



(12)

CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2019 00741**

(22) Data de depozit: **14/11/2019**

(41) Data publicării cererii:
30/10/2020 BOPI nr. **10/2020**

(71) Solicitant:
• **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. M7A, SC. 2, ET. 1, AP. 25, SECTOR 3,
BUCUREȘTI, B, RO;**

• **ENĂȘCUȚĂ CRISTINA EMANUELA,
STR. SABINELOR NR. 106, BL. 115, ET. 6,
AP. 25, SECTOR 5, BUCUREȘTI, B, RO;**
• **GÎDEA MIHAI, DRACEA, TR, RO;**
• **EPURE DORU- GABRIEL, STR.CRIȘAN
NR.6, BL.G A 14, SC.B, AP.16, SLATINA,
OT, RO;**
• **GAIDĂU CARMEN CORNELIA,
STR. ALEXANDRU PAPIU ILARIAN NR. 6,
BL. 42, SC. 2, AP. 53, ET. 6, SECTOR 3,
BUCUREȘTI, B, RO;**
• **BECHERITU MARIUS,
STR.SERG.MAJ.VASILE TOPLICEANU
NR.14, BL.P 39, SC.2, AP.35, SECTOR 5,
BUCUREȘTI, B, RO**

(54) **PROCEDEU DE OBTINERE A UNOR BIOCOMPLECȘI
PE BAZĂ DE COLAGEN ȘI CHERATINĂ
PENTRU STIMULAREA GERMINAȚIEI SEMINTELOR
ȘI A NUTRIȚIEI PLANTELOR DE RAPIȚĂ**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de obținere a unui biocompozit pe bază de collagen și cheratină pentru stimularea germinației semințelor și a nutriției plantelor de rapiță. Procedeu, conform invenției, constă în etapele de prelucrare a gelatinei extrasă din fragmente de piele bovină semiprelucrată, respectiv, hidrolizat de cheratină extras din lână de ovine, aditivarea gelatinei cu 10...15% glicerol peste care se adaugă 15...20% hidrolizat de cheratină încălzit la 50...65°C și sub agitare timp de 20 min, amestecarea cu 0,5...5%

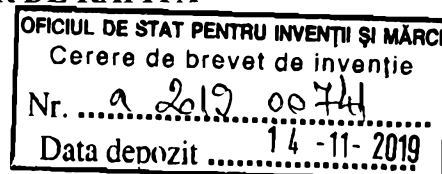
amestec 1:1 uleiuri esențiale de *Thymus vulgaris* și *Cinnamomum verum*, respectiv, extract tanant de *Caesalpinia spinosa*, adăgare de 4...10% apă oxigenată, cu agitare timp de 1...2 ore, cu răcire, rezultând un biocompozit care se solubizează în apă la temperatura de 40...60°C pentru aplicare pe suprafața semințelor de rapiță ca strat exterior bioactiv.

Revendicări: 6



**PROCEDEU DE OBTINERE A UNOR BIOCOMPLECSI PE BAZA DE
COLAGEN SI CHERATINA PENTRU STIMULAREA GERMINATIEI
SEMINTELOR SI A NUTRITIEI PLANTELOR DE RAPITA**

DESCRIERE



Inventia se refera la obtinerea de produse pe baza de gelatina si hidrolizat de collagen din piele bovina si hidrolizat de cheratina din lana de ovine, recuperate din subproduse industriale, ce pot fi utilizate pentru tratarea semintelor de rapita, in vederea stimulării germinatiei si nutritiei plantelor, in scopul reducerii aportului de pesticide in tratamentele curente ale culturilor si cresterea calitatii semintelor.

Este deja demonstrat ca realizarea de extracte de collagen cu continut de aminoacizi, RO 126673 A2, poate fi o alternativa pentru stimularea nutritiei si dezvoltarea culturilor horticoale RO 132575 A0 si sunt deja cunoscute produse comerciale pe baza de proteine din resurse vegetale si animale pentru fertilizarea plantelor in sistem ecologic. Sunt cunoscute si realizarile privind stimularea si fertilizarea culturilor de cereale cu produse pe baza de collagen, RO 131871 A2, precum si cele pentru cresterea productiei de seminte de rapita prin aplicarea produselor pe baza de collagen in etapele finale de vegetatie, pentru stimularea maturarii semintelor, imbunatatirea calitatii si cresterea randamentul culturii RO132408 (A2).

Problema pe care o rezolva prezentul brevet de inventie este realizarea de biocompozitii complexe pe baza de gelatina si hidrolizate de collagen si cheratina aditivate cu extracte vegetale reticulante si cu principii active naturale cu efecte insecto-fungicide, pentru a stimula germinatia semintelor, pentru a favoriza cresterea biomasei plantulelor si pentru a determina reducerea cantitatii de pesticide folosite in tratamentele clasice. Pentru aplicarea noilor produse se estimeaza efecte economice si ecologice mari, datorita trendului ascendent al cerintelor pentru produse ecologice, care sa conserve calitatea solului si pentru a compensa efectul eliminarii pesticidelor de sinteza de tip neonicotinoide (interzise in Uniunea Europeana) si luand in calcul faptul ca resursele secundare de collagen si cheratina au valoare economica zero.

Se cunosc procedee, US Patent 20130225403 A1, pentru tratarea semintelor de cereale cu amestecuri pe baza de polizaharide, cu efecte insecticide si fungicide. Alte metode de tratare a semintelor de cereale, US Patent 4886541 A, urmaresc exploatarea proprietatilor chitosanului pentru cresterea productiei de plante, grosimea radacinii si imbunatatirea rezistentei tulpinii. Procedeele disponibile, care folosesc collagen, se refera de asemenea la productia de cereale, EP Patent 3170393 A1, sau folosesc collagenul in asociere cu substante de sinteza chimica, RO 133337 A2, ce conduc la cresterea amprentei de carbon.

Dezavantajele acestor metode de tratare constau in informatii incomplete legate de reducerea cantitatilor de insecto-fungicide administrate in culturile horticole, informatii incomplete referitoare la reproductibilitatea rezultatelor obtinute in urma testarii la scara de referinta redusa, precum si complexitatea materialelor utilizate in compozitii, continutul de materiale scumpe si cu impact semnificativ asupra mediului atat prin productia lor cat si prin rata de biodegradare, sau se adreseaza aplicatiilor specifice productiei de cereale.

Prezenta inventie rezolva problema tratarii semintelor de rapita cu substante de sinteza chimica, de tip neonicotinoide, cu impact devastator asupra coloniilor de albine, prin realizarea de compozitii multifunctionale fara insecticide de sinteza, cu actiune sistemica, care pot stimula germinatia, formeaza un strat polimeric de collagen pe suprafata semintelor, care are capacitatea de absorbtie a apei datorita caracterului amfoter si care in timp, datorita biodegradabilitatii, elibereaza aminoacizi din structura oligopeptidelor si a polipeptidelor. Aminoacizi eliberati sunt de origine naturala, sunt usor asimilabili si manifesta proprietati nutritive prin continutul de azot si sulf organic. Avantajele evidentiata de testele experimentale de tratare a semintelor de rapita cu biocomplecsi pe baza de collagen si cheratina sunt urmatoarele:

- Cresterea energiei germinative a semintelor cu minimum 5% fata de martorul netratat;
- Cresterea rezistentei la seceta datorita permeabilitatii mai mari pentru imbibitia cu apa a semintelor cu grosime mica si medie a cuticulei;
- Cresterea biomasei plantulelor cu minimum 10% fata de martorul netratat;
- Cresterea rezistentei la atacul insectelor si a fungilor;
- Stimularea cresterii plantelor in soluri afectate de carente hidro-nutritionale;
- Cresterea calitatii semintelor provenite din culturi experimentale, in care semintele au fost tratate cu biocomplecsi inainte de insamantare, exprimata prin continutul de ulei, care a avut o crestere de 10-25% (in functie de soiurile de seminte testate) fata de martorul netratat;
- Imbunatatirea calitatii solului dupa recoltare;

Principalele caracteristici ale compozitiilor complexe cu collagen si cheratina brevetae sunt:

- Continut de azot de min. 16%, cuprins in structura unei palete largi de aminoacizi, oligopeptide si polipeptide;
- Proprietati antibacteriene, induse de continutului de polifenoli din extractul de *Caesalpinia spinosa*;
- Permeabilitate la vapori de apa a peliculelor formate de min. 1 mg/24 ore;
- Proprietati hidrofile, peliculele prezentand un unghi de contact cu apa $< 90^\circ$;
- Biodegradare controlata a peliculelor, fara emisie de substante nocive si cu eliberarea de aminoacizi: glutamina, alanina, glicina, leucina, metionina etc., cu rol esential in

metabolismul plantelor si in mecanismele de adaptare la conditii pedo-climatice nefavorabile (pH-uri extreme, deficit de umiditate, variatii mari de temperatura etc.).

Procesul de realizare a gelatinei din subproduse de collagen, care este baza structurii, permite obtinerea de componente cu mase moleculare medii si mari in limite controlate, prin procesare termica compacta a subproduselor de piele bovina semiprelucrata.

Procesul de realizare a hidrolizatului de collagen permite obtinerea de componente cu mase moleculare ici si medii in limite controlate, prin procesarea enzimatica a gelatinei.

Procesul de extractie a cheratinei permite obtinerea de componente cu mase moleculare mici si medii, prin hidroliza termo-chimica si enzimatica a subproduselor de lana de ovine.

Procesul de reticulare-aditivare a extractelor de collagen si cheratina este compact si implica produse de origine vegetala, polifenoli reticulanti din extractul de pulbere din pastai de *Caesalpinia spinosa*, principii fungicide (chimiotipul linalool, chimiotipul geraniol) continute in uleiuri esentiale de *Thymus vulgaris L* si principii insecticide (cumarina, aldehida cinamica) continute in uleiuri esentiale de *Cinnamomum verum*.

Procesul de realizare a biocomplexilor pe baza de collagen si cheratina permite obtinerea de biocomplecsi pentru formarea stratului exterior bioactiv a semintelor de rapita drajate, sau biocomplecsi pentru formarea stratului interior de acoperire a semintelor de rapita nedrajate.

In momentul de fata exista multe cercetari referitoare la materialele biopolimerice realizate din proteine extrase din resurse primare de collagen. S-a studiat folosirea collagenului in cosmetica [1, 2] pentru produse de curatare si intretinere, sampon, creme, lacul de unghii, machiaj, produse pentru ondulat parul; pentru obtinerea foliilor alimentare si de uz agricol [3, 4]; obtinerea surfactantilor [5-7]; adezivi de tip aminoplaste pentru limitarea emisiilor de formaldehida din filmele adezive tratate termic [8, 9]; in vinificatie [10] pentru precipitarea polifenolilor. Pentru agricultura exista studii pentru remedierea solului si fertilizarea culturilor agricole [11, 12]; tratarea semintelor de cereale pentru stimularea germinatiei si reducerea cantitatilor de insecto-fungicide [13, 14]; reducerea dehidescenței silicvelor in culturile de rapita [15]; tratarea foliara a vitei de vie [16].

Exista si cercetari referitoare la extractia cheratinei din diverse resurse fara valoare economica: pene de pasari [17], lana [18], par uman, par de porc, par de iepure [19], par de capra [20], pentru valorificarea acestor extracte, in aplicatii biomedicale, cosmetice, alimentare, agricole [21-23].

In contextul promovarii economiei circulare, utilizarea proteinelor din resursele secundare de collagen si cheratina, cum sunt subprodusele din industria de prelucrare a pieilor naturale, reprezinta o alternativa economica viabila, cu atat mai mult cu cat resursele secundare provin dintr-o materie prima generata in bioeconomie, iar produsele rezultate din acestea se pot adresa deopotriiva bioeconomiei, dar si altor ramuri industriale sau de nisa.

Se cunosc procedee brevetate pentru obtinerea colagenului: din piele animala (KR1960301-B1) printr-o succesiune de procese privind pretratarea, extractia, rafinarea prin schimb ionic si concentrarea prin ultrafiltrare; din tendon bovin (CN103333241-A) prin extractie acida asociata cu procese succesive de congelare, decongelare, ultrasonare, filtrare, centrifugare, liofilizare; din oase de bovina prin (CN106480142-A) printr-o succesiune de operatii mecanice, termice la temperaturi mari, cataliza enzimatica indusa de un complex de enzime, operatii de ultrafiltrare si atomizare; din deseuri de piele tabacita, prin hidroliza alcalina (US Patent 4483829, US Patent 4100154), sau prin cataliza enzimatica (US Patent 5094946, Brevet RO 126673 A2), in vederea folosirii ca nutrient in culturi agricole, in alimentatia animalelor, in compozitia unor preparate cosmetice. Alte procedee propun extractia din piele de porc (CN109554422-A).

Aceste procedee prezinta urmatoarele dezavantaje:

- ultrafiltrarea si liofilizarea sunt proce lente si costisitoare;
- ultrasonarea la nivel industrial necesita echipamente speciale, destul ce costisitoare;
- atomizarea implica temperaturi $> 100^{\circ}\text{C}$ conduce la costuri energetice suplimentare si denatureaza polidispersitatea fragmentelor proteice extrase;
- hidroliza alcalina conduce la extracte cu $\text{pH} > 10$ care necesita amendari ulterioare si implicit cresterea continutului de saruri;
- extractia colagenului din piele de porc, necesita operatii suplimentare pentru separarea grasimii;

Pe langa problema importanta a proceselor specifice de extractie a polipeptidelor, oligopeptidelor si a aminoacizilor liberi, intervine necesitatea asigurarii anumitor proprietati chimice si fizice specifice aplicatiei careia i se adreseaza materialul proteic. Pentru asigurarea performantelor specifice, sunt necesare prelucrari suplimentare ale extractelor proteice de baza, care sa conduca la inducerea unor functionalitati privind structurarea sub forma de pelicula, pe suprafata semintelor, gradul de reticulare si rata de biodegradare, compozitia de aminoacizi eliberati, compozitia de principii active cu proprietati insecto-fungicide.

Problema tehnica pe care o rezolva inventia consta din obtinerea unui biocomplex cu gelatina si cheratina extrase din resurse secundare, reticulate cu extract tanat de *Caesalpinia spinosa* [24] si aditivate cu principii active naturale cu efecte insecto-fungicide continute in uleiuri esentiale de *Thymus vulgaris* L si *Cinnamomum verum*, pentru acoperirea cu un strat suplimentar, bioactiv, a semintelor de rapita drajate cu compozitii practicate in mod curent si a unui biocomplex cu hidrolizat de colagen in combinatie cu ulei esential de *Rosmarinus officinalis*, oligoelemente (Cu, Zn, Mg, Mn, Cu, Mo, B) chelatare cu EDTA si uree, pentru stratul interior de drajare a semintelor de rapita, care ulterior se va acoperi cu un strat de lianti in amestec cu materiale pentru aderenta si umplere, format din carboximetilceluloza, hidroximetilceluloza, dextrina, diatomita, bentonite si carbonat de calciu.

Gelatina extrasa din piele bovina semiprelucrata, este formata din polipeptide si cantitati mici de oligopeptide si se obtine conform prezentei inventii, printr-un procedeu de hidroliza termica si a deseurilor de piele bovina semiprelucrata.

Procesul de extragere a gelatinei se desfasoara in vase de reactie termostatate, echipate cu sistem de agitare si cu sistem de incalzire-racire prin manta.

Materia prima consta in fragmente reziduale de piele semiprelucrata netabacita, cu urmatoarele caracteristici: materii volatile max. 80%, substanta dermica de min. 80% (raportat la produsul liber de substante volatile), restul fiind constituit din saruri provenite din etapele preliminare de pregatire a suportului colagenic.

Fragmentele de deseuri de piele netabacita, analizate din punct de vedere al continutului de substante volatile, azot total, substanta dermica, sunt tocate, spalate cu apa rece de 10-15°C si sunt dispersate in apa si se supun unui regim termic, sub agitare.

Extractia gelatinei se desfasoara in etapa unica, la un raport solid/lichid de 1:5 sub agitare continua, dupa corectarea pH-ului cu acid acetic 20%, pana la valoarea de $5,8 \pm 0,2$, la temperatura de 75...85°C, pe o durata de 5...9 ore. Masa de reactie se supune racirii libere pana la temperatura ambianta, apoi racirii fortate la 4...6°C timp de minimum 20 ore.

Dupa coagulare, se detaseaza stratul cu reziduuri de la baza, iar gelatina colectata, se concentreaza sub vid, la temperatura de 75...85°C, pana la o concentratie de min. 15%.

Lana de ovine degresata, analizata din punct de vedere al continutului de substante volatile, azot total, substanta dermica, este tocata si dispersata in apa cu temperatura de 80°C. Extractia cheratinei se desfasoara printr-un proces compact, in care dispersia de lana in apa la un raport solid/lichid de 1:20 se mentine sub agitare la temperatura de 80°C timp de 1-3 ore, se adauga 2-7% hidroxid de calciu si 2-7% hidroxid de potasiu, se ridica temperatura la 85-95°C si se agita timp de 3-7 ore, apoi suspensia, se supune racirii libere si se mentine static timp de 32-48 ore fara aport de caldura. Sub agitare continua, se regleaza pH=8,0 cu solutie 20% acid oxalic, se incalzeste la 60°C, se dozeaza 1...3 % Protamex si se agita timp de 4 ore la temperatura de 60°C, apoi se dezactiveaza enzima prin ridicarea temperaturii la 90°C cu agitare timp de 15 minute. Se decanteaza timp de 16-24 ore, iar decantatul se filtreaza cantitativ, apoi se concentreaza la un raport 5:1.

Gelatina concentrata, ca atare se foloseste pentru realizarea biocomplexului pentru acoperirea semintelor de rapita drajate cu compozitii practicate in mod curent, iar gelatina procesata prin tocare, dispersare in apa la un raport 1:1, incalzire la 55...70 °C, reglare pH=8 cu solutie 1 N hidroxid de sodiu si hidroliza enzimatica folosind 1...2% Protamex, cu agitare 1...3 ore, dupa care se dezactiveaza enzima prin ridicarea temperaturii la 90°C cu agitare timp de 15 minute, pentru obtinerea unui hidrolizat de collagen folosit ca atare pentru realizarea biocomplexului pentru stratul interior de drajare a semintelor de rapita.

Procedeul de realizare a biocompozitelor cu gelatina si hidrolizat de cheratina, sau cu hidrolizat de collagen, extrase din deseuri de piele si lana, conform inventiei, elimina dezavantajele mentionate anterior prin aceea ca:

- foloseste reziduuri din industria de pielarie fara valoare economica;
- nu foloseste materiale chimice nocive;
- pregatirea deseurilor de piele si a lanii pentru extractie se poate realiza simplu, prin tocare in masini similare celor din industria alimentara;
- foloseste procese compacte de extractie termica a gelatinei din deseuri de piele semiprelucrata la un raport solid/lichid de 1/5, la temperatura de 75...85°C, timp de 5...9 ore, sub agitare continua;
- foloseste un proces enzimatic pentru obtinerea hidrolizatului de collagen din gelatina, la un raport solid/lichid de 1/1, in care se regleaza pH=8 cu solutie 1 N hidroxid de sodiu si se hidrolizeaza cu 1...2% Protamex, la temperatura 55...70 °C, timp de 1...3 ore, sub agitare continua;
- foloseste procese compacte de extractie alcalino-enzimatica a cheratinei din deseuri de lana la un raport solid/lichid de 1/20, in care pentru hidroliza alcalina se foloseste 2...7% hidroxid de calciu si 2...7% hidroxid de potasiu, la temperatura la 85...95°C timp de 3...7 ore, sub agitare si timp de 32...48 ore static fara aport de caldura, pentru reglarea pH=8,0 se foloseste o solutie 20% acid oxalic, pentru hidroliza enzimatica se foloseste 1...3 % Protamex la temperatura 55...70°C timp de 2...5 ore sub agitare continua;
- foloseste procese simple pentru obtinerea biocomplexilor cu collagen si cheratina pentru stratul exterior sau stratul interior de drajare a semintelor de rapita;
- asigura un spectru larg de aminoacizi de origine naturala care induc efecte sistemice in plante si un aport de principii active naturale cu efecte pesticide, care elimina necesarul de neonicotinodoide.

Prin aplicarea inventiei se obtin urmatoarele avantaje:

- se obtine o crestere a energiei germinative a semintelor de rapita cu minimum 5%;
- se obtine o crestere a biomasei plantulelor cu minimum 10%, asociata cu o rezistenta sporita a plantelor si o crestere a viabilitatii;
- se obtine o crestere a calitatii semintelor provenite din culturi in care semintele au fost tratate cu biocomplecsi pe baza de collagen si cheratina inainte de insamantare, exprimata prin, care cresterea continutului de ulei de 10-25% (in functie de soiurile de seminte testate);
- se pune in valoare o resursa naturala de aminoacizi, disponibili plantelor fara consum energetic suplimentar, pentru sporuri de productie in agricultura, reducand consumul de aminoacizi de sinteza care prezinta dezavantajul continutului de enantiomeri;

- se recicleaza un deseu proteic, sub forma unui produs de inlocuire partiala sau totala a aminoacizilor de sinteza, care consuma resurse financiare mari pentru productie si genereaza costuri indirecte, pentru protectia mediului;
- se valorifica resursele naturale secundare, prin recuperarea cu randamente mari a azotului organic din piele animala lana reziduala, cu efecte favorabile legate de reducerea spatiilor necesare pentru depozitare, reducerea costurilor si a emisiilor generate de transport, respectarea legislatiei de mediu in vigoare;
- se folosesc procedee de obtinere a extractelor de collagen si cheratina (gelatina si hidrolizate) simple, eficiente, economice, reproductibile;
- se incurajeaza dezvoltarea agriculturii organice;
- se poate diversifica gama de extracte proteice, in functie de necesitatile specifice de biostimulare a germinatiei si de nutritie plantelor si a solului;
- se ofera o alternativa ecologica pentru accelerarea germinatiei semintelor, cresterea rezistentei plantelor la daunatori, sporirea productiilor agricole si a calitatii acestora, precum si imbunatatirea proprietatilor solului, eliminand cel putin partial remanenta substantele de sinteza chimica folosite in practica agricola curenta si implicit reducerea amprente de carbon.

Se dau in continuare doua exemple de realizare a inventiei:

Exemplul 1

Se extrage gelatina din fragmente reziduale de piele natabacita, tocata si dispersata in apa la un raport solid/lichid de 1:5, dupa corectarea pH-ului cu acid acetic 20%, pana la valoarea de $5,8 \pm 0,2$, sub agitare continua la temperatura de $75...85^{\circ}\text{C}$, timp de 5...9 ore. Masa de reactie se raceste liber pana la temperatura ambianta, apoi se raceste fortat la $4...6^{\circ}\text{C}$ timp de 20...24 ore. Dupa coagulare, se detaseaza si se indeparteaza stratul cu reziduuri de la baza, iar gelatina colectata, se concentreaza sub vid, la temperatura de $75...85^{\circ}\text{C}$, pana la o concentratie de 15...18% substanta uscata. Adaosurile sunt raportate la cantitatea de fragmente de piele. Se extrage hidrolizatul de cheratina din lana de ovine degresata, tocata si dispersata in apa la un raport solid/lichid de 1:20, cu temperatura de 80°C . Dispersia de lana in apa se mentine sub agitare la temperatura de 80°C timp de 1...3 ore, se adauga 2...7% hidroxid de calciu si 2...7% hidroxid de potasiu, se ridica temperatura la $85...95^{\circ}\text{C}$ si se agita timp de 3...7 ore, apoi suspensia, se supune racirii libere si se mentine static timp de 32...48 ore fara aport de caldura. Sub agitare continua, se regleaza pH=8,0 cu solutie 20% acid oxalic, se incalzeste la $55...70^{\circ}\text{C}$, se dozeaza 1...3 % Protamex si se agita timp de 2...5 ore la temperatura de 60°C , se dezactiveaza enzima prin ridicarea temperaturii la 90°C cu agitare timp de 15 minute. Se decanteaza timp de 16-24 ore, iar decantatul se filtreaza cantitativ, apoi se concentreaza la un raport 5:1. Adaosurile sunt raportate la cantitatea de lana. Gelatina obtinuta conform prezentei inventii, in proportie de 50...65% din masa totala de biocomplex se incalzeste la

60°C si sub agitare se aditiveaza cu 10...15% Glicerol timp de 15 minute. Hidrolizatul de cheratina obtinut conform prezentei inventii, in proportie de 15...20% din masa totala de biocompozit se incalzeste la 50°C si sub agitare se aditiveaza cu 0,5...5,0% amestec 1:1 uleiuri esentiale de *Thymus vulgaris L* si *Cinnamomum verum*, timp de 20 minute, apoi emulsia obtinuta se dozeaza peste gelatina aditivata cu glicerol si se agita timp de 20 minute la 50...65°C, se dozeaza 10...15% extract tanant de *Caesalpinia spinosa* cu continut de 5...15% substante tanante, se dozeaza 4...10% apa oxigenata cu concentratia 30%, se agita la 50...65°C timp de 1...2 ore apoi se raceste in forme, obtinandu-se un biocompozit care se solubilizeaza in apa calda pentru a fi aplicat ca strat exterior bioactiv, pe suprafata semintelor de rapita drajate cu compozitii practicate in mod curent. Adaosurile sunt raportate la masa totala de biocompozit.

Exemplul 2

Se extrage gelatina din fragmente reziduale de piele natabacita, tocata, la un raport solid/lichid de 1:5 sub agitare continua, dupa corectarea pH-ului cu acid acetic 20%, pana la valoarea de $5,8 \pm 0,2$, la temperatura de 75...85°C, timp de 5...9 ore. Masa de reactie se raceste liber pana la temperatura ambianta, apoi se raceste forat la 4...6 °C timp de 20...24 ore. Dupa coagulare, se detaseaza stratul cu reziduuri de la baza, iar gelatina colectata, se concentreaza sub vid, la temperatura de 75...85°C, pana la o concentratie de 15...18% substanta uscata. Gelatina obtinuta conform prezentei inventii se toaca, se disperseaza in apa la un raport 1:1, se incalzeste la 55...70°C, se regleaza pH=8 cu solutie 1 N hidroxid de sodiu si se hidrolizeaza enzimatic folosind 1...2% Protamex, cu agitare 1...3 ore, dupa care se dezactiveaza enzima prin ridicarea temperaturii la 90°C cu agitare timp de 15 minute, obtinandu-se un hidrolizat de collagen. Hidrolizatul de collagen obtinut conform prezentei inventii, se amesteca in proportie de 15...20%, cu 1,5...3,5% ulei esential de *Rosmarinus officinalis*, 1,5...2,5% complex de oligoelemente (Cu, Zn, Mg, Mn, Cu, Mo, B) chelate cu EDTA si 2,0...3,5% uree, pentru a forma un biocomplex pentru primul strat de drajare a semintelor de rapita, stratul interior, urmand ca stratul final, stratul exterior, sa fie format din amestecul de lianti cu 2,5...14,0% carboximetilceluloza, 1,5...3,5% hidroximetilceluloza, 0,5...1,5% dextrina si un amestec cu 2,0-3,0% diatomita, 6,0-7,5% bentonite si 2,0-3,0% carbonat de calciu.

PROCEDEU DE OBTINERE A UNOR BIOCOMPLECSI PE BAZA DE COLAGEN SI CHERATINA PENTRU STIMULAREA GERMINATIEI SEMINTELOR SI A NUTRITIEI PLANTELOR DE RAPITA

REVENDICARI

1. Procedeu de obtinere a unor biocomplecsi cu colagen si cheratina, **caracterizat prin aceea ca** foloseste gelatina extrasa din fragmente de piele bovina semiprelucrata, netabacita, la un raport solid/lichid de 1:5, dupa corectarea pH-ul cu acid acetic 20%, pana la valoarea de $5,8 \pm 0,2$, sub agitare continua, la temperatura de 75...85°C, timp de 5...9 ore, racire libera a masei de reactie pana la temperatura ambianta, apoi forat la 4...6 °C timp de 20...24 ore pentru coagulare, detasarea si indepartarea stratului cu reziduuri de la baza, concentrare sub vid, la temperatura de 75...85°C, pana la o concentratie de substanta uscata de 15...18%.
2. Procedeu conform revendicarii 1, **caracterizat prin aceea ca** foloseste hidrolizat de cheratina extras din lana de ovine degresata, tocata si dispersata in apa, la un raport solid/lichid de 1:20, sub agitare la temperatura de 80°C timp de 1...3 ore, adaugare 2...7% hidroxid de calciu si 2...7% hidroxid de potasiu, ridicarea temperaturii la 85...95°C si agitare timp de 3...7 ore, racire libera si mentinere static timp de 32...48 ore fara aport de caldura, reglare pH=8,0 cu solutie 20% acid oxalic sub agitare continua, incalzire la 55...70°C, dozare 1...3 % Protamex si agitare timp de 2...5 ore la temperatura de 55...70°C, dezactivare enzima prin ridicarea temperaturii la 90°C cu agitare timp de 15 minute, decantare timp de 16-24 ore, filtrare cantitativa si concentrare la un raport 5:1.
3. Procedeu conform revendicarilor 1 si 2, **caracterizat prin aceea ca** foloseste gelatina obtinuta conform revendicarii 1, in cantitate reprezentand 50...65% din masa totala de biocomplex preparat, incalzita la 50-65°C, aditivata cu 10...15% Glicerol sub agitare timp de 15 minute, peste care se adauga hidrolizatul de cheratina obtinut conform revendicarii 2, in cantitate reprezentand 15...20% din masa totala de biocompozit preparat, incalzit la 50-65°C si sub agitare timp de 20 minute, aditivat cu 0,5...5,0% amestec 1:1 uleiuri esentiale de *Thymus vulgaris L* si *Cinnamomum verum*, agitare amestec timp de 20 minute la 50...65°C, adaugare 10...15% extract tanant de *Caesalpinia spinosa* cu continut de 5...15% substante tanante, adaugare 4...10% apa oxigenata cu concentratia 30%, agitare la 50...65°C timp de 1...2 ore, racire in forme, obtinandu-se un biocompozit, care se solubilizeaza in apa calda de 40-60 °C pentru a fi aplicat ca nou strat exterior bioactiv, pe suprafata semintelor de rapita drajate cu compozitii practicate in mod curent.
4. Procedeu conform revendicarii 1, **caracterizat prin aceea ca** foloseste gelatina obtinuta conform revendicarii 1, toacata, dispersata in apa la un raport 1:1, cu pH=8 reglat cu solutie 1 N hidroxid

de sodiu, care se hidrolizeaza enzimatic cu 1...2% Protamex, la temperatura 55...70 °C, sub agitare 1...3 ore, dezactivare enzima prin ridicarea temperaturii la 90°C, sub agitare timp de 15 minute, obtinandu-se un hidrolizat de collagen, care se amesteca in proportie de 15...20%, cu 1,5...3,5% ulei esential de *Rosmarinus officinalis*, cu 1,5...2,5% complex de oligoelemente (Cu, Zn, Mg, Mn, Cu, Mo, B) chelate cu EDTA, cu 2,0...3,5% uree, obtinandu-se un biocomplex care se aplica pentru formarea unui strat interior aplicat pe suprafata semintelor de rapita nedrajate, care ulterior se acopera cu un strat exterior, format dintr-un amestec ce contine 2,5...14,0% carboximetilceluloza, 1,5...3,5% hidroximetilceluloza, 0,5...1,5% dextrina, 2,0-3,0% diatomita, 6,0-7,5% bentonite si 2,0-3,0% carbonat de calciu, pentru a forma un nou tip de crusta de drajare a semintelor de rapita.

5. Biocomplex cu gelatina si cheratina hidrolizata, obtinut conform revendicarii 3, **caracterizat prin aceea ca** are in compozitie 50...65% gelatina obtinuta conform revendicarii 1, 10-15% Glicerol, 15-20% hidrolizat de cheratina obtinut conform revendicarii 2, 0,5...5,0% amestec 1:1 uleiuri esentiale de *Thymus vulgaris L* si *Cinnamomum verum*, 10-15% extract de *Caesalpinia spinosa* cu continut de 5...15% substante tanante, 4...10% apa oxigenata cu concentratia 30%, care se foloseste pentru formarea unui nou strat exterior, bioactiv, pe suprafata semintelor de rapita drajate cu compozitii practicate in mod curent, pentru biostimulare, cresterea energiei germinative si a nutritiei plantelor, in scopul reducerii aportului de pesticide de sinteza si a cresterii calitative si cantitative a productiei de seminte.
6. Biocomplex cu hidrolizat de collagen, obtinut conform revendicarii 4, **caracterizat prin aceea ca** are in compozitie 15...20% hidrolizat de collagen obtinut conform revendicarii 4, 1,5...3,5% ulei esential de *Rosmarinus officinalis*, 1,5...2,5% complex de oligoelemente (Cu, Zn, Mg, Mn, Cu, Mo, B) chelate cu EDTA, 2,0...3,5% uree, care se foloseste pentru formarea stratului interior, primului strat aplicat pe suprafata semintelor de rapita nedrajate, care ulterior se acopera cu un strat exterior format dintr-un amestec de 2,5...14,0% carboximetilceluloza, 1,5...3,5% hidroximetilceluloza, 0,5...1,5% dextrina, 2,0-3,0% diatomita, 6,0-7,5% bentonite si 2,0-3,0% carbonat de calciu, cele doua straturi de acoperire, formand un nou tip de crusta de drajare pe suprafata semintelor, pentru biostimulare, cresterea energiei germinative si a nutritiei plantelor, in scopul reducerii aportului de pesticide de sinteza si a cresterii calitative si cantitative a productiei de seminte.