

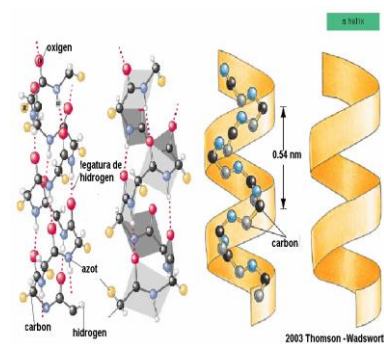


Raport final de activitate

Perioada de implementare: 2018-2020

**Proiectul cu titlul "MATERIALE COMPOZITE PE BAZA DE COLAGEN OBTINUTE PRIN PROCESAREA DESEURILOR DE PIELE PENTRU BIOFERTILIZATORI INTELIGENTI"
AGRO SMARTGEL**

Contract UEFISCDI nr. 11/2018



Avizat, Coordonator proiect,

**Prof. Emerit Aurelia Meghea,
Director UPB-CPMTE**

OBIECTIVELE GENERALE ALE PROIECTULUI

Obiectivul general al proiectului AGRO-SMARTGEL consta in conceperea, construirea si testarea unui modul demonstrator pentru un fertilizator INTELIGENT, prin utilizarea unei biotehnologii inovative de conversie a deseurilor de piele intr-o matrice colagenica cu micro/macroelemente incapsulate. Incorporarea micro/macroelementelor in matricea colagenica va conduce la produse functionale in industria de procesare a pielii, ca agent de umplere, precum si in agricultura ca biostimulator cu eliberare controlata pentru cresterea plantelor.

1. OBIECTIVELE PREVĂZUTE/REALIZATE

1.1. ETAPA I, 2018: Validare tehnologie laborator pentru obtinerea matricii colagenice cu nutrienti incapsulati si a biofertilizatorului SMART in conditii agrochimice simulate de operare

Activitatea 1.1: Elaborarea fluxului procesului tehnologic de obtinere a matricii colagenice NPK din deseuri de piele P2 – ICPI, (P3 - FORTH/ICEHT – Grecia)

Pe baza documentatiei tehnice privind posibilitatile de valorificare in conditii ecologice ale surselor proteice provenite din deseurile din industria de pielarie, s-a elaborat schema de flux tehnologic pentru obtinerea matricii colagenice dopate cu elemente nutritive pentru realizarea de fertilizanti inteligenti utilizati pentru ameliorarea solurilor sarace din agricultura (Fig. 1).

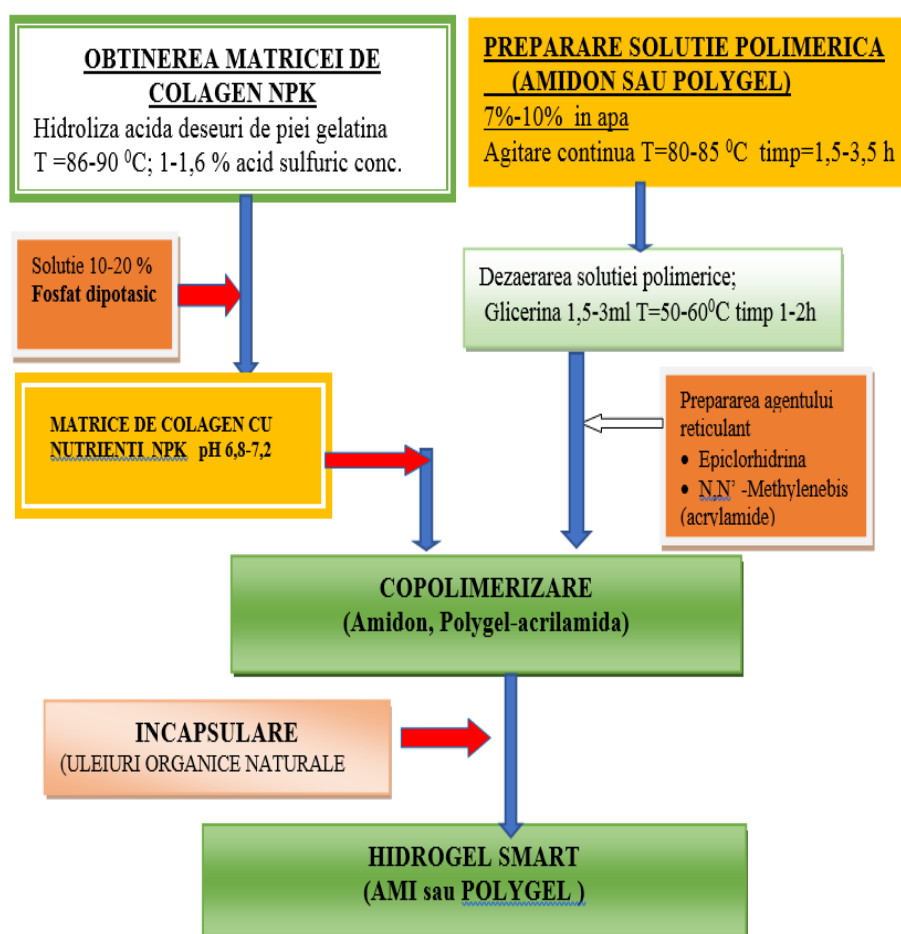


Fig 1. Schema de flux a tehnologiei cadru de obtinere a hidrogelurilor colagenice SMART

Activitatea 1.2: Selectarea parametrilor de operare relevanti si stabilirea fazelor procesului – P1 – PIELOREX

Partenerul industrial - **PIELOREX**, prin consultare cu partenerul ICPI, a participat la selectarea parametrilor de operare relevanti din cadrul fazelor procesului tehnologic. S-a stabilit protocolul de caracterizare analitica si instrumentala pentru controlul de calitate al produselor colagenice obtinute in faza de laborator.

Activitatea 1.3 – Testarea si optimizarea parametrilor procesului – P1 - PIELOREX - Romania, P3 - FORTH/ICEHT – Grecia

In vederea optimizarii procesului de obtinere a fertilizatorilor SMART s-a avut in vedere modificarea chimica, respectiv, functionalizarea materialelor colagenice. Pe baza aprofundarii etapelor mecanismului de modificare chimica au rezultat si posibilitatile de optimizare ale parametrilor procesului tehnologic la trecerea de la faza de laborator la faza de pilot industrial, care s-a realizat in etapele urmatoare de derulare a proiectului, in colaborare cu partenerii din Grecia.

Activitatea 1.4: Testarea biodegradabilitatii biocompozitului inainte si dupa fertilizare – CO-UPB

Pentru testarea biodegradabilitatii inainte si dupa fertilizare au fost identificate metodele de analiza conform standardelor in vigoare pentru deseurile polimerice. Folosind echipamentele achizitionate s-au realizat instalatiile pentru testarea biodegradabilitatii, iar cu ajutorul reactivilor procurati s-au pus la punct metodele de analiza corespunzatoare.

Activitatea 1.5 : Evaluare agrochimica si microbiologica a diferitelor tipuri de sol inainte si dupa fertilizare cu biocompozitul SMART – CO-UPB

Pe baza analizei pedologice a solurilor din Romania s-au selectat solurile sarace ce urmeaza sa fie supuse testarilor de ameliorare cu noii fertilizanti de tip SMARTGEL. S-au precizat metodele analitice de caracterizare agrochimica a solurilor si s-a adaptat procedura de evaluare agrochimica a diferitelor tipuri de sol tratate cu noile materiale biocompozite. S-a realizat o **Baza de date** privind caracterizarea taxonomica a solurilor din Romania. Se prezinta metoda de testare agrochimica a solurilor precum si metodele de caracterizare a solurilor inainte si dupa fertilizare.

Activitatea 1.6: Diseminarea rezultatelor prin copublicatii si participari la conferinte stiintifice internationale – CO-UPB, P1-PIELOREX, P2-ICPI, P3-FORTH/ICEHT, SIRMET

Rezultate: Prezantari tip poster la 5 conferinte internationale cu lucrari in comun, 2 lucrari publicate in Proceeding ISI si o lucrare pregatita pentru publicare intr-o revista ISI.

1.2. ETAPA II, 2019: Dezvoltarea, implementarea si validarea procesului tehnologic de obtinere a biofertilizatorului SMART

Activitatea 2.1: Testarea si optimizarea parametrilor de obtinere a biofertilizatorului SMART cu elemente nutritive incapsulate – P1-PIELOREX, P2-ICPI, P3-FORTH/ICEHT – Grecia

Pe baza rezultatelor preliminare obtinute in etapa 2018, in etapa a doua s-a verificat si finalizat metoda de obtinere a agrocolagenului SMART cu nutrienti incapsulati si s-au optimizat parametrii de obtinere a produselor derivate prin functionalizare cu polimeri naturali si sintetici in Romania (amidon, dolomita si poliacrilamida) si cu un polimer de sinteza, P(SSNa-co-GMAx), furnizat de partenerul P3-**FORTH/ICEHT** din Grecia. Testarea derivatelor de agrocolagen SMART s-a realizat atat in Romania, cat si in Grecia pe soluri

indigene. O valoare adaugata suplimentara in cadrul acestei colaborari s-a realizat prin testarea produselor romanesti pe soluri extrem de sarace din Grecia, pentru care s-a constatat o ameliorare a calitatii acestora prin cresterea continutului de nutrienti.

Activitatea 2.2: Monitorizarea includerii fertilizatorilor in hidrogel si a vitezei lor de eliberare – P3-FORTH/ICEHT – Grecia, CO-UPB, P2-ICPI

Eficienta includerii nutrientilor in produsele agrocolagen SMART, precum si eliberarea acestora la nivelul plantelor cultivate pe solurile amendate cu acestea s-a testat atat in Grecia cat si in Romania, cu accent pe analiza comportarii solurilor grecesti, mult mai sarace in nutrienti. Analiza rezultatelor obtinute la monitorizarea includerii noilor produse agrocolagenice SMART a evidentiat potentialul fertilizator de aplicare al acestora.

Activitatea 2.3: Controlul eliberarii nutrientilor din biofertilizator catre diferite medii: sol, nisip, apa – CO-UPB, P3-FORTH/ICEHT – Grecia

In vederea demonstrarii caracteristicilor agrochimice ale probelor de colagen hidrolizat cu continut de nutrienti si functionalizat cu polimeri sintetici si naturali s-a testat gradul de biodegradabilitate al fertilizantilor de tip agrocolagen SMART in diferite medii: sol, nisip, apa, precum si in conditii de compostare cu doua tipuri de sol sarac in nutrienti furnizate de partenerii din Grecia. In acest context s-a determinat capacitatea unor fertilizanti de tip agrocolagen SMART obtinuti din deseuri de piele de a se biodegrada in conditii aerobe in mediu apos sau in conditii de compostare si de a elibera nutrienti compusi oxidabili, azot amoniacal si fosfor din ortofosfati. Dintre fertilizantii testati, proba functionalizata cu biopolimerul amidon a fost cel mai usor de biodegradat atat in mediu apos cat si in conditii de compostare, dupa cum era de asteptat. Experimentele de compostare s-au realizat pentru doua tipuri de sol sarac din Grecia si s-a constatat ca solul lutos are o capacitate mai mare de retinere a nutrientilor fata de solul argilos.

Activitatea 2.4: Dezvoltarea procesului tehnologic de obtinere a biofertilizatorului SMART cu elemente nutritive incapsulate CO – UPB, P1-PIELOREX, P2-ICPI, P3-FORTH/ICEHT – Grecia, P4-SIRMET – Grecia

Prin colaborarea interactiva dintre toti partenerii implicati in proiect, atat din Romania cat si din Grecia s-a realizat schema procesului tehnologic cadru de obtinere a agrocolagenului SMART din deseuri de piei gelatina, cu precizarea etapelor tehnologice si a conditiilor de operare. In urma consultarilor cu partenerii din Romania pozitia reactorului principal a fost modificata din pozitie orizontala in pozitie inclinata vertical in vederea facilitarii separarii fazelor la obtinerea hidrogelului SMART, (figura 2).

Activitatea 2.5: Elaborarea documentatiei tehnico-economice pentru obtinerea biofertilizatorului SMART cu elemente nutritive incapsulate – CO – UPB, P1-PIELOREX, P2-ICPI, P3-(FORTH/ICEHT – Grecia), P4-SIRMET - Grecia

S-a realizat un studiu tehnico-economic privind estimarea costurilor de fabricatie precum si prospectarea pietei principalilor furnizori de deseuri de piele.

Activitatea 2.6: Dimensionarea instalatiei pilot, proiectarea sistemelor de automatizare si control – P3-FORTH/ICEHT – Grecia, P4-SIRMET – Grecia, CO – UPB, P1-PIELOREX, P2-ICPI

De aceasta etapa au raspuns partenerii **P3-FORTH/ICEHT** si **P4-SIRMET** din Grecia si s-a realizat conform discutiilor purtate la intalnirea de lucru a intregii echipe de proiect din 10-14 aprilie 2019, Grecia, Patras si a informatiilor furnizate de catre partenerii romani P1-PIELOREX, P2-ICPI si CO-UPB.

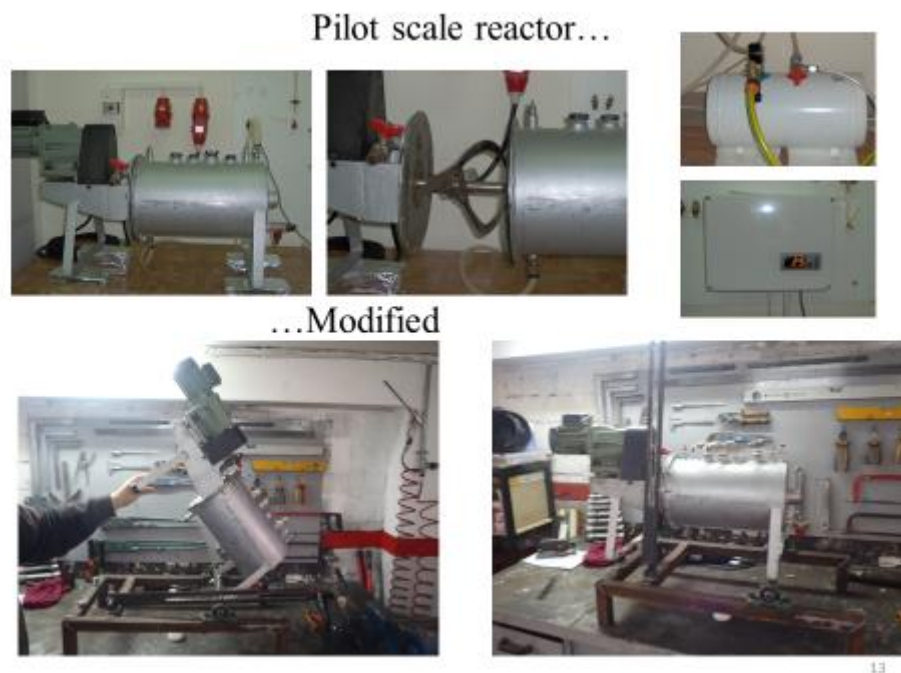


Fig. 2. Reactorul la scara pilot initial (sus) si modificat (jos)

Activitatile 2.7-2.9 referitoare la constructia si testarea instalatiei pilot in Grecia precum si pregatirea documentatiei pentru fabricarea biofertilizatorului SMART de care au raspuns EXCLUSIV partenerii din Grecia, au fost decalate si realizate in Etapa a III-a pe anul 2020.

Activitatea 2.10: Diseminarea rezultatelor prin copublicatii si participari la conferinte stiintifice internationale – CO – UPB, P1-PIELOREX, P2-ICPI, P3-FORTH/ICEHT – Grecia, P4-SIRMET – Grecia.

Diseminarea rezultatelor s-a realizat prin participare la 4 conferinte internationale, din care la una cu o lucrare invitata si 3 poster, una in colaborare si cu partenerul P3 din Grecia, publicarea a 5 articole, din care 4 in volumele unor conferinte internationale ISI si o copublicatie Grecia-Romania intr-o revista ISI: I. Tzoumani, G. Ch. Lainioti, A. Aletras, G. Zainescu, S. Stefan, A. Meghea, J. K. Kallitsis, "Modification of collagen derivatives with water soluble polymers for the development of cross-linked hydrogels for controlled release", **MATERIALS** 2019, 12, 4067; doi:10.3390/ma12244067.

Activitatea 2.11: Protejarea drepturilor de proprietate industriala – CO – UPB, P1-PIELOREX, P2-ICPI, P3-FORTH/ICEHT – Grecia, P4-SIRMET – Grecia

Rezultate faza: a fost inregistrata o cerere de brevet. Cu nr. A00740/14.11.2019, **Procedeu de obtinere a unor agro-hidrogeluri pe baza de colagen si amidon/dolomita**, Zainescu Gabriel, Meghea Aurelia, Constantinescu Rodica Roxana, Manea-Saghin Ana-Maria.

1.3. ETAPA III, 2020 – Finalizarea proiectului

In cele 3 luni ale ultimei perioade de raportare s-au continuat si realizat si activitatile amanate din perioada anterioara de raportare, 2019, si anume activitatile 2.7-2.9, cu exceptia transportarii si testarii instalatiei pilot construite de partenerul SIRMET din Grecia in Romania, ca urmare a decalarii cu 6 luni a semnarii contractului in Grecia fata de Romania,

asa cum s-a mentionat anterior. Din cauza restrictiilor de circulatie internationale provocate de pandemia cu noul virus COVID 19, acest transport catre Romania nu a mai avut loc, receptia testarii instalatiei fiind realizata in Patras, Grecia de catre cei doi parteneri **P3-FORTH/ICEHT**, **P4-SIRMET**, direct raspunzatori de indeplinirea acestor activitati si a fost asistata prin internet de partenerii din Romania.

Experimentele pe instalatia pilot (Fig. 3) s-au realizat conform instructiunilor din **Manualul de operare** elaborat de firma SIRMET in colaborare cu grupul FORTH/ICEHT din Grecia, tinand seama de procedurile aplicate de echipa din Romania in etapa precedenta.



Fig. 3. Instalatia pilot construita de firma SIRMET

Activitatea 3.1. Intocmirea unui Ghid de aplicare a biofertilizatorului SMART in agricultura - CO – UPB, P2-ICPI, P3-FORTH/ICEHT – Grecia

Pe baza rezultatelor preliminare din etapele 2018 - 2019, in aceasta etapa s-a intocmit **Ghidul de aplicare in agricultura a biofertilizatorilor SMART**, elaborat pe baza **metodologiei de autorizare in agricultura** (ca ameliorator pentru soluri degradate) a hidrogelurilor obtinute din deseuri de piei animale. Pe baza rezultatelor obtinute pe intreaga perioada de derulare a proiectului se poate conchide ca deseurile de piele pot fi utilizate ca materie prima pentru obtinerea de biofertilizanti de tip ingrasaminte organice cu eliberare lenta de nutrienti de tip N, P, K. Testele efectuate in vase de vegetatie pe soluri sarace de tip argilos, lutos si argilos calcaros au evidentiat eficienta acestora.

Aceste ingrasaminte au dat rezultate multumitoare pentru culturile de floarea soarelui, porumb si soia. Raportul $N:P_2O_5:K_2O$ evidentiaza faptul ca acesti biofertilizanti pot fi utilizati cu succes pentru un numar insemnat de culturi de cereale, plante leguminoase, pomi fructiferi si vita de vie.

Activitatea 3.2: Protejarea drepturilor de proprietate industrială – CO – UPB, P1-PIELOREX, P2-ICPI, P3-FORTH/ICEHT – Grecia, P4-SIRMET – Grecia

Rezultate faza: Data fiind situația de urgență generată de virusul COVID 19, universitățile și instituțiile publice din Grecia au fost închise încă din luna februarie, brevetul va fi realizat în perioada următoare pe baza rezultatelor comune obținute în proiect, termenul de finalizare a proiectului în Grecia fiind 30 septembrie 2020.

1.4. CONCLUZII FINALE

Deși a existat un decalaj de 6 luni între datele de semnare a contractelor de finanțare în România (2 aprilie 2018) și Grecia (1 octombrie 2018) încă de la inițierea proiectului s-a realizat o permanentă comunicare atât sub aspect managerial, privind definitivarea și semnarea Acordului de colaborare, cât și sub aspect tehnico-stiințific.

Astfel, Partenerii din Grecia au participat, prin susținere financiară din surse proprii, la Kick-off meetingul organizat de Coordonator – UPB la București în perioada 19-23 aprilie 2018.

În urma optimizării parametrilor de proces pe instalația pilot de laborator s-au obținut o serie de produse ca fertilizanti pe baza de agrocologen, cu nutrienți încapsulați și funcționalizare cu polimeri naturali și sintetici.

Schema procesului tehnologic cadru pentru obținerea agrocologenului SMART, însoțită de detaliile privind etapele tehnologice și condițiile de operare au fost analizate de către toți partenerii la întâlnirea de lucru din Patras (aprilie 2019) și au fost transmise partenerilor greci pentru proiectarea și realizarea instalației pilot.

Din cauza decalajului de 6 luni între datele de semnare a contractelor de finanțare în România, etapa a doua a proiectului derulată în anul 2019 au fost necesare replanificări ale unor activități legate de construirea instalației pilot de fabricare a biofertilizatorului la partenerul SIRMET din Grecia, activități amânate și realizate în ultima etapă de 3 luni ale anului curent. În felul acesta s-a reușit îndeplinirea atât a activităților amânate, cât și a celor prevăzute pentru finalizarea proiectului.

Astfel, în ultima etapă s-a finalizat construcția instalației pilot de către firma SIRMET din Grecia și s-a realizat recepționarea și testarea funcționării acesteia de către grupul FORTH/ICEHT – Patras – coordonatorul echipei din Grecia.

Manualul de operare a instalației pilot cuprinde descrierea tehnică a procesului tehnologic de obținere a biofertilizatorului SMART, cu detalierea celor 6 faze incluse în diagrama instalației și conexiunile dintre echipamentele componente întregii instalații pilot.

Testarea eficienței agrochimice a acestor fertilizanti de tip agrocologen SMART s-a realizat pe soluri indigene din cele două țări. În acest context, trebuie menționat că o valoare adăugată suplimentară în cadrul acestei colaborări s-a realizat prin testarea produselor românești pe soluri extrem de sărace din Grecia, pentru care s-a constatat o ameliorare a calității acestora prin creșterea conținutului de nutrienți monitorizați.

Pe baza rezultatelor obținute pe întreaga perioadă de derulare a proiectului se poate conchide că deseurile de piele pot fi utilizate ca materie primă pentru obținerea de biofertilizanti de tip îngrășăminte organice cu eliberare lentă de nutrienți de tip N, P, K. Testele efectuate în vase de vegetație pe soluri sărace de tip argilos, lutos și argilos calcaros au evidențiat eficiența acestora.

Aceste îngrășăminte au dat rezultate multumitoare pentru culturile de floarea soarelui, porumb și soia. Raportul N:P₂O₅:K₂O evidențiază faptul că acești biofertilizanti pot fi utilizați cu succes pentru un număr însemnat de culturi de cereale, plante leguminoase, pomi fructiferi și vita de vie.

Cel mai eficient dintre biofertilizanti este AMI-Gelul ale cărui doze recomandate pentru fertilizarea solurilor studiate (soluri foarte sărace) și pentru culturile analizate s-au

situat între 25t/ha pentru culturile în câmp pe sol lutos și peste 92 t/ha pentru sol argilos calcaros pentru plantații pomicole.

În aceste condiții recomandarea ar fi ca acești fertilizanti să fie utilizați cu precădere pentru culturi în câmp și culturi de legume pentru toate cele trei tipuri de soluri. Pe baza acestor cercetări și testări s-a realizat **Ghidul de aplicare a biofertilizatorului SMART în agricultură**.

Colaborarea fructuoasă dintre echipele partenere din România și Grecia deschide premisele participării și în alte proiecte internaționale comune, de tip EUREKA și ORIZONT EUROPA 2021-2027.

2. GRADUL DE ATINGERE A REZULTATELOR ESTIMATE

Se poate aprecia că toate obiectivele prevăzute au fost finalizate în condiții foarte bune, iar rezultatele preconizate au fost integral realizate.

3. MODUL DE ATRIBUIRE ȘI EXPLOATARE A DREPTURILOR DE PROPRIETATE INTELECTUALĂ, DE PRODUCȚIE ȘI DIFUZARE

▪ Prezentări tip poster sau invitate la conferințe internaționale

Lucrări comunicate în comun ale Coordonatorului UPB și partenerii din România:

1. Gabriel Zăinescu, Aurelia Meghea, Roxana Constantinescu, "High yield hydrogel systems obtained from leather wastes", The 4th International Congress on Water, Waste and Energy Management, 18-20 Iulie 2018, Madrid, Spania;
2. Gabriel Zăinescu, Aurelia Meghea, Rodica Roxana Constantinescu, "Obtaining a Collagen Based Fertilizer - Smart Hydrogel", The International Symposium "Priorities of Chemistry for a Sustainable Development" – PRIOCHEM XIV-th Edition, ICECHIM, 10 – 12 Octombrie 2018, București, România;
3. Aurelia Meghea, Gabriel Zăinescu, Ana-Maria Manea-Saghin, "Smart biocomposites for agriculture applications", Sixth International Workshop on Advanced Nano and Biomaterials and Their Device Applications, 12-16 mai 2019, România, Cluj-Napoca. – **invitata**
4. Daniela Simina Stefan, Ana-Maria Manea-Saghin, Aurelia Meghea, Mircea Stefan, "Study of the Biodegradability and the Leachability of Composite Fertilizers Obtaining from Pelt skin waste", 21st ROMANIAN INTERNATIONAL CONFERENCE ON CHEMISTRY AND CHEMICAL ENGINEERING, 4-7 septembrie 2019, România, Constanța.

Lucrări comunicate în comun – partenerii din România și Grecia

5. Carolina Constantin, Aurelia Meghea, Gabriel Zăinescu, Joannis Kallitsis, George Syriopoulos, "Comparative study of poor soils Romania – Greece", Global and regional in Environmental Protection, 15-17 Noiembrie, Timișoara, România.
6. Ana-Maria Manea-Saghin, Daniela Simina Stefan, Gabriel Zăinescu, Joannis Kallitsis, Aurelia Meghea, "Release of organic compounds from different types of fertilizers obtained from skin waste", 19th International Multidisciplinary Scientific GeoConference SGEM 2019, 9-12 decembrie 2019, Austria, Viena.

Lucrări comunicate în comun și publicate în volumele unor conferințe internaționale ISI Coordonatorului UPB și Partenerul P2- ICPI

7. Gabriel Zăinescu, Aurelia Meghea, Roxana Constantinescu, "Agrosmartgel from organic biocomposites", The International Conference SGEM Vienna Green 2018, 3-6 decembrie 2018, Viena, Austria;
8. Daniela Simina Stefan, Ana-Maria Manea-Saghin, Gabriel Zăinescu, Aurelia Meghea, Mircea Stefan, "Comparative methods for skin and hide waste capitalisation", The International Conference SGEM Vienna Green 2018, 3-6 decembrie 2018, Viena, Austria.

9. Daniela Simina Stefan, Ana-Maria Manea-Saghin, Aurelia Meghea, Mircea Stefan, “Biodegradation of Composite Fertilizers in Aerobic Aqueous and Composting conditions”, XIX International Multidisciplinary Scientific GeoConference SGEM 2019, 28 iunie – 7 iulie 2019, Bulgaria, Albena.

- **Articol publicat in revista cotata ISI**

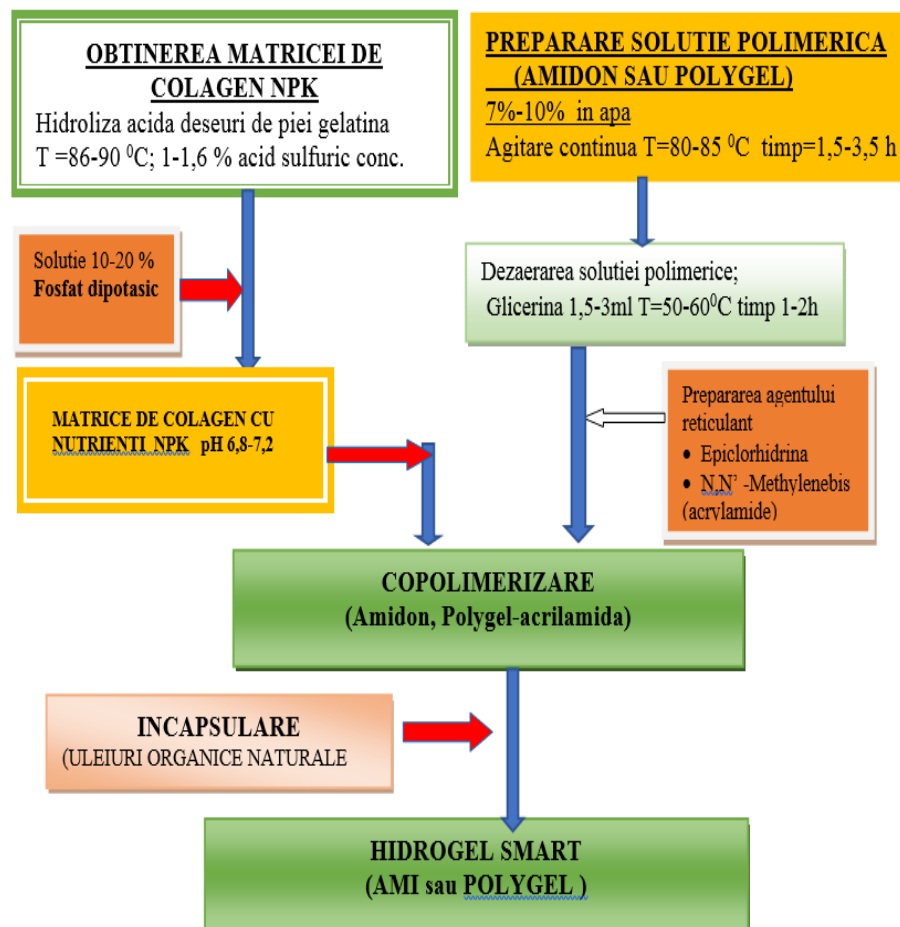
Ioanna Tzoumani, Georgia Ch. Lainioti, Alexios Aletras, Gabriel Zainescu, Simina Stefan, Aurelia Meghea, Joannis K. Kallitsis, “Modification of collagen derivatives with water soluble polymers for the development of cross-linked hydrogels for controlled release”, **MATERIALS** 2019, 12, 4067; doi:10.3390/ma12244067.

- **Brevet inregistrat la OSIM**

Brevet nr. A00740/14.11.2019, **Procedeu de obtinere a unor agro-hidrogeluri pe baza de colagen si amidon/dolomita**, Zainescu Gabriel, Meghea Aurelia, Constantinescu Rodica Roxana, Manea-Saghin Ana-Maria.

4. REZULTATE SEMNIFICATIVE OBTINUTE SI IMPACTUL ACESTORA

- A fost elaborata schema de flux a procesului tehnologic de obtinere a matricii colagenice NPK din deseuri de piele.



Schema de flux a tehnologiei cadru de obtinere a hidrogelurilor colagenice SMART

- Dezvoltarea procesului tehnologic de obtinere a biofertilizatorului SMART cu elemente nutritive incapsulate

Pilot scale reactor...



...Modified



Reactorul la scara pilot initial (sus) si modificat (jos)

- Cel mai eficient dintre noii biofertilizanti testati este produsul pe baza de colagen hidrolizat functionalizat cu colagen - AMIGEL, care a fost recomandat pentru fertilizarea solurilor sarace in doza de 25t/ha pentru culturile in camp.
- A fost inregistrat la OSIM Brevetul nr. A00740/14.11.2019, Procedeu de obtinere a unor agro-hidrogeluri pe baza de colagen si amidon/dolomita, Zainescu G, Meghea A, Constantinescu R, Manea-Saghin AM.
- Rezultatele originale ale cercetarilor au fost comunicate la 6 conferinte stiintifice internationale (2 in colaborare cu partenerii din Grecia), 3 lucrari publicate in volumele unor conferinte internationale ISI si o lucrare publicata in revista ISI de prestigiu, MATERIALS, in colaborare cu partenerii din Grecia.