



(12) **CERERE DE BREVET DE INVENȚIE**

(21) Nr. cerere: **a 2018 00167**

(22) Data de depozit: **08/03/2018**

(41) Data publicării cererii:
30/09/2019 BOPI nr. **9/2019**

(71) Solicitant:
• **INSTITUTUL NAȚIONAL DE
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU
CHIMIE ȘI PETROCHIMIE - ICECHIM,
SPLAIUL INDEPENDENȚEI NR.202,
SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO**

(72) Inventatori:
• **STEPAN EMIL, BD. TIMIȘOARA NR.49,
BL.CC6, SC.A, ET.3, AP.12, SECTOR 6,
BUCUREȘTI, B, RO;**
• **ENĂȘCUȚĂ CRISTINA EMANUELA,
STR. SABINELOR NR. 106, BL. 115, ET. 6,
AP. 25, SECTOR 5, BUCUREȘTI, B, RO;**
• **VELEA SANDA, STR.ZAMBILELOR NR.6,
BL.60, ET.2, AP.5, SECTOR 2, BUCUREȘTI,
B, RO;**

• **RADU ELENA, CALEA GRIVIȚEI NR. 206,
BL. K, SC. E, AP. 31, SECTOR 6,
BUCUREȘTI, B, RO;**
• **OPRESCU ELENA EMILIA,
ALEEA PROFESORILOR NR.6, BL.37 C,
SC.C, AP.46, PLOIEȘTI, PH, RO;**
• **RADU ADRIAN, BD.TIMIȘOARA NR.35,
BL.OD 6, SC.5, ET.7, AP.174, SECTOR 6,
BUCUREȘTI, B, RO;**
• **GAIDĂU CARMEN CORNELIA,
STR. ALEXANDRU PAPIU ILARIAN NR. 6,
BL. 42, SC. 2, AP. 53, ET. 6, SECTOR 3,
BUCUREȘTI, B, RO;**
• **EPURE DORU-GABRIEL, STR.CRIȘAN
NR.6, BL.G A 14, SC.B, AP.16, SLATINA,
OT, RO**

(54) **PROCEDEU PENTRU OBTINEREA BIOFERTILIZANȚILOR
FOLIARI ÎMPREUNĂ CU MICROCAPSULELE CU ULEIURI
ESENȚIALE COMPONENTE, ȘI COMPOZIȚII DE
BIOFERTILIZANȚI FOLIARI**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la o compoziție de biofertilizant foliar și la un procedeu de obținere a acesteia. Compoziția, conform invenției, este constituită, în procente masice, din 14,31...19,41% proteine hidrolizate cu masa moleculară medie de 320...750 Da, 0,24...0,68% agent de îmbunătățire a aderenței de frunze, 0,2...0,3% agent de îngroșare, 0,73...2,70% cheratină hidrolizată, 6,50...8,25% microcapsule cu conținut de ulei esențial având viteza de eliberare a uleiului la 120 h de 40,3...48,2%, 4,04...5,96% surfactanți neionici, 0,66...0,92% amestec de săruri de Cu, Zn, Fe, Mo, Mn,

Mg ale acidului etilendiaminotetraacetic, precum și, în rest, apă. Procedeu, conform invenției, constă în realizarea microcapsulelor cu ulei esențial care se adaugă într-un amestec format din proteine hidrolizate, agenții uzuali și cheratina hidrolizată, cu agitare intensă timp de 30 min, după care se adaugă surfactanții și soluția apoasă conținând amestecul de săruri, rezultând o suspensie apoasă de fertilizant având o stabilitate >6 luni.

Revendicări: 3



36

OFICIUL DE STAT PENTRU INVENTII SI MARC
Cerere de brevet de inventie
Nr. <u>a 2018 00167</u>
Data depozit <u>08-03-2018</u>

**PROCEDEU PENTRU OBTINEREA BIOFERTILIZANTILOR FOLIARI
IMPREUNA CU MICROCAPSULELE CU ULEIURI ESENTIALE COMPONENTE
SI COMPOZITII DE BIOFERTILIZANTI FOLIARI**

Inventia se refera la un procedeu pentru obtinerea biofertilizantilor foliari impreuna cu microcapsulele cu uleiuri esentiale componente si compozitii de biofertilizanti foliari, continand aceste microcapsule impreuna cu componentii in majoritate de provenienta naturala.

Sunt cunoscute numeroase procedee pentru obtinerea microcapsulelor cu continut de uleiuri esentiale, avand utilizari in industria alimentara si textila.

Un astfel de procedeu constă in incorporarea unei solutii de ulei esential si etanol in hidrolizatul de collagen, omogenizarea acestuia, ajustarea pH-ului la 7,4 cu hidroxid de sodiu, adaugarea apei distilate pana cand compozitia finala ajunge la 1,5 ... 10% collagen ca materie uscata, urmata de reticulare si uscarea microcapsulelor prin liofilizare sau atomizare (**RO130962**). Sunt prezentate compozitii de microcapsule cu uleiuri esentiale si collagen, sub forma de pulberi sferice cu diametre de 2-30 μm , utilizate la functionalizarea unor structuri textile (ex. ciorapi).

Inventia prezinta dezavantaje legate de conducerea simplista a procesului de microincapsulare, uscarea prin atomizare a microcapsulelor poate determina degradarea acestora datorita temperaturilor ridicate (ex. 230°C), iar uscarea prin liofilizare implica un consum energetic semnificativ legat de vaporizarea unei cantitati mari de apa.

O inventie se refera la un sistem integrat si la un procedeu de obtinere a unor extracte cu rol de biofertilizant / bioinsecticid foliar in agricultura ecologica (**RO131209**). Procedeu consta in extractia substantelor active din materialul vegetal la o temperatura de 37°C, cu cinci cicluri de extractie, timp de 600 s, la o presiune ridicata de 8,7 bar si cinci cicluri de presiune joasa de 1,25 bar, cu cate cinci cicluri cvasidinamice, fiecare timp de 520 s, cu circularea in contracurent a solventului pe parcursul ciclurilor de inalta presiune.

Inventia prezinta dezavantaje legate de tipurile de biofertilizanti / bioinsecticide foliare care se pot obtine prin aplicarea inventiei.

O compozitie de biofertilizant foliar utilizat in culturile posibile sa fie afectate de fitotoxicitate si efecte nocive ale mediului are drept componente principale microorganisme si metaboliti lor, extracte marine, oligoelemente si fitohormoni (**CN 104341218**). Materiile prime si proportiile utilizate la realizarea compozitiilor respective sunt: 15-35% extract lichid de *Bacillus*, 10-30% extracte din alge; 5-25% aminoacizi; 0,05-0,5% fitohormon de tip

brassinolid, 0,2-1,5% sulfat de zinc, 0,2-1,5% sulfat feros, 0,5-3,5% sulfat de magneziu, 0,5-2,5% acid boric, 0,01-0,3% molibdat de amoniu si apa suplimentata la 100%.

Inventia prezinta dezavantaje legate de utilizarea unor componenti costisitori si relativ dificil de obtinut.

Problema tehnica pe care urmareste sa o rezolve inventia, este cresterea productiei si a calitatii fructelor si/sau a semintelor plantelor si respectiv protectia mediului, prin realizarea unor biofertilizanti foliari continand microcapsule cu uleiuri esentiale, impreuna cu nutrienti cu azot organic si respectiv cu sulf organic, care pe langa nutritia plantelor asigura si protectia acestora impotriva unor microorganisme patogene, a unor fungi sau insecte, in conditiile eliberarii controlate a biopesticidelor respective.

Procedeul pentru obtinerea biofertilizantilor foliari impreuna cu microcapsulele cu uleiuri esentiale componente conform inventiei inlatura dezavantajele mentionate anterior prin aceea ca, proteinele hidrolizate avand masa moleculara medie de 50.000-60.000 Da, provenite din deseuri de la prelucrarea pieilor de ovine, bovine, porcine, deseuri din industria piscicola, deseuri de la abatoare sau din industria alimentara (oase, cartilaje), luate in proportie de 1,17-2,28% in greutate fata de suspensia finala, se introduc peste apa luata in proportie de 20,41-65,54% in greutate fata de suspensia finala, incalzita la 60°C, solutia coloidala formata se raceste la 25°C, se adauga prin picurare sub agitare intensa ulei esential, ales dintre uleiul de rozmarin, cimbru, coriandru, marar, cuisoare, scortisoara, eucalipt, conifere, citrice, oregano, mirt, menta, usturoi, arbore de ceai, muscata, lavanda, anason, busuioc, singure sau in amestec, luat in proportie de 4,23-7,40% in greutate fata de suspensia finala, se pune in functiune baia cu ultrasunete iar emulsia formata se mentine sub agitare intensa in camp de ultrasunete la 20°C timp de 15 minute, separat se prepara o solutie formata dintr-un polimer anionic, de tip tripolifosfat de sodiu sau carboximetil celuloza sodica, luat in proportie de 1,09-2,28% in greutate fata de suspensia finala, din apa luata in proportie de 14,81-68,03% in greutate fata de suspensia finala si din dodecilbensensulfonat de sodiu 50%, luat in proportie de 0,19-0,34% in greutate fata de suspensia finala, solutia rezultata se raceste la 1-2°C si se introduce prin picurare peste emulsia de ulei esential anterior preparata, suspensia formata se raceste sub agitare intensa in camp de microunde, mentinandu-se la 5°C timp de 15 minute, are loc procesul de coacervare complexa, microparticolele de ulei esential fiind acoperite cu 2 straturi formate din polimerul cationic (proteina hidrolizata) si polimerul anionic, suspensia racita la 5°C este tratata prin picurare cu o solutie formata din glutaraldehida 50%, luata in proportie de 1,55-3,42% in greutate fata de suspensia finala si metanol, luat in proportie de

3,11-6,83% in greutate fata de suspensia finala, fiind mentinuta sub agitare intensa in camp de microunde la 5°C, inca 5 minute, se inlatura baia cu microunde, iar suspensia rezultata se mentine sub agitare intensa la temperatura ambianta inca 180 minute, temperatura amestecului creste pana la 20-25°C din exotermicitatea procesului, se perfecteaza procesul de reticulare prin marirea temperaturii pana la 30-35°C, suspensia finala se filtreaza sau centrifugheaza, separandu-se turta umeda cu continut de 22,44-24,11% microcapsule cu ulei esential, de filtratul apos, care se poate reutiliza la sarjele ulterioare, eficienta microincapsularii fiind de 93,44-97,37%, separat se prepara un amestec format din proteine hidrolizate cu continut initial de substanta proteica uscata de 28,83-41,33% si masa moleculara medie de 320-750 Da, provenite din deseuri de la prelucrarea pieilor de ovine, bovine, porcine, deseuri din industria piscicola, deseuri de la abatoare sau din industria alimentara (oase, cartilaje), luate in proportie de 14,31-19,41% in greutate fata de suspensia de biofertilizant, din agent de imbunatatire a aderenței pe frunze, selectat dintre proteinele hidrolizate cu masa moleculara medie de 50.000-60.000 Da, sau hidroxipropil metil celuloza, luat in proportie de 0,24-0,68% in greutate fata de suspensia de biofertilizant, din agent de ingrosare, de tipul gumei xanthan, a gumei guar, sau a gumei arabice, luat in proportie de 0,20-0,30% in greutate fata de suspensia de biofertilizant, se incalzeste amestecul, mentinandu-se temperatura la 60°C timp de 15 minute, apoi se raceste la 25°C, se introduce sub agitare cheratina hidrolizata cu continut initial de substanta proteica uscata de 8,18-29,13%, provenita din deseuri de lana, de pene, de par, de coarne, sau de copite, luata in proportie de 0,73-2,70% in greutate fata de suspensia de biofertilizant si turta de la filtrare cu 22,44-24,11% microcapsule cu continut de ulei esential ales dintre uleiul de rozmarin, cimbru, coriandru, marar, cuisoare, scortisoara, eucalipt, conifere, citrice, oregano, mirt, menta, usturoi, arbore de ceai, muscata, lavanda, anason, busuioc, singure sau in amestec, microcapsulele fiind luate in proportie de 6,50-8,25% in greutate fata de suspensia de biofertilizant, se continua agitarea timp de 30 minute sau se trece amestecul printr-o moara coloidala, apoi se introduc surfactanti neionici luati in proportie de 4,04-5,96% in greutate fata de suspensia de biofertilizant si o solutie apoasa continand un amestec de saruri de Cu, Zn, Fe, Mo, Mn, Mg ale acidului etilendiaminotetraacetic, sarurile fiind luate in proportie de 0,66-0,92% in greutate fata de suspensia de biofertilizant, se continua agitarea 15 minute, obtinandu-se biofertilizantul foliar sub forma de suspensie apoasa, **compozitiile** de biofertilizanti foliari conform inventiei, inlatura dezavantajele mentionate anterior prin aceea ca, sunt constituite din 14,31-19,41% in greutate proteine hidrolizate cu masa moleculara

medie de 320-750 Da, din 0,24-0,68% in greutate agent de imbunatatire a aderentei pe frunze, din 0,20-0,30% in greutate agent de ingrosare, din 0,73-2,70% in greutate cheratina hidrolizata, din 6,50-8,25% in greutate microcapsule cu continut de ulei esential, avand viteza de eliberare a uleiului din microcapsule la 120 ore de 40,30-48,20%, din 4,04-5,96% in greutate surfactanti neionici, din 0,66-0,92% in greutate un amestec de saruri de Cu, Zn, Fe, Mo, Mn, Mg ale acidului etilendiaminotetraacetic, si din 63,62-70,28% in greutate apa, stabilitatea suspensiei de biofertilizant fiind > 6 luni.

Inventia prezinta urmatoarele avantaje:

- Se imbunatatesta eficienta microincapsularii uleiurilor esentiale si se realizeaza micșorarea dimensiunilor microparticolelor, prin conducerea procesului in camp de ultrasunete
- Utilizarea biofertilizantilor foliari contribuie la cresterea productiei si a calitatii fructelor si/sau a semintelor plantelor, datorita microcapsulelor cu uleiuri esentiale si a nutrientilor cu azot organic si respectiv cu sulf organic, care pe langa nutritia plantelor asigura si protectia acestora impotriva unor microorganisme patogene, a unor fungi sau insecte
- Prezenta agentilor de imbunatatire a aderentei pe frunze din componenta biofertilizantilor, asigura o eficienta sporita a asimilarii acestora de catre plante
- Microcapsulele cu uleiuri esentiale din componenta biofertilizantilor confera protectie sporita la depozitare, impotriva degradarii unor componente (ex. proteine hidrolizate si cheratine hidrolizate) si inhiba mirosurile neplacute datorita acestora
- Microcapsulele avand eliberare controlata a uleiurilor esentiale asigura marirea duratei de protectie conferita de acestea
- Se asigura protectia mediului prin utilizarea componentelor in majoritate de provenienta naturala

Se dau in continuare 5 exemple de realizare a inventiei:

Exemplul 1

Intr-un balon cu 4 gaturi prevazut cu agitare actionata electric, palnie de picurare si termometru, balonul fiind amplasat intr-o baie cu ultrasunete cu posibilitate de racire, se introduc sub agitare 36 g proteine hidrolizate din deseuri de la prelucrarea pieilor de ovine avand masa moleculara medie de 50.000 Da, peste 1380 g apa incalzita la 60°C. Solutia coloidala formata se raceste la 25°C si se adauga prin picurare sub agitare intensa 90 g ulei de rozmarin. Se pune in functiune baia cu ultrasunete si emulsia formata se mentine sub agitare intensa in camp de ultrasunete la 20°C timp de 15 minute. Intr-o instalatie similara, dar fara baie cu ultrasunete, se prepara sub agitare o solutie formata din 36 g tripolifosfat de sodiu

(TPP), 420 g apa si 6 g dodecilbenzensulfonat de sodiu 50%. Solutia se raceste la 1-2°C si se introduce prin picurare peste emulsia de ulei de rozmarin anterior preparata. Suspensia formata se raceste sub agitare intensa in camp de microunde, mentinandu-se la 5°C timp de 15 minute. Are loc procesul de coacervare complexa, microparticolele de ulei de rozmarin fiind acoperite cu 2 straturi formate dintr-un polimer cationic (proteina hidrolizata) si un polimer anionic (TPP). Suspensia racita la 5°C este tratata prin picurare cu o solutie formata din 54 g glutaraldehida 50% si 108 g metanol, fiind mentinuta sub agitare intensa, in camp de microunde la 5°C, inca 5 minute. Se inlatura baia cu microunde, iar suspensia rezultata se mentine sub agitare intensa la temperatura ambianta inca 180 minute. Temperatura amestecului creste pana la 20-25°C din exotermicitatea procesului de reticulare a membranelor microcapsulelor. Spre sfarsitul perioadei de agitare, in scopul perfectarii procesului de reticulare, se mareste temperatura suspensiei pana la 30°C. Suspensia finala in cantitate de 2130 g, se filtreaza sau centrifugheaza, separandu-se 600 g turta umeda de microcapsule cu ulei de rozmarin, de filtratul apos, care se poate reutiliza la sarjele ulterioare. Turta are un continut de 23,17% microcapsule. Eficienta microincapsularii este de 96,28%. Vitezei de eliberare a uleiului la 120 ore este de 46,5%.

Intr-un balon cu 4 gaturi prevazut cu agitare actionata electric de tip turbina cu turatie mare, amplasat intr-o baie de apa cu posibilitati de incalzire, racire, se introduc 1000 g proteine hidrolizate din deseuri de la prelucrarea pieilor de ovine avand continut de substanta proteica uscata de 28,83% si masa moleculara medie de 320 Da. Se porneste agitarea si incalzirea, apoi se introduc 9 g proteine hidrolizate din deseuri de la prelucrarea pieilor de ovine avand masa moleculara medie de 50.000 Da si 6 g guma xanthan. Se mentine temperatura amestecului la 60°C timp de 15 minute, apoi se raceste la 25°C. Se introduc sub agitare 200 g cheratina hidrolizata din pene, avand substanta proteica uscata de 10,14% si 600 g turta de la filtrare cu 23,17% microcapsule cu continut de ulei de rozmarin. Se continua agitarea timp de 30 minute, apoi se introduc 120 g surfactanti neionici si 80 g solutie apoasa continand 20,25% un amestec de saruri de Cu, Zn, Fe, Mo, Mn, Mg ale acidului etilendiaminotetraacetic. Se continua agitarea 15 minute, obtinandu-se 2015 g biofertilizant foliar sub forma de suspensie apoasa. Stabilitatea suspensiei este > 6 luni.

Exemplul 2

Intr-un balon cu 4 gaturi prevazut cu agitare actionata electric, palnie de picurare si termometru, balonul fiind amplasat intr-o baie cu ultrasunete cu posibilitate de racire, se introduc sub agitare 24 g proteine hidrolizate din deseuri de sorici din industria alimentara

avand masa moleculara medie de 60.000 Da, peste 420 g apa incalzita la 60°C. Solutia coloidala formata se raceste la 25°C si se adauga prin picurare sub agitare intensa 90 g ulei de cimbru. Se pune in functiune baia cu ultrasunete si emulsia formata se mentine sub agitare intensa in camp de ultrasunete la 20°C timp de 15 minute. Intr-o instalatie similara, dar fara baie cu ultrasunete, se prepara sub agitare o solutie formata din 24 g carboximetil celuloza sodica (CMC-Na), 1400 g apa si 4 g dodecilbenzensulfonat de sodiu 50%. Solutia se raceste la 1-2°C si se introduce prin picurare peste emulsia de ulei de rozmarin anterior preparata. Suspensia formata se raceste sub agitare intensa in camp de microunde, mentinandu-se la 5°C timp de 15 minute. Are loc procesul de coacervare complexa, microparticulele de ulei de cimbru fiind acoperite cu 2 straturi formate dintr-un polimer cationic (proteina hidrolizata) si un polimer anionic (CMC-Na). Suspensia racita la 5°C este tratata prin picurare cu o solutie formata din 32 g glutaraldehida 50% si 64 g metanol, fiind mentinuta sub agitare intensa, in camp de microunde la 5°C, inca 5 minute. Se inlatura baia cu microunde, iar suspensia rezultata se mentine sub agitare intensa la temperatura ambianta inca 180 minute. Temperatura amestecului creste pana la 20-25°C din exotermicitatea procesului de reticulare a membranelor microcapsulelor. Spre sfarsitul perioadei de agitare, in scopul perfectarii procesului de reticulare, se mareste temperatura suspensiei pana la 30°C. Suspensia finala in cantitate de 2058 g, se filtreaza sau centrifugheaza, separandu-se 508 g turta umeda de microcapsule cu ulei de rozmarin, de filtratul apos, care se poate reutiliza la sarjele ulterioare. Turta are un continut de 22,44% microcapsule. Eficienta microincapsularii este de 93,44%. Vitezei de eliberare a uleiului la 120 ore este de 48,20%.

Intr-un balon cu 4 gaturi prevazut cu agitare actionata electric de tip turbina cu turatie mare, amplasat intr-o baie de apa cu posibilitati de incalzire, racire, se introduc 900 g proteine hidrolizate din deseuri de la prelucrarea pieilor de bovine avand continut de substanta proteica uscata de 35,14% si masa moleculara medie de 750 Da. Se porneste agitarea si incalzirea, apoi se introduc 9 g proteine hidrolizate din deseuri de sorici avand masa moleculara medie de 60.000 Da si 6 g guma guar. Se mentine temperatura amestecului la 60°C timp de 15 minute, apoi se raceste la 25°C. Se introduc sub agitare 150 g cheratina hidrolizata din lana, avand substanta proteica uscata de 29,13% si 508 g turta de la filtrare cu 22,44% microcapsule cu continut de ulei de cimbru. Se continua agitarea timp de 30 minute, apoi se introduc 100 g surfactanti neionici si 80 g solutie apoasa continand 20,25% un amestec de saruri de Cu, Zn, Fe, Mo, Mn, Mg ale acidului etilendiaminotetraacetic. Se continua agitarea

15 minute, obtinandu-se 1755 g biofertilizant foliar sub forma de suspensie apoasa. Stabilitatea suspensiei este > 6 luni.

Exemplul 3

Intr-un balon cu 4 gaturi prevazut cu agitare actionata electric, palnie de picurare si termometru, balonul fiind amplasat intr-o baie cu ultrasunete cu posibilitate de racire, se introduc sub agitare 36 g proteine hidrolizate din deseuri de la prelucrarea pieilor de bovine avand masa moleculara medie de 50.000 Da, peste 1200 g apa incalzita la 60°C. Solutia coloidala formata se raceste la 25°C si se adauga prin picurare sub agitare intensa 120 g amestec de ulei de cuisoare si scortisoara in raport gravimetric de 1:1. Se pune in functiune baia cu ultrasunete si emulsia formata se mentine sub agitare intensa in camp de ultrasunete la 20°C timp de 15 minute. Intr-o instalatie similara, dar fara baie cu ultrasunete, se prepara sub agitare o solutie formata din 20 g tripolifosfat de sodiu (TPP), 300 g apa si 5 g dodecilbenzensulfonat de sodiu 50%. Solutia se raceste la 1-2°C si se introduce prin picurare peste emulsia de ulei de cuisoare si scortisoara anterior preparata. Suspensia formata se raceste sub agitare intensa in camp de microunde, mentinandu-se la 5°C timp de 15 minute. Are loc procesul de coacervare complexa, microparticolele de ulei de cuisoare si scortisoara fiind acoperite cu 2 straturi formate dintr-un polimer cationic (proteina hidrolizata) si un polimer anionic (TPP). Suspensia racita la 5°C este tratata prin picurare cu o solutie formata din 50 g glutaraldehida 50% si 100 g metanol, fiind mentinuta sub agitare intensa, in camp de microunde la 5°C, inca 5 minute. Se inlatura baia cu microunde, iar suspensia rezultata se mentine sub agitare intensa la temperatura ambianta inca 180 minute. Temperatura amestecului creste pana la 20-25°C din exotermicitatea procesului de reticulare a membranelor microcapsulelor. Spre sfarsitul perioadei de agitare, in scopul perfectarii procesului de reticulare, se mareste temperatura suspensiei pana la 30°C. Suspensia finala in cantitate de 1831 g, se filtreaza sau centrifugheaza, separandu-se 672 g turta umeda de microcapsule cu ulei de cuisoare si scortisoara, de filtratul apos, care se poate reutiliza la sarjele ulterioare. Turta are un continut de 24,11% microcapsule. Eficienta microincapsularii este de 94,42%. Vitezei de eliberare a uleiului la 120 ore este de 40,30%.

Intr-un balon cu 4 gaturi prevazut cu agitare actionata electric de tip turbina cu turatie mare, amplasat intr-o baie de apa cu posibilitati de incalzire, racire, se introduc 900 g proteine hidrolizate din deseuri din industria piscicola avand continut de substanta proteica uscata de 41,33% si masa moleculara medie de 400 Da. Se porneste agitarea si incalzirea, apoi se introduc 7 g proteine hidrolizate din deseuri de la prelucrarea pieilor de bovine avand masa

moleculara medie de 50.000 Da si 4 g guma arabica. Se mentine temperatura amestecului la 60°C timp de 15 minute, apoi se raceste la 25°C. Se introduc sub agitare 200 g cheratina hidrolizata din par, avand substanta proteica uscata de 26,50% si 672 g turta de la filtrare cu 24,11% microcapsule cu continut de ulei de cuisoare si scortisoara. Se continua agitarea timp de 30 minute, apoi se introduc 100 g surfactanti neionici si 80 g solutie apoasa continand 20,25% un amestec de saruri de Cu, Zn, Fe, Mo, Mn, Mg ale acidului etilendiaminotetraacetic. Se continua agitarea 15 minute, obtinandu-se 1963 g biofertilizant foliar sub forma de suspensie apoasa. Stabilitatea suspensiei este > 6 luni.

Exemplul 4

Intr-un balon cu 4 gaturi prevazut cu agitare actionata electric, palnie de picurare si termometru, balonul fiind amplasat intr-o baie cu ultrasunete cu posibilitate de racire, se introduc sub agitare 40 g proteine hidrolizate din deseuri de la abatoare sau din industria alimentara (oase, cartilaje) avand masa moleculara medie de 60.000 Da, peste 1100 g apa incalzita la 60°C. Solutia coloidala formata se raceste la 25°C si se adauga prin picurare sub agitare intensa 130 g ulei de coriandru. Se pune in functiune baia cu ultrasunete si emulsia formata se mentine sub agitare intensa in camp de ultrasunete la 20°C timp de 15 minute. Intr-o instalatie similara, dar fara baie cu ultrasunete, se prepara sub agitare o solutie formata din 36 g tripolifosfat de sodiu (TPP), 260 g apa si 6 g dodecilbenzensulfonat de sodiu 50%. Solutia se raceste la 1-2°C si se introduce prin picurare peste emulsia de ulei de rozmarin anterior preparata. Suspensia formata se raceste sub agitare intensa in camp de microunde, mentinandu-se la 5°C timp de 15 minute. Are loc procesul de coacervare complexa, microparticolele de ulei de rozmarin fiind acoperite cu 2 straturi formate dintr-un polimer cationic (proteina hidrolizata) si un polimer anionic (TPP). Suspensia racita la 5°C este tratata prin picurare cu o solutie formata din 60 g glutaraldehida 50% si 120 g metanol, fiind mentinuta sub agitare intensa, in camp de microunde la 5°C, inca 5 minute. Se inlatura baia cu microunde, iar suspensia rezultata se mentine sub agitare intensa la temperatura ambianta inca 180 minute. Temperatura amestecului creste pana la 20-25°C din exotermicitatea procesului de reticulare a membranelor microcapsulelor. Spre sfarsitul perioadei de agitare, in scopul perfectarii procesului de reticulare, se mareste temperatura suspensiei pana la 30°C. Suspensia finala in cantitate de 1756 g, se filtreaza sau centrifugheaza, separandu-se 762 g turta umeda de microcapsule cu ulei de coriandru, de filtratul apos, care se poate reutiliza la sarjele ulterioare. Turta are un continut de 23,88% microcapsule. Eficienta microincapsularii este de 97,37%. Vitezei de eliberare a uleiului la 120 ore este de 44,30%.

Intr-un balon cu 4 gaturi prevazut cu agitare actionata electric de tip turbina cu turatie mare, amplasat intr-o baie de apa cu posibilitati de incalzire, racire, se introduc 1300 g proteine hidrolizate din deseuri de la prelucrarea pieilor de ovine avand continut de substanta proteica uscata de 36,92% si masa moleculara medie de 430 Da. Se porneste agitarea si incalzirea, apoi se introduc 6 g hidroxipropil metil celuloza si 6 g guma xanthan. Se mentine temperatura amestecului la 60°C timp de 15 minute, apoi se raceste la 25°C. Se introduc sub agitare 220 g cheratina hidrolizata din coarne si copite, avand substanta proteica uscata de 8,18% si 762 g turta de la filtrare cu 23,88% microcapsule cu continut de ulei de coriandru. Se continua agitarea timp de 30 minute, apoi se introduc 100 g surfactanti neionici si 80 g solutie apoasa continand 20,25% un amestec de saruri de Cu, Zn, Fe, Mo, Mn, Mg ale acidului etilendiaminotetraacetic. Se continua agitarea 15 minute, obtinandu-se 2473 g biofertilizant foliar sub forma de suspensie apoasa. Stabilitatea suspensiei este > 6 luni.

Exemplul 5

Se respecta procedeul descris in exemplul 1, inlocuindu-se uleiul de rozmarin cu ulei de marar, eucalipt, conifere, citrice, oregano, mirt, menta, usturoi, arbore de ceai, muscata, lavanda, anason, sau busuioc, singure sau in amestec. Eficienta microincapsularii, viteza de eliberare a uleiului din microcapsule si stabilitatea suspensiei se incadreaza in limitele valorilor prezentate in exemplele de mai sus.

Revendicari

1. Procedeu pentru obtinerea biofertilizantilor foliari impreuna cu microcapsulele cu uleiuri esentiale componente, **caracterizat prin aceea ca** proteinele hidrolizate avand masa moleculara medie de 50.000-60.000 Da, luate in proportie de 1,17-2,28% in greutate fata de suspensia finala, se introduc peste apa luata in proportie de 20,41-65,54% in greutate fata de suspensia finala, incalzita la 60°C, solutia coloidala formata se raceste la 25°C, se adauga prin picurare sub agitare intensa ulei esential luat in proportie de 4,23-7,40% in greutate fata de suspensia finala, se pune in functiune baia cu ultrasunete iar emulsia formata se mentine sub agitare intensa in camp de ultrasunete la 20°C timp de 15 minute, separat se prepara o solutie formata dintr-un polimer anionic luat in proportie de 1,09-2,28% in greutate fata de suspensia finala, din apa luata in proportie de 14,81-68,03% in greutate fata de suspensia finala si din dodecilbenzensulfonat de sodiu 50%, luat in proportie de 0,19-0,34% in greutate fata de suspensia finala, solutia rezultata se raceste la 1-2°C si se introduce prin picurare peste emulsia de ulei esential anterior preparata, suspensia formata se raceste sub agitare intensa in camp de microunde, mentinandu-se la 5°C timp de 15 minute, are loc procesul de coacervare complexa, microparticolele de ulei esential fiind acoperite cu 2 straturi formate din polimerul cationic (proteina hidrolizata) si polimerul anionic, suspensia racita la 5°C este tratata prin picurare cu o solutie formata din glutaraldehida 50%, luata in proportie de 1,55-3,42% in greutate fata de suspensia finala si metanol, luat in proportie de 3,11-6,83% in greutate fata de suspensia finala, fiind mentinuta sub agitare intensa in camp de microunde la 5°C, inca 5 minute, se inlatura baia cu microunde, iar suspensia rezultata se mentine sub agitare intensa la temperatura ambianta inca 180 minute, temperatura amestecului creste pana la 20-25°C din exotermicitatea procesului, se perfectteaza procesul de reticulare prin marirea temperaturii pana la 30-35°C, suspensia finala se filtreaza sau centrifugheaza, separandu-se turta umeda cu continut de 22,44-24,11% microcapsule cu ulei esential, de filtratul apos, care se poate reutiliza la sarjele ulterioare, eficienta microincapsularii fiind de 93,44-97,37%, **separat** se prepara un amestec format din proteine hidrolizate cu continut initial de substanta proteica uscata de 28,83-41,33% si masa moleculara medie de 320-750 Da, luate in proportie de 14,31-19,41% in greutate fata de suspensia de biofertilizant, din agent de imbunatatire a aderenței pe frunze luat in proportie de 0,24-0,68% in greutate fata de suspensia de biofertilizant, din agent de ingrosare, luat in proportie de 0,20-0,30% in greutate fata de suspensia de biofertilizant, se incalzeste amestecul, mentinandu-se temperatura la 60°C timp de 15 minute, apoi se raceste la 25°C, se introduce sub agitare cheratina hidrolizata cu

continut initial de substanta proteica uscata de 8,18-29,13%, luata in proportie de 0,73-2,70% in greutate fata de suspensia de biofertilizant si turta de la filtrare cu 22,44-24,11% microcapsule cu continut de ulei esential, microcapsulele fiind luate in proportie de 6,50-8,25% in greutate fata de suspensia de biofertilizant, se continua agitarea timp de 30 minute sau se trece amestecul printr-o moara coloidala, apoi se introduc surfactanti neionici luati in proportie de 4,04-5,96% in greutate fata de suspensia de biofertilizant si o solutie apoasa continand un amestec de saruri de Cu, Zn, Fe, Mo, Mn, Mg ale acidului etilendiaminotetraacetic, sarurile fiind luate in proportie de 0,66-0,92% in greutate fata de suspensia de biofertilizant, se continua agitarea 15 minute, obtinandu-se biofertilizantul foliar sub forma de suspensie apoasa.

2. Compozitii de biofertilizanti foliari sub forma de suspensie apoasa **caracterizate prin aceea ca** sunt constituite din 14,31-19,41% in greutate proteine hidrolizate cu masa moleculara medie de 320-750 Da, din 0,24-0,68% in greutate agent de imbunatatire a aderentei pe frunze, din 0,20-0,30% in greutate agent de ingrosare, din 0,73-2,70% in greutate cheratina hidrolizata, din 6,50-8,25% in greutate microcapsule cu continut de ulei esential, avand viteza de eliberare a uleiului din microcapsule la 120 ore de 40,30-48,20%, din 4,04-5,96% in greutate surfactanti neionici, din 0,66-0,92% in greutate un amestec de saruri de Cu, Zn, Fe, Mo, Mn, Mg ale acidului etilendiaminotetraacetic, si din 63,62-70,28% in greutate apa, stabilitatea suspensiei de biofertilizant fiind > 6 luni.

3. Procedeu conform revendicarii 1, **caracterizat prin aceea ca** proteinele hidrolizate avand masa moleculara medie de 50.000-60.000 Da, cat si proteinele hidrolizate avand masa moleculara medie de 320-750 Da provin din deseuri de la prelucrarea pieilor de ovine, bovine, porcine, deseuri din industria piscicola, deseuri de la abatoare sau din industria alimentara (oase, cartilaje), uleiurile esentiale sunt alese dintre uleiul de rozmarin, cimbru, coriandru, marar, cuisoare, scortisoara, eucalipt, conifere, citrice, oregano, mirt, menta, usturoi, arbore de ceai, muscata, lavanda, anason, busuioc, singure sau in amestec, polimerul anionic este de tip tripolifosfat de sodiu sau carboximetil celuloza sodica, agentul de imbunatatire a aderentei pe frunze este selectat dintre proteinele hidrolizate cu masa moleculara medie de 50.000-60.000 Da, sau hidroxipropil metil celuloza, agentul de ingrosare este de tipul gumei xanthan, a gumei guar, sau a gumei arabice, iar cheratina hidrolizata provine din deseuri de lana, de pene, de par, de coarne, sau de copite.