

## A tej pasztörözöttségének vizsgálatához szükséges H-O-krezolftalein-foszfát szintézise V.

WAGNER ATTILA, FEKETE BÉLA\* NÉMETHNÉ PAPP MÁRIA\*  
Tejtermékek Ellenőrző Állomása, Budapest

Érkezett: 1981. november 4.

Korábbi munkánkban hivatkoztunk arra, hogy a tej és tejtermékek hőkezelt-ségének ellenőrzéséhez szükséges szubsztrátot, a H-O-krezolftalein-foszfátot szintetizáltuk (1), (1. ábra).

Ez a módszer azonban csak kis mennyiségek előállítására volt alkalmas, ezért létre kellett hozni a biztonságosabb körülményeket, amelyekre az EGYT Gyógyszervegyészerti Gyár 101 Kísérleti 1. üzemében volt lehetőség.

A biztonságosabb munkafeltételekre azért volt szükség, mert:

a) a szintézis során minden grammatömeg klór cseréjénél 24 liter sósav-gáz fejlődik és ez már 0,1 M méretben is közel 10 litert jelent (laboratóriumi körülmények között a műveletek 0,6 M méretben még jól kézben tarthatók és megfelelően kivitelezhetők);

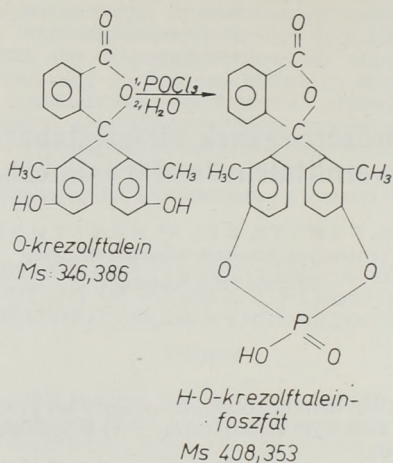
b) a reakció meggyorsulásakor (a víz hozzáadása után) a kloroformból foszgén keletkezhet, esetleg foszforoxiklorid is juthat a légtérbe.

### A szintézis leírása

1 literes 4 nyakú, keverővel, hőmérővel, kalciumkloridos csövű hűtővel, adagolótolcsérrel ellátott gömblobikba 250 cm<sup>3</sup> vízmentes kloroformot (nátrium-szulfáton szárított) mérünk, majd keverés közben 173,2 gramm o-krezolftaleint (0,5 M) majd 150 cm<sup>3</sup> frissen desztillált foszforoxikloridot (POCl<sub>3</sub>) adagolunk. Az anyagokból keletkező elegyet jeges vízzel hűtjük, és közben kb. 1 óra alatt 125 cm<sup>3</sup> vízmentes piridint csepegtetünk bele úgy, hogy a cseppek közvetlenül a folyadékba essenek.

Az így nyert folyadékot 3 napig szobahőn keverjük, majd a kloroformot 40 °C-os vízfürdőn 13,3 kPa (100 mmHg) vákuum segítségével eltávolítjuk. Az így nyert sűrű anyagba jeges vizes hűtés és folyamatos keverés mellett, elszívófülke alatt – az erős sósavgáz-fejlődés miatt igen lassan – 500 cm<sup>3</sup> desztillált, vagy deionizált vizet adagolunk. A víz adagolása után a rendszert 15 perceig keverjük, majd a vizet eltávolítjuk és a visszamaradt ragacos anyagot 9 pH-ig 40%-os vizes nátrium hidroxidban oldjuk. Oldódás után az elegyet háromszor egymás után 250 cm<sup>3</sup> éterrel kirázzuk, majd a vizes fázist tömény sósavval pH 2-re savanyítjuk. A savanyítás hatására ismét nyálkás anyag csapódik ki, amit vízzel savmentesre kell mosni, majd vízben oldani. Az enyhén savas oldatot – ha szükséges – addig kell éterrel

\* EGYT Gyógyszervegyészeti Gyár, Budapest



1. ábra  
A szintézis alapreakciói

kirázni, míg az szabad o-krezolftaleinmentes nem lesz, amelyet Merck-féle DC Aulfóliás, Art 5554-es Kieségél 60 F<sub>254</sub>-s vékony rétegen, 25 °C-on, 1-butanol: jégecet: víz = 40:10:10 arányú elegyével való futtatás után UV fényel mutattunk ki 0,66 Rf értékkel. A savmentes masszát üvegtálba öntjük és vákuumszáritóban foszforpentoxid és nátrium-hidroxid felett szobahőn megszáritjuk. Az így nyert anyagot 3,5 liter 80 °C hőmérsékletű desztillált vízben felolduk, majd 766,3 gramm nátrium-kloriddal kisózzuk. A folyadék a kisózás művelete során egyre jobban feltisztul, áttetszővé válik, és az alján megjelenik a csapadék. A folyadékot a csapadékról leöntjük és azt infravörös lámpa alatt megszáritjuk. Az elméleti kitermelés 98 %-át kapjuk így, amely kb. 200 gramm.

### A szintézis eredményének értékelése

A H-o-krezolftalein-foszfát mint savanyú szubsztrát az eddig ismert és alkalmazott foszfátészterek között a legtartósabb. A tartósság növelhető, ha a foszfor-oxikloridot a szintézis során túlsúlyban adagoljuk. Az ilyen szubsztrát felhasználásával készített gyors foszfátáz (2, 3) reagens eddigi megfigyelésünk szerint akár két évig is eltartható.

### IRODALOM

- (1) Wagner, A., Horváth, L., Kiss, T., Gyetvai, J.: ÉVIKE 26, 157, 1980.
- (2) MSZ 3710-79.
- (3) Wagner, A., Horváth, L., Kiss, T., Gyetvai, J.: ÉVIKE 24, 47, 1978.

СИНТЕЗ Н-о-КРЕЗОЛФТАЛЕИНФОСФАТА НЕОБХОДИМОГО ДЛЯ  
ИССЛЕДОВАНИЯ ПАСТЕРИЗОВАННОСТИ МОЛОКА, V

*A. Вагнер, Б. Фекете, М. Нэмет-Панн*

Авторы знакомяют синтез Н-о-крезолфталейн-фосфата необходимого для быстрой фосфатазной пробы применяемой для проверки пастеризованности молока. Преимущество субстрата заключается в чувствительности пробы и в сохранности полученного из неё реагента (2 года).

SYNTHESE DES ZUR UNTERSUCHUNG DER  
PASTEURISIERUNG DER MILCH BENÖTIGTEN  
H-o-CRESOLPHTHALEINPHOSPHATS, V.

*A. Wagner, B. Fekete und M. Németh-Papp*

Die Synthese des zur Untersuchung der schnellen Phosphataseprobe benötigten H-0-Cresolphthaleinphosphats wird beschrieben, welche Probe zur Kontrolle der Pasteurisierung der Milch angewendet wird. Ein Vorteil dieses Substrats ist die Empfindlichkeit der mit ihm durchgeführten Probe und die Stabilität des davon bereiteten Reagens (zwei Jahre).

SYNTHESIS OF H-o-CRESOLPHTHALEIN PHOSPHATE REQUIRED  
FOR THE INVESTIGATION OF THE PASTEURIZATION  
OF MILK, V.

*A. Wagner, B. Fekete and M. Németh-Papp*

The synthesis of H-o-cresolphthalein phosphate required for the quick phosphatase test applied for checking the pasteurization of milk is described. This substrate offers the advantage that the test carried out with it is very sensitive and that the reagent prepared from it very stable (for two years).

— Fogasztói  
— tájékoztatást  
— nyújt

1983-tól

az

ÉVIKE

**MAGAZINJA**