



(12)

## CERERE DE BREVET DE INVENTIE

(21) Nr. cerere: **a 2012 00639**

(22) Data de depozit: **04.09.2012**

(41) Data publicării cererii:  
**30.09.2013** BOPI nr. **9/2013**

(71) Solicitant:

• INSTITUTUL DE CERCETARE  
DEZVOLTARE INOVARE ÎN ȘTIINȚE  
TEHNICE ȘI NATURALE AL  
UNIVERSITĂȚII "AUREL VLAICU" DIN  
ARAD, STR. ELENA DRĂGOI NR. 2-4,  
CORP M, CAMERA 63, ARAD, AR, RO

(72) Inventatori:

• SÎRGHIE CECILIA, ALEEA ULISE NR. 7,  
BL. Y12, SC. C, ET. IV, AP. 17, ARAD, AR,  
RO;

• RADU DANA GINA,  
SPLAI GEN. GH. MAGHERU, BL. 356,  
SC. C, AP. 6, ARAD, AR, RO;  
• MUNTEANU FLORENTINA DANIELA,  
STR. HATEG NR. 1, BL. 5/3, SC. A, ET. 6,  
AP. 42, ARAD, AR, RO;  
• PAG ANDREEA, STR. GHIOCEILOR  
NR. 10, SÂNTANA, AR, RO;  
• DOCHIA MIHAELA, STR. 6 VÂNĂTORI,  
BL.V2, SC.B, AP.15, ARAD, AR, RO;  
• TOMESCU DANIEL,  
COMUNA BREZNITA OCOL, MEHEDINTI,  
MH, RO

(54) **PROCEDEU DE TOPIRE A PLANTELOR LIBERIENE CA DE  
EXEMPLU: IN, CÂNEPĂ, IUTĂ ETC.**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de obținere a unor fibre din tulpini de plante liberiene, cu utilizare în industria textilă. Procedeul conform inventiei constă din tratarea tulpinilor cu un inocul mixt de microorganisme, de pe un substrat de deșeuri de fructe și drojdie de panificație cu adaos de  $\text{AlK}(\text{SO}_4)_2$ , timp de 48 h, în

mediu tampon pH 4,5, la o temperatură de 30°C, din care rezultă fibre din clasa I, de calitate, cu un randament de extracție de 30%, apele de proces fiind epurate și recirculate.

Revendicări: 1

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).



## Titlul inventiei

### Procedeu de topire a plantelor liberiene ca de exemplu: in, cânepă, iută, etc.

#### Precizarea domeniului de aplicare

Prezenta invenție se referă la un procedeu de topire a tulpinilor de plante liberiene ca de exemplu: in, cânepă, iută, etc.

Dacă fibrele de in sau cânepă urmează să fie utilizate în textile sau alte aplicații de vîrf atunci acestea trebuie separate de restul tulpinilor. Topirea este un proces microbial prin care se rup legăturile chimice care țin legate fibrele de partea lemnosă a tulpinilor. Topirea se poate realiza în diferite moduri: la rouă (tulpinele după recoltare sunt lăsate pe câmp pentru a putrezi până la momentul la care fibrele se separă de partea lemnosă, proces care durează câteva săptămâni) sau în apă (tulpinele sunt imersate în bazin cu apă sau în albia râurilor pentru 7-15 zile) și monitorizate până la separarea fibrelor de restul tulpinilor. Acest ultim tip de proces necesită cantități mari de apă care după utilizare trebuie epurate deși, calitatea fibrelor rezultate este net superioară celor obținute prin topirea la rouă.

Problema ridicată de topirea plantelor liberiene o reprezintă pe de o parte timpul de procesare, și pe de altă parte cantitatea și calitatea fibrelor rezultate în urma procesului de separare a acestora de pe tulpi (raportul fibre/tulpi). La acest aspect se adaugă cantitatea și calitatea apelor reziduale care necesită epurare înainte de a fi deversate în mediul înconjurător datorită nivelului de încărcare cu substanțe organice ridicat.

#### Stadiul cunoscut al tehnicii

În decursul timpului specialiștii au speculat idea că topirea în apă poate oferi soluții mai eficiente și /sau mai ecologice prin utilizarea suplimentară a unor microorganisme special selecționate sau chiar utilizarea directă a unor enzime. În continuare se dau câteva exemple de metode de topire brevetate:

a) WOWO/2011/049258 – Metodă de topire a plantelor liberiene utilizând ENTEROBACTER GERGOVIAE HL 2006 care este unul din cele câteva microorganisme găsite pe suprafața cânepii cu efect superior în distrucția pectinelor și a ligninii. Patent : 28.04.2011, PCT/KR2009/006335SKYNEWPHARM. CO., LTD.PARK, Sun Kyu

b) KR1019910004452 – metodă de topire a inului utilizând activitatea unor clustere de microbi gram –negativi. Patent, 29.06.1991. Metoda presupune topirea inului sau a cânepii într-o baie de tratare cu apă în care se barbotează aer la temperatură de 23-27 °C, pH 8- 8.5 pentru 60-80 ore. În aceste condiții complexul de microbi gram-negativi: Erwinia tracheiphila, Erwinia Salicis, Erwinia stewartii, și Enterobacter agglomerans devin activi sub acțiunea oxigenului favorizând descompunerea pectinelor.

c) WO WO/1987/002390 – Patent 23.04.1987, PCT/FR1986/000358 COMITE ECONOMIQUE AGRICOLE DE LA PRODUCTION DU CHAAKKAWI, Jean-Sony: Metoda presupune utilizarea SPS-ase enzimelor.

Exceptând metodele brevetate, în literatura de specialitate sunt foarte multe studii despre alte metode de topire în care s-au utilizat diverse bacterii cu rol în reducerea timpului de topire și îmbunătățirea calității fibrelor rezultate. Di Candilo M si alții, în lucrarea lor "Efectul unor bacterii pectinolitice asupra topirii cânepii în apă și a proprietăților fibrelor", J Appl Microbiol. 2010 Jan;108(1):194-203., arată că utilizarea a două bacterii pectinolitice (*Clostridium* sp. L1/6 și *Bacillus* sp. ROO40B) în procesul de topire în mediu lichid al tulpinilor de cânepe accelerează procesul și contribuie la îmbunătățirea semnificativă a calității fibrelor. Cele mai bune rezultate obținându-se după 3-4 zile de tratare.

Alt studiu condus de QIAN Wei-jun și colaboratorii în lucrarea: "Influența calității apelor asupra efectului de degomare a cânepii la topire", JOURNAL OF TEXTILE RESEARCH » 2006, Vol. 27 » Issue (6): 19-22, face referire la posibilitatea înlocuirii apei proaspete cu apă de mare în procesul de topire a tulpinilor de cânepe deși efectul asupra calității fibrelor este inferior soluției clasice.

### **Problema tehnică rezolvată**

Prezenta invenție propune o soluție completă pentru procesul de topire a tulpinilor de plante liberiene în bazine prin utilizarea unei rețete de tratare ecologică cu inocul mixt de microorganisme de pe un substart de deșeuri de fructe și drojdie de panificație incluzând o epurare biologică a apelor reziduale bazată pe folosirea unei culturi simbiotice formată din drojdii și bacterii acetice. Procesul de topire se realizează în bazine, la un hidromodul de 1:17, temperatură 30°C, în prezența unui inocul mixt de microorganisme de pe un substrat de deșeuri de fructe sămânțoase sau citrice și drojdie de panificație (*S. cerevisiae*), cu adaos de AlK(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> în mediu tampon pH 4,5 realizat din acid citric /citrat de sodiu, timp de 48 ore. Procesul de epurare biologică a apelor reziduale constă în adăugarea culturii simbiotice mai sus menționate în raport de 1:1000 (raportat la flotă) la apa reziduală și menținerea ei în aceste condiții timp de 3-4 zile la temperatură mediului ambiant, după care, cultura se îndepărtează și apa se reintroduce în procesul tehnologic sau se deversează. Prin acest procedeu se asigură obținerea unui randament de extractie de +/- 30% fibre, de calitate superioară dar și posibilitatea de a reutiliza apele reziduale în proces.

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în:

- a) Utilizarea în faza de topire a unui mixt de microorganisme autoadaptabile capabil să producă un coctail enzimatic eficient pentru descompunerea pectinelor existente în substrat (tulpi). Acest

inocul în prezență auxiliarilor are capacitatea de a accelera procesul de topire la temperatura de  $30^{\circ}\text{C}$  astfel încât separarea fibrelor de pe tulpini să se producă în 48 ore, randamentul de extracție fibre/tulpini să fie de 30% și fibrele să se încadreze în clasa I de calitate. Auxiliarii folosiți (acidul citric, citratul de sodiu și Alaunul de potasiu) în procesul de topire și în concentrațiile date nu reprezintă poluanți ai mediului.

- b) Combinarea inocul/auxiliari în condițiile de lucru date nu permite dezvoltarea de bacterii de putrefacție care să conducă la emanații urât mirosoitoare caracteristice procesului clasic;
- c) Utilizarea în faza de epurare a unei culturi simbiotice care să asimileze pectinele prezente în exces în apele reziduale permitând reutilizarea acestora în proces sau deversarea.

### **Prezentarea principală a inventiei**

Procedeu de topire a plantelor liberiene conform invenției, înălătură dezavantajele procedeelor similare (cele care folesesc microorganisme selecționate) existente prin aceea că, utilizând acest inocul mixt special se elimină etapele de izolare, purificare și selecție a microorganismelor special formulate pentru a rezolva separarea fibrelor de tulpini. Procesul decurge la temperatura de  $30^{\circ}\text{C}$  și pH 4,5, ceea ce nu este revendicat de nici un alt procedeu similar brevetat sau publicat. Acest pH și prezența alaunului în mediul de reacție asigură selecționarea dirijată a celor specii microbiene capabile să accelereze procesul și inhibă dezvoltarea speciilor nedorite. Eliminarea speciilor concurente conduce la finalizarea procesului de topire într-un timp scurt și evitarea dezvoltării unor compuși secundari care influențează negativ calitatea fibrelor (culoare, miros și flexibilitate). pH-ul scăzut are totodată rolul de a inhiba dezvoltarea bacteriilor de putrefacție (al căror pH optim este situat în zona neutru-ușor alcalin) care generează produși metabolici cu miros caracteristic procesului clasic.

Inocul folosit fiind asigurat prin valorificarea deșeurilor de fructe sămânțoase și citrice în combinație cu drojdia de panificație conferă metodei caracterul de soluție ecologică, economică, eficientă și sustenabilă.

În mod suplimentar, în faza de epurare a apelor reziduale provenite din prima etapă (al căror pH a ajuns în final după 48 ore la pH 6,5-7,0) se utilizează o cultură simbiotică ce nu necesită adăos de reactivi chimici costisitori și agresivi pentru mediul înconjurător, epurarea decurgând în condițiile existente *in situ*, fără a necesita niciuna din operațiile epurării clasice (decantare, precipitare, aerare, etc.). Cultura simbiotică nu necesită investiții suplimentare pentru întreținere și regenerare, aceasta având capacitatea de a-și spori biomasa prin consumul pectinelor prezente în apele reziduale. La sfârșitul procesului de epurare, cultura simbiotică este preluată din bazin pentru utilizări ulterioare.

### **Prezentarea avantajelor**

Invenția prezintă următoarele avantaje:

- Utilizarea acestui inocul mixt special elimină etapele de izolare, purificare și selecție a microorganismelor special formulate;
- Procesul nu este energofag deoarece decurge la temperatură de  $30^{\circ}\text{C}$
- pH -ul de 4,5, și prezența alaunului în mediul de reacție asigură selecționarea dirijată a speciilor utile procesului și inhibarea speciilor nedorite;
- La finalizarea topirii pH-ul mediului de reacție este de 6,5-7,0;
- Procesul de topire se finalizează într-un timp scurt (48 ore);
- Nu se dezvoltă bacterii de putrefacție care produc emanațiile urât mirosoitoare caracteristice procedeelor clasice;
- Metoda presupune valorificarea superioară a deșeurilor de fructe sămânțoase și citrice ;
- Epurarea se face cu ajutorul unei culturi simbiotice;
- La epurare nu este necesar adaosul de reactivi chimici costisitori și agresivi pentru mediul înconjurător;
- Posibilitatea reutilizării apelor epurate în proces;
- Epurarea este economică prin aceea că nu sunt necesare operații tehnologice de decantare, precipitare, aerare, etc. și nu înregistrează costuri pentru întreținerea culturii simbiotice;

### **Prezentarea exemplului de realizare a inventiei**

În continuare se dă un exemplu de realizare a invenției.

Se consideră o cantitate de aproximativ 30 kg tulpini de cânepă care se imersează într-un bazin ce conține 500 litri soluție tampon din acid citric /citrat de sodiu, pH = 4,5, la temperatură de  $30^{\circ}\text{C}$ , în care se adaugă circa 1,2 kg deșeu fructe și drojdie de panificație (*S. cerevisiae*) și 150 g alaun de potasiu. Tulpinile se mențin în aceste condiții de reacție timp de 48 de ore, după care se extrag, se clătesc și se usucă. Apele reziduale rezultate se transportă într-un bazin de epurare în care se adaugă 500 g de cultură simbiotică de drojdii și bacterii acetice. După 3-4 zile cultura simbiotică se îndepărtează și apa se reintroduce în procesul tehnologic sau se deversează. După separarea mecanică a fibrelor de pe tulpini se obține un randament de extracție de aprox. 30%. Calitatea fibrelor separate din tulpinile de cânepă astfel tratate este apreciată prin: sarcina de rupere în suvișă, Densitatea de lungime și flexibilitate. Rezultatele obținute sunt prezentate în tabelul următor:

<b>Caracteristica fizico-mecanică</b>	<b>Valoare</b>	<b>Metode de analiza si incercari</b>	<b>Observații</b>
Sarcina de rupere in suvita (N)	330	STAS 6183/2-69	Calitate superioară
Densitatea de lungime Nm (tex)	74 (13,5)	STAS 8468-69	Calitate superioară
Flexibilitatea (mm)	41	-	Calitate superioară

## Revendicări

Procedeu de topire a tulpinilor de plante liberiene ca de exemplu in, cânepă, iută, etc., conform invenției, se caracterizează prin aceea că, pentru obținerea unor fibre de calitate superioară într-un timp de topire redus (48 ore), cu randament de extracție de aprox. 30% și fără emanații urât mirosoitoare specifice procedeelor clasice de topire, se utilizează un inocul mixt de microorganisme de pe un substrat de deșeuri de fructe sămânțoase sau citrice și drojdie de panificație (*S. cerevisiae*), cu adăos de  $\text{AlK}(\text{SO}_4)_2$  în mediu tampon pH 4,5 realizat din acid citric /citrat de sodiu timp de 48 ore, la temperatura de  $30^{\circ}\text{C}$  și hidromodul de 1:17.

Ca urmare a utilizării directe a inoculului mixt la temperatură de  $30^{\circ}\text{C}$ , se elimină etapele de izolare, purificare și selecție a microorganismelor special formulate, și se valorifică superior deșeurile de fructe sămânțoase sau citrice oferind o soluție ecologică, eficientă, economică și sustenabilă pentru un proces de importanță majoră în industria textilă. Ca urmare a condițiilor de reacție asigurate de ansamblul inocul+auxiliari se obține un pH de 6,5-7,0 în apele reziduale la sfîrșitul procesului de topire facilitând orice metodă de epurare care se aplică ulterior.

Procedeul de topire conform invenției, se mai caracterizează și prin aceea că, pentru reutilizarea apelor reziduale în proces sau deversarea lor în mediu se folosește în etapa de epurare o cultură simbiotică de drojdii și bacterii acetice în raport de 1:1000 față de flotă. Etapa de epurare constă în menținerea acestei culturi în apa reziduală timp de 3-4 zile la temperatura mediului ambient, după care cultura se îndepărtează pentru a fi reutilizată.

Ca urmare a utilizării culturii simbiotice în etapa de epurare se elimină adăosul de reactivi chimici costisitori și agresivi pentru mediul înconjurător dar și celealte operații specifice epurării clasice (decantare, precipitare, aerare, etc.).

Prin acest procedeu se asigură obținerea unui randament de extractie de +/- 30% fibre, de calitate superioară dar și posibilitatea de a reutiliza apele reziduale în proces.