



(12) **CERERE DE BREVET DE INVENȚIE**

(21) Nr. cerere: **a 2022 00729**

(22) Data de depozit: **15/11/2022**

(41) Data publicării cererii:  
**30/05/2024** BOPI nr. **5/2024**

(71) Solicitant:  
• **INSTITUTUL NAȚIONAL DE  
CERCETARE-DEZVOLTARE  
CHIMICO-FARMACEUTICĂ - ICCF  
BUCUREȘTI, CALEA VITAN NR.112,  
SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO**

(72) Inventatori:  
• **CASARICA ANGELA, STR. POPA STOICA  
FARCAS NR. 19, SECTOR 3, BUCUREȘTI,  
B, RO;**

• **ZONIA CRISTIANA NICOL,  
STR. POPA STOICA FARCAS, NR.19,  
SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO;**  
• **CIOBOTARU IULIA CORINA,  
STR. TRANDAFIRILOR, NR.20E, CLINCENI,  
IF, RO;**  
• **CIOBOTARU CONSTANTIN CLAUDIU,  
STR.BÂRCĂ, NR.20, BL.M107A, SC.1,  
ET.10, AP.51, SECTOR 5, BUCUREȘTI, B,  
RO**

(54) **MEMBRANE COMPOZITE PE BAZĂ DE CELULOZĂ  
BACTERIANĂ ȘI PVA, UTILIZATE CA SUBSTRAT  
PENTRU OLED-URI ȘI PROCEDEU DE OBȚINERE**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de obținere a unor biomateriale compozite pe bază de celuloză bacteriană (BC)-alcool polivinilic (PVA) cu aplicații în dezvoltarea dispozitivelor electroluminiscente cu conținut redus de energie. Procedeu, conform invenției, constă în etape: preparare mediu de cultură pentru sinteza biologică a celulozei bacteriene, funcționalizare in situ prin adăugarea directă a unor soluții de 5...25% PVA în mediul de cultură, adăugare a 10% inocul reunit cu

incubare timp de 14 zile, finalizarea procesului biotehnologic și purificare etapizată, rezultând membrane compozite de BC-PVA omogene, flexibile și rezistente, care prezintă o creștere a transmisiei optice cu 33% pentru BC-PVA 5% și până la 50% pentru BC-PVA 25% față de membranele de BC native.

Revendicări: 2



**Membrane compozite pe baza de celuloza bacteriana si PVA,  
utilizate ca substrat pentru OLED-uri si procedeu de obtinere**

**Domeniul tehnic in care poate fi folosita inventia:**

Invenția se referă la obținerea unor membrane nanocompozite de celuloza-bacteriana/PVA (polivinilalcool), cu transparența îmbunătățită, ca substrat pentru afișaj flexibil cu diode emitoare de lumină organică (OLED), cu utilizare/aplicații în domeniul electronic și optoelectronic.

**Descrierea stadiului actual:**

În contextul încălzirii globale, guvernele mai multor țări au luat măsuri pentru o promovare mai bună a eficienței energetice utilizând tehnologii avansate de iluminare. Astfel, Uniunea Europeană a stabilit noi cerințe referitoare la eficiența energetică pentru lămpile produse începând cu luna septembrie 2009, becurile tradiționale incandescente și cele cu halogen urmând să fie eliminate treptat de pe piață.

Lămpile OLED sunt recomandate ca fiind cea mai bună alternativă la becurile incandescente convenționale. Acesta este motivul pentru care, în ultimii ani, emițătorii cu fluorescență întârziată activată termic, constituiți din molecule organice de tip donor-acceptor, au devenit extrem de atractivi, în special datorită aplicabilității lor în dezvoltarea dispozitivelor electroluminiscente cu consum redus de energie, cum ar fi OLED-urile.

Diodele organice emitoare de lumină (OLED) au manifestat progrese mari încă de la prima prezentare a dispozitivelor cu film subțire, bazate pe materiale organice, de către Tang și VanSlyke, în anul 1987 (Tang și VanSlyke, 1987).

Performanța și stabilitatea OLED-urilor au crescut rapid de-a lungul ultimilor ani (Walzer și colab., 2007), iar dimensiunea dispozitivelor este în creștere, mai ales din punct de vedere al aplicațiilor performante al afișajelor fine (Pfeiffer și colab., 2002, Kafafi, 2005).

În acest sens, dezvoltarea pentru aplicațiile de iluminat și tehnologie implicit, poate atinge randamente ridicate și o producție cu costuri reduse, prin înlocuirea lampilor fluorescente și fosforescente (So și colab., 2008, Eritt și colab., 2010).

Recent, de preferat este tehnologia de afisare organica care emite lumina (OLED), datorita urmatoarelor avantaje: autoluminare; luminozitate ridicata, variatie mai mare a culorii, datorita aplicarii colorantilor pentru straturile emisiv; temperatura scazuta si metode de depunere fara vid, cu costuri reduse (spray, inkjet); consum redus de energie, datorita nivelului scazut de conductivitate a materialelor organice si lipsa luminii de fundal panou (spre deosebire de ecranele LCD). In ciuda caracteristicii pozitive ale tehnologiei OLED, exista unele specificatii si provocari, legate de flexibilitatea lor.

Datorita aplicatiilor lor in multe domenii diferite si simplitatea productiei (Tang si VanSlyke, 1987, Kido si Okamoto, 2002) OLED-urile (Organic Light Emitting Diodes) sunt foarte promitatoare in cercetarea dedicata dezvoltarii de noi dispozitive optoelectronice si fotonice (Sheats si colab., 1996, Legnani si colab., 2004, 2008). Aceste dispozitive electroluminiscente au avantajul de a fi usor de realizat, cu tensiuni scazute de functionare, cu posibilitatea unei selectii largi de culori de emisie si prin intermediul proiectarii moleculare a materialelor organice (Adachi si colab., 2000, Quirino si colab., 2006). In general, OLED-uri sunt asamblate folosind o arhitectura de heterojunctie intre trei sau mai multe materiale moleculare organice: un strat de injectie de electroni, stratul emitator si in final stratul de injectie orificiu. Aceste dispozitive organice, in principal OLED-ul cu molecule mici depuse in vid, poate fi fabricat pe substraturi de folie de plastic, cum ar fi polietilen tereftalat (PET) si policarbonat (PC). Aceasta se datoreaza in principal naturii relativ slabe a legaturilor Van der Waals, responsabile pentru legaturile intermoleculare in astfel de sisteme (Gu si colab., 1997, Akhtar si colab., 2016). Acest proces unic de fabricatie poate permite dezvoltarea diodelor organice flexibile emitatoare de lumina (FOLED), de pe hartie electronica (*e- hartie*) la senzorii medicali.

Una dintre posibile si recente aplicari ale FOLED-urilor constă in utilizarea lor pentru terapie fotodinamica (PDT), pentru a trata cancerul de piele (Samuel si Ferguson, 2002, Varaprasad si colab., 2017) precum si alte boli ale pielii.

Utilizarea de substraturi flexibile adecvate cu proprietati biocompatibile este cruciala pentru dezvoltarea unor astfel de dispozitive. In acest sens, celuloza

bacteriana este un material interesant. Celuloza este cel mai abundent biopolimer natural, sintetizat de plante, alge si de asemenea, unele specii de bacterii. Celuloza bacteriana sau nanoceluloza este produsa de tulpina bacteriana nonpatogena, gram negativa *Gluconacetobacter xylinus* si prezinta mai multe proprietati unice, in comparatie cu celuloza vegetala (Klemm si colab., 2001).

Celuloza bacteriana are o structura tridimensionala, constand intr-o retea ultrafina de nanofibre de nanoceluloza (3–8 nm). Membrana gelatinoasa este transparenta, are proprietate mare de reținere a apei (99%), lipsita de lignina si hemiceluloze, cu greutate moleculara mare si o cristalinitate ridicata (60–90%), cu rezistenta mecanica mare si o biocompatibilitate deplina (Klemm si colab., 2005, Czaja si colab., 2006, Varaprasad si colab., 2017). Proprietatile specifice precum si structura nanometrica, fizica si mecanica unica, impreuna cu puritatea inalta, a condus la testarea si utilizarea sa frecventa. Principalele aplicatii includ materiale medicale (substitutie temporara a pielii, noi antimicro-pansamente) (Farah, 1990, Barud si colab., 2008), **compozite optice** (Yano si colab., 2005) si **dispozitive optoelectronice** (Shah si colab., 2005). Tratamentele alcaline au fost folosite si metode de prelucrare a membranei de celuloza bacteriana au fost aplicate, pentru cresterea rezistentei la tractiune, scazand pe de alta parte viteza de transmitere a oxigenului (George si colab., 2005). Pentru a fi folosita ca substrat OLED, membrana de celuloza bacteriana trebuie functionalizata cu un strat conductor transparent.

Literatura de brevete in domeniul produselor electronice si optoelectronice folosind membrane nanocompozite pe baza de **celuloza bacteriana, ca substrat pentru afisaj flexibil cu diode emitatoare de lumina organica**, mentioneaza urmatoarele documente:

Brevetul intitulat “**Producția de nanomateriale celulozice compozite funcționalizate**” (UK Patent Application GB 2016/2551044) a avut ca scop îmbunătățirea prin inginerie genetica a funcționării **nanocelulozei** produse de bacterii, pentru a obține un material compozit versatil de mare valoare.

Inventatorii au folosit o tulpină de *Komagataeibacter rhaeticus* (clasificată anterior ca *Gluconaceteobacter rhaeticus*) (16) care poate crește în condiții minime de azot în

timp ce produce celuloză cu randamente ridicate și au dezvoltat un set de instrumente de biologie sintetică pentru ingineria genetică. Acest set de instrumente oferă un organism exemplar, *K. rhaeticus* iGEM, care permite transformarea și exprimarea controlată a transgenelor constitutive și inductibile, precum și controlul asupra expresiei genice endogene a acestei tulpini.

Inventatori au furnizat un procedeu care permite controlul reglabil asupra producției native de celuloză în microorganisme și *producerea de noi biomateriale pe bază de celuloză, modelate și funcționalizate*. Aceasta înseamnă că materialele compozite celulozice pot fi funcționalizate în timp ce sunt sintetizate mai degrabă decât după ce matricea a fost realizată, oferind astfel avantaje considerabile în ceea ce privește crearea de noi produse compozite.

Brevetul **WO/2018/064143 A1 WIPO (PCT/US/2017/053673)**, cu titlul *“Bacterial cellulose paper-based flexible electronics employing nanocrystals”* descrie componente electronice flexibile care încorporează ca substrat **celuloza bacteriana**. Această invenție se aplică în domeniul dispozitivelor electronice la scară micro și nano și se referă în general la dispozitive electronice fabricate pe substraturi flexibile de celuloză. Mai precis, sunt descrise dispozitive electronice flexibile în care dispozitivele sunt susținute de un substrat de hârtie flexibil care include nanofibre de celuloză având diametre medii între aproximativ 50 nm și 150 nm. Substratul flexibil al dispozitivelor prezentate/dezvoltate poate corespunde hârtiei/membranei alcătuită din celuloză bacteriană, care poate fi obținută dintr-o cultură a unei bacterii adecvate și procesată pentru a forma un substrat de hârtie/membrana transparentă. Aceste dispozitive pot prezenta flexibilitate și capacitate de îndoire semnificative, inclusiv capacitatea de a se îndoi sau de a îndoi până la o rază de curbură de aproximativ 3 mm, cum ar fi între 3 mm și 5 mm, între 3 mm și 6 mm, între 3 mm și 7 mm, între 3 mm și 8 mm, între 3 mm și 10 mm, între 3 mm și 15 mm, între 3 mm și 20 mm, între 3 mm și 25 mm, între 3 mm și 50 mm sau între 3 mm și 100 mm. Mai mult, substraturile flexibile din nanofibră de celuloză pot, în unele exemple de realizare/compozitii, să fie extensibile în plus față de a fi flexibile. De exemplu, în unele exemple de realizare, dispozitivele electronice pot fi întinse la 100-125% sau

mai mult din dimensiunea laterală originală. Această capacitate de întindere poate asigura un dispozitiv robust care poate rezista la o varietate de sollicitări și deformații, atât compresive, cât și expansive, permițând utilizarea dispozitivelor electronice într-o varietate de aplicații.

Exemple de aplicații pentru dispozitivele flexibile includ utilizarea în obținerea de: etichete, autocolant, senzori, dispozitiv integrat în corp, dronă, bandă fotovoltaică, tapet fotovoltaic, acoperire pentru fereastră fotovoltaică, structură artificială sau pentru **afișaj electronic**.

**Brevetul CN105428080A, cu titlul: "Preparation method for bacterial cellulose based polypyrrole/graphene flexible electrode material and application thereof"** (*Metoda de preparare a unui material flexibil pentru electrod pe bază de celuloză bacteriană polipirol/grafen și aplicarea acestuia*), descrie o metoda de preparare a unui material pentru electrod flexibil polypyrrole/graphene pe baza de **celuloza bacteriana**, material aplicat pe diferite dispozitive caracterizate prin capacitatea de a stoca curent electric (condensator electric). Celuloza bacteriană este obținută prin fermentație microbiană din resurse abundente, prietenoase cu mediul și are o structură de rețea hiperfină, proprietate mare de reținere a apei și o degradabilitate biologică bună, utilizată în industria alimentară, nanomateriale, senzori biologici și cu aplicații în domeniul precum obținerea unor **dispozitive fotoelectrice**.

Prezenta invenție se referă la noi membrane nanocompozite, care **prezintă avantajul ca au ca material matrice - celuloza bacteriana obtinuta prin valorificarea subproduselor horticoale necorespunzatoare calitativ si PVA (polivinilacool)**, funcționalizate *in situ*, cu transparență îmbunătățită, utilizate ca substrat/material pentru afișaj flexibil în domeniul electronic (OLED-uri).

Pentru a obține membrane de celuloza bacteriana transparente, acestea au fost funcționalizate prin tehnici *in situ*, prin adăugarea directă a unor soluții de 5%, 7%, 10%, 12%, 15%, 20% și 25% de polivinilacool PVA, în mediu de incubare (sinteza biologică). După finalizarea procesului biotehnologic, au fost obținute membrane compozite de celuloza bacteriana-PVA, ce au fost prelucrate conform procedurii.

Pentru efectuarea bioprocesului biotehnologic complet s-au respectat pașii de lucru și metodologiile necesare, în acord cu **patentul No. RO126940/30.09.2013**, intitulat "Procedeu biotehnologic de obținere a celulozei bacteriene pe substraturi combinate".

### **Problema tehnica**

Problema tehnica obiectiva propusa spre rezolvare de prezenta cerere de inventie consta in obtinerea unui material compozit BC-PVA, cu proprietati imbunatatite, cu caracteristici de compozit electroluminiscent, cu o gama larga de aplicatii in domeniul electronic si optoelectronic.

Deoarece majoritatea polimerilor sintetici sunt nedegradabili, problemele de mediu generate de acestea sunt, de asemenea, în același timp în creștere. În scopul de a rezolva aceste probleme, tendința se îndreaptă acum spre dezvoltarea compozitelor ecologice, folosind materiale naturale. Mergând după aceste principii, am urmărit obținerea unor noi biomateriale compozite eco-friendly pe baza de celuloza bacteriana și PVA în diverse concentrații, cu aplicatii în dezvoltarea dispozitivelor electroluminiscente cu consum redus de energie (datorită eficienței luminoase bune).

În acest sens, **Solutia tehnica** consta în posibilitatea obținerii de noi biomateriale compozite, cu proprietati imbunatatite (transparenta), și se va dovedi ca o solutie interesanta pentru realizarea compozitelor BC/PVA verzi, care satisfac nevoia de a explora cost minim, materiale biodegradabile și regenerabile. Astfel, inventia de fata realizeaza obtinerea de membrane/materiale compozite **electroluminiscente BC/PVA** cu aplicatii în domeniul electronic și optoelectronic, printr-o metodă simplă, rapidă și cost scazut.

Avantajele invenției constau în principal în aceea că se obțin materiale compozite de origine microbiana BC/PVA, cu transparenta imbunatatita, care pot fi utilizate ca substrat pentru afisaj flexibil cu diode emitatoare de lumina organica (OLED), și care pot conduce în consecința la o eficiența energetică avansată de iluminare (dezvoltarea dispozitivelor electroluminiscente cu consum redus de energie) și implicit la dezvoltarea economică a domeniului electronic și optoelectronic.

**Descrierea detaliata a inventiei:**

Constituentii **membranelor compozite/nanocompozite** sunt celuloza bacteriana obtinuta din valorificarea unor produse horticoale necorespunzatoare calitativ si glicerol (reziduu de la industria de biodiesel), ca sursa de carbon mixta, in acord cu patentul No. RO126940/30.09.2013, si alcool polivinilic adaugat *in situ*.

În ceea ce privește constituentii materialului compozit mentionat, este prezentata pe scurt motivarea alegerii lor in vederea realizarii membranelor compozite/nanocompozitelor **electroluminiscente BC/PVA**, astfel:

**Nanoceluloza** sau celuloza bacteriana este produsa de multe bacterii cum ar fi *Achromobacter*, *Alcaligenes*, *Aerobacter*, *Agrobacterium*, *Azotobacter*, *Gluconacetobacter*, *Pseudomonas*, *Rhizobium*, *Sarcina*, *Dickeya* si *Rhodobacter*. Tulpina *Acetobacter xylinum* este cea mai inalt producatoare, fiind capabila de a metaboliza surse bogate in carbon si azot. Mediul de cultura nutritiv utilizat pentru fermentatia bacteriana este bogat in glucoza, peptona, extract de drojdie, si alti nutrienti, in acord cu mediul Hestrin Schramm. Dezvoltarea bacteriana se efectueaza etapizat, inoculul continand extract de porumb, iar mediul de bioproces fiind bogat in saruri si minerale, sursa de carbon mixta, continand glucoza (echivalenti unitati glucoza) din extractul de mere necorespunzatoare calitativ si glicerol, in acord **patentul No. RO126940/30.09.2013**, intitulat "Procedeu biotehnologic de obtinere a celulozei bacteriene pe substraturi combinate".

Cultivarea se realizeaza in conditii statice, pentru 14 zile, la temperatura constanta de 30°C. Nanoceluloza se dezvolta la sprafata mediului ca o membrana flotanta de grosime de pana la 0.5mm.

Purificarea acestora se face etapizat cu solutii bazice, neutralizare cu solutie slab acida si uscare in trepte de temperatura.

**Alcoolul polivinilic (PVA)**, este un polimer produs de hidroliză parțială sau totală a acetatului de polivinil pentru eliminarea grupărilor acetat fiind un polimer solubil în apă, cu proprietati ridicate de întindere (24 până la 79 MPa) (Bondeson & Oksman, 2007). PVA are avantajul proprietății de formare a peliculei și rezistența ridicată la apă, ulei, grăsime și solvenți ceea ce îl face adaptabil pentru diverse aplicații (Baker, Walsh,



Schwartz și Boyan, 2012). Este cunoscut ca un material biodegradabil, biocompatibil, netoxic, necancerigen și utilizat pe scară largă în acoperirea fibrelor, adezivi, polimerizare în emulsie și în domeniul medical (Kawai & Hu, 2009). De asemenea, foliile PVA prezintă proprietăți de barieră remarcabile pentru sistemele de ambalare a alimentelor.

Se cunoaște faptul că, în ultimii ani, alcoolul polivinilic (PVA) simplu sau asociat cu alți polimeri, este tot mai mult utilizat în realizarea de biomateriale. Acesta este un polimer hidrofil cu caracteristici adecvate pentru diverse aplicații, cum ar fi grad ridicat de gonflare, proprietăți de rehidratare, o bună permeabilitate a oxigenului, este un material elastic, biocompatibil, biodegradabil, cu caracteristici non-toxice, non-cancerigene și bio-adeziv.

În literatura nu sunt menționate studii care se referă la obținerea membranelor compozite/nanocompozitelor electroluminiscente pe baza de celuloză bacteriană obținută prin valorificarea subproduselor horticoale necorespunzătoare calitativ/glicerol și alcool polivinilic PVA (BC/PVA).

Membranele compozite pe baza de BC-PVA, conform invenției, constă în aceea că sunt constituite din matrice **celuloză bacteriană** și 5-25% în greutate alcool polivinilic (APV), iar procedeul de obținere, conform invenției, constă în aceea că acestea sunt funcționalizate prin tehnici *in situ*, prin adăugarea directă a unor soluții de 5%, 7%, 10%, 12%, 15%, 20% și 25% de polivinilalcool PVA, în mediu de incubare a celulozei bacteriene (sinteza biologică). După finalizarea procesului biotehnologic, au fost obținute membrane compozite de celuloză bacteriană-PVA, ce au fost prelucrate conform procedurii.

Membranele compozite BC/PVA, conform invenției, prezintă următoarele avantaje:

- materiale/filme flexibile, transparente, stabile chimic, biodegradabile – prietenoase cu mediul
- sunt ieftine, datorită sursei de carbon regenerabile, utilizată la obținerea celulozei bacteriene
- sinteza biologică este pur și simplu controlată și poate fi produsă la scară largă

Se poate menționa că filmele care conțin PVA sunt mai sensibile la iluminare. Filmul flexibil și transparent pentru afișajul OLED a fost fabricat cu succes utilizând materiale naturale care sunt BC și PVA, datorită stabilității termice ridicate, rezistenței mecanice și conductivității electrice.

Lu și colab., 2008, au arătat că celuloza și matricea polimerică PVA are o dispersie bună conducând la o armare bună. Întrepătrunderea moleculelor de PVA în structura celulozei provine din durata lungă de amestecare. Grupările hidroxil de pe PVA interacționează cu suprafețele hidrofile ale celulozei.

Fabricarea membranelor compozite transparente a presupus tehnici biotehnologice privind procesele fermentative de obtinere a membranelor de celuloza bacteriana nativa, precum si de obtinere a membranelor de celuloza bacteriana functionalizata *in situ* (prin adugarea directa in mediul de cultura a solutiei de PVA).

Aceste tehnici au urmarit obtinerea de membrane/filme cu un nivel mai ridicat de transparenta. In urma lucrarilor, au rezultat membrane compozite de celuloza-bacteriana/PVA, cu transparenta imbunatatita.

Aceste materiale sunt prietenoase cu mediul și au biodegradabilitate inalta pentru a reduce cantitatea deșeurile electronice (e-waste).

In continuare, inventia va fi explicata mai in detaliu prin urmatorul exemplu, cu referire si la datele din tabelul 1:

**Exemplu.** Se amesteca diverse portii de 5-25% in greutate alcool polivinilic (PVA) si de : 2% glicerol, 2.5% Glucoză (extract apos de mere), 0.2% Sulfat de amoniu anhidru ( $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ ), 0.5% Acid citric, 0.05% Extract de drojdie, 0.05% Sulfat de magneziu anhidru ( $\text{MgSO}_4$ ), completat pana la 100 ml cu apa distilata pentru obtinerea compozitului BC/PVA.

#### *Prepararea Mediu de fermentatie, bioproces*

Mediul de cultura pentru bioprocesul de obtinere a celulozei bacteriene este un mediu complex, ce contine o sursa de carbon mixta, saruri si microelemente. Prepararea se realizeaza intr-un vas de sticla curat, se cantaresc comasat, ingredientele mediului de cultura, conform tabelului reteta (Tabel 1):

Tabel 1. Compozitia mediului de bioproces

<i>Denumirea mediului de cultura</i>	
<b>Bioproces</b>	<b>Lichid</b>
<i>Ingredient</i>	<i>g%</i>
Glicerol	2
Glucoză (extract de mere)	2,5
Sulfat de amoniu anhidru, (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0,2
Acid citric	0,5
Extract de drojdie	0,05
Sulfat de magneziu anhidru, MgSO <sub>4</sub>	0,05
Sulfat de fier anhidru, FeSO <sub>4</sub>	1ml /1l , din solutie de 1%
Sulfat de mangan anhidru, MnSO <sub>4</sub>	1ml /1l , din solutie de 1%
PVA	5-25%
Apă distilată	Până la 100mL

Dupa prepararea mediului si solubilizarea completa a tuturor componentelor, se ajustează pH-ul, cu hidroxid de sodiu, soluție 1N, la pH 5,5. Mediul pentru bioproces se repartizeaza in vase de cultură (pahare Erlenmayer, capacitate 500mL), sterilizate in prealabil, un volum de 100mL/flacon. După finalizarea repartizării, se sterilizeaza prin autoclavare, la temperatura de 121°C, 15 minute. Inițierea bioprocesului se realizeaza prin adaugarea a 10% din inoculul de 48 de ore (inocul reunit); se incubeaza timp de 14 zile (figura 1, 2).

Dupa finalizarea procesului biotehnologic, au fost obtinute membrane compozite de celuloza bacteriana-PVA, ce au fost prelucrate conform procedurii.

Membranele de celuloza bacteriana-PVA brute trec printr-un proces de purificare etapizat, ce presupune tratament cu solutie bazica si etapa de neutralizare.

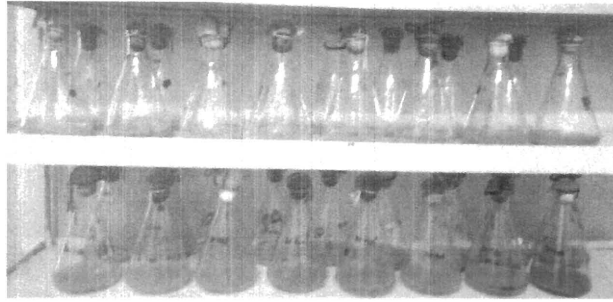


Figura 1. Bioproces de obtinere a membranelor de celuloza bacteriana/PVA

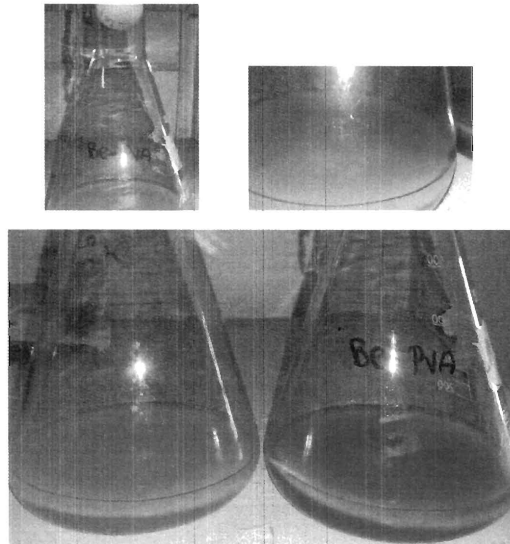


Figura 2. Bioproces de obtinere a membranelor de celuloza bacteriana, nativa (stanga) si in prezenta PVA 5% (tratamet *in situ* drepta)

Tratamentul bazic s-a efectuat in solutie de hidroxid de sodiu 1M, cu incubare la temperatura camerei, pentru 48 de ore, pentru a elimina orice tip de microorganisme ramase, componente de mediu si polizaharide solubile. Dupa tratament, membranele au fost spalate cu apa distilata din abundenta si tratate cu solutie de azida de sodiu 0.2%, pentru 2 ore, la temperatura camerei. Dupa spalarea cu apa distilata au fost neutralizate cu o solutie slab acida.



Figura 3. Membrane de celuloza bacteriana-PVA dupa tratamentul bazic si spalare cu apa distilata

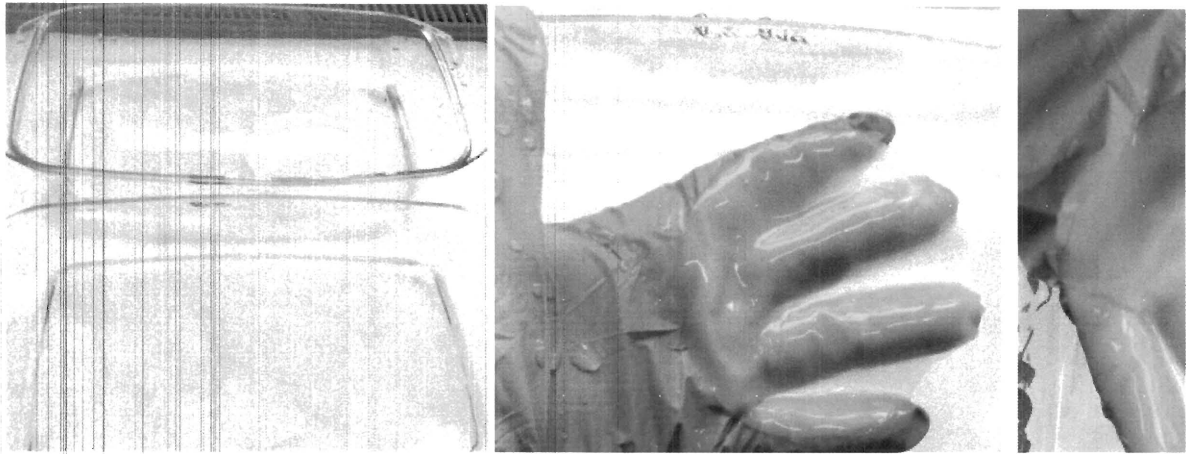


Figura 4. Membrane de celuloza bacteriana-PVA dupa tratamentul de neutralizare

Comparativ cu membranele de celuloza bacteriana native, dupa etapa de tratament bazic si spalare cu apa distilata se observa prezenta unui efect transparent mai pronuntat pentru membranele de celuloza bacteriana obtinute cu PVA *in situ*. Membranele au fost omogene, flexibile si rezistente.

### Spectre de transmisie optica membrane BC si membrane compozite BC/PVA

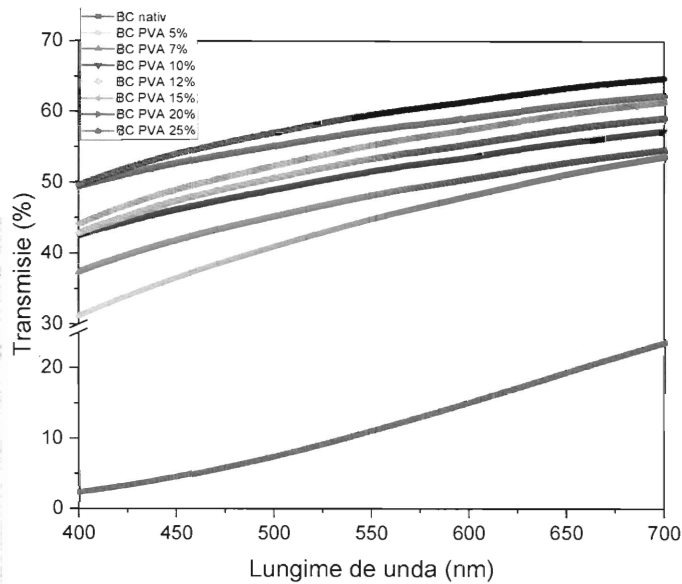


Figura 5. Transmisie optica a membranelor de celuloza bacteriana functionalizate si native.

In figura 5 sunt prezentate spectrele de transmisie optica pe membranele de celuloza bacteriana nativa si functionalizate cu alcool polivinilic in concentratii diferite, folosind un spectrofotometru UV-VIS Carry 5000 inregistrate in domeniul 400-700 nm.

La o lungime de unda de 500 nm, se poate observa o crestere a transmisiei optice cu 33% pentru BC-PVA 5%, si pana la 50% pentru BC-PVA 25%, prin functionalizarea membranei de celuloza bacteriana cu alcool polivinilic avand concentratii cuprinse intre 5-25%, comparativ cu membranele de celuloza bacteriana native.

## REVENDICARI

- 1. Membrane compozite pe baza de BC/PVA, caracterizate prin aceea ca, sunt constituite din 5-25% in greutate alcool polivinilic (PVA), 2.5% echivalent gram Glucoză (extract apos de mere necorespunzatoare calitativ), 2% glicerol, 0.2% Sulfat de amoniu anhidru ( $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ ), 0.5% Acid citric, 0.05% Extract de drojdie, 0.05% Sulfat de magneziu anhidru ( $\text{MgSO}_4$ ), pana la 100 ml Apa distilata, partile fiind exprimate in procente de greutate.**
- 2. Procedul de obtinere al unor membrane compozite pe baza de BC/PVA, caracterizat prin aceea ca, acestea sunt functionalizate prin tehnici *in situ*, prin adaugarea directa a unor solutii de 5%, 7%, 10%, 12%, 15%, 20% si 25% de polivinialcool PVA, in mediu de incubare al celulozei bacteriene (sinteza biologica cu extract apos de mere si glicerol ca sursa mixta de carbon). Dupa finalizarea procesului biotehologic, au fost obtinute membrane compozite de celuloza bacteriana-PVA, ce au fost prelucrate conform procedurii.**