese çözeltisiyle beraber, kaynamakta olan su banyosunda 30 dakika ısıtılır. Çıkarılıp, içinde oda suhuretinde su bulunan bir beherglasta 15 dakika bekletilerek soğutulduktan sonra 10 ml lik bir balon jöjeye aktarılır ve % 96 lik etil alkolle 10 ml ye tamamlanıp iyice karıştırılır. Bu ameliyeler sona erer ermez, yeşilimsi mavi renkli çözeltinin absorbansı spektrofotometrede (kırmızı foto tüp) 600 nm de 1 cm lik küvette, mukayese çözeltisine karşı ölçülür. Bu absorbansa tekabül eden konsantrasyon, bilinen miktarlardaki fenazon çözeltileri yardımıyla hazırlanan ölçü eğrisinde (Şekil 2) okunur.

Teknik II (5 - 40 µg madde için) : Bu tekniğin bir öncekinden farklı olduğu hususlar: 1 — asit çözeltisi 1 ml 3 N HCl, 2 — renk

tesekkül ettikten sonra 5 ml ye tamamlanır. Ölçülen absorbansa te-
kabül eden konsantrasyon bilinen miktarlardaki fenazon gözeltleri
yardımıyla hazırlanan ölçü eğrisinde (Şekil 3) okunur.

c) *Presizyon :*

Geliştirilen usulün presizyonu standart sapma cinsinden hesap-
landı. Bu maksatla ayrı 2 günde (200 µg fenazon ile teknik I e göre)
5 er tayinlik 2 seri tecrübe yapıldı. Ölçülen absorbans değerleri cet-
vel 11 dedir.

Cetvel 11. Tekrarlanan ölçme neticeleri

No.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
A	0.405	0.380	0.385	0.360	0.405	0.395	0.400	0.380	0.385	0.390

Ölçme neticelerinin aritmetik ortalaması $m = 0.3885$

Tayin adedi $n = 10$ olduğundan standart sapma (s)

$$s = \sqrt{\frac{\sum (x - m)^2}{n - 1}} = \sqrt{\frac{0.0017025}{9}} = 0.0138 \text{ dir.}$$

O halde ölçme kıymetleri $m \mp s$ şeklinde, yani 0.3885 ∓ 0.0138 bir
sıra teşkil etmektedir.

$$\text{Relatif standart sapma} = \frac{s \times 100}{m} = \frac{0.0138 \times 100}{0.3885} = 3.55 \text{ tir.}$$

d) *Enterferanslar :*

Barbital, kafein ve aminopirinin fenazonun bu usule göre tayi-
nine zararlı olup olmadığı tetkik edildi. Neticede aynı miktar
aminopirin, kafein ve barbitalin (300 µg) yalnız başlarına renk ver-
mediği, herbiri fenazon ile beraber bulunduğu, renk şiddetine te-
sir etmediği, ayrıca her birinin 2, 5 ve 10 misli miktarlarda fenazon-
la beraber iken yine zararlı olmadığı tesbit edildi (Cetvel 12 - 14).

Cetvel 12. Aminopirinin tesiri

Fenazon (Fen.) Aminoprin (Amp.)	Amp. 300 µg	Fen. 300 µg	Fen.+Amp. (1:1)	Fen.+Amp. (1:2)	Fen.+Amp. (1:5)	Fen.+Amp. (1:10)
A	0	0.550	0.540	0.563	0.558	0.575

Cetvel 13. Kafeinin tesiri

Fenazon (Fen.) Kafein (Kaf.)	Kaf. 300 µg	Fen. 300 µg	Fen.+Kaf. (1:1)	Fen.+Kaf. (1:2)	Fen.+Kaf. (1:5)	Fen.+Kaf. (1:10)
A	0	0.540	0.530	0.567	0.550	0.570

Cetvel 14. Barbitatin tesiri

Fenazon (Fen.) Barbital (Bar.)	Bar. 300 µg	Fen. 300 µg	Fen.+Bar. (1:1)	Fen.+Bar. (1:2)	Fen.+Bar. (1:5)	Fen.+Bar. (1:10)
A	0	0.550	0.565	0.567	0.560	0.540

DENEL KISIM

A) Alet ve p-DAC :

Kullanılan alet ve p-DAC nin elde edilgi bir önceki yayındaki⁽¹³⁾ aynıdır.

B) Miyarlar :

1) p-DAC çözeltisi I: p-Dimetilaminosinnamaldehitin metanoldeki % 0.1 lik (ağ./hac.) çözeltisidir.

2) Fenazon çözeltisi I (1000 µg/ml) : Metanoldeki % 0.1 lik (ağ./hac.) çözeltisi.

3) Fenazon çözeltisi II (100 µg/ml) : Metanoldeki % 0.01 (ağ./hac.) çözeltisi.

Bu çözelti fenazon çözeltisi I in 10 ml sini metanolle 100 ml ye seyreltmek suretiyle hazırlandı.

4) Fenazon çözeltisi III (10 μ g/ml): 10 ml fenazon çözeltisi II balon jodede 100 ml ye tamamlandı, % 0.001 (ağ./hac.).

5) HCl çözeltileri: Muhtelif normalitede.

6) Etanol: Tekel idaresinden temin edilen % 96 lık etil alkol.

C) Diğer şartlar :

Cetvel 1 deki tecrübe şartları : 10 tüpten ilk 5 ine (No. 1 - 5) fenazon çözeltisi I den 0.5 er ml kondu ve tüplerdeki sıvı hacmi metanolle 1 er ml ye tamamlandı. Diğer 5 tübe (No. 6 - 10) 1 er ml metanol kondu. Sonra tüplerin her birine 1 er ml p-DAC çözeltisi I ve 1 er ml 3 N HCl çözeltisi kondu. Tüpler karıştırıldıktan sonra, kaynamakta olan bir su banyosuna batırıldı. 5, 15, 30, 45 ve 60 dakika sonra her seferinde biri fenazonlu, diğeri fenazonsuz çözelti ihtiva eden 2 tüp su banyosundan çıkartılıp içinde soğuk su bulunan bir beherglasaya sokulmak ve suyu sık sık değiştirilmek suretiyle oda suhnetine getirildi. Tüplerin her birine 3 er ml su ilâve edildi ve sıcak su banyosundan çıkarıldıktan 15 dakika sonra fenazonlu çözeltinin absorbandsı 600 nm de fenazonsuza (mukayese çözeltisine) karşı ölçüldü.

Ölçme tekniği: 1 cm lik küvet, kırmızı fototüp, 600 nm, sensitivity 2. Aletle ilgili olan bu şartları, her seferinde tekrar etmemek için, bundan sonraki tecrübelerde bu hususlar «mutat şekilde ölçüldü» ibaresiyle belirtildi.

Cetvel 2 deki : 4 tüpten 2 sine fenazon çözeltisi I den 0.3 ml ve 0.7 ml metanol kondu. Diğer ikisine 1 er ml metanol kondu. 1 inci ve 3 üncü tübe p-DAC nin metanoldeki % 0.1 lik çözeltisinden, 2 nci ve 4 üncü tübe p-DAC nin etanoldeki % 0.1 lik çözeltisinden 1 er ml ve tüplerden her birine 2 şer ml 6 N HCl ilâve edildi. Sonra tüplerin ağız kısmına yapışması muhtemel olan sıvı kısımları esas hacimle birleştirmek maksadıyla her tübe 0.5 ml metanol ilâve edildi. Çözeltiler iyice karıştırıldıktan sonra kaynar su banyosunda yarım saat ısıtıldı. Mutat şekilde soğutuldu. Tüplerdeki çözeltiler 10 ml lik 4 balon jojeye aktarıldı ve tüpler etilalkolle çalkanarak renkli çözeltilere

rin kantitatif olarak balon jojeye aktarılması sağlandı. Etanollü çözeltiler 10 ml ye tamamlanarak iyice karıştırıldı, I. balon jojedeki çözeltilerin absorbansı 3. ye, 2. balon jojedeki çözeltilerin absorbansı 4. ye karşı mutata şekilde ölçüldü.

Cetvel 3 deki : 12 tüpten 6 tanesine (No. 1 - 6) fenazon çözeltisi II den 1 er ml, diğer altısına (No. 7 - 12) ise 1 er ml metanol, tüplerden her birine p-DAC çözeltisi I den 1 er ml ve 1 er ml 3 N HCl kondu. Karıştırıldıktan sonra kaynar su banyosunda 30 dakika ısıtıldı. Mutata şekilde soğutulduktan sonra 1 ve 7 No. lu tüplere 3 ml su, 2 ve 8 No. lu tüplere 3 ml N HCl, 3 ve 9 No. lu tüplere 3 ml etanol, 4 ve 10 No. lu tüplere 3 ml metanol 5 ve 11 No. lu tüplere aynı miktar aseton ve nihayet 6 ve 12 No. lu tüplere 3 ml glasiyal asetik asit ilâve edildi. Tüpler karıştırıldıktan sonra çözeltilerin absorbansı tekabül ettikleri mukayese çözeltilerine karşı mutata şekilde ölçüldü.

Cetvel 4 deki : 10 tüpten ilk 5 ine (No. 1 - 5) fenazon çözeltisi II den 1 er ml, diğer 5 tübe (No. 6 - 10) 1 er ml metanol kondu. Tüplerin her birine 1 er ml p-DAC çözeltisi I kondu. Sonra 1 ve 6 No. lu tüplere 1 er ml 0.1 N HCl, 2 ve 7 No. lu tüplere aynı miktar N HCl, 3 ve 8 No. lu tüplere aynı miktar 2 N HCl, 4 ve 9 No. lu tüplere aynı miktar 6 N HCl, 5 ve 10 No. lu tüplere 1 er ml 8 N HCl kondu. Tüpler iyice karıştırılıp kaynamakta olan su banyosunda 30 dakika ısıtıldı. Mutata şekilde soğutuldu ve her birine 3 er ml etil alkol ilâve edilip iyice karıştırıldıktan sonra çözeltilerin absorbansı kendilerine ait olan mukayese çözeltilerine karşı mutata şekilde ölçüldü.

Cetvel 5 deki : 4 tüpten ilk 2 sine (No. 1 ve 2) fenazon çözeltisi II den 0.6 ml ve 0.4 ml metanol, diğer 2 tübe (No. 3 ve 4) 1 er ml metanol kondu. Tüplerin her birine 1 er ml p-DAC çözeltisi I kondu. 1 ve 3 No. lu tüplere 1 er ml 3 N HCl, 2 ve 4 No. lu tüplere ise aynı miktar 6 N HCl kondu. Tüplerin her birine 0.5 metanol ilâve edilip, karıştırıldıktan sonra kaynar su banyosunda 30 dakika ısıtıldı. Mutata şekilde soğutuldu. Sonra çözeltilerin her biri 5 ml lik ayrı birer balon jojeye kantitatif olarak aktarıldı, burada etanolla 5 ml ye tamamlanıp iyice karıştırıldı. Müteakiben 1 ve 3 No. lu çözeltilerin absorbansı 2 ve 4 No. lu (mukayese) çözeltilere karşı mutata şekilde ölçüldü.

Cetvel 6 daki : 8 tüpten ilk 4 üne (No. 1 - 4) fenazon çözeltisi I den 0.3 ml kondu. Çözeltiler metanolla 1 ml ye tamamlandı. Diğer 4 tübe (No. 5 - 8) 1 er ml metanol kondu, 1 ve 5 No. lu tüplere 0.5 ml p-DAC çözeltisi I, 2 ve 6 No. lu tüplere aynı çözeltilerden 1 er ml, 3 ve 7 No. lu tüplere aynı çözeltilerden 1,5 ml, 4 ve 8 No.lu tüplere ise aynı çözeltilerden 2 şer ml kondu. 4 ve 8 No. lu tüpler hariç diğer tüplere gerekli miktarda metanol konarak çözeltiler eşit hacme getirildi. Sonra tüplerin her birine 2 şer ml 6 N HCl ve 0.5 er ml metanol konup, tüpler iyice karıştırıldıktan sonra kaynar su banyosunda 30 dakika ısıtıldı. Mutat şekilde soğutuldu. Çözeltilerin her biri kantitatif olarak 10 ar ml lik balon jodelere aktarıldı ve etanolla 10 ml ye tamamlandı. Müteakiben 1 ilâ 4 No. lu çözeltilerin absorbanası kendilerine ait mukayese çözeltilerine (No. 5 - 8) karşı mutat şekilde ölçüldü.

Cetvel 7 deki : 2 tüpten birine fenazon çözeltisi I den 0.3 ml kondu ve üzerine 0.7 ml metanol ilâve edildi. Diğer tübe ise 1 ml metanol kondu. Her iki tübe 1 er ml p-DAC çözeltisi I, 2 şer ml 6 N HCl ve 0.5 er ml metanol ilâve edilip iyice çalkalandıktan sonra kaynar su banyosunda 30 dakika ısıtıldı. Mutat şekilde soğutuldu. Tüplerdeki çözeltiler 10 ar ml lik 2 balon jodeye kantitatif olarak aktarıldı ve etanolla 10 ml ye tamamlandı. 1. çözeltilinin absorbanası 480 - 650 nm de diğer çözeltilere (mukayese çözeltisi) karşı mutat şekilde ölçüldü.

Cetvel 8 deki : Bir önceki tecrübedekininki aynıdır, yalnız ölçmeler 600 nm de ve cetvelde gösterilen müddetlerde yapılmıştır. Bu müddetler çözeltilerin balon jode muayyen hacme iblâğ edilip karıştırılmasından itibaren hesaplanmıştır.

Cetvel 9 daki : 7 tüpten ilkinde fenazon çözeltisi II den 0.5, ikincisine 1 ml, diğer 4 üne fenazon çözeltisi I den sırasıyla 0.2, 0.3, 0.4 ve 0.5 ml kondu. Tüplerdeki çözeltiler metanol ile 1 ml ye tamamlandı. 7. tübe ise (mukayese çözeltisi) yalnız 1 ml metanol kondu. Tüplerden her birine 1 er ml p-DAC çözeltisi I, 2 şer ml 6 N HCl ilâve edildi ve tüplerin kenarına yapışmış olması muhtemel olan sıvı kısımları esas kısımla birleştirmek için tüplerin her biri 0.5 er ml metanolla muamele edildi. Tüpler karıştırılıp, kaynamakta olan su banyosunda 30 dakika ısıtıldı. Mutat şekilde soğutulduktan sonra çözeltilerin her biri 10 ar ml lik balon jodelere kantitatif olarak aktarıldı. Etanolla 10 ml ye tamamlandı, çözeltiler iyice karıştırıldıktan

sonra 1 ilâ 6 No. lu balon jöjelerdeki çözeltilerin absorbanları 7 No. lu balon jöjedeki çözeltiliyeye (mukayese çözeltilisi) karşı mutat şekilde ölçüldü.

Cetvel 10 daki : 7 tüpten ilkinine fenazon çözeltilisi III den 0.5, ikincisine 1 ml, diđer 4 tanesine sırasıyla fenazon çözeltilisi II den 0.2, 0.4, 0.5 ve 0.6 ml kondu. Çözeltilerin hepsi metanolle 1 ml ye tamamlandı. 7. tübe ise (mukayese çözeltilisi) 1 ml metanol kondu. Sonra tüplerden her birine 1 er ml p-DAC çözeltilisi I, 1 er ml 3 NHCl ve 0.5 er ml metanol ilâve edildi. Tecrübenin bundan sonraki kısmı bir öncekinin aynıdır. Yalnız çözeltiler sonunda 10 ml yerine 5 ml ye tamamlanmıştır.

Cetvel 11 deki : 6 tüpten ilk 5 ine fenazon çözeltilisi I den 0.2 şer ml kondu ve çözeltilerin hacmi metanolle 1 ml ye tamamlandı. 6. tübe (mukayese çözeltilisi) 1 ml metanol kondu. Tecrübenin bundan sonraki kısmı cetvel 9 dakinin aynıdır.

Cetvel 12 deki : 7 tüpten ilkinine aminopirin çözeltilisi I den (aminopirinin metanoldeki çözeltilisi, 1 mg/ml) 0.3 ml, diđer 5 ine fenazon çözeltilisi I den 0.3 er ml kondu. 3 ve 4 No. lu tüplere ayrıca aminopirin çözeltilisi I den 0.3 ve 0.6 ml, 5 ve 6 No. lu tüplere ise aminopirin çözeltilisi II (aminopirinin metanoldeki çözeltilisi, 10 mg/ml) den 0.15 ve 0.3 ml kondu. Tüplerdeki çözeltili hacmi metanolle 1 ml ye tamamlandı. 7 No. lu tübe (mukayese çözeltilisi) yalnız 1 ml metanol kondu. Tecrübenin bundan sonraki kısmı cetvel 9 dakinin aynıdır.

Cetvel 13 deki : Bu tecrübedeki şartlar bir önceki gibidir, şu farkla ki burada aminopirinin çözeltileri yerine kafein çözeltileri (çözeltili I: 1 mg/ml, çözeltili II: 10 mg/ml) kullanılmıştır.

Cetvel 14 deki : Bu tecrübedeki şartlar cetvel 12 dekinin aynıdır, şu farkla ki burada aminopirin çözeltileri yerine barbital çözeltileri (çözeltili I: 1 mg/ml, çözeltili II: 10 mg/ml) kullanılmıştır.

Ö Z E T

Miyar olarak p-dimetilaminosinnamaldehyit (p-DAC) kullanmak suretiyle fenazonun spektrofotometrik miktar tayini için biri 5 - 40 μ g, diđerisi ise 50 - 300 μ g miktarlara tatbik edilmek üzere ayrı

iki teknik geliştirilmiştir. İlkinde sistem Beer kanununa uymakta, ikincisinde ise Beer kanununa uymamakla beraber absorbands 50 - 300 μg arasında konsantrasyonla oranlı olarak değişmektedir. İkinci teknikte 10 tayin üzerinden hesaplanan ve standart sapma cinsinden ifade edilen presizyon 0.0138 dir. Aminopirin, kafein ve barbital 10 misline kadar olan miktarlarda bile, fenazonun bu usule göre tayinine zarar vermez.

SUMMARY

Using p-dimethylaminocinnamaldehyd as reagent, two techniques were developed for the spectrophotometric determination of phenazone. In the first one (for 5 - 40 μg phenazone) the system follows the Beer's law, in the second the system doesn't follow the Beer's law, but the absorbances are proportional with the concentrations within the range of 50 - 300 μg phenazone. The precision of the latter technique, expressed as standard deviation and calculated from 10 measurements, is 0.0138. Aminopyrine, caffeine and barbital does not interfere even in ten times of quantities of phenazone.

LİTERATÜR

1. Brodie, B. B., Axelrod, J., Soberman, R. ve Blevy, B., *J. Biol. Chem.*, **179**, 25 (1949).
2. Nieth, H., Thiele, P., *Klin. Wochschr.*, **36**, 832 (1958).
3. Arbeitsvorschriften für das Pulfrich-Photometer, Sammlung II, VEB Gustav Fischer Verlag, Jena 1956.
4. Mendelssohn, D., Levin, N. W., *J. Lab. Clin. Med.*, **54**, 311 (1959) - Ref. *Anal. Abstr.*, **7**, 2354 (1960).
5. Nambara, T., *J. Pharm. Soc. Japan*, **80**, 460 (1960) - Ref. *Anal. Abstr.*, **9**, 4346 (1962).
6. Celechovsky, J., Krejci, V., *Ceskoslov. Farm.*, **6**, 98 (1957) - Ref. *Anal. Abstr.*, **5**, 238 (1958).
7. Celechovsky, J., Svobodova, D., *Ceskoslov. Farm.*, **8**, 380 (1959) - Ref. *C. A.* **54**, 5015 b (1960).
8. Dantec, M., *Ann. Med. Pharm. Col.*, **32**, 379 (1934) - Ref. *C. A.*, **30**, 3587 9 (1936).
9. Ekkert, L., *Pharm. Zentralhalle*, **71**, 180 (1930).
10. Pesez, M., *Ann. Chim. Anal. Appl.*, **24**, 19 (1942) - Ref. *C. A.* **37**, 4332 4 (1943).
11. Delaville, M., Delaville, G., Hiooco, A. G. ve Lichtwitz, A., *Ann. Biol. Chim.*, **10**, 391 (1952) - Ref. *C. A.*, **47**, 2240 f (1953).
12. Hahn, M., Kolsek, J. ve Prepar, M., *Z. analyt. Chem.*, **151**, 104 (1956) - Ref. *C. A.*, **50**, 11610 e (1956).
13. Tulus, R., Aydoğan, Y., *Istanbul Ecz. Fak. Mec.*, **3**, 105 (1967).