



(12)

CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

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

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

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

(71) Solicitant:
• **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. LA NICI NR. 22, ET. 2, AP. 5, SECTOR 1, BUCUREȘTI, B, RO**

(54) PROCEDEU ȘI MATERIAL ADSORBANT DE REDUCERE A REZIDUURILOR DE PESTICIDE DIN EXTRACTELE VEGETALE

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un material adsorbant și la un procedeu de obținere a acestuia, utilizat pentru reducerea nivelului pesticidelor din extracte vegetale alcoolice care sunt intermediari activi în industria farmaceutică și cosmetică. Materialul conform inventiei este un extract polizaharidic din semințe de schinduf (*Trigonella foenum graecum*) având caracteristicile: polimer hidrosolubil cu un conținut de 50...60% manzoază și 30...40% galactoză, maximum 6% substanțe proteice totale, maximum 2% cenușă, maximum 10% pierdere prin uscare, minimum 80% fibre solubile. Procedeul conform inventiei constă în hidratarea, timp de 1...4 h,

la temperatură de 20... 80°C, a extractului polizaharidic din semințe de schinduf în 1...10% apă purificată, se adaugă soluție apoasă 25% glutaraldehidă, pentru reticulare, gelul reticulat se suspendă într-o soluție de clorură de calciu, menținându-se la temperatură camerei timp de 4...48 h, din care se formează particule de formă sferică sau ovoidală, care se spală cu apă distilată, pentru utilizare ca material adsorbant, pentru reținerea reziduurilor de pesticide.

Revendicări: 4

Cu începere de la data publicării cererii de brevet, cererea asigură, în mod provizoriu, solicitantului, protecția conferită potrivit dispozițiilor art.32 din Legea nr.64/1991, cu excepția cazurilor în care cererea de brevet de inventie a fost respinsă, retrasă sau considerată ca fiind retrasă. Întinderea protecției conferite de cererea de brevet de inventie este determinată de revendicările conținute în cererea publicată în conformitate cu art.23 alin.(1) - (3).



PROCEDEU SI MATERIAL ADSORBANT DE REDUCERE A REZIDUURILOR DE PESTICIDE DIN EXTRACTELE VEGETALE

Inventia se refera la un procedeu si un material adsorbant utilizate pentru reducerea cu 80 - 99% a nivelului pesticidelor din extractele vegetale alcoolice sau glicolice, utilizate ca intermediari activi in industria farmaceutica si cosmetica.

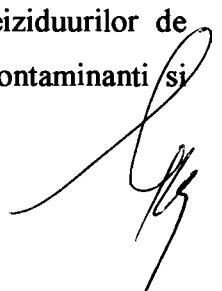
Conform inventiei materialul adsorbant este reprezentat de un extract polizaharidic obtinut din semintele de schinduf (*Trigonella foenum graecum*), solubil in apa, care este reticulat cu glutaraldehida - agent de reticulare uzual. Inventia se aplica extractelor vegetale fluide de tipul tincturilor si extractelor glicolice (propilenglicolice, butilenglicolice, glicerinate) ce sunt utilizate drept intermediari activi in industria farmaceutica si cosmetica.

Extractul polizaharidic obtinut din semintele de schinduf este standardizat fiind caracterizat prin urmatoarea componitie chimica:

- polimer hidrosolubil cu un continut de manzoza 50-60% si galactoza 30-40%;
- substante proteice totale maxim 6%;
- cenusă maxim 2%;
- pierdere prin uscare maxim 10%;
- fibre solubile minim 80%.

Extractul polizaharidic de *Trigonella foenum graecum* ce reprezinta materialul adsorbant al reziduurilor de pesticide propus, este obtinut printr-o tehnologie proprie, ce presupune valorificarea integrala a materiei prime vegetale semintele de schinduf, conform cererii de brevet nr. a2012 00482 „Procedeu ecologic de valorificare optima a potentialului de substante biologice active al plantei *Trigonella foenum graecum* si produse cosmetice cu actiune estrogen mimetica realizate”, in care acesta este utilizat ca agent hidratant in produse cosmetice (masti, tratamente faciale).

Pesticidele sunt substante larg utilizate pentru controlul insectelor, fungilor, parazitilor ce distrug culturile agricole de plante medicinale, leguminoase si pomicultura, etc. Dar, aceleasi pesticide sunt potential daunatoare mediului si ca o consecinta si omului, care consuma alimentele contaminate. Codex Alimentarius, WHO si EURL limiteaza nivelul de pesticide in alimente, fructe, legume, ceaiuri. In cazul plantelor medicinale utilizate drept materie prima, la obtinerea intermediarilor farmaceutic activi exista posibilitatea concentrarii reziduurilor de pesticide in produsul final. Astfel, este necesar controlul analitic al acestor contaminanti si



indepartarea lor in cazul in care valorile acestora in produsul final sunt depasite fata de limitele admise.

Reducerea nivelului pesticidelor din alimente, fructe si legume se realizeaza de obicei prin metode fizice ce presupun instalatii de inalta presiune, generator de ioni negativi, ionizare cu radiatii X sau gamma, bombardare cu electroni, oscilator ultrasonic sau combinatii de metode fizico-chimice: solutii alcaline si generator de ultrasunete, abur la temperaturi inalte, oxidare photocatalitica, extractie cu solventi cuplata cu microunde, adsorbtie pe schimbatori de ioni sau pe diferite materiale adsorbante (alginat de sodiu simplu sau modificat cu carbune activ).

Pentru reducerea pesticidelor reziduale din fructe si legume, Yang Tao propune in CN103284025 (A)-2013-09-11 o metoda ce presupune spalarea cu o solutie apoasa ce contine otet alimentar in cantitate de 0,1-1% glucoza in proportie de 0-2%, glucozoxidaza 1-10 UI/L .

WO 2009087259 (A1)- 2009-07-16 descrie o metoda de tratare a apei reziduale obtinuta dupa spalarea fructelor si legumelor ce contine materii in suspensie si pesticide, utilizand un coagulant capabil de a clarifica si indeparta materiile in suspensie si pesticidele.

Din apa de baut sau apa reziduala indepartarea pesticidelor se realizeaza de obicei prin adsorbta acestora pe carbune modificat, pe alginat de sodiu modificat , sau pe argila.

Astfel, brevetul WO2014080230 (A1)-2014-05-30 revendica utilizarea unui carbune derivat din rasini fenolice, activat cu bioxid de carbon micro-poros, mezo-poros sau macro-poros pentru indepartarea pesticidelor hidrosolubile din apa de baut sau a reziduurilor farmaceutice din apa reziduala.

Sylvester Paul in WO2007044854 (A1) -2007-04-19 propune spre brevetare un adsorbant realizat din carbune activ impregnat cu un oxid metalic pentru a micsora contaminantii multipli cum sunt pesticidele si metalele grele din apa industriala sau apa de baut.

Din apa reziduala obtinuta in cadrul proceselor de fabricare a derivatilor nitrofenolici, colorantilor sau a pesticidelor, brevetul RO123443 (B1)-2012-05-30 propune indepartarea contaminantilor printr- un procedeu de adsorbtie prin bile de alginat de calciu dopate cu ioni de fier si bromura de dodeciltrimetilamoniu . Prin acest procedeu se pot decontamina 100 L apa reziduala prin trecerea acesteia pe 0,3-0,4 Kg bile alginat modificat.

US Patent 6,989,102 revendica pentru indepartarea metalelor grele din apa industriala sau de baut, utilizarea gelurilor obtinute prin amestecarea alginatului de sodiu in proportie 0,1-10% cu carbune activ in proportie 0,1-10% si suspendarea acestora in solutie cationica de clorura de calciu, strontiu, bariu sau aluminiu. Alginatul de sodiu se obtine din acidul alginic un copolimer de acid glucuronic si acid manuronnic, insolubil in apa, distribuit in peretii celulari ai algelor

brune, cum ar fi Phaephyceae. Gelurile obtinute prin reticulare in solutii cationice polivalente au astfel capacitatea de a retine metalele grele.

KR 20110077588 (A)- revendica o compositie absorbanta si o metoda de indepartare a pesticidelor reziduale de pe radacinile de ginseng, ce consta in imersarea acestora intr-o solutie adsorbanta de zer ce contine 5-20% calciu, optional si acid chitoic, urmata de spalarea cu apa.

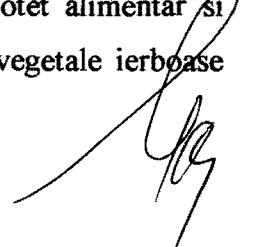
Brevetul KR 100764464 (B1)-2007-10-05 propune indepartarea pesticidelor reziduale liposolubile din extractele vegetale prin utilizarea argilei in combinatie cu un surfactant cationic cum este uleiul siliconic.

EP 2427662-B1 revendica un proces de indepartare a pesticidelor din extractele de Ginkgo biloba printr-un proces ce presupune extractia lichid/lichid ce determina obtinerea unei fractii cu polaritate medie ce contine terpenele din Ginkgo si pesticidele ce nu sunt indepartate cu hexan si o fractie de polaritate mare ce contine glicozidele flavonice din Ginkgo. Fractia cu polaritate medie se supune in continuare unei etape de cristalizare pentru obtinerea unui intermediar cu un continut in ginkgolide de minim 50%. Solutia reziduala obtinuta se supune cristalizarii pentru obtinerea altui intermediar cu un continut in bilobalide de minim 50%. Se utilizeaza solventi organici de polaritati diferite acetona, hexan,toluen, butanol, obtinand in final extracte cristalizate sau uscate ce pot fi amestecate in proportiile dorite, iar pesticidele se gasesc in cantitati mai mici de 10 ppb.

Din produse naturale grase cum ar fi lanolina, uleiuri neutre sau sintetice conform cererii de brevet WO9810046(A1) pesticidele liposolubile de tipul celor organofosforice si organoclorurate se pot indeparta prin tratarea cu microunde la temperaturi mai mari de 250°C, timp de 30-60 minute.

Din datele prezentate referitor la stadiul tehnicii, cu privire la procedee si compositii de reducere a reziduurilor de pesticide din legume, fructe sau diverse preparate fluide rezulta urmatoarele:

- nu s-au gasit brevete de inventie care sa propuna indepartarea pesticidelor din extractele alcoolice sau glicolice (tincturi sau propilenglicolice, butilenglicolice, glicerinate).
- majoritatea brevetelor se refera la procedee de reducere a contaminantilor de tip metale grele si pesticide din apa potabila sau apa tehnologica reziduala, utilizand adsorbitia acestora pe carbune, alginat de sodiu sau argila cu sau fara adaus de ioni metalici sau surfactanti.
- reducerea pesticidelor de pe suprafata legumelor, fructelor si a materiilor prime vegetale de tipul radacinilor (ginseng), prin spalari cu diverse solutii apoase: zer, otet alimentar si enzime, este o metoda ce nu se poate aplica in cazul materiilor prime vegetale ierboase



deoarece o umiditate de peste 10% determina inceperea unui proces de degradare rapida microbiologica si enzimatica:

- procedeele fizice de reducere/indepartare a pesticidelor sau metalelor grele de pe legume, fructe, radacinoase, se pot aplica doar in cazul in care aceste contaminanti se afla pe suprafata acestora;
- Un dezavantaj al metodei adsorbtiei pe alginat de sodiu il reprezinta costul ridicat al acestuia (aprox. 2 000 Euro/kg).

Conform inventiei, se propune utilizarea extractului polizaharidic din schinduf in alt scop decat cel cunoscut pana in prezent. Acest extract a fost obtinut in cadrul unei tehnologii proprii de valorificare integrala a semintelor de schinduf, conform cererii de brevet nr. a 2012 00482, in care acesta este utilizat ca agent hidratant in produse cosmetice (masti, tratamente faciale).

Schinduful (*Trigonella foenum graecum*) este o planta cultivata in sudul Europei, in zona Mediteranei si in vestul Asiei. In Romania, zonele favorabile pentru cultivarea schindufului sunt cele din S-E tarii (judetele Braila si Constanta). Continutul in substante lipidice al semintelor de schinduf este evaluat la valori cuprinse intre 5-10 %. In semintele de schinduf gasim un continut de 25-45 % mucopolizaharide, in principal galactomanani. Conform datelor din literatura, indicatiile terapeutice ale plantei se refera la utilizarea ca adjuvant in terapia diabetului, anorexie, hipercolesterolemie moderata, iar pentru uz extern, in tratarea furunculozei, a ulcerelor si eczemelor, ca emolient prin aplicarea cataplasmelor obtinute prin fierberea semintelor in apa.

Brevetul WO 0174371 (A1)-2001-10-11 prezinta aplicatii farmaceutice ale unui produs obtinut din polizaharide de tip galactomanani din semintele de schinduf, sub forma unei pulberi, cu un continut in oze de 60%, dintre care 50-55% sunt galactomanani si maxim 5% proteine.

Dintre cele mai cunoscute preparate polizaharidice de tipul galactomananilor, numai cateva au fost studiate pentru a fi utilizate drept aditivi, ca produse de ingrosare in alimentatie, sau apretare in industria textilelor sau papetariei. Acestea sunt guma de Carob din *Ceratonia siliqua*, guma de Guar din *Cyamopsis tetragonolobus*, guma de Tara din *Cesalpinia spinosa*, si de curand galactomananii din semintele genului *Prosopis*.

Desi controversate din punctul de vedere al impactului asupra sanatatii populatiei, pesticidele sunt totusi indispensabile agriculturii tehnologizate, pe suprafete mari. Prin urmare, in produsele vegetale pot fi prezente reziduuri ce pot apare ca urmare a aplicarii tehnologiilor agricole, dar si din cauza remanentei in sol a unora din produsele aplicate anterior.

Necesitatea utilizarii materiilor prime vegetale (ca atare sau sub forma de extracte apoase,



26

alcoolice, glicoolice) fiind de necontestat, este evidentă identificarea modalităților prin care acestea pot fi utilizate în condiții de siguranță maxima.

Problema tehnică pe care o rezolvă inventia se referă la un procedeu și un material adsorbant utilizate pentru reducerea nivelului pesticidelor din extractele vegetale alcoolice sau glicoolice, care sunt intermediari activi în industria farmaceutică și cosmetica.

Noul material adsorbant al reziduurilor de pesticide, 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 inventie nr. a2012 00482 în care acesta este folosit ca agent hidratant în produse cosmetice. Extractul polizaharidic cu structura de galactomanani, obținut în cantitate de minim 20 g /100 g seminte de schinduf, se prezintă sub formă unei pulberi fine, gri-cafenii, cu un conținut standardizat în: manzoa 50-60% și galactoza 30-40%, substanțe proteice totale maxim 6%, cenusă maxim 2%, pierdere prin uscare maxim 10%, fibre solubile minim 80%.

Materialul adsorbant utilizat sub formă unor particule sferice sau ovoidale, se obține prin hidratarea extractului polizaharidic de *Trigonella foenum graecum* în apă purificată cu obținerea unui gel, care pentru reticulare se combina 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 glicoolice (tincturi sau extracte propilenglicolice, butilenglicolice, glicerinate) este simplu, nu presupune facilități speciale și constă în punerea în contact a extractului cu materialul adsorbant un timp suficient de lung, urmată de separarea prin decantare și filtrare.

Inventia constă în realizarea următoarelor etape:

A. Obținerea materialului adsorbant ce constă în hidratarea timp de 1 - 4 ore 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 glutaraldehida, în proporție 2:1 - 10:1 care se menține 24 ore 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 usoara. Materialul astfel obținut se menține la temperatura camerei 4 - 48 ore cu usoara agitare, după care particulele astfel formate, întărite, se spală cu apă distilată pentru îndepartarea clorurii 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. Pentru pastrare mai

mult timp, se pot conserva in alcool etilic farmaceutic iar inainte de utilizare se spala de 3 ori cu apa distilata pentru rehidratare.

B. Procedeul de reducere a nivelului de reziduuri de pesticide din extractele alcoolice /glicolice consta in punerea in contact direct a materialului adsorbant cu extractul vegetal, fie intr-o coloana de sticla, fie intr-un omogenizator de inox sub agitare timp de 10 - 120 minute, dupa care, extractul se separa prin filtrare, si se prelucreaza in continuare prin operatii specifice: decolorare pentru indepartarea pigmentilor si lipidelor, concentrare si conditionare prin includere in propilenglicol, butilenglicol, glicerina; materialul adsorbant se poate reutiliza dupa spalare cu alcool etilic, apa potabila si apa purificata, iar pentru pastrare se mentine timp indelungat in alcool etilic farmaceutic. Astfel, pornind de la un extract ce contine 200 ng/mL pesticide, prin aplicarea acestui procedeu are loc reducerea cu 80- 99% a nivelului pesticidelor in extractele vegetale.

Inventia prezinta urmatoarele avantaje :

- Aplicarea acestei inventii permite obtinerea de extracte farmaceutice sau cosmetice purificate, fiind posibila prelucrarea si utilizarea materiilor prime vegetale la care limita maxima admisa de reziduuri de pesticide este depasita de pana la 6 ori.
- Aceasta inventie acopera un gol, deoarece conform stadiului tehnicii, procedeele de reducere a nivelului pesticidelor se refera doar la fluide apoase, altele decat cele deriveate din plante medicinale; nu s-au gasit brevete de inventie care sa propuna indepartarea pesticidelor din extractele alcoolice sau glicolice (tincturi sau propilenglicolice, butilenglicolice, glicerinate).
- Conform inventiei, aplicarea acestui procedeu determina reducerea cu 80- 99% a nivelului pesticidelor in extractele vegetale alcoolice si glicolice;
- Noul materialul adsorbant obtinut conform inventiei printr-o tehnologie proprie, se refera la un extract polizaharidic standardizat, pentru a carui reticulare se foloseste un agent uzual, solutia apoasa 25% de glutaraldehida;
- Procedeul de obtinere a componetiei adsorbante este simplu, usor de aplicat, necesitand doar echipamente clasice intr-o instalatie de obtinere a extractelor vegetale: omogenizatoare, agitatoare, site;
- Conform inventiei, procedeul de reducere a nivelului pesticidelor din extractele vegetale alcoolice sau glicolice (tincturi sau propilenglicolice, butilenglicolice, glicerinate) este simplu, nu presupune facilitati speciale si consta in punerea in contact a extractului cu materialul adsorbant, urmata de separarea prin decantare si filtrare.**Exemplul nr.1. Obtinerea** materialului adsorbant

20 g extract polizaharidic din *Trigonella foenum graecum* sub forma de pulbere se introduc intr-un omogenizator prevazut cu manta termostatata si sistem de agitare, peste care se adauga 470 mL apa purificata sub agitare usoara; amestecul se mentine pentru umectare la 60 °C cu agitare la 50 rpm, timp de 2 ore, dupa care se adauga 10 mL solutie 25% glutaraldehida; se continua agitarea la 60-80 rpm timp de 2 ore; pentru finalizarea reticularii, gelul astfel format se scoate din omogenizator si se mentine la frigider 24 ore, apoi se suspenda prin picurare in 0,5 L solutie 4% clorura de calciu sub agitare. Particulele formate de forma sferica au dimensiunea de 2-5 mm si o suprafata de adsorbtie de 12-80 mm², se mentin 24 de ore in solutia de clorura de calciu, apoi se spala cu apa distilata si sunt gata pregatite pentru procedeul de adsorbtie. Volumul ocupat al particulelor hidratate este de 1 250 cm³.

Exemplul nr.2. Procedeu de reducere a reziduurilor de pesticide din extractul alcoolic din frunze de salvie fortificata cu pesticide

Deoarece in mod natural cantitatea de pesticide la nivelul plantelor medicinale se situeaza in limitele impuse de legislatia in vigoare, pentru testelete realizate s-a utilizat o materie prima – frunze de salvie - fortificata cu solutii de pesticide. Materialul vegetal a fost supus extractiei cu alcool etilic 70%, conform procedeului obisnuit de extractie si prelucrare, iar extractele obtinute au fost analizate atat inainte de a fi puse in contact cu materialul adsorbant cat si dupa etapa de purificare/adsorbtie.

5 L extract alcoolic 70 % obtinut din frunze de salvie fortificate cu quintozen si deltametrin (77,75 µg/L) se introduc intr-un omogenizator de inox de capacitate 10 L, peste care se adauga materialul adsorbant obtinut in exemplul nr.1. Extractul se mentine in contact direct cu materialul adsorbant timp de 30 minute cu o usoara agitare la 50 rpm. Dupa trecerea acestui timp extractul se separa prin decantare si filtrare pe hartie de filtru industriala si se analizeaza. Pentru a evidenta eficacitatea de retinere a pesticidelor de catre materialul adsorbant pe baza de extract polizaharidic de *Trigonella foenum graecum* acesta a fost testat comparativ cu un material adsorbant pe baza de alginat de sodiu.

In tabelul 1 sunt prezentate rezultatele obtinute in urma determinarilor comparative pentru doua dintre pesticidele folosite si anume :

- quintozen - pesticid organoclorurat, utilizat ca antifungic bacterian, mai ales pentru sol, la culturi de bumbac, orez, cartofi, plante ornamentale bulboase, rapita, cu persistenta mare in sol si
- deltametrin - insecticid de contact si ingestie, incadrat in clasa piretroizilor de sinteza, situat in primele locuri in topul celor mai utilizate insecticide la nivel mondial, pentru combaterea tantarilor, mustelor, afidelor, dar si daunatorilor diversi pentru o paleta foarte mare de culturi.

Rezultatele prezentate in tabelul 1 demonstreaza faptul ca reducerea procentuala a nivelului pesticidelor utilizand cele 2 tipuri de material adsorbant este comparabila, sau chiar mai buna in cazul extractului polizaharidic de Trigonella varianta cu 1% glutaraldehida.

Tabel nr.1. Evaluarea comparativa a reducerii nivelului pesticidelor in extractul alcoolic de salvie

Nr.crt.	Proba analizata	Quintozen		Deltametrin	
		µg/L	% Reducere	µg /L	% Reducere
1.	Extract alcoolic initial	6,55	-	70,86	-
2.	Extract alcoolic dupa adsorbtie pe alginat de sodiu 4% si 0,5% glutaraldehida	0,26	96,3	14,60	79,4
3.	Extract alcoolic dupa adsorbtie pe alginat de sodiu 4% si 1% glutaraldehida	0,45	93,13	15,73	77,8
4.	Extract alcoolic dupa adsorbtie pe extract Trigonella 4% si 0,5 % glutaraldehida	0,19	97,1	25,62	63,8
5.	Extract alcoolic dupa adsorbtie pe extract Trigonella 4% si 1 % glutaraldehida	0,42	93,5	8,34	88,2

Exemplul nr.3. Procedeu de reducere a reziduurilor de pesticide din extractul alcoolic din frunze de salvie fortificata cu un amestec de pesticide

10 L extract alcoolic 70 % obtinut din frunze de salvie in care se adauga un amestec de 7 pesticide, in concentratie de 74,97 µg pesticide /mL extract, se introduc intr-un omogenizator de inox de capacitate 20 L, peste care se adauga materialul adsorbant obtinut conform exemplului nr.2. Extractul se mentine in contact direct cu materialul adsorbant 100 minute cu agitare la 60 rpm. Extractul rezultat se separa prin decantare si filtrare pe hartie de filtru industriala si se analizeaza prin cromatografie cuplata cu spectrometrie de masa. Rezultatele prezentate in tabelul 2 evidenciaza eficacitatea procedeului propus.

Tabel 2. Evaluarea nivelului de pesticide din extractul alcoolic din frunze de salvie supus purificarii pe materialul adsorbant obtinut conform inventiei

Nr.crt.	Pesticid	Extract alcoolic initial µg/mL	Extract alcoolic purificat	
			µg/mL	% Reducere
1.	Deltametrin	46,87	0,057	99,89
2.	Diazinon	4,17	0,543	90,02
3.	Difenilaminaa	7,75	0,06	99,37
4.	Gamma HCH	5,40	0,168	96,62
5.	HCB	1,34	0,0005	99,99
6.	Quintozen	4,90	0,049	99,24
7.	Tolclofos-metil	4,54	0,032	99,49
8.	Pesticide totale	74,97	0,9095	98,78

REVENDICĂRI

1. Procedeu de obtinere a unui nou material adsorbant pentru pesticidele prezente in extractele vegetale alcoolice, **caracterizat prin aceea că** se obtine in urma hidratarii timp de 1 - 4 ore la temperatura 20 - 80 °C a extractului polizaharidic din semintele de *Trigonella foenum graecum* in apa purificata in proportie 1 - 10%; peste gelul astfel format se adauga pentru reticulare solutia apoasa 25% de glutaraldehida, in proportie 2:1 - 10:1 extract polizaharidic: solutie glutaraldehida, care se mentine 24 ore la rece, la 2 – 10 °C; gelul reticulat obtinut se suspenda prin picurare intr-o solutie de clorura de calciu 0,1 - 8 % sub agitare usoara, se mentine la temperatura camerei 4 - 48 ore, dupa care particulele astfel formate, de forma sferica sau ovoidala, se spala cu apa distilata si pot fi folosite imediat ca material adsorbant pentru retinerea reziduurilor de pesticide.
2. Material adsorbant obtinut conform revendicarii 1 **caracterizat prin aceea ca** adsorbția este determinata de extractul polizaharidic standardizat, obtinut din semintele de *Trigonella foenum graecum*-schinduf, cu caracteristicile: polimer hidrosolubil cu un continut de manzoza 50-60% si galactoza 30-40%, substante proteice totale maxim 6%, cenusă maxim 2%, pierdere prin uscare maxim 10%, fibre solubile minim 80%.
3. Procedeu de reducere a nivelului pesticidelor din extractele alcoolice **caracterizat prin aceea ca** materialul adsorbant obtinut conform revendicarii 1 se pune in contact direct cu extractul alcoolic fie intr-o coloana de sticla, fie intr-un omogenizator de inox sub agitare, timp de 10 - 120 minute, dupa care extractul decontaminat se separa prin decantare si filtrare si poate fi folosit.
4. Procedeu de reducere a nivelului pesticidelor din extractele alcoolice **caracterizat prin aceea ca** determina reducerea cu 80% - 99% a nivelului pesticidelor totale in extractele vegetale.

