



MD 1174 G2

REPUBLICA MOLDOVA



**(19) Agenția de Stat
pentru Protecția Proprietății Industriale**

(11) 1174 (13) G2
(51) Int. Cl.⁶: C 07 J 71/00, 75/00

(12) BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. depozit: 97-0297
(22) Data depozit: 14.11.1997

**(42) Data publicării hotărârii
de acordare a brevetului:**
31.03.1999, BOPI nr. 3/99

(71) Solicitant: Institutul de Genetică al Academiei de Științe a Republicii Moldova, MD
(72) Inventatori: Goreanu Gheorghe, MD; Chintea Pavel, MD; Lupașcu Galina, MD; Fandeev
Elvira, MD
(73) Titular: Institutul de Genetică al Academiei de Științe a Republicii Moldova, MD

(54) Procedeu de obținere a lilioninelor
(57) Rezumat:

1
Invenția se referă la chimia bioorganică și poate fi utilizată în agricultură pentru protecția plantelor.

Esența invenției constă în aceea că procedeul propus include extragerea lilioninelor din bulbii de *Lilium henry* cu soluție apoasă de etanol de 70%, apoi cu n-butanol, evaporarea extractului, cromato-

2
silicagel în sistemul de eluanți cloroform-metanol-apă în raport de 65:35:5 și izolarea ulterioară a produsului final.

5
Rezultatul tehnic al invenției constă în creșterea gradului de izolare a glicozidelor steroidice cu polarizare slabă, a purității produsului final și în simplificarea procedului.

Revendicări: 1

10

MD 1174 G2

MD 1174 G2

3

Descriere:

Invenția se referă la chimia bioorganică și poate fi utilizată în agricultură pentru protecția plantelor.

5 Este cunoscut procedeul de obținere a triozidei neotigogeninei, care constă în degresarea semințelor de tomate, extragerea cu soluție apoasă de 70% de metanol, eter etilic, n-butanol, după care extractul obținut se evaporază și se cromatografiază, ulterior separandu-se produsul final [1].

Dezavantajul procedurii cunoscut constă în modul laborios de executare, deoarece produsul obținut nu este pur și extragerea este incompletă, și pentru obținerea produsului final sunt necesare 6 operații.

10 Problema pe care o rezolvă prezenta invenție constă în majorarea exactității procedurii și în simplificarea lui.

Problema dată poate fi soluționată prin procedeul propus, care constă în extragerea lilioninelor din bulbii de *Lilium henry* cu soluție apoasă de etanol de 70%, apoi cu n-butanol, evaporarea extractului, cromatografierea fracției obținute pe coloana cu silicagel în sistemul de eluanți cloroform-metanol-apă în raport de 65:35:5, după care produsul finit se obține prin evaporare.

20 Utilizarea sistemului de eluanți cu polaritate slabă, și anume cloroform-metanol-apă în proporție de 65:35:5 permite creșterea gradului de izolare a glicozidelor steroidice, iar extragerea lilioninelor cu soluție apoasă de etanol de 70% sporește puritatea produsului final.

Rezultatul tehnic al invenției constă în creșterea gradului de izolare a glicozidelor steroidice cu polarizare slabă, sporirea purității și simplificarea procedurii.

25 Lilioninele obținute reprezintă o compoziție de glicozide steroidice din bulbii de *Lilium henry*, denumirea cărora provine de la sursa de materie primă [2], această compoziție fiind o pulbere de culoare galbenă închisă, ușor solubilă în metanol, etanol, hidroscopică.

Compoziția glicozidelor steroidice a fost determinată prin procedeul de cromatografiere pe hârtie a hidrolizatului lilioninelor în prezența probelor de monozaharide cunoscute. Au fost identificate glucoza și ramnoza.

30

Exemplu de realizare a invenției

Un kilogram de bulbi proaspeți de *Lilium henry* s-a mărunțit, după care a fost supus extracției cu soluție apoasă de etanol de 70% de 4 ori câte 5 ore la temperatura de fierbere a agentului de extracție, folosind câte 1 l de alcool. Extractul obținut s-a concentrat prin evaporare până la rest apos, care a fost supus în continuare extracției cu n-butanol de 3 ori, cu câte 200 ml de eluant. Frațiile butanolice au fost concentrate prin evaporare și apoi cromatografiate pe coloana cu silicagel L40/100 în sistemul de eluanți cloroform-metanol-apă în raportul de 65:35:5. Frațiile obținute au fost colectate câte 10 ml. Controlul asupra separării a fost efectuat în cromatografiere pe silicagel în strat subțire în sistemul de eluanți: cloroform-metanol-apă în raport de 65:35:5. Produsul din epurubetele cuprinse între numerele 12 și 43 a fost adunat și supus concentrării prin evaporare, obținându-se 6,2 g din suma lilioninelor sau 0,62% din greutatea produsului vegetal inițial.

45 Determinarea activității biologice a lilioninelor a fost efectuată prin testarea creșterii și dezvoltării culturilor pure ale ciupercilor *Fusarium gibbosum* App. et Wr.emend Bilai (N104) și *F.graminearum* Schwabe (N16) (provocatori ai putregaiului de rădăcină la culturile cerealiere - grâu, secară și triticale) pe mediu nutritiv must-agar, ce conținea diferite cantități de lilionine. Cercetările au fost efectuate conform metodei descrise în [3]. În calitate de test-parametri au fost utilizate creșterea liniară a coloniilor și densitatea miceliului - indici destul de informativi pentru creșterea și dezvoltarea ciupercilor.

50 Densitatea miceliului s-a determinat după scara de 3 grade, elaborată de inventatori: 1 - densitate slabă; 2 - densitate medie; 3 - densitate normală.

Datele obținute indică asupra faptului că lilioninele au manifestat o activitate fungicidă asupra ambelor ciuperci. În intervalul de concentrații 0,05-0,1% în a 5-a zi lilioninele au

MD 1174 G2

4

inhibat creșterea ciupercii *Fusarium gibbosum* App.et Wr.emend Bilai (N104) cu 20,1%, iar analogul cel mai apropiat - *Lilioglicozida F* (0,05%) - cu 9,3% față de martor.

5 Efectul inhibitor al lilioninelor s-a constatat și în cazul densității miceliului. În intervalul de concentrații 0,01-0,05% acest indice era la nivelul de 1 grad, iar în varianta cu lilioglicozida F - la nivelul de 2 grade.

10 În intervalul de concentrații 0,002-0,05% lilioninele au manifestat o acțiune fungicidă și față de *Fusarium graminearum* Schwabe (N16). În varianta cu analogul cel mai apropiat diametrul coloniilor în a 5-a zi era cu 22,8% mai mic față de control și densitatea miceliului - la nivelul de 2 grade, iar pe mediul cu lilionine primul parametru era cu 38,3% mai jos față de martor, iar al doilea - la nivelul de 1 grad.

15 În baza rezultatelor obținute se poate concluziona că lilioninele având un efect vădit inhibitor asupra ciupercilor *F.gibbosum* și *F.graminearum*, pot fi utilizate în cadrul măsurilor de protecție a culturilor cerealiere de rădăcină fuzariotic.

20 (57) Revendicare:

25 Procedeu de obținere a lilioninelor care include extragerea lor din materie vegetală cu soluție apoasă de alcool, apoi cu n-butanol, evaporarea extractului, cromatografierea fracției obținute pe coloana cu silicagel utilizând sistemul de eluanți cloroform-metanol-apă și izolarea ulterioară a produsului final, **caracterizat prin aceea că** în calitate de materie vegetală se utilizează bulbii de *Lilium henry*, în calitate de soluție apoasă de alcool se utilizează soluția apoasă de etanol de 70%, iar cromatografierea se efectuează în sistemul de eluanți cloroform-metanol-apă în raport de 65:35:5.

(56) Referințe bibliografice:

1. SU 722121 A
2. Goreanu Gh. Glicozide steroidice din bulbii *Lilium henry*. Revista farmaceutică a Moldovei.1977, nr.1, p. 24-25
3. Методы экспериментальной микологии. Киев, Наукова думка, 1982, 550 с

Șef secție: CRECETOV Veaceslav

Examinator: BAZARENCO Tatiana

Redactor: CANȚER Svetlana