

p-Dimetilaminosinnamaldehit ile Yapılan Spektrofotometrik Miktar Tayinleri III : Meprobamat *

Spectrophotometric Determinations Made by the Use of p-Dimethylaminocinnamaldehyde III: Meprobamate

Rasim TULUS ve Yıldız AYDOĞAN **

GİRİŞ

Meprobamatın absorpsiyometrik miktar tayininde kullanılan usullerden⁽¹⁻⁵⁾ ikisinde^(2,3) miyar olarak p-dimetilaminobenzaldehit (p-DAB) kullanılır. Bunun yerine p-dimetilaminosinnamaldehit (p-DAC) alınması halinde durumun ne olacağı tetkik edildi, ayrıca Hoffman ve Ludwig⁽²⁾ usulünden tamamiyle farklı yeni bir teknik geliştirildi ve bu yeni teknik Hoffman ve Ludwig usulü ile mukayese edildi. Yıldız Aydoğan'ın doktora tezinin bir kısmından faydalanılarak hazırlanan bu yayından maksat yukarıda bildirilen hususlar hakkında bilgi vermektir.

İNCELEMELER ve SONUÇLARI

Gerek sülfanilamidlerin⁽⁶⁾ ve gerekse fenazonun⁽⁷⁾ p-DAC ile tayini usulleri meprobamat tayinine kabili tatbik değildir; zira meprobamat bu şartlarda p-DAC ile renk husule getirmemektedir. Meprobamatın p-DAB ile tayini usulünde⁽²⁾ miyar olarak p-DAC alındığında renk husule geldiği ve aynı şekilde çalışılarak kolorimetrik miktar tayini yapılabileceği tespit edildi. Yalnız kullanılan kuvvetlerin büyük olmasından dolayı nihaî hacim esas usuldekinin 2 misli olarak alındı ve esas usuldekinin 2 misli hacimde miyar kullanıldı.

* Yayın No. II: *Istanbul Ecz. Fak. Mec.*, 3, 168 (1967).

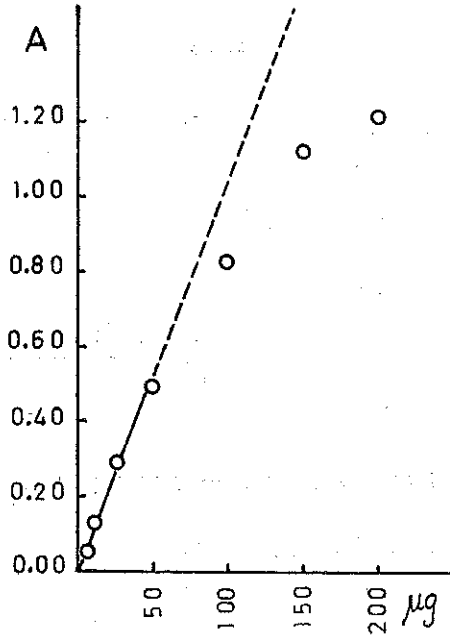
** Analitik Kimya Kürsüsü, Eczacılık Fakültesi, Üniversite, İstanbul.

5 - 200 μg meprobammat ile yapılan çalışmalarda ölçülen absorbanlar cetvel 1 de görülmektedir.

Cetvel 1. Absorbanslar

C (μg)	5	10	25	50	100	150	200
A	0.058	0.133	0.292	0.495	0.825	1.120	1.210

Bu ölçme neticeleri yardımıyla şekil 1 deki grafik çizilmiştir. Grafiğin tetkikinden anlaşılacağı üzere sistem Beer kanununa uymakta olup absorban 5 - 50 μg arasında konsantrasyonla orandır.



Şekil 1. Ölçü eğrisi

a) *Usulün geliştirilmesi :*

Hoffman ve Ludwig⁽²⁾ usulünde su çeken miyar olarak SbCl_5 ün CHCl_3 deki çözeltisi ile asetik anhidrit karışımı alınmaktadır. Bunun yerine derişik sülfürik asit-glasial asetik asit karışımı alınmak suretiyle yeni bir usul geliştirilmesi için aşağıdaki tetkikler yapılmıştır.

Ön tetkikler : Su geçen miyar olarak derişik sülfürük asit-glasial asetik asit (1:9, hac./hac.) karışımı alındığında oda suhune-tinde pembe bir renk teşekkül etmekte ise de çözeltinin absorbansı devamlı olarak azalmaktadır. Asit oranı (Cetvel 2) ve ayrıca ilâve edilen asit karışımının hacmi (Cetvel 3) arttırıldığında absorbans çok az artmaktadır ve 500 μ g maddenin husule getirdiği absorbans kıymet itibariyle düşüktür.

Cetvel 2. Asit oranı

Asit oranı (hac./hac.)	A
H ₂ SO ₄ — CH ₃ COOH (1:9)	0.103
H ₂ SO ₄ — CH ₃ COOH (2:8)	0.115

(500 μ g meprobamat)

Cetvel 3. Asit miktarı

Asit (ml)	1	1.5	2
A	0.115	0.125	0.112

(500 μ g meprobamat)

Asit oranı azaltılarak yapılan bir seri tecrübede (500 μ g meprobamat) absorbansın azaldığı ve ayrıca karışımındaki sülfürük asit miktarı azaltıldığında, yani derişik sülfürük asit-glasial asetik asit (2.5:97.5 hac./hac.) alındığında madde ile mukayese çözeltisi arasında renk farkı olmadığı tespit edildi (Cetvel 4). Miyar miktarının arttırılması ile absorbans arttığından bu tecrübe serisinde 1 ml % 1 lik miyar (benzende) kullanıldı (Cetvel 4).

Cetvel 4. Asit karışımları

H ₂ SO ₄ — CH ₃ COOH	10 : 90	7.5 : 92.5	5 : 95	2.5 : 97.5
A	0.810	0.760	0.590	*

(* Madde ile mukayese çözeltisi arasında fark yok)

Meprobamat çözeltisinin hazırlanmasında kullanılan çözücü karışımının renk reaksiyonuna tesiri de incelendi. Meprobamat, ase-

ton-glasial asetik asit (3:1 hac./hac.) yerine yalnızca asetonda çözüldüğünde madde çözeltisi ile mukayese çözeltisi arasında renk farkı olmadığı görüldü, buna mukabil madde aseton-glasial asetik asit (1:1 hac./hac.) karışımında çözüldüğünde renkler farklı oldu.

Karışımındaki asit oranı: Meprobamatin aseton-glasial asetik asit (1:1 hac./hac.) karışımındaki çözeltisinde p-DAC ile renk reaksiyonuna, muhtelif oranlardaki derişik sülfürik asit-glasial asetik asit karışımlarının tesiri incelendi (Cetvel 4) ve derişik sülfürik asit-glasial asetik asit (3:97) karışımıyla elde edilen rengin diğer karışımlarla elde edilen renge nazaran zamanla daha az değıştiği görüldü. Bu sebeple nihaî usulde sülfürik asit-glasial asetik asit (3:97 hac./hac.) karışımının kullanılmasına karar verildi ve cetvel 2 de gösterilen tetkiklere dayanılarak asit miktarı 1 ml olarak alındı (Cetvel 5).

Cetvel 5. Asit oranı

H ₂ SO ₄ — CH ₃ COOH (hac./hac.)	10 : 90	5 : 95	3 : 97	2.5 : 97.5
A ₁ (5 dakika sonraki)	0.660	0.467	0.445	0.365
A ₂ (15 dakika sonraki)	0.615	0.476	0.448	0.370
A ₃ (30 dakika sonraki)	0.540	0.465	0.448	0.372
A ₄ (60 dakika sonraki)	0.435	0.440	0.438	0.375

(500 µg meproamat)

Miyar miktarı: Diğer tecrübe şartları sabit tutularak mecmu hacimdeki miyar miktarı değıştirilmek suretiyle yapılan tecrübelerde (500 µg meproamat) absorbansın devamlı olarak arttığı görüldü. Hatalarının en az olduğu absorbans alanının üst sınırına yakın olan absorbans kıymeti 0.5 ml % 4 lük p-DAC (benzende) çözeltisiyle elde edildiğinden (Cetvel 6) nihaî usulde bu miktar, veya 1 ml % 2 lik p-DAC (benzende) çözeltisi kullanılması icabettiği neticesine varıldı.

Cetvel 6. Miyar miktarı

Miyar (ml)	0.25	0.5	0.75	1
A	0.450	0.820	1.210	(*)

(*) Alet sıfıra ayarlanamıyor.

Rengin dayanıklılığı : Denel kısımda bildirilen şartlarda yapılan tecrübeye absorbans başlangıçta çok az değişmekte, fakat 20 dakikadan sonra yavaş yavaş azalmaktadır (Cetvel 7). Bu sebeple ölçmelerin, miyarların karıştırılmasından sonraki 10-20 dakika içinde yapılması icap eder.

Cetvel 7. Rengin dayanıklılığı

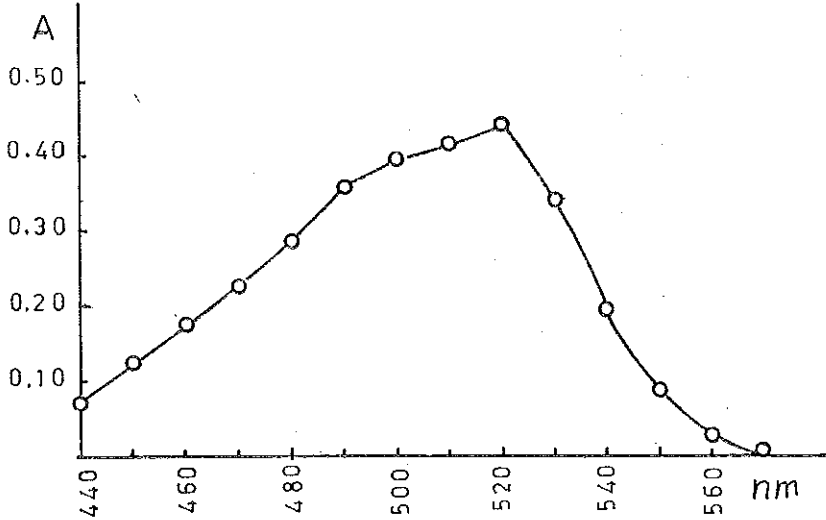
Zaman (dakika)	5	10	20	30	45	60
A	0.820	0.830	0.830	0.825	0.820	0.815

(500 μg meprobamat)

En uygun dalga boyu : Absorbansın en fazla olduğu dalga boyu cetvel 8 de görüldüğü üzere 520 nm dir.

Cetvel 8. Muhtelif dalga boylarındaki absorbanslar

(nm)	440	450	460	470	480	490	500	510	520
A	0.073	0.125	0.175	0.227	0.288	0.360	0.398	0.415	0.440
(nm)	530	540	550	560	570	580			
A	0.340	0.195	0.088	0.026	0.006	0.002			

(300 μg meprobamat)

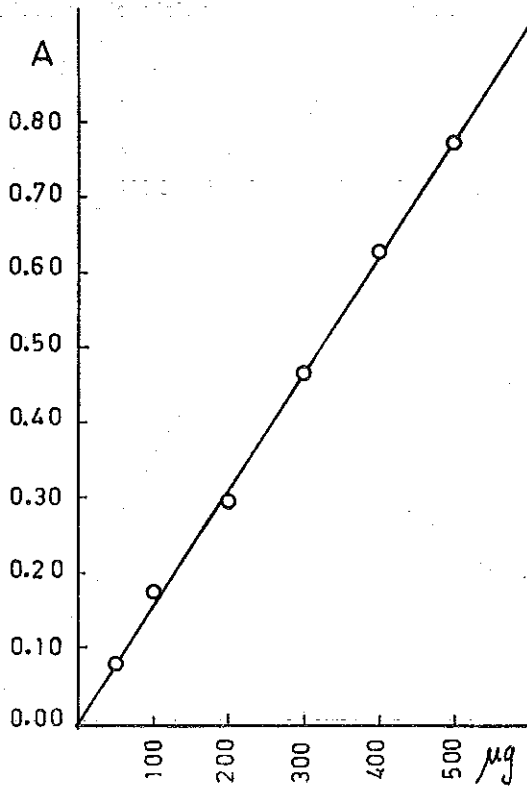
Şekil 2. Absorpsiyon eğrisi

Konsantrasyonla absorbens arasındaki münasebet: 50 - 500 μg meprobamatla 5 er defa yapılan tayinlerin ortalaması cetvel 9 da gösterilmiştir.

Cetvel 9. Konsantrasyon - Absorbans

C (μg)	50	100	200	300	400	500
A	0.080	0.175	0.295	0.466	0.629	0.774

Bu cetveldeki ortalama absorbens kıymetleri yardımıyla şekil 3 deki grafik çizilmiştir. Görüldüğü üzere ölçülen absorbens kıymetlerinin bir kısmı bu doğrunun üzerinde, diğerleri ise buna çok yakındır. Ayrıca bu doğru koordinat sisteminin sıfır noktasından geçtiğinden sistem Beer kanununa uymaktadır.



Şekil 3: Ölçü eğrisi

b) *Nihai usul :*

Meprobamatın glasiyal asetik asit-aseton (1:1 hac./hac.) karışımındaki çözeltisinin 2 ml sine (50 - 500 μ g madde) p-DAC nin benzendeki % 2 lik çözeltisinden 1 ml ve derişik sülfürik asit-glasiyal asetik asit (3:97 hac./hac.) karışımından 1 ml ilâve edilip karıştırılır. Kırmızı renkli çözeltinin absorbansı aynı şekilde hazırlanan mukayese çözeltisine karşı 1 cm lik küvette, mavi fototüple 520 nm de ölçülür. Bu absorbansa tekabül eden konsantrasyon, bilinen miktarlardaki meprobamat çözeltileri yardımıyla hazırlanan grafikte (Şekil 3) okunur.

c) *Presizyon :*

Usulün presizyonunu hesaplamak maksadıyla 300 μ g meprobamatla 2 ayrı partide 10 tayin yapılmıştır. Ölçme neticeleri ile bunlardan hesaplanan aritmetik ortalama ve standart sapma aşağıda gösterilmiştir:

Cetvel 10. Tekrarlanan ölçme neticeleri

No.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
A	0.467	0.475	0.460	0.450	0.480	0.455	0.483	0.488	0.455	0.460

Ölçme neticelerinin aritmetik ortalaması $m = 0.4673$, tayin adedi $n = 10$ olduğundan,

$$\text{Standart sapma } s = \sqrt{\frac{\sum (x - m)^2}{n - 1}} = \sqrt{\frac{0.0016041}{9}} = 0.0134 \text{ tür.}$$

O halde ölçme neticeleri $m \pm s$, yani 0.4673 ± 0.0134 şeklinde bir sıra teşkil etmektedir.

$$\text{Relatif standart sapma} = \frac{s \times 100}{m} = \frac{0.0134 \times 100}{0.4673} = 2.86 \text{ dir.}$$

d) *Mukayeseler :*

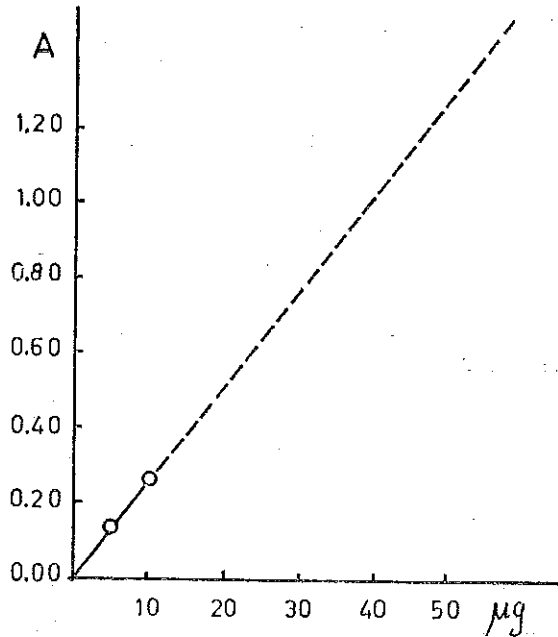
Meprobamatın tayini için geliştirilen bu usul, Hoffman ve Ludwig⁽²⁾ usulü (miyar p-DAB) ile ve ayrıca bunun tarafımızdan modifiye edilen şekli (miyar p-DAC) ile mukayese edildi.

d₁) Hoffman ve Ludwig (2) usulüyle (miyar p-DAB) mukayese: Bu usulde nihai hacim 2.4 ml olmaktadır. Kullandığımız aletin kuvvetini doldurmak için bu miktar kâfi gelmediğinden çözeltilerin hepsini 2 şer misli almak icap etmiştir. Bu tarzda yapılan bir çalışmada elde edilen neticeler cetvel 11 de gösterilmiştir :

Cetvel 11. Konsantrasyon - Absorbans

C (μg)	5	10	50
A	0.143	0.277	1.110

Bu cetvel yardımıyla çizilen şekil 4 de görüldüğü üzere absorbans $10 \mu\text{g}$ in üstündeki kıymetlerde konsantrasyonla oranlı değildir. Zaten Hoffman ve Ludwig(2) kendi usullerinde absorbansın ancak $10 \mu\text{g}$ a kadar olan alanda konsantrasyonla oranlı olarak değişmekte olduğunu bildirmektedirler.



Şekil 4. Konsantrasyon - Absorbans grafiği

Tarafımızdan geliştirilen tekniğin ise ölçme alanı daha geniştir ve 500 μg a kadar uzamaktadır. Buna mukabil Hoffman ve Ludwig'in usulü daha hassastır, zira 5 μg için $A = 0.143$ ölçülmekte, bu absorbanza ise tarafımızdan geliştirilen usulde ancak 90 μg civarında erişilmektedir (Şekil 3).

d₂) **Modifiye Hoffman ve Ludwig usulüyle (miyar p-DAC) mukayese:** Hoffman ve Ludwig usulünde⁽²⁾ miyar olarak p-DAB yerine p-DAC kullanıldığında ve nihai hacim 4.8 ml olarak alındığında (modifiye usul) ölçme alanı 5 ilâ 50 μg olmaktadır (Şekil 1). Bu sebeple bu usulün ölçme alanı tarafımızdan geliştirilen usulünkinden (50 - 500 μg) daha dardır, fakat bunun hassaslığı geliştirdiğimiz usulünkinden daha fazladır; zira 50 μg meprobamata tekabül eden absorbanlar sırasıyla 0.495 ve 0.080 dir.

DENEL KISIM

A) Alet ve p-DAC :

Kullanılan alet ve p-DAC nin elde edilişi yayın No. I⁽⁶⁾ dekinin aynıdır.

B) Miyarlar :

1) Aseton-glasiyal asetik asit çözeltileri: Değişik oranlardaki (hac./hac.) karışımları.

2) Meprobamat çözeltileri :

Çözelti I (500 $\mu\text{g}/\text{ml}$) : Aseton - glasiyal asetik asit (3:1 hac./hac.) deki çözeltisi.

Çözelti II (50 $\mu\text{g}/\text{ml}$) : Aseton - glasiyal asetik asit (3:1 hac./hac.) deki çözeltisi.

Çözelti III (500 $\mu\text{g}/\text{ml}$) : Aseton - glasiyal asetik asit (1:1 hac./hac.) deki çözeltisi.

Çözelti IV (50 $\mu\text{g}/\text{ml}$) : Aseton - glasiyal asetik asit (1:1 hac./hac.) deki çözeltisi.

3) p-DAC çözeltisi II: Benzendeki % 1 (ağ./hac.) lik çözeltisi.

4) p-DAC çözeltisi III: Benzendeki % 2 (ağ./hac.) lik çözeltisi.

5) Antimon triklorür çözeltisi: Kloroformdaki doymuş çözeltisi⁽²⁾.

- 6) Sülfürik asit çözeltisi: Derişik sülfürik asidin glasiyal asetik asitteki deęişik oranlardaki (hac./hac.) çözeltileri.
- 7) Glasiyal asetik asit, asetik anhidrit ve benzen Merk malı olup piyasadan temin edildięi şekilde kullanıldı.

C) *Dięer şartlar :*

Cetvel 1 deki tecrübe şartları : 8 tüpten ilk 2 sine meprobamat çözeltisi II den 0.1 ve 0.2 ml, dięer 5 tanesine sırasıyla meprobamat çözeltisi I den 0.05, 0.1, 0.2, 0.3 ve 0.4 ml kondu. Tüplerdeki çözelti hacmi aseton-glasiyal asetik asit (3:1) karışımı ile 0.4 ml ye tamamlandı. 7 nci tübe (mukayese çözeltisi) 0.4 ml aseton-glasiyal asetik asit (3:1) karışımı ilâve edildi. Tüplerden her birine 0.4 ml p-DAC çözeltisi II kondu. Sonra antimom triklorür çözeltisi-asetik anhidrit (4:1 hac./hac.) karışımından 2 şer ml ilâve edildi. Tüplerin ağızı kapatıldıktan sonra 50° deki su banyosunda 10 dakika ısıtıldı. Derhal soğutuldu. Tüplerdeki çözeltilerden her birine 2 şer ml benzen ilâve edildi ve ilk 7 çözeltinin absorbansı mukayese çözeltilisine karşı 600 nm de ölçüldü.

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

Cetvel 2 deki tecrübe şartları : 4 tüpten ilk 2 sine meprobamat çözeltisi I den 1 er ml ve ayrıca aseton-glasiyal asetik asit (3:1) karışımından 1 er ml kondu. Dięer 2 tübe (mukayese çözeltisi, I ve II) 2 şer ml aseton-glasiyal asetik asit (3:1) karışımı kondu. Tüplerden her birine p-DAC çözeltisi II den 0.2 şer ml kondu. 1 ve 3 No. lu tüplere derişik sülfürik asit-glasiyal asetik asit (1:9) karışımından 1 er ml, 2 ve 4 No. lu tüplere ise derişik sülfürik asit-glasiyal asetik asit (2:8) karışımından 1 er ml kondu. Tüplerdeki çözeltilerin hepsine 1 er ml glasiyal asetik asit ilâve edilip karıştırıldı. 1 ve 3 No. lu tüplerdeki çözeltilerin absorbansları ilgili mukayese çözeltilerine karşı 520 nm de ölçüldü.

Cetvel 3 deki : 6 tüpten ilk 3 üne (No. 1-3) meprobamat çözeltisi I den 1 er ml ve aseton-glasiyal asetik asit (3:1) karışımın-

dan 1 er ml kondu. Diğer 3 tübe (No. 4 - 6) ise 2 şer ml aseton-glasiyal asetik asit (3:1) karışımı kondu. Tüplerin her birine 0,2 şer ml p-DAC çözeltisi II kondu. 1 ve 3 No. lu tüplere derişik sülfürik asit-glasiyal asetik asit (2:8) karışımından 1 er ml, 2 ve 4 No. lu tüplere 1,5 ml, 3 ve 6 No. lu tüplere ise 2 şer ml kondu. 1, 2 ve 5 No. lu tüplere lüzumlu miktarda glasiyal asetik asit ilâve edilerek bütün çözeltiler eşit hacme (4,2 ml ye) getirildi. Tüplerdeki çözeltiler iyice karıştırıldıktan sonra 1, 2 ve 3 No. lu tüplerdeki çözeltilerin absorbanası ilgili mukayese çözeltilerine karşı 520 nm ile ölçüldü.

Cetvel 4 deki : 8 tüpten ilk 4 üne meprobamat çözeltisi I den 1 er ml ve ayrıca 1 er ml de aseton-glasiyal asetik asit (3:1) karışımı kondu. Son 4 tübe ise aseton-glasiyal asetik asit karışımı (3:1) den 2 şer ml kondu. Tüplerden her birine 1 er ml p-DAC çözeltisi II ilâve edildi. Sonra numaraları aşağıda gösterilen tüplere, oranı tüp numaralarının altında gösterilen H_2SO_4 -glasiyal asetik asit karışımından 1 er ml kondu.

Tüp No.	1 ve 5	2 ve 6	3 ve 7	4 ve 8
Oran	10 : 90	7,5 : 92,5	5 : 95	2,5 : 97,5

Tüpler karıştırılıp 1 - 4 No. lu tüplerdeki çözeltilerin absorbanası 5 ilâ 8 No. lu tüplere karşı 520 nm de ölçüldü.

Cetvel 5 deki : 8 tüpten müteşekkil bir seri ile yapılan bu tecrübedeki şartlardan bir önceki tecrübedekinden farklı olanları aşağıda gösterilmiştir :

- 1 — Meprobamat çözeltisi I yerine meprobamat çözeltisi III.
- 2 — Aseton-glasiyal asetik asit karışımının oranı (3:1) yerine (1:1).
- 3 — Derişik sülfürik asit-glasiyal asetik asit karışımındaki oranlar sırasıyla şu şekildedir: 10:90, 5:95, 3:97, 2,5:97,5.
- 4 — 1 ilâ 4 No. lu tüplerdeki çözeltilerin absorbanası miyarlarının karıştırılmasından 5, 15, 30 ve 60 dakika sonra 4 defa ölçülmüştür ve bunlar cetvelde A_1 , A_2 , A_3 ve A_4 işaretleriyle gösterilmektedir.

Cetvel 6 daki : 8 tüpten ilk 4 üne meprobamat çözeltisi III den 1 er ml ve aseton-glasiyal asetik asit (1:1) karışımından 1 er ml ilâve edildi. Diğer 4 tübe ise 2 şer ml aseton-glasiyal asetik asit (1:1)

karışımı kondu. Sonra numaraları aşağıda gösterilen tüplere altlarında gösterildiği kadar p-DAC çözeltisi (benzendeki % 4 lük) ve benzen kondu.

Tüp No.	1 ve 5	2 ve 6	3 ve 7	4 ve 8
p-DAC çöz. (ml)	0.25	0.50	0.75	1
Benzen	0.75	0.50	0.25	1

Müteakiben tüplerden her birine 1 er ml derişik sülfürik asit-glasiyal asetik asit (3:97) karışımı kondu. Tüpler karıştırıldı ve 1 ilâ 4 No. lu tüplerdeki çözeltilerin absorbensı 5 ilâ 8 No. lu çözeltilere karşı 520 nm de ölçüldü.

Cetvel 7 deki : 2 tüpten 1 ine meprobamat çözeltisi III den 1 ml ve 1 ml aseton-glasiyal asetik asit (1:1) karışımı, diğer tübe yalnızca 2 ml aseton-glasiyal asetik asit (1:1) karışımı kondu. Her iki tübe 1 er ml p-DAC çözeltisi III ve derişik sülfürik asit-glasiyal asetik asit (3:97) karışımından 1 er ml ilâve edildi. 1 inci tüpteki çözeltinin absorbensı 520 nm de 2 nciye karşı 5, 10, 30, 45 ve 60 dakika sonra ölçüldü.

Cetvel 8 deki : 2 tüpten müteşekkil bu serideki tecrübe şartları aşağıdaki hususlar hariç bir önceki tecrübedekinin aynıdır:

1 — Birinci tübe meprobamat çözeltisi III den 0.6 ml ve 1.4 ml aseton-glasiyal asetik asit (1:1) karışımı kondu.

2 — Ölçmelere miyarların karıştırılmasından 5 dakika sonra başlandı.

3 — Absorbanslar cetvel 8 de gösterilen muhtelif dalga boylarında (440 - 580 nm) yapıldı.

Cetvel 9 daki : 7 tüpten ilk 6 sına meprobamat çözeltisi III den sırasıyla 0.1, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8 ve 1 ml kondu. Tüplerdeki sıvı hacmi aseton-glasiyal asetik asit (1:1) karışımı ile 2 ml ye tamamlandı. 7. tüpe ise yalnız 2-ml aseton-glasiyal asetik asit (1:1) karışımı (mukayese çözeltisi) kondu. Tüplerin her birine 1 er ml p-DAC çözeltisi III ve 1 er ml derişik sülfürik asit-glasiyal asetik asit (3:97) karışımı kondu. Tüpler karıştırıldı ve 5 dakika sonra 1 ilâ 6 No. lu tüplerdeki çözeltilerin absorbensı 520 nm de mukayese çözeltisine karşı

ölçüldü. Bu tayin baştan itibaren 4 kere daha yapıldı. Cetvel 9 daki adetler 5 er tayinin ortalamasıdır.

Cetvel 10 daki: 6 tüpten teşekkül eden bu serideki tecrübe şartları aşağıdaki hususlar hariç cetvel 9 dakinin aynıdır:

- 1 — İlk 5 tübe meprobamat çözeltisi III den 0.6 şar ml kondu.
- 2 — Bu tecrübe aynı şekilde 1 kere daha tekrarlandı.

Cetvel 11 deki: 4 tüpten ilk ikisine, meprobamat çözeltisi III den sırasıyla 0.1 ve 0.2 ml, 3. tübe ise meprobamat çözeltisi I den 0.1 ml kondu ve tüplerdeki sıvı hacmi aseton-glasiyal asetik asit (3:1) karışımı ile 0.4 ml ye tamamlandı, 4. tübe (mukayese çözeltisi) ise 0.4 ml aseton-glasiyal asetik asit (3:1) karışımı kondu. Tüplerden her birine p-DAB nin benzende % 1 lik çözeltisinden 0.4 ml kondu. Sonra antimon triklorür çözeltisi-asetik anhidrit (4:1) karışımından 2 şar ml ilâve edildi. Tüplerin ağzı kapatıldıktan sonra 50° deki su banyosunda 10 dakika ısıtıldı. Derhal soğutuldu. Tüplerdeki çözeltilerden her birine 2 şar ml benzen ilâve edildi ve ilk 3 çözeltinin absorbanı 550 nm de mukayese çözeltisine karşı ölçüldü.

Ö Z E T

Meprobamatın p-dimetilaminobenzaldehitte (p-DAB) spektrofotometrik tayininde⁽²⁾ p-DAB yerine p-dimetilaminosinnamaldehyt (p-DAC) alındığı ve gerekli değişiklikler yapıldığı takdirde sistemin 5 - 50 μ g arasında Beer kanununa uyduğu tespit edildi. Ayrıca Hoffman ve Ludwig⁽²⁾ usulünden tamamiyle farklı yeni bir teknik geliştirildi, bunda sistem 50 - 500 μ g arasında Beer kanununa uymaktadır. 10 tayin yardımıyla hesaplanan ve standart sapma cinsinden ifade edilen prezisyon 0.0134 dür. Geliştirilen bu teknik Hoffman ve Ludwig usulü⁽²⁾ (miyar p-DAB) ile ve ayrıca bunun modifiye şekli (miyar p-DAC) ile mukayese edildi.

S U M M A R Y

It was stated that in the spectrophotometric method of Hoffman and Ludwig⁽²⁾ for the determination of meprobamate, p-dimethylaminocinnamaldehyde (p-DAC) can be used in place of p-dimethylaminobenzaldehyde (p-DAB), and the system follows the Beer's law in

the range of 5 - 50 μg meprobamate, when proper changes are made, which are given in the particular parts of this study.

Furthermore, a new technique, which is entirely different from the method of Hoffman and Ludwig⁽²⁾ was developed. In this new technique the Beer's law is valid in the range of 50 - 500 μg meprobamate. The precision of the method, expressed as standard deviation and calculated from 10 measurements, was 0.0134. This technique was compared with the method of Hoffman and Ludwig⁽²⁾ (reagent p-DAB) and with its modified form (reagent p-DAC).

LİTERATÜR

1. Ludwig, B. J., Hoffman, A. J., *Arch. Biochem. Biophys.*, **72**, 234 (1957).
2. Hoffman, A. J., Ludwig, B. J., *J. Amer. Pharm. Assoc. Sci. Ed.*, **48**, 740 (1959).
3. Madsen, O. D., *Clin. Chim. Acta*, **7**, 481 (1962) - *Ref. Anal. Abstr.*, **10**, 711 (1963).
4. Ellis, G. H., Hetzel, C. A., *Anal. Chem.*, **31**, 1090 (1959).
5. Harris, E. S., Reck, J., *J. Clin. Chem.*, **4**, 241 (1958) - *Ref. Anal. Abstr.*, **6**, 279 (1959).
6. Tulus, R., Aydoğan, Y., *İstanbul Ecz. Fak. Mec.*, **3**, 105 (1967).
7. Tulus, R., Aydoğan, Y., *ibid.*, **3**, 168 (1967).

(Redaksiyona verildiği tarih: 22 Ağustos 1967)