



(12)

## BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2017 00872**

(22) Data de depozit: **25/10/2017**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30/03/2020** BOPI nr. **3/2020**

(41) Data publicării cererii:  
**30/05/2018** BOPI nr. **5/2018**

(73) Titular:  
• **INSTITUTUL NAȚIONAL DE  
CERCETARE-DEZVOLTARE TEXTILE ȘI  
PIELĂRIE- SUCURSALA INSTITUTUL DE  
CERCETARE PIELĂRIE- ÎNCĂLȚĂMINTE,  
STR. ION MINULESCU NR.93, SECTOR 3,  
BUCUREȘTI, B, RO**

(72) Inventatori:  
• **NICULESCU MIHAELA- DOINA,  
ALEEA BARAJUL CUCUTENI NR.8, BL.M 7  
A, SC.2, ET.1, AP.25, SECTOR 3,  
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**

(56) Documente din stadiul tehnicii:  
**US 2013/0225403 A1; US 4886541**

(54) **PROCEDEU DE OBTINERE A UNEI COMPOZIȚII  
COLAGENICE PELICULOGENE**



# RO 132575 B1

1 Inventția se referă la un un procedeu de obținere a unui produs pe bază de extract de  
2 colagen recuperat din subproduse de piele, ce poate fi utilizat pentru realizarea unui suport  
3 multifuncțional pentru implantarea eficace a semințelor de plante și a unui suport pentru răsa-  
4 duri, în vederea stimulării germinației, nutriția plantelor și reducerea aportului de pesticide.

5 Este cunoscută posibilitatea realizării de extracte de colagen cu conținut de amino-  
6 acizi, **RO 126673 A2**, pentru stimularea nutriției și creșterea plantelor. Sunt deja cunoscute  
7 produse pe bază de hidrolizate proteice din resurse vegetale și animale pentru fertilizarea  
8 plantelor în sistem ecologic. Este cunoscut faptul că există benzi celulozice cu semințe  
9 pregătite pentru implantare.

10 Problema pe care o rezolvă prezentul brevet de invenție este realizarea unei com-  
11 poziții pe bază de colagen aditivat cu glicerol și reticulat cu tanant vegetal de Tara, care  
12 poate forma pelicule elastice pentru depunerea de semințe de plante, sau ambalarea răsadu-  
13 rilor, în vederea creșterii stării de nutriție și sănătate a semințelor și plantulelor, stimularea  
14 germinației și reducerea cantității de pesticide folosite în tratamentele agricole. Efectele  
15 economice și ecologice estimate pentru aplicarea noului produs în culturile agricole sunt  
16 mari, având în vedere cerința pentru produse ecologice, conservarea solului și reducerea  
17 cantităților de pesticide de sinteză (tip imidacloprid, tebuconazol) și luând în calcul faptul că  
18 resursa secundară de colagen are valoare zero.

19 Sunt cunoscute brevete pentru compoziții complexe pe bază de hidrocarburi conden-  
20 sate, lignine și taninuri, **EP 2473034 A2**, cu efecte asupra a cel puțin unei caracteristici  
21 privind germinația, răsărirea, dezvoltarea rădăcinii, vigoarea și creșterea răsadului, scăderea  
22 mortalității, producția de clorofilă, rezistența la frig, rezistența la secetă, absorbția nutrienților,  
23 comparativ cu semințele netratate. Se cunosc procedee, **US 20130225403 A1**, pentru  
24 tratarea semințelor de cereale cu amestecuri peliculogene pe bază de polizaharide, cu efect  
25 de protecție împotriva fungilor și insectelor. Alte metode de tratare a semințelor de cereale,  
26 **US 4886541 A**, urmăresc creșterea producției de plante, grosimea rădăcinii și rezistența  
27 tulpinii, prin exploatarea proprietăților chitosanului.

28 Dezavantajele acestor metode de tratare constau în complexitatea materialelor  
29 utilizate și a compozițiilor, informațiile incomplete privind reproductibilitatea rezultatelor obți-  
30 nute în urma testării la scara de referință, nu aduc informații legate de reducerea cantităților  
31 de insecto-fungicide administrate în culturile horticoale.

32 În momentul de față există o paletă largă de materiale biopolimerice realizate din pro-  
33 teine extrase din resurse primare de colagen. Există cercetări în care s-a studiat folosirea  
34 colagenului pentru precipitarea polifenolilor în procesul vinificației, *Ortiz-Barrera, E.,*  
35 *Macias-Carranza, V., Cabello-Pasini, A., Precipitation of wine polyphenols using collagen*  
36 *from fish skin and fish swim bladder, Cyta-Journal of Food, vol. 13, no. 4, pp. 597-602, 2015,*  
37 sau obținerea structurilor 2D pentru folii alimentare, *Wang, L. F., Rhim, J. W., Preparation*  
38 *and application of agar/alginate/collagen ternary blend functional food packaging films,*  
39 *International Journal of Biological Macromolecules, vol. 80, pp. 460-468, 2015.* Extractele  
40 de colagen sunt folosite în cosmetică, pentru lacul de unghii și machiaj, pentru prepararea  
41 a diverse produse de curățare și întreținere, ca șampon, creme, produse pentru ondulat  
42 părul, *Langmaier, F., Mladek, M., Kolomaznik, K., Sukop S., Collagenous Hydrolysates from*  
43 *Untraditional Sources of Proteins, Int. J. Cosmetic Sci., voi. 23, no. 4, pp. 193-199, 2001;*  
44 *Langmaier, F., Mladek, M., Kolomaznik, K., Sukop S., Isolation of Elastin and Collagen*  
45 *Polypeptides from Long Cattle Tendons as Raw Material for the Cosmetic Industry, Int. J.*  
46 *Cosmetic Sci., vol. 24, no. 5, pp. 273-279, 2002.* S-a studiat obținerea de biogaz din hidro-  
47 lizat de colagen extras din subproduse de piele tăbăcită, neutralizat cu  $\text{KOH-H}_3\text{PO}_4$  și s-a  
constatat că este o variantă mai fezabilă decât depozitarea aerobă a cărnii de var, deoarece

<p>creșterea microorganismelor este mai rapidă, <i>Pati, A., Chaudhary R., Studies on the Generation of Biogas from Collagen Hydrolysate obtained from Chrome Shavings by Alkaline Hydrolysis: A Greener Disposal Method, Research Journal of Recent Sciences, vol. 2, pp. 234-240, 2013.</i> O aplicație importantă a extractelor colagenice cu masa moleculară mică, o reprezintă obținerea surfactanților, <i>Semrl-Kosmac, V., Gantar, A., Anzur, I., Modification of Collagen Hydrolysates, Resour. Conserv. Recycl., vol. 13, no. 2, pp. 97-104, 1995;</i> <i>Langmaier, F., Mladek, M., Kolomaznik, K., Maly, A., Degradation of Chromed Leather Waste Hydrolysates for the Production of Surfactants, Tenside Surfactant Deter., vol. 39, no. 2, pp. 31-34, 2002;</i> <i>Stepan, E., Velea, S., Gaidau, C., Filipescu, L., Ghiga, M. D., Radu, A. C., Surfactants obtained from unconventional resources, 7th World Surfactants Congress, Paris, France, CESIO 2008.</i> De asemenea, s-a demonstrat că folosirea extractelor de colagen ca aditivi pentru adezivi de tip aminoplaste, într-o proporție de aproximativ 5% limitează considerabil emisiile de formaldehidă din filmele adezive tratate termic, <i>Langmaier, F., Kolomaznik, K., Mladek, M., Sivarova, J., Curing Urea-Formaldehyde Adhesives with Hydrolysates of Chrome Tanned Leather Waste from Leather Production, Int. J. Adhes. Vol. 25, pp. 101-108, 2005;</i> <i>Niculescu, M. D., Sedliacik, J., Gaidau, C., Jurkovic, P., Matyasovsky, J., Complementary methods for recovery and valorisation of proteins from chrome leather wastes, Leather and Footwear Journal, vol. 12, no. 2, pp. 85-100, 2012.</i> Pentru aplicațiile în agricultură, există studii de valorificare a azotului organic din colagen, în remedierea solului, <i>Zainescu, G., Voicu, P., Gherghina, A., Sandru, L., Application of tannery organic wastes in degraded soils remediation, Journal of Biotechnology, vol. 150, pp. 290-290, 2010</i> și fertilizarea culturilor agricole, <i>Sirbu, C. et al., Fertilizers with Protein Chelated Structures with Biostimulator Role, Rev. Chim. Bucharest, vol. 60, no 11, pp. 1135-1138, 2009.</i> S-a studiat obținerea de hidrolizate de colagen din subproduse de piele tăbăcită, pentru fertilizarea culturilor horticole, <i>Gaidau, C., Niculescu, M., Stepan, E., Taloi, D., Filipescu, L., Additives and Advanced Biomaterials Obtained from Leather Industry By-products, Rev. Chim. Bucharest, vol. 60, no. 5, pp. 501-508, 2009;</i> <i>Pati, A., Chaudhary R., Soybean plant growth study conducted using purified protein hydrolysate-based fertilizer made from chrome-tanned leather waste, Environmental Science and Pollution Research, vol. 22, no. 24, pp. 20316-20321, 2015,</i> tratarea semințelor de cereale pentru stimularea germinației și reducerea cantităților de insecto-fungicide, <i>Gaidau, C, Niculescu, M., Stepan, E., Epure, D.-G., Gidea, M., New Mixes Based on Collagen Extracts with Bioactive Properties, for Treatment of Seeds in Sustainable Agriculture, Current Pharmaceutical Biotechnology, voi. 14, no. 9, pp. 792-801, 2013,</i> sau chiar pentru fertilizarea culturilor de grâu și orez, <i>Coelho, L., Ferreira, M. M., Bastos, A. R. R., et al., Leather Industry Waste as a Nitrogen Source for Wheat and Rice in Succession, Revista Brasileira de Ciencia do Solo, vol. 39, no. 5, pp. 1445-1455, 2015,</i> folosirea extractelor de colagen din piele de pește pentru creșterea producțiilor de rapiță prin stimularea creșterii și reducerea dehiscenței silicvelor <i>Niculescu, M. D., Becheritu, M., Gaidau, C, Epure, D.-G., Gidea, M., Stepan, E., Extraction of collagen with bioactive properties for stimulation, nutrition and protection of plants, Proceedings of III International Leather Engineering Congress, Innovative Aspects for Leather Industry, Izmir, Turkey, pp. 259-264, 2015,</i> utilizarea hidrolizatului de colagen din piele bovină în tratarea foliară a viței de vie pentru atenuarea efectelor induse de carența de fier datorată în special solurilor calcaroase <i>Tudor, E., Cioroianu, T., Sirbu, C, Dumitru, M., Grigore, A., Parvan, L., Fertilizer for the Treatment of Iron Chlorosis. Physico-chemical and agro-chemical properties, Rev. Chim.-Bucharest, vol. 68, no. 1, pp. 65-68, 2017.</i></p> <p>Pentru utilizarea proteinelor în tratamentele aplicate culturilor agricole, resursele secundare de colagen, cum sunt subprodusele din industria de prelucrare a pieilor naturale, reprezintă o alternativă viabilă.</p>	<p>1 3 5 7 9 11 13 15 17 19 21 23 25 27 29 31 33 35 37 39 41 43 45 47 49</p>
---	--

# RO 132575 B1

1 Se cunosc procedee de extragere a colagenului din deșeuri de piele tăbăcită, și  
2 separare de compuși minerali, aplicând procese de hidroliză în mediu alcalin (**US 4483829**,  
3 **US 4100154**), sau prin cataliza enzimatică (**US 5094946**, **RO 126673 A2**), în vederea folosirii  
4 acestuia ca îngrășământ, în formule nutritive pentru alimentația animalelor, precum și în  
5 compoziția unor preparate cosmetice. Alte procedee recente propun faina de oase ca  
6 materie primă pentru obținerea hidrolizatului de colagen (**CN 103243143 A**) prin extracție la  
7 presiune ridicată în mediu alcalino-enzimatic, sau prin extracție din piele de porc  
8 (**CN 104673863 A**). Există și un procedeu care folosește apa carbonată  
9 (**JP 2013245198 A**) pentru extragerea gelatinei folosită ca agent de dispersare a sarcinilor  
10 electrice în dispozitive electronice și a colagenului pentru diverse aplicații în cosmetică.

11 Aceste procedee prezintă următoarele dezavantaje:

- 12 - hidroliza alcalină se desfășoară la temperatura de reflux, peste 95°C;
- 13 - hidrolizatele proteice obținute cu  $pH < 11$  au un conținut de crom de ordinul  
14  $10^2$  ppm;
- 15 - conținutul de aminoacizi liberi în hidrolizatele proteice destinate folosirii ca fertilizanți  
16 este scăzut;
- 17 - procesele nu sunt concepute în scopul obținerii de hidrolizate de colagen cu mase  
18 moleculare medii mici care garantează un conținut de aminoacizi liberi esențiali liberi,  
19 recunoscuți pentru contribuția importantă pe care o au în metabolismul plantelor, mai ales  
20 în condiții de stres;
- 21 - procesele se desfășoară la presiuni ridicate în cazul extracției din faină de oase;
- 22 - extragerea colagenului din piele de porc implică operații suplimentare pentru  
23 eliminarea substanțelor grase;
- 24 - procesul de extracție a colagenului cu apă carbonată necesită o durată mai mare  
25 decât alte procese și în condițiile specifice tăbăcăriilor asigurarea apei carbonatate este un  
26 inconvenient.

27 Problema pe care o rezolvă invenția constă în prezentarea unui procedeu de obținere  
28 a unei compoziții colagenice pelculogene și compoziția colagenică pelculogenă obținută prin  
29 acesta care facilitează asigurarea implantării eficiente a semințelor de plante în vederea  
30 stimulării germinăției, nutriția plantelor și reducerea aportului de pesticide.

31 Procedeu conform invenției înlătură dezavantajele prezentate mai sus prin aceea că  
32 acesta constă din următoarele etape:

- 33 - extragerea gelatinei din fragmente de piele netăbăcită cu materii volatile de  
34 60...80% și un conținut de minimum 90% substanță dermică, se supune reglării  $pH$  de 5,5...6  
35 cu soluție de acid lactic 1M, apoi unui proces de tratare termică în trei trepte, în care:
  - 36 - în prima etapă, un amestec de fragmente de piele netăbăcită în apă într-un  
37 raport solid:lichid de 1:2 se supune la o temperatură de 70...80°C, sub agitare, timp de  
38 1...4 h, și se colectează prima soluție de gelatină;
  - 39 - a doua etapă se desfășoară sub agitare în care un amestec de reziduu de  
40 piele din prima etapă de extracție și apă într-un raport solid:lichid de 1:2 se supune la o  
41 temperatură de 80...85°C, timp de 2...3 h, și se colectează a doua soluție de gelatină;
  - 42 - a treia etapă se desfășoară sub agitare în care un amestec de reziduu de  
43 piele din a doua etapă de extracție și apă într-un raport solid:lichid de 1:2 se supune la o  
44 temperatură de 85...90°C, timp de 1...4 h, și se colectează a treia soluție de gelatină;
- 45 - soluțiile de gelatină rezultate se pun împreună se omogenizează și se supun  
46 răcirii/decantării la 4...6°C, timp de 14...16 h, urmată de detașarea stratului de bază care  
47 conține depuneri, iar gelatina colectată se concentrază sub vid la 60...80°C, până la 5% sub-  
48 stanță uscată;

# RO 132575 B1

- obținerea compoziției colagenice în care gelatina rezultată în etapele anterioare se amestecă cu 15...35% glicerol și 10...20% extract de tanant Tara cu min 5% substanțe tanante și se agită cu 400...700 rot/min, timp de 1...2 h la temperatura de 40...70°C; și opțional, se adaugă 10...30% hidolizat de colagen sau hidrolizat de cheratină cu masa moleculară de maximum 6 kDa, sub agitare continuă timp de 20...60 min;	1 3 5
- formarea peliculei în care compoziția colagenică obținută se toarnă în forme și se usucă prin convecție forțată la temperatura de 40...70°C pentru a obține benzi elastice pentru implantarea eficace a semințelor de plante sau forme suport pentru răsaduri cu proprietăți multifuncționale în vederea stimulării germinației, nutriția plantelor și reducerea aportului de pesticide datorită efectelor sistemice induse plantelor de către aminoacizii eliberați treptat de suportul colagenic.	7 9 11
Prezenta invenție rezolvă problema tratării semințelor de plante prin realizarea unui produs multifuncțional, care poate forma un suport elastic pentru semințe, asigurând distanța optimă între plante prin proprietățile elastice ale peliculei suport, protecția prin formarea unui film polimeric de colagen pe suprafața semințelor având capacitate de absorbiție a apei datorită caracterului amfoter și de eliberare în timp a aminoacizilor din structura oligopeptidelor și a polipeptidelor datorită biodegradabilității. Aminoacizii eliberați au origine naturală și manifestă proprietăți nutritive prin conținutul de azot organic, ușor asimilabil. Folosirea acestor structuri de colagen în practica agricolă aduce și alte avantaje care se referă la eliminarea operației de rărit, semănatul la precizie, economie de timp, manopera ușoară și practică. Modul consacrat de turnare a benzilor și de aplicare a semințelor, satisface cerințele noii compoziții propuse prin prezenta invenției pentru formarea de benzi pentru însămânțare.	13 15 17 19 21
Prin aplicarea invenției se obțin următoarele avantaje demonstrate de testele experimentale de tratare a semințelor de leguminoase (mazăre, soia, fasole, bob, năut, mazărice) cu extracte de colagen:	23 25
- răsărire mai timpurie a plantelor;	27
- creșterea rezistenței la secetă datorită permeabilității mai mari pentru imbibitiția cu apă a semințelor cu grosime mică și medie a cuticulei;	29
- creșterea biomasei cu minimum 5%;	31
- reducerea necesarului de pesticide cu aproximativ 50%;	31
- stimularea creșterii plantelor în soluri cu pH nefavorabil (< 6,0 și > 8,9).	33
- se recuperează cu randamente mari azotul organic din piele animală reziduală, cu efecte favorabile legate de reducerea spațiilor necesare pentru depozitare, reducerea costurilor și a emisiilor generate de transport, respectarea legislației de mediu în vigoare, valorificarea avansată a resurselor naturale;	35
- se pune în valoare o resursă naturală de aminoacizi, disponibili plantelor fără consum energetic suplimentar, pentru sporuri de producție în agricultură, reducând consumul de aminoacizi de sinteză care prezintă dezavantajul conținutului de enantiomeri, aspect încă nerezolvat de cercetările ultimilor ani;	37 39
- se reciclează un deșeu proteic, într-un subprodus util pentru creșterea eco-eficienței în bio-economie (prin înlocuirea parțială sau totală a aminoacizilor de sinteză, care necesită resurse financiare mai mari, directe, pentru producție, și indirecte, pentru protecția mediului);	41
- se încurajează dezvoltarea agriculturii organice, biologice, în care se interzice folosirea oricărei substanțe obținute prin procese chimice de sinteză;	43
- procedeul de obținere a extractelor de colagen sub formă de gelatine și hidrolizate conform invenției este simplu, eficace, economic, reproductibil;	45
- gama de extracte de colagen folosite ca suport pentru semințe poate fi diversificată în funcție de necesitățile de nutriție și biostimulare ale solului și plantelor;	47

# RO 132575 B1

1 - utilizarea polidispersiilor de colagen în practica agricolă, oferă o alternativă de  
îmbunătățire a proprietăților solului, accelerare a germinației, creșterea rezistenței plantelor  
3 la dăunători și sporirea producțiilor agricole, cu un consum mai redus de substanțe de  
sinteză.

5 - folosește fragmente reziduale de piele;  
- nu folosește materiale chimice nocive;

7 - fragmentarea deșeurilor de piele se poate realiza simplu, prin tocare în mașini  
similare celor din industria alimentară;

9 - folosește în prima treaptă, extracția termică la un raport solid/lichid de 1/2, la tempe-  
ratura de 70...80°C, pe o durată de 1...2 h, sub agitare continuă;

11 - folosește în a doua treaptă hidroliza termică la un raport solid/lichid de 1/2, la  
temperatura de 80...85°C, pe o durată de 2...3 h, sub agitare continuă;

13 - folosește în a treia treaptă hidroliza termică, folosind ca lichid de extracție soluția  
în prima treapta, la temperatura de 85...90°C, pe o durată de 2...3 h, sub agitare continuă;

15 - în acest mod, se asigură extragerea componentei proteice cu randamente de  
80...90%;

17 - polidispersiile de colagen obținute prin acest procedeu se omogenizează și se  
realizează o fracție unitară cu o concentrație mai mare decât extractele obținute printr-un  
19 procedeu compact, într-o singură treaptă;

- permit înglobarea semințelor de plante horticole într-un film care le asigură un aport  
21 de aminoacizi care stimulează germinația și hrănesc plantulele, conferindu-le o rezistență  
sporită, ceea ce permite reducerea cantității de pesticide de sinteză consacrate în  
23 tratamentele contra insectelor și a fungilor.

Principalele caracteristici ale compozițiilor de colagen din invenție sunt:

25 - conținut de azot de minimum 15%, cuprins în structura unei palete largi de  
aminoacizi;

27 - proprietăți antibacteriene, datorate conținutului de tanant vegetal de Tara;

- alungire de peste 60% și rezistența la tracțiune de 45 N/mm<sup>2</sup>;

29 - permeabilitate la vapori de apă de minimum 1 mg/24 h, în creștere progresivă;

- unghi de contact cu apa < 60°, ceea ce indică o hidrofilie avansată;

31 - solubilitate progresivă, fără generarea de substanțe nocive și cu eliberarea din  
structură a aminoacizilor: metionina, glutamina, alanina, glicina, leucina etc., cu rol în  
33 metabolismul plantelor și în mecanismele de adaptare la condiții de climă nefavorabile.

Procedeul de realizare a polidispersiei de colagen, care este baza structurii, permite  
35 obținerea de componente cu mase moleculare medii în limite controlate, prin cataliza termo-  
enzimatică a subproduselor de piele bovină semiprelucrată.

37 O problemă la fel de importantă ca procesul de extracție este reprezentată de  
asigurarea anumitor proprietăți chimice și fizice specifice aplicației căreia i se adresează  
39 materialul colagenic. Pentru atingerea performanțelor specifice, sunt necesare prelucrări  
suplimentare ale extractelor colagenice, care să conducă la corectarea unor proprietăți, sau  
41 inducerea unor funcționalități.

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă din obținerea de compoziții pentru  
43 pelicule extensibile pe bază de extracte de colagen, realizate din resurse secundare de  
proteine, reticulate cu extract tanat de Tara, **C. Gaidau, D. Simion, M. D. Niculescu, G.  
45 Păun, M. Popescu, A. Bacardit, C. Casas, Tara Tannin Extract Improvement. Part I:  
Extraction and Concentration Through Membranary Filtration Techniques, Rev. Chim.,  
47 Bucharest, vol. 65, no. 8, pp. 929-933, 2014.**

# RO 132575 B1

Extractele de colagen sunt formate din polipeptide, oligopeptide și cantități mici de aminoacizi liberi și se obțin conform prezentei invenții, printr-un procedeu de hidroliza termică în trei trepte a deșeurilor de piele animală semiprelucrată, pentru extragerea gelatinei.	1 3
Procesul se desfășoară în vase de reacție închise, echipate cu sistem de agitare și cu sistem de încălzire-răcire prin manta, cu izolație, termostatat.	5
Ca materie primă, se folosesc fragmente reziduale de piele semiprelucrată netăbăcită, cu denumirea specifică de piele gelatină cu următoarele caracteristici: materii volatile 60...80%, substanță dermică de minimum 90% (raportat la produsul liber de substanțe volatile), restul fiind constituit din săruri provenite din faza de deparare și decalcificare pentru pregătirea suportului colagenic.	7 9
Fragmentele de deșeuri de piele sunt tocate și analizate din punct de vedere al conținutului de substanțe volatile, azot total, substanța dermică, sunt dispersate în apă și se supun unui regim termic, sub agitare.	11 13
Treapta I de extracție a gelatinei se desfășoară la un raport solid/lichid de 1:2 sub agitare continuă, după corectarea pH-ului cu acid lactic 20%, până la o valoare cuprinsă în intervalul 5,5...6,0 la temperatura de 70...80°C, pe o durată de 1...2 h, după care se colectează prima fracție de soluție de gelatină.	15 17
Treapta a II-a a procesului de extracție a gelatinei se desfășoară sub agitare continuă, asupra rezidului de la prima treaptă, care se dispersează în apă într-un raport solid/lichid de 1:2 și se menține sub agitare la temperatura de 80...85°C, pe o durată de 2...3 h, după care se colectează a doua fracție de soluție de gelatină.	19 21
Treapta a III-a a procesului de extracție a gelatinei se desfășoară sub agitare continuă, asupra rezidului de la a doua treaptă, care se dispersează în soluția de gelatină colectată de la prima treaptă de extracție și se menține sub agitare la temperatura de 85...90°C, pe o durată de 1...3 h, după care se colectează soluția de gelatină care se omogeneizează împreună cu soluția de gelatină colectată după a doua treaptă de extracție și se supune răcirii/decantării la 4...6°C timp de 14...16 h.	23 25 27
După coagulare, se detașează stratul de la bază care conține depuneri, iar gelatina colectată, cu masa moleculară medie de minimum 40000 Daltoni, se concentrează sub vid, la temperatura de 50...80°C, până la o concentrație de minimum 10% și se folosește pentru realizarea de compoziții pentru aplicații în agricultură.	29 31
Gelatina obținută conform prezentei invenții se aditivează cu 15...35% Glicerol și se reticulează cu 10...30% extract de tanant Tara, timp de 1...2 h sub agitare la 40...70°C, compoziția obținută fiind folosită la turnarea de pelicule elastice pe care se fixează semințele pentru plantat, sau se toarnă în forme suport pentru răsaduri. În funcție de aplicații, pentru un aport de aminoacizi liberi, dispersia reticulată poate fi aditivată și cu hidrolizate de colagen sau cheratină, sau cu uleiuri esențiale pentru efecte protective specifice (insecticide, fungicide).	33 35 37
Din compoziția colagenică realizată conform prezentei invenții, s-au obținut pelicule cu rezistență la tracțiune de 46,03 N/mm <sup>2</sup> , unghi de contact de 47,55°, cu stabilitate deplină în primele 4 h de la imersia în apă la temperatură ambientală, în raport greutate/volum de 3/100, urmată de gonflare lentă până la 24 h, când începe solubilizarea. Capacitatea peliculei de a stoca energia elastică (energia potențială asociată cu deformarea elastică) este exprimată de modulul de stocare determinat prin nanoindentare dinamică, la o valoare de 4,80 GPa, de trei ori mai mare decât în cazul folosirii altor agenți de reticulare (Retinol acetat).	39 41 43 45
Se dau, în continuare, două exemple de realizare a invenției:	47
<b>Exemplul 1</b>	
Fragmente reziduale de piele bovină semiprelucrată, netăbăcită, rezultate din procesul de prelucrare a pieilor naturale, analizate pentru determinarea conținutului de azot total și de substanță dermică, sunt dispersate într-un volum de apă echivalent raportului	49 51

# RO 132575 B1

1 solid/lichid de 1/2, într-un vas de reacție prevăzut cu manta de încălzire-răcire și izolație,  
sistem de agitare și sistem automat de control al temperaturii, se reglează pH-ul la 5,5...6,0  
3 cu soluție de acid lactic 1M, se încălzește până la 70...80°C și se menține sub agitare con-  
tinuă la temperatura respectivă timp de 1...2 h, apoi se separă soluția de gelatină de reziduul  
5 solid. Lichidul colectat se menține la temperatura la care s-a colectat pentru utilizarea ulterioară,  
iar reziduul solid se dispersează într-un nou volum de apă echivalent raportului  
7 solid/lichid de 1/2, în vasul de reacție descris anterior, se încălzește până la 80...85°C și se  
menține sub agitare continuă la temperatura respectivă timp de 2...3 h, apoi se separă noua  
9 fracție de soluție de gelatină de reziduul solid. Lichidul colectat se menține la temperatura  
la care s-a colectat pentru utilizarea ulterioară, iar reziduul solid se dispersează în soluția de  
11 gelatină colectată din prima treaptă de hidroliză termică, în vasul de reacție descris anterior,  
se încălzește până la 85...90°C și se menține sub agitare continuă la temperatura respectivă  
13 timp de 2...3 h, apoi se colectează soluția de gelatină, separându-se de eventuale reziduuri  
solide. Soluțiile de gelatină se omogenizează și se realizează o fracție unitară care se  
15 supune răcirii/decantării la 4...6°C timp de 14...16 h. După coagulare, se detașează stratul  
de la bază, care conține depuneri, iar gelatina se concentrează sub vid la 60...80°C până la  
17 minimum 10% substanță uscată. La gelatina obținută conform prezentei invenții, cu masa  
moleculară medie de minimum 40000 Daltoni și o substanță uscată de minimum 10%, se  
19 adaugă 15...35% Glicerol și 10...20% extract de tanant Tara cu minimum 5% substanțe  
tanante și se agită cu 400...700 rot/min, timp de 1...2 h la 40...70°C. Adaosurile la soluția de  
21 gelatină sunt raportate la conținutul de substanță uscată. Se obține o compoziție colagenică  
ce poate fi folosită la turnarea de pelicule elastice, sau la turnarea în forme suport pentru  
23 răsaduri, și se usucă în regim de convecție forțată la temperatura de 40...70°C.

## Exemplul 2

25 Fragmente reziduale de piele bovină semiprelucrată, netăbăcită, rezultate din pro-  
cesul de prelucrare a pieilor naturale, analizate pentru determinarea conținutului de azot total  
27 și de substanță dermică, sunt dispersate într-un volum de apă echivalent raportului  
solid/lichid de 1/2, într-un vas de reacție prevăzut cu manta de încălzire-răcire și izolație,  
29 sistem de agitare și sistem automat de control al temperaturii, se reglează pH-ul la 5,5...6,0  
cu soluție de acid lactic 1M, se încălzește până la 70...80°C și se menține sub agitare  
31 continuă la temperatura respectivă timp de 2...4 h, apoi se separă soluția de gelatină de  
reziduul solid. Lichidul colectat se menține la temperatura la care s-a colectat pentru utiliza-  
33 rea ulterioară, iar reziduul solid se dispersează într-un nou volum de apă echivalent rapor-  
tului solid/lichid de 1/2, în vasul de reacție descris anterior, se încălzește până la 80...85°C  
35 și se menține sub agitare continuă la temperatura respectivă timp de 2...3 h, apoi se separă  
noua fracție de soluție de gelatină de reziduul solid. Lichidul colectat se menține la tempera-  
37 tura la care s-a colectat pentru utilizarea ulterioară, iar reziduul solid se dispersează într-un  
nou volum de apă echivalent raportului solid/lichid de 1/2, în vasul de reacție descris anterior,  
39 se încălzește până la 85...90°C și se menține sub agitare continuă la temperatura respectivă  
pe o durată de 1...2 h, apoi se separă noua fracție de soluție de gelatină care se omogeni-  
41 zează împreună cu celelalte soluții de gelatină colectate și se realizează o fracție unitară  
care se supune răcirii/decantării la 4...6°C timp de 14...16 h. După coagulare, se detașează  
43 stratul de la bază, care conține depuneri, iar gelatina se concentrează sub vid la 60...80°C  
până la minimum 10% substanță uscată. La gelatina obținută conform prezentei invenții, cu  
45 masa moleculară medie de minimum 40000 Daltoni, și o substanță uscată de minimum 10%,  
se adaugă 15...35% Glicerol și 10...20% extract de tanant Tara cu minimum 5% substanțe  
47 tanante și se agită cu 400...700 rot/min, timp de 1...2 h la 40...70°C, apoi se adaugă 10...30%  
hidrolizat de collagen sau hidrolizat de cheratină cu masa moleculară de maximum 6 kDa,  
49 se agită 20...60 min. Adaosurile la soluția de gelatină sunt raportate la conținutul de sub-  
stanță uscată. Se obține o compoziție colagenică ce poate fi folosită la turnarea de pelicule  
51 elastice, sau la turnarea în forme suport pentru răsaduri și se usucă în regim de convecție  
forțată la temperatura de 40...70°C.



	1
1. Procedeu de obținere a unei compoziții colagenice peliculogene, <b>caracterizat prin aceea că acesta constă din următoarele etape:</b>	3
- extragerea gelatinei din fragmente de piele netăbăcită cu materii volatile de 60...80% și un conținut de minimum 90% substanță dermică, care se supune reglării pH de 5,5...6 cu soluție de acid lactic 1M, apoi unui proces de tratare termică în trei trepte în care:	5
- în prima etapă, un amestec de fragmente de piele netăbăcită în apă într-un raport solid:lichid de 1:2 se supune la o temperatură de 70...80°C, sub agitare, timp de 1...4 h, și se colectează prima soluție de gelatină;	7
- a doua etapă se desfășoară sub agitare în care un amestec de reziduu de piele din prima etapă de extracție și apă într-un raport solid:lichid de 1:2 se supune la o temperatură de 80...85°C, timp de 2...3 h, și se colectează a doua soluție de gelatină;	9
- a treia etapă se desfășoară sub agitare în care un amestec de reziduu de piele din a doua etapă de extracție și apă într-un raport solid:lichid de 1:2 se supune la o temperatură de 85...90°C, timp de 1...4 h, și se colectează a treia soluție de gelatină;	11
- soluțiile de gelatină rezultate se pun împreună se omogenizează și se supun răcirii/decantării la 4...6°C, timp de 14...16 h, urmată de detașarea stratului de bază care conține depuneri, iar gelatina colectată se concentrează sub vid la 60...80°C, până la 5% substanță uscată;	13
- obținerea compoziției colagenice în care gelatina rezultată în etapele anterioare se amestecă cu 15...35% glicerol și 10...20% extract de tanant Tara cu minimum 5% substanțe tanante și se agită cu 400...700 rot/min, timp de 1...2 h la temperatura de 40...70°C; și, opțional, se adaugă 10...30% hidolizat de colagen sau hidrolizat de cheratină cu masa moleculară de maximum 6 kDa, sub agitare continuă timp de 20...60 min;	15
- formarea peliculei în care compoziția colagenică obținută se toarnă în forme și se usucă prin convecție forțată la temperatura de 40...70°C pentru a obține benzi elastice pentru implantarea eficace a semințelor de plante sau forme suport pentru răsaduri cu proprietăți multifuncționale în vederea stimulării germinăției, nutriția plantelor și reducerea aportului de pesticide datorită efectelor sistemice induse plantelor de către aminoacizii eliberați treptat de suportul colagenic.	17
2. Compoziție de colagen pentru tratamente agricole obținută prin procedeul de obținere definit în revendicarea 1.	19
	21
	23
	25
	27
	29
	31
	33

