



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2015 00209**

(22) Data de depozit: **24/03/2015**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **26/02/2021** BOPI nr. **2/2021**

(41) Data publicării cererii:
30/09/2016 BOPI nr. **9/2016**

(73) Titular:
• **BIOTEHNOS S.A., STR.GORUNULUI**
NR.3-5, OTOPENI, IF, RO

(72) Inventatori:
• **DRUMEA VERONICA, STR.UNIRII NR.15,**
SAT BRĂNEȘTI, IF, RO;
• **ZGLIMBEA LENUȚA, STR.DREPTĂȚII**
NR.8, BL.O 10, SC.1, ET.7, AP.48,
SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;

• **NIȚĂ ROXANA, STR. PRAVAT NR. 20,**
BL. P9, SC. G, AP. 140, SECTOR 6,
BUCUREȘTI, B, RO;
• **OLARIU LAURA, STR. LAINICI NR. 22,**
ET. 2, AP. 5, SECTOR 1, BUCUREȘTI, B,
RO

(56) Documente din stadiul tehnicii:
RO 12895 B1; AKA TANGRI,
"TRIGONELLA FOENUM-GRAECUM
MUCILAGE: AN ADSORBENT FOR
REMOVAL OF SULPHATE IONS,
INTERNATIONAL JOURNAL OF
ADVANCED RESEARCH IN CHEMICAL
SCIENCE, VOL. 1, PP. 34-42, 2014

(54) **PROCEDEU ȘI MATERIAL ADSORBANT**
PENTRU REDUCEREA REZIDUURILOR DE PESTICIDE
DIN EXTRACTELE VEGETALE



RO 131391 B1

1 Invenția se referă la un procedeu și un material adsorbant utilizate pentru reducerea
cu 80...99% a nivelului pesticidelor din extractele vegetale alcoolice sau glicolice, utilizate
3 ca intermediari activi în industria farmaceutică și cosmetică.

Conform invenției materialul adsorbant este reprezentat de un extract polizaharidic
5 obținut din semințele de schinduf (*Trigonella foenum graecum*), solubil în apă, care este
reticulat cu glutaraldehida - agent de reticulare uzual. Invenția se aplică extractelor vegetale
7 fluide de tipul tincturilor și extractelor glicolice (propilenglicolice, butilenglicolice, glicerinate)
ce sunt utilizate drept intermediari activi în industria farmaceutică și cosmetică.

9 Extractul polizaharidic obținut din semințele de schinduf este standardizat fiind
caracterizat prin următoarea compoziție chimică:

- 11 - polimer hidrosolubil cu un conținut de manoză 50...60% și galactoză 30...40%;
- substanțe proteice totale maximum 6%;
- 13 - cenușă maximum 2%;
- pierdere prin uscare maximum 10%;
- 15 - fibre solubile minimum 80%.

Extractul polizaharidic de *Trigonella foenum graecum* ce reprezintă materialul
17 adsorbant al reziduurilor de pesticide propus, este obținut printr-o tehnologie proprie, ce
presupune valorificarea integrală a materiei prime vegetale, semințele de schinduf, conform
19 cererii de brevet nr. **RO 128905 A1 „Procedeu ecologic de valorificare optimă a
potențialului de substanțe biologice active al plantei *Trigonella foenum graecum* și
21 produse cosmetice cu acțiune estrogen mimetica realizate”,** în care acesta este utilizat
ca agent hidratant în produse cosmetice (măști, tratamente faciale).

23 Pesticidele sunt substanțe larg utilizate pentru controlul insectelor, fungilor, paraziților
ce distrug culturile agricole de plante medicinale, legume, fructe și cereale. Dar, aceleași
25 pesticide sunt potențial dăunătoare mediului și ca o consecință și omului, care consumă
alimentele contaminate. Codex Alimentarius, WHO și EURL limitează nivelul de pesticide în
27 alimente, fructe, legume, ceaiuri. În cazul plantelor medicinale utilizate drept materie primă,
la obținerea intermediarilor farmaceutic activi există posibilitatea concentrării reziduurilor de
29 pesticide în produsul final. Astfel, este necesar controlul analitic al acestor contaminanți și
îndepărtarea lor în cazul în care valorile acestora în produsul final sunt depășite față de
31 limitele admise

Reducerea nivelului pesticidelor din alimente, fructe și legume se realizează de obicei
33 prin metode fizice ce presupun instalații de înaltă presiune, generator de ioni negativi,
ionizare cu radiații X sau gamma, bombardare cu electroni, oscilator ultrasonic sau com-
35 binații de metode fizico-chimice: soluții alcaline și generator de ultrasunete, abur la tempe-
raturi înalte, oxidare fotocatalitică, extracție cu solvenți cuplată cu microunde, adsorbție pe
37 schimbători de ioni sau pe diferite materiale adsorbante (alginat de sodiu simplu sau
modificat cu cărbune activ).

39 Pentru reducerea pesticidelor reziduale din fructe și legume, Yang Tao propune în
CN 103284025 (A) o metodă ce presupune spălarea cu o soluție apoasă ce conține oțet
41 alimentar în cantitate de 0,1...1%, glucoză în proporție de 0...2%, glucozoxidază 1...10 UI/L.

WO 2009087259 (A1) descrie o metodă de tratare a apei reziduale obținută după
43 spălarea fructelor și legumelor ce conține materii în suspensie și pesticide, utilizând un
coagulant capabil de a clarifica și îndepărta materiile în suspensie și pesticidele.

45 Din apa de băut sau apa reziduală îndepărtarea pesticidelor se realizează de obicei
prin adsorbția acestora pe cărbune modificat, pe alginat de sodiu modificat sau pe argilă.

RO 131391 B1

Astfel, brevetul **WO 2014080230 (A1)** revendică utilizarea unui cărbune derivat din rășini fenolice activat cu bioxid de carbon, micro-poros, mezo-poros sau macro-poros pentru îndepărtarea pesticidelor hidrosolubile din apa de băut sau a reziduurilor farmaceutice din apa reziduală. 1
3

Sylvester Paul în **WO 2007044854 (A1)** propune spre brevetare un adsorbant realizat din cărbune activ impregnat cu un oxid metalic pentru a micșora contaminanții multipli cum sunt pesticidele și metalele grele din apa industrială sau apa de băut. 5
7

Din apa reziduală obținută în cadrul proceselor de fabricare a derivaților nitrofenolici, coloranților sau a pesticidelor, brevetul **RO 123443 (B1)** propune îndepărtarea contaminanților printr-un procedeu de adsorbție prin bile de alginat de calciu dopate cu ioni de fier și bromură de dodeciltrimetilamoniu. Prin acest procedeu se pot decontamina 100 L apă reziduală prin trecerea acesteia pe 0,3...0,4 kg bile alginat modificat. 9
11

US 6989102 revendică pentru îndepărtarea metalelor grele din apă industrială sau de băut, utilizarea gelurilor obținute prin amestecarea alginatului de sodiu în 0,1...10% cu cărbune activ în proporție 0,1...10% și suspendarea acestora în soluție cationică de clorură de calciu, stronțiu, bariu sau aluminiu. Alginatul de sodiu se obține din acidul alginic un copolimer de acid glucuronic și acid manuronic, insolubil în apă, distribuit în pereții celulari ai algelor brune, cum ar fi *Phaeophyceae*. Gelurile obținute prin reticulare în soluții cationice polivalente au astfel capacitatea de a reține metalele grele. 13
15
17
19

KR 20110077588 (A) revendică o compoziție adsorbantă și o metodă de îndepărtare a pesticidelor reziduale de pe rădăcinile de ginseng, ce constă în imersarea acestora într-o soluție adsorbantă de zer ce conține 5...20% calciu, opțional și acid chitoic, urmată de spălarea cu apă. 21
23

Brevetul **KR 100764464 (B1)** propune îndepărtarea pesticidelor reziduale liposolubile din extractele vegetale prin utilizarea argilei în combinație cu un surfactant cationic cum este uleiul siliconic. 25

EP 2427662 B1 revendică un proces de îndepărtare a pesticidelor din extractele de Ginkgo biloba printr-un proces ce presupune extracția lichid/lichid ce determină obținerea unei fracții cu polaritate medie ce conține terpenele din Ginkgo și pesticidele ce nu sunt îndepărtate cu hexan și o fracție de polaritate mare ce conține glicozidele flavonice din Ginkgo. Frația cu polaritate medie se supune în continuare unei etape de cristalizare pentru obținerea unui intermediar cu un conținut în ginkgolide de minimum 50%. Soluția reziduală obținută se supune cristalizării pentru obținerea altui intermediar cu un conținut în bilobalide de minimum 50%. Se utilizează solvenți organici de polarități diferite acetona, hexan, toluen, butanol, obținând în final extracte cristalizate sau uscate ce pot fi amestecate în proporțiile dorite, iar pesticidele se găsesc în cantități mai mici de 10 ppb. 27
29
31
33
35

Din produse naturale grase cum ar fi lanolina, uleiuri neutre sau sintetice conform cererii de brevet **WO 9810046 (A1)** pesticidele liposolubile de tipul celor organofosforice și organoclorurate se pot îndepărta prin tratarea cu microunde la temperaturi mai mari de 250°C, timp de 30...60 min. 37
39

Din datele prezentate referitor la stadiul tehnicii, cu privire la procedee și compoziții de reducere a reziduurilor de pesticide din legume, fructe sau diverse preparate fluide rezultă următoarele: 41
43

- nu s-au găsit brevete de invenție care să propună îndepărtarea pesticidelor din extractele alcoolice sau glicolice (tincturi sau propilenglicolice, butilenglicolice, glicerinate); 45

RO 131391 B1

1 - majoritatea brevetelor se referă la procedee de reducere a contaminanților de tip
metale grele și pesticide din apă potabilă sau apă tehnologică reziduală, utilizând adsorbția
3 acestora pe cărbune, alginat de sodiu sau argilă cu sau fără adaus de ioni metalici sau
surfactanți;

5 - reducerea pesticidelor de pe suprafața legumelor, fructelor și a materiilor prime
vegetale de tipul rădăcinilor (ginseng), prin spălări cu diverse soluții apoase: zer, oțet alimen-
7 tar, enzime, este o metodă ce nu se poate aplica în cazul materiilor prime vegetale ierboase
deoarece o umiditate de peste 10% determină începerea unui proces de degradare rapidă
9 microbiologică și enzimatică;

11 - procedeele fizice de reducere/îndepărtare a pesticidelor sau metalelor grele de pe
legume, fructe, rădăcinoase, se pot aplica doar în cazul în care acești contaminanți se află
pe suprafața acestora;

13 - un dezavantaj al metodei adsorbției pe alginat de sodiu îi reprezintă costul ridicat
al acestuia (aproximativ 2000 euro/kg).

15 Conform invenției, se propune utilizarea extractului polizaharidic din schinduf în alt
scop decât cel cunoscut până în prezent. Acest extract a fost obținut în cadrul unei tehnologii
17 proprii de valorificare integrală a semințelor de schinduf, conform cererii de brevet
nr. **RO 128905 A1**, în care acesta este utilizat ca agent hidratant în produse cosmetice
19 (măști, tratamente faciale).

21 Schinduful (*Trigonella foertum graecum*) este o plantă cultivată în sudul Europei, în
zona Mediteranei și în vestul Asiei. În România, zonele favorabile pentru cultivarea
schindufului sunt cele din S-E țării (Județele Brăila și Constanța). Conținutul în substanțe
23 lipidice al semințelor de schinduf este evaluat la valori cuprinse între 5...10%. În semințele
de schinduf găsim un conținut de 25...45% mucopolizaharide, în principal galactomanani.
25 Conform datelor din literatură, indicațiile terapeutice ale plantei se referă la utilizarea ca
adjuvant în terapia diabetului, anorexie, hipercolesterolemie moderată, iar pentru uz extern,
27 în tratarea furunculozei, a ulcerelor și eczemelor, ca emolient prin aplicarea cataplasmelor
obținute prin fierberea semințelor în apă.

29 Brevetul **WO 0174371 (A1)** prezintă aplicații farmaceutice ale unui produs obținut din
polizaharide de tip galactomanani din semințele de schinduf, sub forma unei pulberi, cu un
31 conținut în doze de 60%, dintre care 50...55% sunt galactomanani și maximum 5% proteine.

33 Dintre cele mai cunoscute preparate polizaharidice de tipul galactomananilor, numai
câteva au fost studiate pentru a fi utilizate drept aditivi, ca produse de îngroșare în
alimentație sau apretare în industria textilelor sau papetăriei. Acestea sunt guma de Carob
35 din *Ceratonia siliqua*, guma de Guar din *Cyamopsis tetragonolobus*, guma de Tara din
Cesalpinia spinosa, și de curând galactomananii din semințele genului *Prosopis*.

37 Deși controversate din punctul de vedere al impactului asupra sănătății populației,
pesticidele sunt totuși indispensabile agriculturii tehnologizate, pe suprafețe mari. Prin
39 urmare, în produsele vegetale pot fi prezente reziduuri ce pot apare ca urmare a aplicării
tehnologiilor agricole, dar și din cauza remanenței în sol a unora din produsele aplicate
41 anterior.

43 Necesitatea utilizării materiilor prime vegetale (ca atare sau sub formă de extracte
apoase, alcoolice, glicoolice) fiind de necontestat, este evidentă identificarea modalităților
prin care acestea pot fi utilizate în condiții de siguranță maximă.

45 Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în reducerea nivelului pesticidelor
din extractele vegetale alcoolice utilizate ca intermediari activi în industria farmaceutică și
47 cosmetică.

RO 131391 B1

Procedeul de obținere a unui nou material adsorbant pentru pesticidele prezente în extractele vegetale alcoolice, conform invenției, înlătură dezavantajele stadiului tehnicii prin aceea că are loc hidratarea, timp de 1...4 h la temperatura 20...80°C a unui extract polizaharidic din semințele de *Trigonella foenum graecum* în apă purificată în proporție 1...10% rezultând un gel care se reticulează prin adăugarea unei soluții apoase 25% de glutaraldehidă, în proporție 2:1...10:1 extract polizaharidic:soluție glutaraldehidă, care se menține 24 h la rece, la 4...8°C, gelul reticulat obținut se suspendă prin picurare într-o soluție de clorura de calciu 0,1...8% sub agitare ușoară, se menține la temperatura camerei 4...48 h, după care particulele întărite formate se spală cu apă distilată și pot fi folosite imediat ca material adsorbant pentru reținerea reziduurilor de pesticide.

Material adsorbant din semințe de *Trigonella foenum graecum* obținut prin procedeul conform invenției, utilizează un extract polizaharidic standardizat cu următoarele caracteristici: polimer hidrosolubil cu 50...60% unități de manoză și 30...40% unități de galactoză, substanțe proteice totale maxim 6%, cenușă maxim 2%, pierdere prin uscare maxim 10%, fibre solubile minimum 80%.

Metoda de reducere a nivelului pesticidelor din extractele alcoolice conform invenției, constă în aceea că, materialul adsorbant este adus în contact direct cu extractul alcoolic fie într-o coloană de sticlă, fie într-un omogenizator de inox sub agitare, timp de 10...120 min, după care extractul decontaminat se separă prin decantare și filtrare și poate fi folosit.

Într-o variantă preferată, metoda de reducere a nivelului pesticidelor din extractele alcoolice utilizând materialul adsorbant conform invenției, determină reducerea cu peste 80 % a nivelului pesticidelor totale din extractele vegetale și cu peste 90 % a pesticidelor organofosforice și organoclorurate.

Materialul adsorbant al reziduurilor de pesticide, conform invenției, are o eficiență comparabilă sau chiar mai bună față de cele folosite până în prezent pentru soluțiile apoase (alginatul de sodiu). Acest material adsorbant utilizează materii prime vegetale indigene și anume extractul polizaharidic din *Trigonella foenum graecum*, care este obținut conform cererii de brevet de invenție nr. **a 2012 00482** în care acesta este folosit ca agent hidratant în produse cosmetice. Extractul polizaharidic cu structura de galactomanani, obținut în cantitate de minimum 20 g/100 g semințe de schinduf, se prezintă sub forma unei pulberi fine, gri-cafenii, cu un conținut standardizat în: manoză 50...60% și galactoză 30...40%, substanțe proteice totale maximum 6%, cenușă maximum 2%, pierdere prin uscare maximum 10%, fibre solubile minimum 80%.

Materialul adsorbant utilizat sub forma unor particule sferice sau ovoidale, se obține prin hidratarea extractului polizaharidic de *Trigonella foenum graecum* în apa purificată cu obținerea unui gel, care pentru reticulare se combină cu glutaraldehida; gelul astfel format este suspendat prin picurare într-o soluție de clorură de calciu 0,1...8%.

Procedeul de reducere a nivelului pesticidelor din extractele vegetale alcoolice sau glicolice (tincturi sau extracte propilenglicolice, butilenglicolice, glicerinate) este simplu, nu presupune facilitați speciale și constă în punerea în contact a extractului cu materialul adsorbant un timp suficient de lung, urmată de separarea prin decantare și filtrare.

Invenția constă în realizarea următoarelor etape:

A. Obținerea materialului adsorbant ce constă în hidratarea timp de 1...4 h la temperatura 20...80°C a extractului polizaharidic din semințele de *Trigonella foenum graecum* în apă purificată, în proporție 1...10%; peste gelul astfel format se adaugă pentru reticulare soluția apoasă 25% de glutaraldehidă, în proporție 2:1...10:1 care se menține 24 h la 2...10°C pentru finalizarea procesului de reticulare; după trecerea acestui timp, gelul se suspendă prin picurare, într-o soluție de clorură de calciu 0,1...8%, sub agitare ușoară.

RO 131391 B1

1 Materialul astfel obținut se menține la temperatura camerei 4...48 h cu ușoară agitare, după
care particulele astfel formate, întărite, se spală cu apă distilată pentru îndepărtarea clorurii
3 de calciu în exces. Particulele astfel obținute, cu forma sferică sau ovoidală, au dimensiuni
cuprinse între 2...20 mm și pot fi folosite imediat pentru reținerea reziduurilor de pesticide.
5 Pentru păstrare mai mult timp, se pot conserva în alcool etilic farmaceutic iar înainte de
utilizare se spală de 3 ori cu apă distilată pentru rehidratare.

7 B. Metoda de reducere a nivelului de reziduuri de pesticide din extractele
alcoolice/glicolice constă în punerea în contact direct a materialului adsorbant cu extractul
9 vegetal, fie într-o coloană de sticlă, fie într-un omogenizator de inox sub agitare timp de
10...120 min, după care, extractul se separă prin filtrare, și se prelucrează în continuare prin
11 operații specifice: decolorare pentru îndepărtarea pigmentilor și lipidelor, concentrare și con-
diționare prin includere în propilenglicol, butilenglicol, glicerină; materialul adsorbant se poate
13 reutiliza după spălare cu alcool etilic, apă potabilă și apă purificată, iar pentru păstrare se
menține timp îndelungat în alcool etilic farmaceutic. Astfel, pornind de la un extract ce con-
15 ține 200 ng/mL pesticide, prin aplicarea acestui procedeu are loc reducerea cu 80...99% a
nivelului pesticidelor în extractele vegetale.

17 Invenția prezintă următoarele avantaje:

19 - aplicarea acestei invenții permite obținerea de extracte farmaceutice sau cosmetice
purificate, fiind posibilă prelucrarea și utilizarea materiilor prime vegetale la care limita
maximă admisă de reziduuri de pesticide este depășită de până la 6 ori;

21 - această invenție acoperă un gol, deoarece conform stadiului tehnicii, procedeele
de reducere a nivelului pesticidelor se referă doar la fluide apoase, altele decât cele derivate
23 din plante medicinale; nu s-au găsit brevete de invenție care să propună îndepărtarea pes-
tucidelor din extractele alcoolice sau glicolice (tincturi sau propilenglicolice, butilenglicolice,
25 glicerinate);

27 - conform invenției, aplicarea acestui procedeu determină reducerea cu 80...99% a
nivelului pesticidelor în extractele vegetale alcoolice și glicolice;

29 - noul material adsorbant obținut conform invenției printr-o tehnologie proprie, se
referă la un extract polizaharidic standardizat, pentru a cărui reticulare se folosește un agent
uzual, soluția apoasă 25% de glutaraldehidă;

31 - procedeul de obținere a compoziției adsorbante este simplu, ușor de aplicat, nece-
sitănd doar echipamente clasice într-o instalație de obținere a extractelor vegetale: omogeni-
33 zatoare, agitatoare, site;

35 - conform invenției, procedeul de reducere a nivelului pesticidelor din extractele
vegetale alcoolice sau glicolice (tincturi sau propilenglicolice, butilenglicolice, glicerinate) este
simplu, nu presupune facilități speciale și constă în punerea în contact a extractului cu
37 materialul adsorbant, urmată de separarea prin decantare și filtrare.

Exemplul 1. Obținerea materialului adsorbant

39 20 g extract polizaharidic din *Trigonella foenum graecum* sub formă de pulbere se
introduc într-un omogenizator prevăzut cu manta termostată și sistem de agitare, peste
41 care se adaugă 470 mL apă purificată sub agitare ușoară; amestecul se menține pentru
umectare la 60°C cu agitare la 50 rot/min, timp de 2 h, după care se adaugă 10 mL soluție
43 25% glutaraldehidă; se continuă agitarea la 60...80 rot/min timp de 2 h; pentru finalizarea
reticulării, gelul astfel format se scoate din omogenizator și se menține la frigider 24 h, apoi
45 se suspendă prin picurare în 0,5 L soluție 4% clorura de calciu sub agitare. Particulele for-
mate de formă sferică au dimensiunea de 2...5 mm și o suprafață de adsorbție de
47 12...80 mm², se mențin 24 h în soluția de clorură de calciu, apoi se spală cu apă distilată și
sunt gata pregătite pentru procedeul de adsorbție. Volumul ocupat al particulelor hidratate
49 este de 1250 cm³.

RO 131391 B1

Exemplul 2. Procedeu de reducere a reziduurilor de pesticide din extractul alcoolic din frunze de salvie fortificată cu pesticide 1

Deoarece în mod natural cantitatea de pesticide la nivelul plantelor medicinale se situează în limitele impuse de legislația în vigoare, pentru testele realizate s-a utilizat o materie primă - frunze de salvie - fortificată cu soluții de pesticide. Materialul vegetal a fost supus extracției cu alcool etilic 70%, conform procedurii obișnuit de extracție și prelucrare, iar extractele obținute au fost analizate atât înainte de a fi puse în contact cu materialul adsorbant cât și după etapa de purificare/adsorbție. 3 5 7

5 L extract alcoolic 70% obținut din frunze de salvie fortificate cu quintozen și deltametrin se introduc într-un omogenizator de inox de capacitate 10 L, peste care se adaugă materialul adsorbant obținut în exemplul 1. Extractul se menține în contact direct cu materialul adsorbant timp de 30 min cu o ușoară agitare la 50 rot/min. După trecerea acestui timp extractul se separă prin decantare și filtrare pe hârtie de filtru industrială și se analizează. Pentru a evidenția eficacitatea de reținere a pesticidelor de către materialul adsorbant pe bază de extract polizaharidic de *Trigonella foenum graecum* acesta a fost testat comparativ cu un material adsorbant pe bază de alginat de sodiu. 9 11 13 15

În tabelul 1 sunt prezentate rezultatele obținute în urma determinărilor comparative pentru două dintre pesticidele folosite și anume: 17

- quintozen - pesticid organoclorurat, utilizat ca antifungic bacterian, mai ales pentru sol, la culturi de bumbac, orez, cartofi, plante ornamentale bulboase, rapiță, cu persistență mare în sol și deltametrin - insecticid de contact și ingestie, încadrat în clasa piretroizilor de sinteză, situat în primele locuri în topul celor mai utilizate insecticide la nivel mondial, pentru combaterea țânțarilor, muștelor, aridelor, dar și dăunătorilor diverși pentru o paletă foarte mare de culturi. 19 21 23

Rezultatele prezentate în tabelul 1 demonstrează faptul că reducerea procentuală a nivelului pesticidelor utilizând cele 2 tipuri de material adsorbant este comparabilă, sau chiar mai bună în cazul extractului polizaharidic de *Trigonella* varianta cu 1% glutaraldehidă. 25 27

Evaluarea comparativă a reducerii nivelului pesticidelor în extractul alcoolic de salvie 29

Tabelul 1 31

Nr. crt.	Proba analizată	Quintozen		Deltametrin	
		µg/L	% Reducere	µg/L	% Reducere
1.	Extract alcoolic inițial	6,55	-	70,86	-
2.	Extract alcoolic după adsorbție pe alginat de sodiu 4% și 0,5% glutaraldehidă	0,26	96,3	14,60	79,4
3.	Extract alcoolic după adsorbție pe alginat de sodiu 4% și 1% glutaraldehidă	0,45	93,13	15,73	77,8
4.	Extract alcoolic după adsorbție pe extract <i>Trigonella</i> 4% și 0,5% glutaraldehidă	0,19	97,1	25,62	63,8
5.	Extract alcoolic după adsorbție pe extract <i>Trigonella</i> 4% și 1% glutaraldehidă	0,42	93,5	8,34	88,2

 33 35 37 39 41 43 45 47

RO 131391 B1

1 **Exemplul 3. Procedeu de reducere a reziduurilor de pesticide din extractul alcoolic din frunze**
2 **de salvie fortificată cu un amestec de pesticide**

3 10 L extract alcoolic 70% obținut din frunze de salvie în care se adaugă un amestec de
4 7 pesticide, în concentrație de 74,97 μg pesticide/mL extract, se introduc într-un omogenizator de inox
5 de capacitate 20 L, peste care se adaugă materialul adsorbant obținut conform exemplului 2. Extractul
6 se menține în contact direct cu materialul adsorbant 100 min cu agitare la 60 rot/min. Extractul rezultat
7 se separă prin decantare și filtrare pe hârtie de filtru industrială și se analizează prin cromatografie
8 cuplată cu spectrometrie de masă. Rezultatele prezentate în tabelul 2 evidențiază eficacitatea
9 procedurii propuse.

11 *Evaluarea nivelului de pesticide din extractul alcoolic din frunze de salvie supus purificării pe*
12 *materialul adsorbant obținut conform invenției*

13 *Tabelul 2*

Nr. crt.	Pesticid	Extract alcoolic inițial $\mu\text{g}/\text{mL}$	Extract alcoolic purificat		
			$\mu\text{g}/\text{mL}$	% Reducere	
15	1.	Deltametrin	46,87	0,057	99,89
17	2.	Diazinon	4,17	0,543	90,02
19	3.	Difenilamina	7,75	0,06	99,37
	4.	GammaHCH	5,40	0,168	96,62
21	5.	HCB	1,34	0,0005	99,99
	6.	Quintozen	4,90	0,049	99,24
23	7.	Tolclofos-metil	4,54	0,032	99,49
	8.	Pesticide totale	74,97	0,9095	98,78

1. Procedeu de obținere a unui material adsorbant pentru pesticidele prezente în extractele vegetale alcoolice, **caracterizat prin aceea că**, are loc hidratarea, timp de 1...4 h la temperatura 20...80°C a unui extract polizaharidic din semințele de *Trigonella foenum graecum* în apă purificată în proporție 1...10% rezultând un gel care se reticulează prin adăugarea unei soluții apoase 25% de glutaraldehidă, în proporție 2:1...10:1 extract polizaharidic:soluție glutaraldehidă, care se menține 24 h la rece, la 4...8°C, gelul reticulat obținut se suspendă prin picurare într-o soluție de clorura de calciu 0,1...8% sub agitare ușoară, se menține la temperatura camerei 4...48 h, după care particulele întărite formate se spală cu apă distilată și pot fi folosite imediat ca material adsorbant pentru reținerea reziduurilor de pesticide. 11
2. Material adsorbant din semințe de *Trigonella foenum graecum* obținut prin procedeul definit în revendicarea 1. 13
3. Material adsorbant conform revendicării 2, **caracterizat prin aceea că**, extractul polizaharidic standardizat utilizat are următoarele caracteristici: polimer hidrosolubil cu 50...60% unități de manoză și 30...40% unități de galactoză, substanțe proteice totale maxim 6%, cenușă maxim 2%, pierdere prin uscare maxim 10%, fibre solubile minimum 80%. 17
4. Metodă de reducere a nivelului pesticidelor din extractele alcoolice, **caracterizată prin aceea că**, materialul adsorbant obținut conform revendicării 1 se aduce în contact direct cu extractul alcoolic fie într-o coloană de sticlă, fie într-un omogenizator de inox sub agitare, timp de 10...120 min, după care extractul decontaminat se separă prin filtrare. 21
5. Metodă de reducere a nivelului pesticidelor din extractele alcoolice conform revendicării 4, **caracterizată prin aceea că**, determină reducerea conținutului de pesticide totale cu peste 80% și al pesticidelor organofosforice și organoclorurate cu peste 90% în extractele vegetale alcoolice. 25

