



(12)

CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2019 00602**

(22) Data de depozit: **26/09/2019**

(41) Data publicării cererii:
30/03/2021 BOPI nr. **3/2021**

(71) Solicitant:

• INSTITUTUL NAȚIONAL DE
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU
MAȘINI ȘI INSTALAȚII DESTINATE
AGRICULTURII ȘI INDUSTRIEI
ALIMENTARE, INMA -
BD.ION IONESCU DE LA BRAD NR. 6,
SECTOR 1, BUCUREȘTI, B, RO

(72) Inventatorii:

• COȚA CONSTANTIN,
STR. MUNCITORILOR NR.5, BL.M5, SC.3,
AP.34, CLUJ NAPOCA, CJ, RO;

• NAGY ELENA MIHAELA, STR. NĂSĂUD
NR.4, BL.Y12, SC.2, AP.33, CLUJ-NAPOCA,
CJ, RO;
• CIOICA NICOLAE, STR. C. BRÂNCUȘI
NR. 1, BL. IIC, AP. 12, CLUJ-NAPOCA, CJ,
RO;
• JURCĂ MIHNEA,
STR.DIMITRIE BOLINTINEANU, NR.10,
CLUJ- NAPOCA, CJ, RO;
• DRĂGAN SIMION,
STR. PUȘCARIU SEXTIL NR.3, AP.3,
CLUJ-NAPOCA, CJ, RO;
• MICLĂUȘ VASILE, STR.MUNCITORILOR
NR.1, AP.22, CLUJ-NAPOCA, CJ, RO;
• MICLĂUȘ ADINA, STR. RAPSODIEI
NR.13, AP.18, CLUJ-NAPOCA, CJ, RO

(54) **HIDROLIZAT PROTEIC DIN MATERIALE PROTEICE
CHERATINOASE ȘI PROCEDEU DE PREPARARE
DUPĂ METODA ALCALINĂ**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de obținere a unei compozitii de hidrolizat proteic din materiale proteice cheratinoase, utilizată ca aditiv în produse de fertilizanți anorganici pentru agricultură. Procedeul, conform inventiei, constă în hidroliza alcalină a unor materiale proteice cheratinoase de tip lână, în două trepte, în mediu reducător, timp de 10 min...2 h, la temperatură de 25...75°C, la pH 4,5...7, într-o soluție de EDTA, în mediu de reacție format din bisulfit de amoniu sau ditionit de sodiu sau potasiu, sulfat de hidroxilamină sau

hidrat de hidrazină, respectiv, în mediu alcalin, pH 10...12,5, prin adăos de KOH, eventual în amestec cu amoniac, la temperatură de 100...150°C și presiunea de 1,5...3 bar, rezultând un hidrolizat proteic având în componiție microelemente necesare dezvoltării plantelor și anume: 10...15% Cu²⁺, 2...5% Ca²⁺/Mg²⁺, 3...5% Co²⁺, 15...30% Mn²⁺, 45...50% Fe²⁺, 25...35% Zn²⁺.

Revendicări: 10

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).



HIDROLIZAT PROTEIC DIN MATERIALE PROTEICE CHERATINOASE ȘI PROCEDEU DE PREPARARE DUPĂ METODA ALCALINĂ

Invenția se referă la compoziția unui hidrolizat proteic din materiale proteice cheratinoase și proceșul de preparare după metoda alcalină, destinat utilizării ca aditiv al fertilizanților anorganici pentru agricultură.

Hidrolizatele proteice sunt alcătuite din aminoacizi liberi, peptide și polipeptide, cu masă moleculară mai mică de 20000 Dalton, solubile în apă.

Funcție de proveniență materialului proteic utilizat ca materie primă, hidrolizatul mai poate conține cantități variabile de carbohidrați, lipide, săruri de sodiu/potasiu sau amoniu ale acizilor grași rezultați în urma unor reacții secundare care se desfășoară în timpul procesului.

Valorificarea materialelor proteice rezultate ca subproduse în diverse industrii, cu precădere în industria alimentară, este o problemă de mare actualitate atât sub aspect economic cât și prin impactul negativ pe care îl are asupra mediului determinat de stocarea acestor deșeuri. Materiale proteice sub formă de hidrolizate, își găsesc o largă și nelimitată utilizare în procesul de fertilizare a plantelor, impact economic major având în vedere efectul pe care utilizarea hidrolizatelor proteice îl are asupra nivelului și calității producției agricole. Pe lângă rolul nutritiv pe care îl au în dezvoltarea plantelor, hidrolizatele proteice au un important rol fiziologic prin aceea că acestea intră rapid în procesele metabolice care se desfășoară atât în iplante cât și în sol. Mai mult, prin intermediul compușilor chimici pe care îi conține, hidrolizatele proteice participă la integrarea usoară și rapidă și a altor micro și macronutrienți facilitând atât adsorbția cât și circulația lor în plante stimulând procesele enzimatiche. Mai mult, prin intermediul compușilor chimici pe care hidrolizatul îi conține, alți micro și macronutrienți se integrează ușor în procesele metabolice, facilitând atât adsorbția cât și circulația lor în plante. Totodată, aplicarea hidrolizatelor proteice în procesul de fertilizare contribuie la reducerea cu 15-30% a dozelor de îngrășăminte minerale.

Principalele surse de aminoacizi, peptide și polipeptide ale hidrolizatelor le reprezintă reziduurile de materiale proteice de origine vegetală (soia, mazăre, floarea soarelui, grâu, porumb etc.) precum și cele de origine animală (pene, coarne, lînă, copite, păr, resturi de la prelucrarea peștelui).

Obiectul acestei invenții se referă la elaborarea unei compozitii de hidrolizat proteic cu activitate biologică îmbunătățită care, pe lîngă aminoacizi liberi, peptide și polipeptide, să conțină microelemente indispensabile dezvoltării plantelor (Cu^{2+} , Co^{2+} , Mn^{7+} , Fe^{3+} ,

OFICIALUL DE STAT PENTRU INVENȚII ȘI MÂRCHI
Cerere de brevet de invenție
Nr. a 2019 .. 602
Data depozit ..26..09..2019....



Zn^{2+}) sub formă de compuși organometalici solubili în apă și ușor asimilabili de către plante.

Un alt obiectiv al invenției se referă la elaborarea procedeului de preparare a hidrolizatului prin prelucrarea materialelor proteice cheratinoase, în cazul de față lâna provenită de la oi, utilizând metoda alcalină de destructurare a macromoleculelor de proteină.

Lâna reprezintă un complex macromolecular cu conținut ridicat de proteine, insolubil în apă, având mare stabilitate chimică. Caracterul insolubil în apă al lânii este determinat de natura chimică a legăturilor și modul în care ele sunt orientate în interiorul macromoleculelor. În acest context este cunoscut faptul că lâna reprezintă un complex macromolecular format în proporție de 98-99% aminoacizi legați între ei într-o anumită ordine și în diferite rapoarte prin legături amidice. Aceștia formează lungi lanțuri polipeptidice reunite în fire. Reunirea în fire a lanțurilor polipeptidice este determinată de interacțiunile care se stabilesc între aceste lanțuri: a) foarte multe și puternice punți de hidrogen, b) forțe electrostatice determinate de existența grupărilor aminice NH_2 și carboxidice $COOH$ terminale ale lanțului peptidic. Un rol important în stabilitatea chimică și caracterul insolubil în apă îl au legăturile disulfidice $R_1-S-S-R_2$ a căror prezență este determinată de conținutul ridicat de sulf ca urmare a prezentei cistinei în proporție 12-15%. Aceasta conține două grupări carboxidice care întrepătrund între două lanțuri polipeptidice și formează cu aceste legături disulfidice puternice. În interiorul macromoleculelor de proteină din lână este posibil să se regăsească și mici cantități de treonină, serină și tirosină care participă la formarea de legături eterice hidrofobe, având și ele un aport important la stabilitatea chimică și caracterul insolubil în apă al lânii.

În procesul de hidroliză a materialelor proteice cheratinoase din cadrul complexului macromolecular al lânii este necesar să fie rupte (destructurate) legăturile din lanțurile polipeptidice și anulate interacțiunile care se manifestă între aceste lanțuri. Ruperea și anularea acestor interacțiuni poate fi realizată practic fie pe cale enzimatică, fie pe cale chimică, prin hidroliză acidă sau alcalină.

Pentru prepararea hidrolizatelor proteice utilizate cu precădere în scopuri industriale ca aditivi ai fertilizanților anorganici sunt utilizate în practică metodele chimice, cu precădere cele prin hidroliza alcalină.

Dificultățile ce apar în cadrul procedeelor alcaline de hidroliza a materialelor proteice cheratinoase se datorează în special existenței legăturilor disulfidice care în mediu bazic se desfac și formează compuși thiolitici $R-SH$. Aceștia au stabilitate chimică redusă și reacționează ușor cu alte grupe funcționale din structura macromoleculelor de proteine ducând la o puternică reticulare cu formare de compuși greu solubili (lanționă) care



Wac

împâslesc firele și fac greu accesibilă difuzia reactanților care determină hidroliza, cu implicații negative asupra vitezei de desfășurare a procesului de destructurare și hidroliză.

Evitarea reacțiilor secundare care duc la formarea de lantionină, provoacând o puternică reticulare în interiorul macromoleculelor poate fi realizată practic prin introducerea în masa de reacție a unor reactivi specifici, cu afinitate mare față de compuși thiolitici, reducându-se astfel posibilitatea de recombinare a acestora în interiorul macromoleculelor de proteină ale lânii.

Conform **brevetului WO 2015/014,859 A2**, hidroliza materialelor cheratinoase (pene pui) se realizează în două etape. Etapa I-a, cu apă la presiuni și temperaturi ridicate, p=5-20 bar, prin insuflarea directă a aburului. Hidrolizatul rezultat are conținut scăzut de parte solubilă, 4-8 %. După purificare acesta este concentrat până la 40-45 % în instalații de evaporare sub vid. Partea solidă netransformată în prima etapă este prelucrată în etapa a II-a prin hidroliză bazică cu soluție de hidroxid de sodiu sau cu var. După îndepărțarea ionilor Na^{2+} sau Ca^{2+} prin tratare cu unul din acizii sulfuric, fosforic, oxalic, sau amestecul acestora, hidrolizatul este prelucrat până la faza de soluție cu concentrația de 35-45 % sau supus uscării în atomizoare. Dezavantajele procedeului derivă din faptul că presupune instalații complexe și consumuri mari de energie pentru eliminarea apei. De asemenea, apar mari probleme de mediu cauzate de mirosul dezagreabil al compușilor care se formează în timpul hidrolizei. Stocarea reziduurilor formate din gips, oxalat sau fosfat de calciu ridică de asemenea mari probleme de mediu, mai ales prin emanațiile cu miros dezagreabil.

Conform **brevetului US 2014/0,323,702 A1**, materialele proteice supuse hidrolizei sunt pene provenite de la pui. Dezavantajele acestui procedeu constau în randamentele mici, dimensiunile mari ale echipamentelor tehnice din instalatie determinate de viteza mică cu care se desfășoară reacțiile de hidroliză, complexitatea instalației și mirosurile dezagreabile emanate.

Conform **brevetului US 9,149,063 B2**, procedeul alcalin cu NaOH , KOH , Mg(OH)_2 , Ca(OH)_2 sau amestecul acestora este aplicat pentru prepararea unor hidrolizate proteice cu masă moleculară mică ce urmează a fi utilizate ca agenți de emulsionare sau în procesul de purificare enzimatică a apei orășenești uzate. Dezavantajele procedeului constau în aria îngustă de utilizare a produselor rezultate și în problemele de mediu ridicate de stocarea reziduurilor , atunci când hidroliza se face cu Ca(OH)_2 sau Mg(OH)_2 .

Conform **brevetului US 6,136,951** hidroliza materialelor proteice cheratinoase se realizează cu soluții alcaline de hidroxid de sodiu, cu scopul de a extrage aminoacizi liberi, peptide și polipeptide din pene de pui, pește și reziduuri de pește în intervale de



Mihai

pH=9,5-11,5. După separarea grăsimii și solidelor din masa de reacție, faza lichidă este supusă operației de extractie fracionată a proteinelor prin micșorarea treptată a pH-ului în intervalul pH=10-3. Dezavantajul procedeului rezidă din proporția mare de compuși toxici formați în timpul operației de hidroliză, dificultățile ce apar la etapa de purificare și cantitățile mari de deșeuri care emană miros dezagreabil.

Conform inventiei, dezavantajele hidrolizatelor proteice existente sunt înlăturate prin aceea că, în compoziția hidrolizatului se regăsesc, pe lângă aminoacizi liberi, peptide și polipeptide cu contreacția de 5-18%, de preferință 8-12%, microelemente necesare dezvoltării plantelor: Cu²⁺, Ca²⁺, Co²⁺, Mn²⁺, Fe²⁺, Zn²⁺, în proporție de 0,5-7,5 %, de preferință 1,5-3,5 %, față de cantitatea de material solid aflat în soluție. Proporția microelementelor față de totalul de 0,5-7,5 % fiind: Cu=10-15 %, Co²⁺=2-5 %; Mn²⁺=15-30 %; Fe²⁺=45-50 %; Zn²⁺=25-35 %.

Conform procedeului, realizarea practică a procesului de destructurare și hidroliză a materialelor proteice cheratinoase se realizează în două trepte. Prima treaptă se realizează în decurs de 10 min. pâna la 2 ore în reducătoare de reacție, într-un interval de temperatură de 25-75 °C, de preferință 45-65 °C, la un pH cuprins în intervalul pH=4,5-7, de preferință pH=5-6,5 într-o soluție care conține un agent tensioactiv, EDTA în proporție de 0,01-0,5 %, de preferință 0,05-0,25 % și hidrolizat proteic provenit dintr-o șarjă anterioară în proporție de 0,2-1 %, de preferință 0,5-0,75 %. Mediul reducător de reacție se realizează cu unul din compușii bisulfit de amoniu sau ditionit de sodiu sau potasiu în proporție de 1,5-10 %, de preferință 2,5-5 % față de cantitatea de material solid aflat în soluție. Amestecul reducător mai conține pe lângă bisulfit de amoniu sau ditionit de sodiu sulfat de hidroxilamină sau hidrat de hidrazină în proporție de 0,01-1 %, de preferință 0,05-0,15 %.

Treapta a doua de hidroliză se realizează în condiții de temperatură și presiune ridicate: t=100-150 °C, de preferință t=110-115 °C, respectiv p=1,05-3,0 bar, de preferință p=1,1-1,75 bar, în mediu alcalin: pH=10-12,5, de preferință pH=11,5-12, prin adăos de KOH sau amestec KOH și amoniac în proporție de 12-25 %, de preferință 15-20 %, raportat la faza solidă din soluție.

Conform inventiei se evită răcirea masei de reacție în schimbătoare de căldură, acesta realizându-se prin destindere sub vid și evaporarea parțială a apei. Se realizează astfel o creștere a conținutului de substanță activă a hidrolizatului (concentrarea acestuia) fără consum suplimentar de energie și instalații de evaporare.

Ultima treaptă a procesului tehnologic de preparare a hidrolizatului proteic constă în reglarea pH-ului produsului finit care se realizează cu unul din acizii sulfuric, fosforic sau



Waco

amestecul acestora, care îmbunătățesc compoziția produsului în elemente nutritive: sulf, fosfor sau amestecul lor.

Aplicarea invenției aduce următoarele avantaje:

- Permite calorificarea marilor cantități de deșeuri de lână sub formă de produse cu activitate biologică ridicată în procesul de fertilizare;
- Realizarea destructurării în două trepte a materialelor cheratinoase conduce la obținerea de hidrolizate proteice cu conținut redus de compuși toxici;
- Rezolvarea problemelor de mediu cauzate de stocarea, depozitare și neutralizarea deșeurilor cheratinoase, inclusiv lâna de slabă calitate,
- Efectuarea hidrolizei în prezența microelementelor, pe lângă faptul că conduce la obținerea de produse de calitate superioară, accelerează/catalizează reacțiile de hidroliză și evită formarea produșilor cu miros dezagreabil;
- Realizarea procesului de hidroliză conform procecuui propus reduce durata unei șarje, cu investiții și costuri mai mici.

În cele ce urmează se dau trei exemple de realizare a procecuui:

Exemplul 1

Într-un vas de sticlă de 500 ml cu capac se introduc 200ml de apă potabilă în care se dizolvă 7 g sulfat acid de potasiu și 1,2 g hidrat de hidrazină. Separat se se prepară 200 g soluție ce conține 25 g hidrolizat proteic rezultat dintr-o șarjă anteroară, 2,5 g acid formic 85 % și 6 g sulfati ai metalelor: Cu^{2+} , Co^{2+} , Mn^{2+} , Fe^{3+} , Zn^{2+} . Se corectează pH-ul soluției la $pH=5-5,5$ cu acidformic. Soluția astfel preparată se amestecă cu soluția conținând agenții reducători. În amestecul celor două soluții se introduc 45 g lână și se menține timp de 60 min. la temperatură de $65^{\circ}C$, după care se adaugă 11 g hidroxid de potasiu. Se amestecă pentru omogenizarea compoziției după care vasul de sticlă se închide etanș și se introduce într-o autoclavă la temperatură $t=120^{\circ}C$ și presiunea $p=1,45$ bar pentru o durată de 2 ore. După răcirea la temperatură camerei și depresurizarea autoclavei, conținutul vasului, fără impurități solide, este transvazat într-un alt vas în timp ce partea grosieră este supusă operației de filtrare. Se corectează pH-ul hidrolizatului obținut la valoarea $pH=6,5-7,2$ prin adaos de acid sulfuric 20 %, acid fosforic 25 % sau fosfat monofotasic/monoamoniocal soluție 35 %. S-a obținut astfel un hidrolizat cu 11 % substanță activă și randament de 97 %.

Exemplul 2

Identic cu exemplu 1 cu deosebirea că soluția cu caracter reducător a fost realizată cu metabisulfat de potasiu 5 g/200 ml apa, la care s-a adăugat 1,5 g hidrat de hidrazină. După amestecarea cu soluția conținând microelementele s-a corectat pH-ul în limitele



pH=5,5-6. În soluția de atac al lânii astfel preparată s-au introdus 45 g lână, s-a amestecat pentru omogenizare și s-a menținut 60 min la temperatura $t=60^{\circ}\text{C}$. Masa de reacție astfel preparată a fost în continuare supusă corectării pH-ului în limitele pH=12-12,5 prin adăugare de 8 g amoniac soluție 25 % și 9 g hidroxid de potasiu. După omogenizare prin amestecare timp de 5 min, vasul de sticlă închis etanș s-a introdus într-o autoclavă la temperatura de $t=120^{\circ}\text{C}$ și presiunea $p=1,5$ bar, unde s-a menținut timp de 120 min, după care autoclava a fost răcită la temperatura camerei și depresurizată. În continuare, după sedimentare s-a trecut la separarea lichidului de impuritățile solide prin filtrare. Filtratul obținut s-a amestecat cu prima parte a lichidului rezultat după hidroliză și neutralizat cu acid fosforic. S-a obținut un hidrolizat proteic cu un randament de 98,5 %.

Exemplul 3

Identic cu exemplul 1, cu deosebirea că în etapa de pregătire a pH-ului în intervalul pH=12-12,5, o dată cu hidroxidul de potasiu s-au introdus 5 g var hidratat sub formă de suspensie cu dimensiunile particulelor sub 5 μm . S-a obținut o masă de reacție cu conținut mai ridicat: 1,5-2,5 % reziduu solid și randament de hidroliză de 97 %.

Exemplul 4

Identic cu exemplul 1 și 3 cu deosebirea că caracterul alcalin s-a realizat cu 5 g suspensie de var dolomitic hidratat sub formă de suspensie format din particule mai mici de 5 μm , în care s-a adăugat în prealabil 0,5 g EDTA agent de complexare. S-a obținut un hidrolizat proteic cu randament de 98,5 % și o cantitate de 1,5 % reziduu solid.



Wkaot

REVENDICĂRI

1. Hidrolizat proteic din materiale proteice cheratinoase preparat după metoda alcalină, cu activitate biologică mărită, utilizat ca aditiv al îngrășămintelor minerale, **caracterizat prin aceea că**, este preparat prin hidroliza alcalină a materialelor proteice cheratinoase (lână), cu un conținut de 5-18 % aminoacizi liberi, peptide și polipeptide, având în compoziție microelemente necesare dezvoltării plantelor: Cu²⁺, Ca/Mg, Co²⁺, Mn²⁺, Fe²⁺, Zn²⁺, în proporție de 0,5-7,5 % raportat la partea organică solidă din soluție.

2. Hidrolizat proteic din materiale proteice cheratinoase preparat după metoda alcalină conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că**, proporția microelementelor reprezintă: Cu²⁺=10-15 %, Ca^{2+}/Mg²⁺=2-5 %; Mn=15-30 %; Fe=45-50 %; Zn=25-35 %, Co=3-5 % din cantitatea totală de microelemente.}

3. Procedeu de preparare a unui hidrolizat proteic din materiale proteice cheratinoase preparat după metoda alcalină, conform revendicarilor 1-2, **caracterizat prin aceea că**, procesul de hidroliză se realizează în două trepte, hidroliză în mediu reducător, respectiv în mediu alcalin.

4. Procedeu de preparare a unui hidrolizat proteic din materiale proteice cheratinoase preparat după metoda alcalină, conform revendicarilor 1-3, **caracterizat prin aceea că**, hidroliza în mediu reducător se desfășoară într-o soluție conținând agenți complexanți EDTA în proporție de 0,01-0,5 %, de preferință 0,05-0,25 % și hidrolizat proteic provenit dintr-o șarjă anteroiară în proporție de 0,2-1,5 %, de preferință 0,5-0,75 %.

5 Procedeu de preparare a unui hidrolizat proteic din materiale proteice cheratinoase preparat după metoda alcalină, conform revendicarilor 1 ,2, 3 și 4, **caracterizat prin aceea că**, mediul reducător al soluției se realizează cu sulfit/metabisulfit de amoniu/potasiu în proporție de 1,5-10 %, de preferință 2,5-5 % și unul din compușii hidrazină/sulfat de hidroxilamină în proporție de 0,01-1 %, de preferință 0,05-0,15 %.

6. Procedeu de preparare a unui hidrolizat proteic din materiale proteice cheratinoase preparat după metoda alcalină, conform revendicarilor 1 ,2, 3, 4 și 5, **caracterizat prin aceea că**, pH -ul mediului reducător are valoarea pH=4,5-7, de preferință pH=5-6,5 prin adăos de acid formic.

7. Procedeu de preparare a unui hidrolizat proteic din materiale proteice cheratinoase preparat după metoda alcalină, conform revendicarilor 1 ,2, 3, 4, 5 și 6,



caracterizat prin aceea că, se desfășoară la presiunea atmosferică și temperatura t=25-75 °C, de preferință t=45-65 °C.

8. Procedeu de preparare a unui hidrolizat proteic din materiale proteice cheratinoase preparat după metoda alcalină, conform revendicarilor 1 ,2, 3, 4, 5, 6 și 7, **caracterizat prin aceea că**, hidroliza alcalină se realizează cu hidroxid de potasiu în proporție de 12-25 % raportat la cantitatea de lână supusă prelucrării, de preferință 15-20 % sau un amestec format din hidroxid de potasiu 10-20 %, de preferință 11-14 % și amoniac 2-7,5 %, de preferință 2,5-5 %.

9. Procedeu de preparare a unui hidrolizat proteic din materiale proteice cheratinoase preparat după metoda alcalină, conform revendicarilor 1 ,2, 3, 4, 5, 6, 7 și 8, **caracterizat prin aceea că**, reducerea cantității de hidroxid de potasiu se poate realiza prin adăugarea de 2-7,5 %, de preferință 3,0-5,5 % var sau var dolomitic sub formă de suspensie în care diametrul particulelor să fie mai mic de 5 µm.

10. Procedeu de preparare a unui hidrolizat proteic din materiale proteice cheratinoase preparat după metoda alcalină, conform revendicarilor 1 ,2, 3, 4, 5, 6, 7, 8 și 9, **caracterizat prin aceea că**, hidroliza alcalină se realizează la un pH=10-12,5, de preferință 11,5-12 și condiții de temperatură 100-150 °C, de preferință 105-125 °C și presiunea de 1,05-3 bar, de preferință 1,1-1,75 bar.

