

## Progam NUCLEU

Cod proiect: PN 18.30.01.03

### Denumirea programului NUCLEU/acronim:

*Tehnologii și sisteme inovative pentru îmbunătățirea și optimizarea proceselor din agricultură și industria alimentară/AGRI-SINOPT*

### Denumirea obiectivului:

*1. Tehnologii și sisteme inovative pentru producerea de bioresurse*

### Denumirea proiectului:

*Biocompozite fertilizante granulare ecologice pe baza de turba*

### Obiectivul proiectului:

Obiectivele proiectului constau in elaborarea tehnologiei de obtinere prin extrudare a biocompozitelor eco-fertilizante granulare pe baza de turba, realizarea materialului biocompozit eco-fertilizant granular pe baza de turba si efectuarea de experimentari in vederea optimizarii si definitivarii solutiei tehnologice.

### Fazele de execuție ale proiectului:

*Faza 1/2018: Studiu prospectiv privind metodele de producere a biocompozitelor fertilizante pe baza de turba*

*Faza 2/2018: Elaborarea tehnologiei de realizare prin extrudare a biocompozitelor eco-fertilizante granulare pe baza de turba*

*Faza 3/2018: Realizare materiale biocompozite eco-fertilizante granulare pe baza de turba;*

*Faza 4/2018: Experimentari in vederea caracterizarii materialelor biocompozite eco-fertilizante granulare pe baza de turba; Demonstrare*

*Faza 5/2018: Optimizarea variantelor in vederea definitivarii tehnologiei. Diseminarea pe scară largă prin comunicarea si publicarea rezultatelor.*

### Rezultatele estimate:

- Studiu prospectiv privind metodele de producere a biocompozitelor fertilizante pe baza de turba;
- Tehnologie de realizare prin extrudare a biocompozitelor eco-fertilizante granulare pe baza de turba;
- Material biocompozit eco-fertilizant granular pe baza de turba;
- Experimentari in vederea caracterizarii materialelor biocompozite eco-fertilizante granulare pe baza de turba;

- Demonstrarea utilitatii si functionalitatii tehnologiei si a produsului biocompozit eco-fertilizant;
- Lucrări științifice în reviste de specialitate, comunicări științifice, cerere de brevet, poster, fișă tehnică și pagină web.

## Rezumatul proiectului

În ultimul timp, cercetările în domeniul fertilizantilor se concentrează asupra reducerii impactului negativ al utilizării acestora asupra mediului și consumatorilor și asupra găsirii de surse de îngrășăminte noi, mai puțin costisitoare. Există preocupări pentru realizarea de: amelioratori organici, care trebuie adăugați solului in situ în primul rând pentru a-și menține sau îmbunătăți proprietățile fizice și care pot îmbunătăți într-o oarecare măsură și proprietățile chimice și/sau biologice sau activitatea sa; îngrășăminte organice derivate din materii prime organice de origine animală sau vegetală, compuse din componenți organici la care principalele elemente de fertilizare sunt legate chimic în formă organică sau fac parte din material: îngrășăminte organo-minerale obținute prin reacție chimică sau prin amestecarea uscată a uneia sau mai multor îngrășăminte organice și/sau a uneia sau mai multor matrici organice cu una sau mai multe îngrășăminte anorganice.

Substanțele organice aplicate pe terenurile agricole favorizează dezvoltarea și creșterea plantelor deoarece furnizează macro și micronutrienți, reduc toxicitatea solului prin complexarea metalelor grele, îmbunătățesc caracteristicile fizice și chimice ale solului și previn pierderile de nutrienți prin leșiere. Fertilizarea organică a solului reduce sau chiar exclude nevoia de agrochimicale și îngrășăminte minerale a căror utilizare extinsă conduce la dezechilibre economice și de mediu

Turba este un material organic complex care constă din fibre de resturi de plante mai mult sau mai puțin descompuse care conțin hemiceluloză, celuloză, acizi humici, acizi fulvici, bitumuri, ceruri, rășini, cenușă. În cazul aplicării pe sol a turbei sub forma brută se realizează doar îmbunătățirea structurii solului și creșterea conținutului de masă organică a acestuia.

Proiectul își propune îmbunătățirea rolului de fertilizant al turbei prin realizarea unor biocompozite granulare pe bază de turbă, cu adaosuri de microelemente și stimulatori, utilizate ca fertilizatori în agricultura ecologică, în special pentru culturile de legume.

Tema răspunde nevoilor unei agriculturi ecologice tot mai intensive care presupune combinarea fertilizanților chimici (N, P, K) cu biostimulatori cum sunt acizi huminici, acizi fulvici, fitohormoni etc. pentru a asigura atât îmbunătățirea randamentului de utilizare a macroelementelor (N, P, K) cât și creșterea cantitativă și calitativă a producției agricole.

Se realizează de asemenea o valorificare superioară a zăcămintelor de turbă din țară, unele, în special cele de turbă eutrofă, bine descompuse și deci cu un conținut ridicat de substanțe humice în componența cărora intră acizii huminici și fulvici.

## STADIUL DE REALIZARE

### Activități realizate și rezultate obținute

#### 1. *Studiu prospectiv privind metodele de producere a biocompozitelor fertilizante pe baza de turbă*

Studiul prospectiv, ce constituie obiectul prezentei faze, abordează următoarele probleme:

#### ❖ **ASPECTE AGROCHIMICE ÎN RELATIA SOL-PLANTA –elemente nutritive: clasificare, formula, rol în creșterea plantelor**

Pentru creșterea și dezvoltarea plantelor, solul este sursa principală de elemente nutritive, atât cele din rezerva proprie cât și cele rezultate prin completare cu îngrășăminte.

Pornind de la rolul și de la importanța elementelor nutritive în procesele de creștere și dezvoltare a plantelor, ele pot fi clasificate în: elemente esențiale, elemente utile și alte elemente.

Elementele esențiale se împart în: macroelemente primare (C, H, O, N, P, K), macroelemente secundare (S, Ca, Mg), microelemente (Fe, Mn, B, Zn, Cu, Mo, Co).

Macroelementele se găsesc în sol în cantități relativ suficiente, iar atunci când acestea lipsesc sau sunt insuficiente se folosesc îngrășăminte în forme asimilabile.

Microelemente de regulă sunt aprovizionate în sol prin intermediul îngrășămintelor, fiind necesare în cantități mai mici.

Elemente utile: Na, Al, Li, Si, Br, I, Se. Prezența lor produce efecte favorabile creșterii plantelor iar absența acestora nu produce un efect negativ sesizabil.

Alte elemente - existența lor în plantă nu exercită nici un rol cunoscut până în prezent în procesele biologice.

Pentru a fi preluate de către plante, elementele nutritive din sol trebuie să fie sub formă ionică și într-o măsură foarte mică sub formă moleculară (C sub formă de CO<sub>2</sub>, B sub formă de acid boric etc.).

Cunoștințele privind proprietățile și funcțiile nutrienților plantei ajută în elaborarea unui management eficient pentru creșterea și dezvoltarea plantei. Elementele nutritive din soluția solului, direct accesibile, sunt preluate de către rădăcinile plantei, transportate în frunze și folosite în funcție de rolul pe care îl joacă fiecare element în metabolismul plantei. Deficiența și excesul elementelor nutritive în plantă au efect negativ asupra dezvoltării acesteia. Se pot deosebi următoarele stări ale gradului de aprovizionare cu elemente nutritive: carență, insuficiență, limita inferioară a stării normale numită nivel critic, starea normală, abundență, exces și toxicitate.

În figura 1 este prezentată evoluția creșterii plantelor (recoltei) în funcție de starea de aprovizionare cu elemente nutritive.

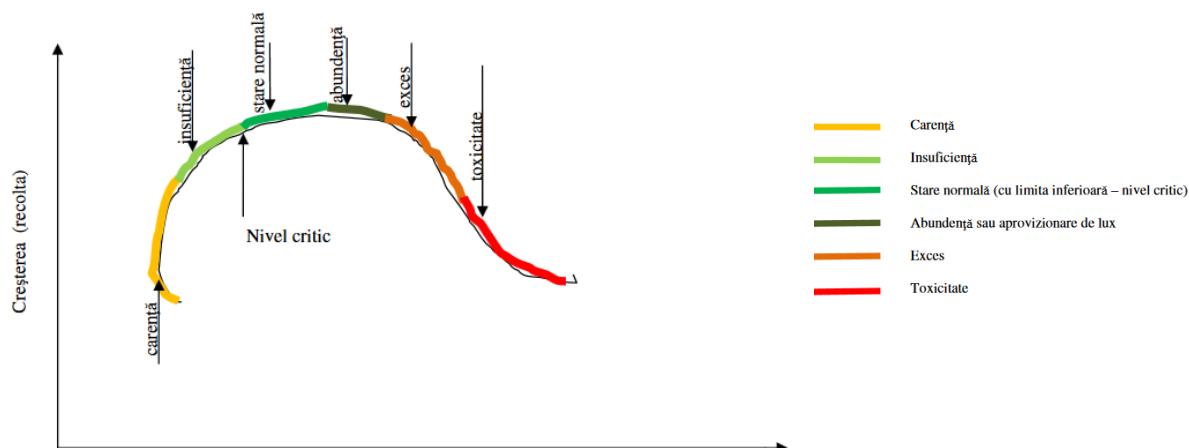


Fig. 1. Dependenta creșterii plantelor de starea de aprovizionare cu elemente nutritive.

## ❖ SOLUL CA MEDIU DE NUTRIȚIE ȘI DE APLICARE A FERTILIZANȚILOR – componentele solului și aprecierea fertilității

Solul reprezintă pentru plantele cultivate un suport pentru dezvoltarea sistemului radicular, având anumite însușiri (permeabilitate, aerație, porozitate etc.), un rezervor de substanțe nutritive și un intermediar prin care se aplică îngrășămintele și amendamentele. Solul este alcătuit din 3 faze: faza solidă – 50% (minerală 45% și organică 5%), faza lichidă – (25%), faza gazoasă (25%). Aceste componente se interpenetrează, se influențează reciproc, devin mediul natural de creștere și dezvoltare al plantelor.

Componenta minerală a solului reprezintă cca. 90% și este alcătuită din minerale primare și secundare (argile, oxizi și hidroxizi de Fe, Al, Mn, Si), precum și din diferite săruri. Componenta organică este formată din resturi organice proaspete de origine vegetală și animală și humus. Humusul reprezintă un amestec de substanțe macromoleculare rezultat prin descompunerea resturilor vegetale, urmată de sinteză în acizi humici și humine.

Materia organică este foarte variată din punct de vedere cantitativ și calitativ și reprezintă: sursă de elemente nutritive; componentă care influențează însușirile fizice și fizico-chimice a solului; material

energetic necesar microflorei din sol, care la rândul ei influențează procesele biochimice din sol și mobilitatea unor elemente nutritive. Materia organică se clasifică din punct de vedere: chimic (substanțe humice, substanțe nehumice); funcțional (humus stabil și humus nutritiv); morfogenetic (humus brut, moder, mull, turba);

Faza lichidă este o componentă foarte mobilă, dinamică, formată din apa ce pătrunde în spațiile capilare și care conține dizolvate substanțe minerale, organice, precum și cantități de O<sub>2</sub>, CO<sub>2</sub> și alte gaze. Ea este principala sursă prin intermediul căreia plantele absorb elementele nutritive din faza solidă a solului.

Faza gazoasă a solului este alcătuită din aerul din sol care ocupă spațiul lacunar care nu este ocupat de apă. Aerul din sol provine din aerul atmosferic în cea mai mare parte, iar o mică parte din aerul din sol se găsește dizolvat și în faza lichidă a solului. Faza gazoasă a solului se poate forma parțial direct în sol fiind alcătuită de o serie de gaze care rezultă din descompunerea materiei organice sau în urma respirației microorganismelor sau rădăcinilor plantelor: CO<sub>2</sub>, CH<sub>4</sub>, NH<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>S. Sub aspect cantitativ aerul din sol este mai bogat în CO<sub>2</sub> și N<sub>2</sub> și mai puțin în O<sub>2</sub> (19% O<sub>2</sub>, 79% N<sub>2</sub> și 0,9% CO<sub>2</sub>). Faza gazoasă favorizează activitatea biologică din sol și procesele de trecere a elementelor nutritive în forme accesibile plantelor.

Gradul de fertilitate al unui sol se poate aprecia după: raportul C/N (substanțe celulozice/substanțe proteice) sau raportul dintre humus (H%) și azot total (N%). Fertilitatea este cu atât mai mare cu cât raportul C/N este mai mic

### ❖ BIOCOMPOZITE FERTILIZANTE ORGANOMINERALE – clasificare și avantaje

Fertilizantii se pot clasifica după mai multe criterii, și anume: după natura lor, după modul de obținere, după modul de condiționare, după numărul de nutrienți declarați, după nutrienți, în funcție de doza utilizată la ha (fig.2)

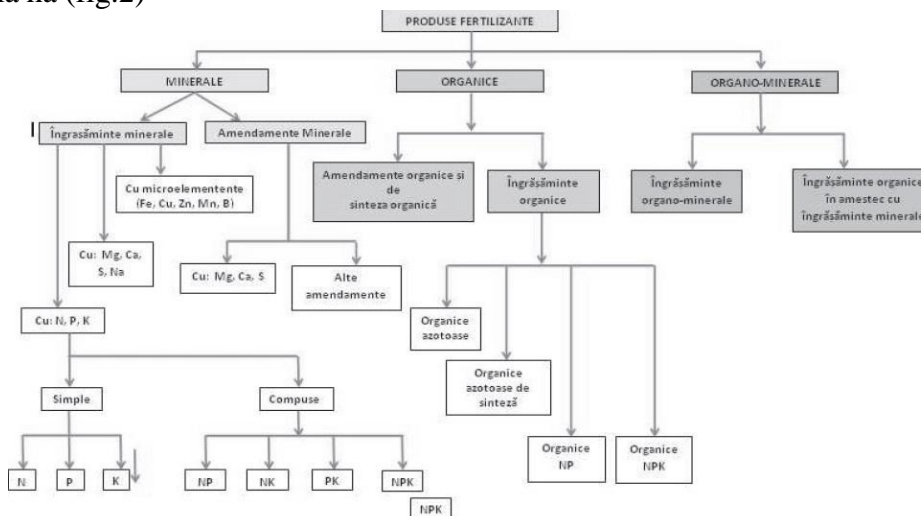


Fig. 2 . Schema clasificării produselor fertilizante

Biocompozitele fertilizante organo-minerale sunt simultan de origine organică și minerală și se obțin prin amestecare și/sau combinare chimică a produselor organice și minerale.

Fertilizantii organo-minerali pot fi clasificați în funcție de structura și raportul macronutrienților în: fertilizantii cu azot, de tip N; fertilizantii cu azot și fosfor, de tip NP; fertilizantii cu azot și potasiu, de tip NK; fertilizantii cu fosfor și potasiu, de tip PK; fertilizantii cu azot, fosfor și potasiu, de tip NPK; mixturi de microelemente chelatare / complexate.

Utilizarea fertilizantilor organo-minerali prezintă mai multe avantaje cum ar fi:

- îmbunătățesc interacțiunea planta- minerale prin reducerea absorbției fosforului
- cresc activitatea de înrădăcinare a plantelor tinere
- consumurilor reduse de substanțe nutritive, controlabil în etapele tehnologice

- realizarea cu usurinta a unui raport dorit intre diferitele specii de ioni nutritivi in functie de cultura si faza de vegetatie, agrofond, fertilizari efectuate anterior
- protectia culturilor de stres climatic in conditiile schimbarilor globale a factorilor de mediu si / sau tehnologic;
  - reducerea poluarii in special cu nitrati si armonizarea practicilor agricole;
  - reducerea suprafetelor cu terenuri degradate, poluate si ameliorarea caracteristicilor fizico – chimice ale solurilor.

## ❖ TURBA CA INGRASAMANT SAU COMPONENTA A BIOCOMPOZITELOR FERTILIZANTE

Turba este o acumulare de materie organica care se prezintă sub forma unui sediment recent, în grade diferite de conservare. Eco-sistemele, caracterizate în principal prin exces permanent de umiditate și aglomerare de materie organica în diferite straturi, care asigura conditii propice pentru formarea turbei, se numesc turbării. Turbăriile acoperă aproximativ 4 milioane km<sup>2</sup> fiind raspandite pe intreaga suprafata terestra. În România, turbăriile sunt răspândite în zonele umede. Ele se găsesc mai ales în zona montană și deluroasă a Carpaților. Suprafața mlaștinilor cu turbă din România ocupa aproximativ 7.000 de hectare, răspândite în peste 440 de puncte.

Clasificarea turbei în raport cu condițiile de formare:

- turbării de mlaștini eutrofe sau turbării joase,
- turbării de mlaștini oligotrofe sau turbării înalte,
- turbării de mlaștini intermediare sau mezotrofe.

*Turbăriile eutrofe* sau joase au luat naștere pe fundul unor mlaștini, albi de râuri sau văi. Turbăriile de mlaștini eutrofe pot fi acoperite de păduri iar la suprafața turbării crește un strat de mușchi. Aceste turbe au următoarele caracteristici: pH = 6-6,5, mai rar până la 8, greutatea specifică = 0,3-0,52 kg/dm<sup>3</sup>. Prezintă impurități minerale, putere calorică 2.000-4.000 de calorii/m<sup>3</sup>, friabilitate în stare uscată.

*Turbăriile de mlaștini oligotrofe* se formează pe orice formă de relief, de obicei sub păduri - mai ales pe cumpăna apelor. O condiție necesară formării lor este prezența rocilor silicioase și a precipitațiilor abundente (peste 750 mm anual). Turba din aceste locuri este mai săracă în elemente nutritive și mai puțin potrivită ca îngrășământ. Aceste turbe au următoarele caracteristici: pH = 3-5, greutate specifică = 0,16-0,25 kg/dm<sup>3</sup>, fără impurități minerale, putere calorică 3.500-4.000 de calorii/m<sup>3</sup>.

*Turbele de mlaștini mezotrofe* sau de tranziție sunt reprezentate prin turba de Carex și Sphagnum, Polytrichum, turba de resturi lemnoase (arin, pin, mestecăn), cu baza de mușchi. În acest caz, plantele sunt aprovizionate cu elemente nutritive atât de apele de precipitații, cât și de apele subterane. Straturile inferioare din aceste turbării sunt alcătuite din plante specifice turbăriiilor joase, iar cele din straturile superioare din plante specifice turbăriiilor înalte. Valoarea ca îngrășământ a acestei turbe diferă după cum predomină un grup de plante sau altul. În România, o astfel de turbă se găsește la Vatra Dornei, Colăcel (regiunea Suceava) și în alte localități.

Pentru a aprecia valoarea unei turbe ca îngrășământ se stabilește mai întâi din ce categorie face parte. Pentru a avea imaginea completă asupra valorii ei ca îngrășământ, trebuie să se cunoască *compozitia chimica* a acesteia.

Turba poate fi folosita direct ca ingrasamant (dupa o pregatire prealabila se incorporeaza direct in sol) si indirect (se amesteca cu alte substante organice sau minerale). Biocompozitele fertilizante sunt rezultatul unui atent amestec optim de substante organice si minerale, ce elibereaza elemente nutritive (azot, fosfor, potasiu, magneziu si alte microelemente) si care au si calitati de ameliorare a unor insusiri ale solului.

În functie de stare avem biocompozite fertilizante sub forma lichida sau solida. Biocompozitele fertilizante pe baza de turba pot fi : substrat pentru germinare/repicare; pastile pentru germinare sau granule.

## ❖ FERTILIZANTI GRANULARI

Granularea reprezintă procesul tehnologic de realizare a produselor sub formă de granule și reprezintă unul dintre cele mai importante progrese în tehnologia îngrășămintelor chimice compuse, oferind avantaje considerabile atât producătorului cât și utilizatorului.

Avantaje ale îngrășămintelor granulare: granulele nu se segregă; se produce mai puțin praf la manipulare- reducând pierderile de produs, problemele de mediu și de sănătate a operatorilor; asigură livrare controlată a substanțelor nutritive la planta și diminuarea pierderilor prin levigare;

Modul de realizare conduce la 4 tipuri de granule: cu structura tip perla, cu structura stratificată, cu structura poroasă și cu structura compactă. (fig.3)

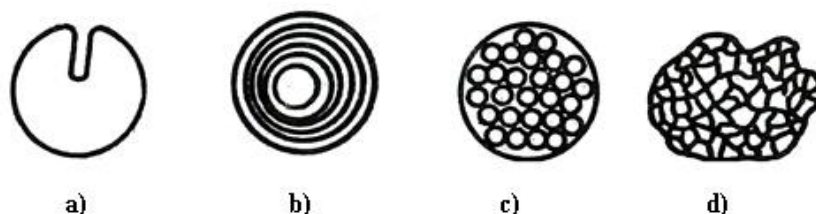


Fig. 3 Structuri de granule: a) tip perla; b) stratificată c) poroasă; d) compactă

Corespunzător structurii avem următoarele metode de granulare: metoda prin cristalizare pe particule suspendate; metoda de granulare din topitura numită și metoda prilling; metoda de granulare prin rostogolire; metoda de granulare prin presare.

Granularea prin cristalizare pe particule suspendate se realizează într-un echipament denumit granulator în pat fluidizat în care, în scopul granularii, în zona particulelor fine aflate în stare de plutire sub acțiunea aerului cald, asazisul pat fluidizat, se pulverizează un lichid care acționează ca liant între acestea. Această metodă asigură o bună uniformitate a dimensiunilor și umidității granulelor și are costuri reduse de întreținere și exploatare. În schimb costul de achiziție al granulatorului este mare, pot apărea pierderi semnificative de material antrenat de curentul de aer datorită timpului mare de trecere a materialului prin granulator, materialul prelucrat, se poate încărca electrostatic cu risc de explozie.

Metoda prilling se aplică în cazul în care materia primă procesată este sub formă de topituri. Procesul tehnologic are două etape: prima etapă constă în trecerea materiei prime în forma de picături iar a doua în răcirea în contracurent a picăturilor care cad în interiorul unui turn cu ajutorul unui curent de aer rece ascendent introdus prin zona inferioară a turnului. Granulele rezultate se colectează și evacuează la baza turnului. Metoda asigură obținerea unor granule cu o distribuție stransă a dimensiunilor și proprietăți bune de curgere. Dezavantajul metodei constă în aceea că granulele au dimensiuni limitate și o rezistență mică.

Granularea prin rostogolire se realizează în echipamente care imprimă particulelor o mișcare de rostogolire. Materialul, în stare pulverulentă trebuie să aibă mărimea particulelor de max 0,6 mm și cel puțin 25 % dintre particule să fie sub 0,075 mm. Nucleele de granulare se asigură dintr-un retur cu particule având mărimea sub 1 mm. Pentru aglomerarea particulelor fine în jurul nucleului se pulverizează peste material un lichid care poate fi apă, soluție, suspensie sau topitură. Principalele echipamente utilizate în cazul granularii prin rostogolire sunt granulatorul taler și granulatorul tambur.

Granularea prin presare permite dozarea și transformarea în granule a unor amestecuri foarte variate, inclusive microelemente fiind metoda cea mai indicată la realizarea fertilizantilor granulari organo-minerali. Procedeele de granulare prin presare cel mai des utilizate în fabricarea fertilizantilor granulari sunt tabletarea, laminarea și extrudarea.

Granularea prin tabletare se utilizează puțin în cazul fertilizatorilor, doar în laborator, pentru realizarea de epruvete necesare la determinarea curbelor de presare sau a altor proprietăți ale comprimatelor realizate prin acest procedeu.

Granularea prin laminare este o metodă utilizată la granularea continuă a pulberilor care nu pot fi amestecate cu solvent și/sau nu pot fi încălzite. Dezavantajul acestei metode constă în faptul că gradul de aglomerare depinde în principal de compactibilitatea pulberilor folosite rezultând uneori pe lângă granule și o mare cantitate de particule fine.

Granularea în extruderul cu doi melci combina procese cum sunt transportul, amestecarea, forfecarea, comprimarea în vederea creșterii presiunii în fața matritei, formarea în funcție de orificiul matritei și uscarea prin evaporarea bruscă a apei sau altor solvenți la ieșirea din matrită. Avantajele granularii prin extrudare cu doi melci: procesează componente solide, lichide, gazoase care se pot introduce independent; se pretează bine la automatizare; procesul permite reglarea debitelor de alimentare.

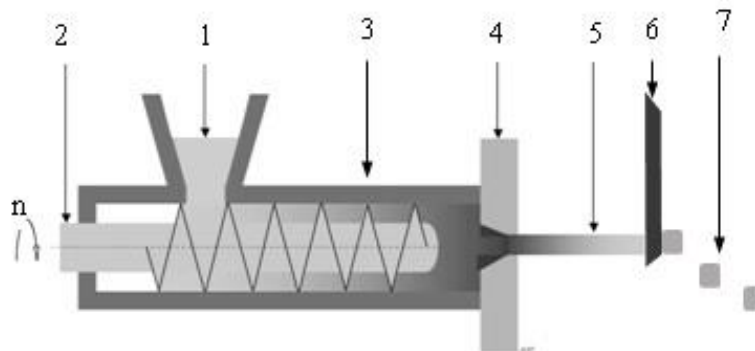


Fig. 4 Extruder cu melci: schema de principiu  
 1-materialul alimentare, 2-melc, 3-cilindru,  
 4-matrita, 5-material extrudate, 6-cutit, 7-granule

## 2. Elaborarea tehnologiei de realizare prin extrudare a biocompozitelor eco-fertilizante granulare pe baza de turba

Tehnologia, ce constituie obiectul prezentei faze, abordează următoarele probleme:

### ❖ ELABORAREA TEHNOLOGIEI DE REALIZARE PRIN EXTRUDARE A BIOCOMPOZITELOR ECO-FERTILIZANTE GRANULARE PE BAZA DE TURBA

#### *Reteta de fabricatie*

Pentru ca produsul realizat să corespundă cerințelor reglementărilor europene în domeniu și să realizeze o fertilizare eficientă a culturilor de legume cărora le este destinat, se propune ca prin componentele adăugate turbei să se asigure următoarele elemente nutritive: (14-18)% Azot, (22-26)% P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, (1-3)% MgO, (0,8-2,4)% Sulf, (3-9)% Microelemente [(0,5-1,5)% Zn, (0,4-1,2)% Cu, (0,6-1,8)% Fe, (1,1-3,3)% Mn, (0,3-0,9)% Co].

În urma determinării proporției componentelor care aduc în rețeta elementele nutritive în limitele menționate rezultă o masă totală a componentelor, fără turba, cuprinsă între 67,95 – 102,37 kg.

Ținând seama de componenta rețetei și masa celorlalte componente care o alcatuiesc, pentru utilizarea în rețeta a unui procent de (20-25) turba uscată, rezultă o cantitate de turba umedă de: 22,65-43,87 kg.

Rezultă ca pentru a asigura proporția de elemente nutritive stabilită, rețetele cu care se va lucra la experimentări vor avea în componență: (25-30)% Turba, (30-40)% MAP, (2,5-7,5)% MgSO<sub>4</sub>, (20-25)% Uree, (2-10) % Melasa, (2-5)% Hidrolizat proteic, (1,2-3,6)% ZnSO<sub>4</sub>, (0,7-2,1)% CuSO<sub>4</sub>, (1,5-4,5)% FeSO<sub>4</sub>, (3-9)% MnSO<sub>4</sub>, (0,9-2)% CoSO<sub>4</sub>.

#### *Tehnologia de realizare*

Procesul tehnologic care va fi utilizat pe parcursul experimentărilor în vederea realizării biocompozitelor eco-fertilizante granulare pe baza de turba, se va realiza pe o instalație a cărei componentă este prezentată în Fig. 5.

Echipamentul folosit va fi un extruder cu doi melci modulari corotativi, cu o productivitate de cca. 15 kg/h, diametrul melcilor:  $D=25$  mm, lungimea melcilor:  $L=30 \times D$ , turatia melcilor: max. 400 rot/min. Cilindrul extruderului este de asemenea modular si are 6 zone demontabile si interschimbabile una fata de alta, fiecare zona avand încălzire si racire independenta.

La iesirea din extruder materialului extrudat este fasonat, la lungimea dorita, cu ajutorul unui granulator. Reglarea lungimii peletilor se realizeaza prin reglarea turatiei cutitului granulatorului.

Procesul tehnologic (fig.6) va cuprinde urmatoarele etape:

**Pregătirea materiilor prime** consta in gruparea si amestecarea acestora in doua amestecuri: un amestec de componente solide, format din turba, monoamoniufosfat (MAP) si sulfat de magneziu si un amestec lichid format din hidrolizatul proteic in care se dizolva ureea, melasa, sulfatul de zinc, sulfatul de cupru, sulfatul de fier si sulfatul de mangan si sulfatul de cobalt.

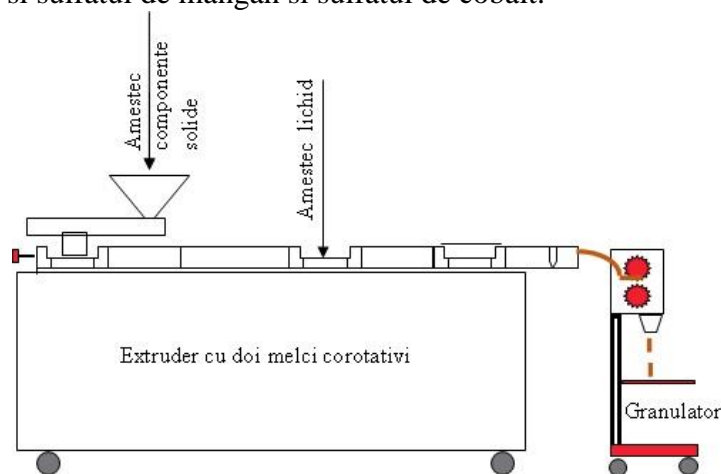


Fig. 5 - Instalatia de extrudare si granulare

**Alimentarea extruderului** cu cele doua categorii de amestecuri se va face separat unul de altul, prin cele doua puncte de alimentare mentionate.

Dozarea amestecului de componente solide in palnia extruderului situata in zona Z1 va fi facuta cu ajutorul unui dozator cu doi melci iar dozarea amestecului lichid in zona Z2 se va face cu ajutorul unor pompe dozatoare,

Alimentarea se va face in mod continuu, orice intrerupere a alimentării conducând la variații ale debitului și proprietatilor produsului finit.

Debitele de alimentare vor fi alese astfel incat sa fie respectate proportiile stabilite prin rețeta, care asigura necesarul de nutrienti din granule, sa fie posibila procesarea amestecurilor in extruder si produsul obtinut sa aiba, la iesirea din extruder si, respectiv, dupa uscare, caracteristicile necesare pentru a putea fi manipulat in vederea uscarii si, respectiv, manipulat si aplicat in camp.

**Extrudarea si granulara.** Amestecurile dozate prin cele doua puncte de alimentare ale extruderului sunt preluate de cei doi melci corotativi care le omogenizeaza si proceseaza prin forfecare si incalzire in timp ce sunt deplasate inspre matrita. Pe de alta parte, datorita rotatiei melcilor, in zona Z5 are loc o crestere a presiunii spre matrita. Temperatura cilindrului este presetata si mentinuta la valorile stabilite de sistemul de incalzire si racire a cilindrului. Turatia melcilor este de asemenea variabila, permitand reglarea timpului de trecere a materialului prin extruder. La trecerea prin matrita materialul trebuie sa aiba temperatura si presiunea necesara obtinerii unui produs finit de calitate.

Pentru a pastra proprietatile componentilor din reteta, in special ale turbei, regimul de temperatura si presiune in extruder trebuie sa fie unul moderat. Astfel, temperaturile pe lungimea extruderului vor fi in domeniul 70-110 °C iar presiunea in fata matritei de 15-30 bar.

Pentru o buna functionare a instalatiei si desfasurarea in conditii corespunzatoare a experimentarilor se vor avea in vedere urmatoarele: punerea in functiune; atingerea temperaturilor de lucru; intrarea in regimul de lucru; regimul de extrudare; oprirea instalatiei

Oprirea granulatorului se va face totdeauna dupa oprirea extruderului.

**Uscarea granulelor** are ca scop reducerea umiditatii si imbunatatirea caracteristicilor mecanice ale acestora. Uscarea va fi facuta intr-o etuva cu recircularea aerului si asezarea granulelor pe o sita, intr-un singur strat, cu asigurarea posibilitatii de ajungere a aerului cald la intreaga suprafata a granulelor. Temperatura de uscare va fi de 40-60 0C iar umiditatea finala a granulelor va fi de maxim 15%.

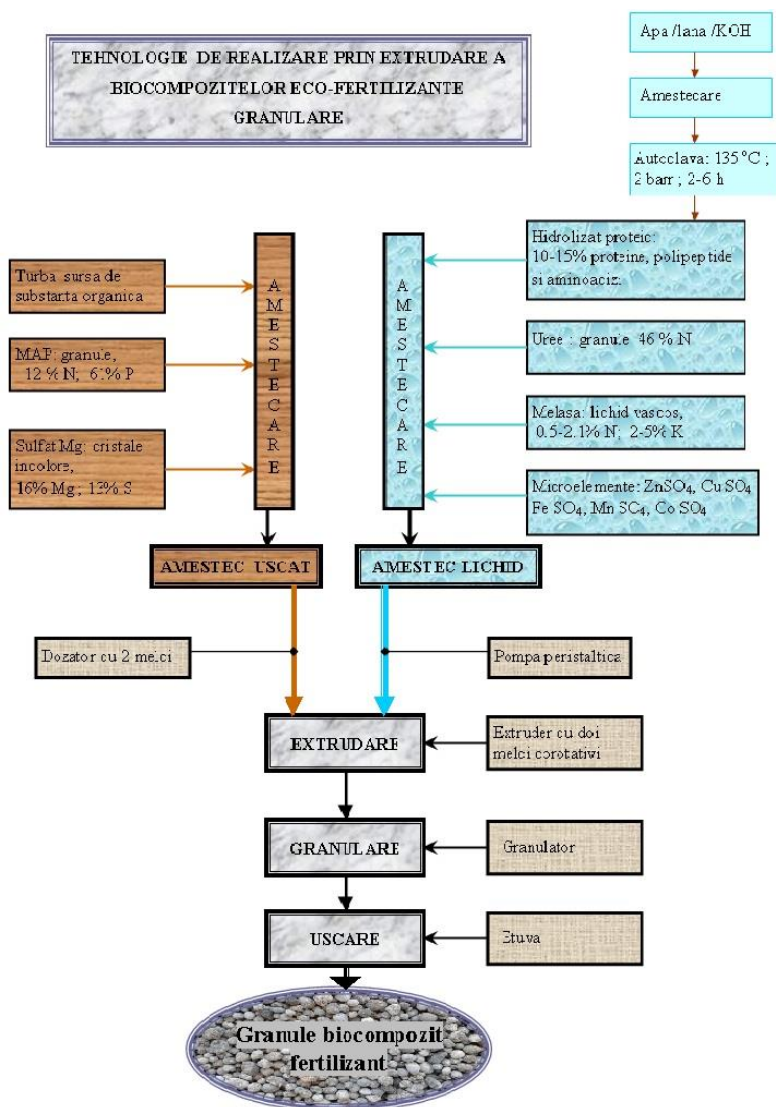


Fig. 6 – Schema tehnologiei de realizare prin extrudare a biocompozitului fertilizant granular

#### ❖ CARACTERIZARE COMPONENTELOR UTILIZATE PENTRU REALIZAREA PRIN EXTRUDARE A BIOCOMPOZITELOR ECO-FERTILIZANTE GRANULARE PE BAZA DE TURBA

**Turba** este materia prima de baza si sursa principala de substanta organica pentru biocompozitul fertilizant ce urmeaza a fi realizat. Datorita compozitiei sale, turba imbunatateste insusirile fizice si fizico-chimice ale solului, mărește capacitatea de retinere pentru apă, capacitatea de absorbtie și conținutul în humus; contribuie la micșorarea acidității solului și la mărirea capacității de tamponare, ceea ce creează un fond mai bun pentru eficiența îngrășămintelor minerale.

*Continutul de umiditate* al turbei, care influenteaza parametri de procesare prin extrudare se determina astfel: se va preleva un esantion de 20 g turba care va fi cantarit cu balanta de precizie Partner. Esantionul va fi uscat in etuva in reprize de cate 1 ora, la temperatura de 50 oC, dupa fiecare

repriza fiind cantarit din nou, pana cand se obtin minim 3 valori identice. Prin diferenta dintre masa initiala a esantionului si masa finala (dupa uscare) se va determina continutul de umiditate al turbei.

*Continutul de acizi humici si fulvici* se va determina prin extractie in mediu bazic cu hidroxid de potasiu sau hidroxid de amoniu in proportie de 10% fata de turba uscata. Initial se face o suspensie de turba uscata cu solutie de hidroxid cu pH cuprins intre 11 si 12,5 si concentratia de 5-10 % care se incalzeste 1 ora pe baie de apa la temperatura de 100 °C. Materialul rezultat este transvoazat intr-o palnie si trecut prin hartie de filtru. Precipitatul reziduu de pe hartie se spala cu apa cu pH alcalin pana cand filtratul devine limpede. Rezidul impreuna cu hartia de filtru se usuca in etuva la 105 °C pana la masa constanta.

Diferenta dintre masa hartiei cu reziduu si masa initiala a hartiei reprezinta reziduu anorganic (cenusa) si urme de celuloza.

Diferenta dintre masa turbei uscate si masa rezidului raportata la masa turbei uscate luata in analiza reprezinta continutul de substanta organica solubila, compusa din acizi humici si acizi fulvici.

*Continutul de carbon* se va determina prin metoda combustiei umede in mediu acid cu bicromat de potasiu ( $K_2Cr_2O_7$ ). Din cantitatea de bicromat consumata se determina continutul de substanta organica exprimata in cifra de oxigen C.O. care da indicatii cu privire la continutul de substanta organica din turba. Pentru dozarea carbonului este necesara absorbtia bioxidului de carbon rezultat in urma combustiei in exces de solutie de hidroxid de bariu. Se determina prin cantarire cantitatea de carbonat de bariu format si pe baza lui se obtine continutul de carbon.

Ca metoda alternativa se poate utiliza combustia cu oxigen din oxid cupric CuO, caz in care bioxidul de carbon este retinut intr-un mediu bazic de unde prin titrare cu acid sulfuric 0,05 normal in prezenta de fenolftaleina se determina continutul de carbonat si in final continutul de carbon.

*Continutul de azot amoniacal si amidic* se determina prin metoda Kiendal, conform protocolului de analiza pentru turba.

**Monoamoniuofosfat (MAP)** utilizat ca si sursa de fosfor si azot este un ingrasamant mineral sub forma de granule, cu azot 12 %, fosfor 61%, potasiu 0%, lipsit de clor si alte elemente nocive, total solubil, cu un pH scazut de 4-4,5.

**Sulfatul de Magneziu heptahidrat** ( $Mg SO_4 \cdot 7 H_2O$ ) ca si sursa de Mg si sulf, este un ingrasamant mineral sub forma de cristale incolore, cu 16% Magneziu si 13% Sulf, fara azot, total solubil in apa, cu un pH de 5%.

**Hidrolizat proteic:** utilizat ca si sursa de proteine, polipeptide si aminoacizi se obtine prin incalzirea in autoclava, la 135 °C si o presiune de 2 barr, timp de 3-6 ore, a unui amestec de hidroxid de potasiu (1-3 %), lana (10-15%) si apa. Hidrolizatul obtinut contine 10-13% proteine, polipeptide si aminoacizi.

**Ureea** utilizata ca si sursa de azot, este un ingrasamant granular, cu 46% azot, care mentine pe termen lung un pH neutru in sol si contribuie de asemenea la eliberarea acizilor humici si fulvici din turba. Ureea se dizolva in hidrolizat proteic, solubilitatea fiind de 60- 80 g uree la 100 ml hidrolizat proteic la temperatura de 20 °C.

**Melasa** din sfecla de zahar, ca sursa de azot organic, potasiu si vitamine, este un lichid vascos de culoare inchisa care contine 0.5-2.1% azot, 2-5% potasiu, si alte microelemente , avand un pH de 4.9-8.5. Azotul se va determina prin metoda Kiendal. Potasiu, exprimat sub forma  $K_2O$  se determina prin metoda flamfotometrica,

#### **Microelemente:**

Sulfatul de Zn sub forma de cristale incolore, este frecvent folosit ca sursă de ioni de zinc solubili si este necesar activarii mai multor sisteme enzimatice a plantelor.

Sulfatul de Cu sub forma de sare cristalina de culoare albastra este sursa de Cu si are rol in metabolismul vegetal si formarea clorofilei.

Sulfatul de Fe sub forma de sare de culoare verde are rol in sinteza clorofilei, carbohidratilor si asimilarea N.

Sulfat de Mn sub forma de cristale sau pudra cristalina de culoare roz pal, este important in metabolismul N si asimilarea  $CO_2$  si este esential in procesul de fotosinteza.

Sulfat de Co sub forma de cristale rosii, solubil in apa, este esential pentru fixarea N.

### 3. Realizare materiale biocompozite eco-fertilizante granulare pe baza de turbă

Materialul biocompozit eco-fertilizant granular pe bază de turbă a fost realizat prin extrudare și granulare, pe baza tehnologiei și rețetei de fabricare elaborate în faza anterioară.

#### Descrierea instalației de lucru

Procesul tehnologic utilizat pentru obținerea materialului biocompozit eco-fertilizant granular pe bază de turbă s-a realizat utilizând componente din instalația de extrudare prezentată în Fig.7., din dotarea institutului.

Elementele principale ale instalației sunt: Pompa peristaltică 1, Dozatorul de materiale pulverulente 2,



Fig.7. Instalația de realizare a materialului biocompozit eco-fertilizant pe bază de turbă

Extruderul 3, Matrita 4, Incinta de răcire 5, și echipamentul de granulare de tip moară cu ciocănele. Principalele caracteristici ale acestora sunt:

*Pompa peristaltică* tip SP 311/6, fabricație VELP Scientifica, pentru dozare lichide poate realiza debite cuprinse între 6 și 35 ml/min.

*Dozatorul de materiale pulverulente*, este un dozator volumetric, cu snec dublu, destinat alimentării materialelor cu granulații cuprinse între 2,0 și 40 microni, la o umiditate de max. 15%, cu posibilitatea de reglare continuă a debitului între 0,3 și 10 kg/h. Alimentarea se va face în mod continuu, orice întrerupere a alimentării conducând la variații ale debitului și proprietăților produsului finit.

*Extruderul* este de tip „ZK 25”, fabricație Collin, cu doi melci modulari corotativi, cu o productivitate de max. 15 kg/h, diametrul melcilor:  $D=25$  mm, lungimea melcilor:  $L=30 \times D$ , turatia melcilor: max. 400 rot/min. Cilindrul extruderului este de asemenea modular și are 5 zone (Z1-Z6) demontabile și interschimbabile una față de alta, fiecare zonă având încălzire și răcire independentă. Fiecare dintre aceste zone este prevăzută cu câte un senzor de temperatură care măsoară temperaturile și comandă pornirea sau oprirea încălzitoarelor sau ventilatoarelor pentru menținerea temperaturilor reglate. Extruderul este prevăzută cu un microprocesor de control ECS, cu posibilitatea reglării și menținerii temperaturii în cele cinci zone de lucru ale extruderului, adaptor și matrita. Partea cilindrului care formează zona Z2 are un orificiu pentru dozarea componentelor lichide (plastifianți).

*Matrița* este prevăzută cu 3 orificii având diametrul de 2,5 mm. Matrița este prevăzută cu sistem propriu de încălzire cu puterea instalată de 5 kW și trei senzori de temperatură.

*Incinta de răcire* asigură scăderea temperaturii produsului în vederea colectării și granularii acestuia.

*Echipamentul de granulare* este de tip moară cu ciocănele, al cărui rotor cu diametrul de 220 mm este antrenat la 1000 rot/min cu un motor electric monofazat având puterea de 500 W.

### Prepararea materiilor prime conform rețetei de fabricație

Reteta de fabricație, preparată în 3 variante, utilizată pentru realizarea materialului biocompozit eco-fertilizant granular pe bază de turbă conține, în părți procentuale precis stabilite:

- *turbă* este materia primă de bază și sursa principală de substanță organică,
- *uree*, utilizată ca și sursa de azot,
- *monoamoniufosfat* (MAP), utilizat ca și sursa de fosfor și azot,
- *melasa* din sfecla de zahăr, ca sursa de azot organic, potasiu și vitamine,
- *hidrolizat proteic*, utilizat ca sursa de proteine, polipeptide și aminoacizi,
- *amidon* având rol de plastifiant,
- *microelemente* - *cobalt*, *zinc*, *cupru*, *fier* și *mangan*, sub formă de sulfati .

Astfel, având în vedere proporția componentelor care aduc în rețetă elementele nutritive în limitele menționate, au fost stabilite 3 variante de rețete pentru realizarea materialului biocompozit eco-fertilizant granular pe bază de turbă, tabelul 1.

Tabelul 1.

Nr crt.	Substanța utilizată	Părți procentuale, %		
		Varianta I	Varianta II	Varianta III
1	Turbă uscată, umiditate 20%	31,44	31,44	31,80
2	Monoamoniufosfat (MAP)	26,19	26,19	26,19
3	Uree	15,71	15,71	15,71
4	Hidrolizat proteic	20,95	18,85	18,31
5	Amidon	2,10	2,10	2,10
6	Sulfat de magneziu, MgSO <sub>4</sub>	3,14	3,14	3,14
7	Sulfat de zinc, Zn SO <sub>4</sub>	0,08	0,08	0,08
8	Sulfat de cupru, CuSO <sub>4</sub>	0,05	0,05	0,05
9	Sulfat de fier, FeSO <sub>4</sub>	0,10	0,10	0,10
10	Sulfat de mangan, MnSO <sub>4</sub>	0,21	0,21	0,21
11	Sulfat de cobalt, CoSO <sub>4</sub>	0,03	0,03	0,03
12	Melasa din sfeclă de zahăr	0	2,10	2,10
13	Acid ortofosforic, H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub>	0	0	0,18

### Procesul tehnologic de realizare

Procesul tehnologic cuprinde următoarele faze:

*Pregătirea materiilor prime* constă în gruparea și amestecarea acestora în categorii:

- *amestec de componente solide*, format din turbă uscată la umiditatea de 20%, monoamoniufosfat (MAP) și amidon. Amestecul astfel format se macină în moara cu ciocănele, utilizând sita de 3,5 mm, la turația rotorului de 3000 rot/min, Fig. 8.a. realizându-se astfel textura și granulația corespunzătoare alimentării extruderului prin intermediul dozatorului de materiale pulverulente, Fig. 8.b.



Fig. 8. Pregătirea amestecului de componente solide  
a) macinare, b) amestec produs

- *amestec de componente lichide* format din hidrolizatul proteic în care se dizolva ureea, melasa și microelementele sub forma de sulfați, Fig. 9.



Fig. 9. Amestec de componente lichide

*Alimentarea extruderului* cu cele două categorii de amestecuri se face prin cele două puncte de alimentare, dozarea amestecului de componente solide în pâlnia extruderului situată în zona Z1 cu ajutorul unui dozator cu doi melci iar dozarea amestecului lichid în zona Z2 cu ajutorul unei pompe dozatoare.

Alimentarea se face în mod continuu, orice întrerupere a alimentării conducând la variații ale debitului și proprietăților produsului finit.

Debitele de alimentare sunt stabilite astfel încât să fie respectate proporțiile conform rețetei care asigură necesarul de nutrienți din granule, să fie posibilă procesarea amestecurilor în extruder și produsul obținut să aibă caracteristicile necesare pentru a putea fi manipulat și aplicat în câmp.

Raportul celor două debite de alimentare determină între altele cantitatea de liant (uree, amidon și melasă) din produsul final, cu mare influență asupra calității acestuia. Dacă proporția de liant este prea mică granulele sunt prea uscate și sfaramicioase iar dacă această proporție este prea mare granulele sunt lipicioase.

*Extrudarea.* Amestecurile dozate prin cele două puncte de alimentare ale extruderului sunt preluate de cei doi melci corotativi care le omogenizează și procesează prin forfecare și încălzire în timp ce sunt deplasate înspre matrită. Pe de altă parte, datorită rotației melcilor, în zona Z5 are loc o creștere a presiunii spre matrită. Temperatura cilindrilor este presetată și menținută la valorile stabilite de sistemul de încălzire și răcire a cilindrilor. Turatia melcilor este reglabilă, permițând varierea timpului de trecere a materialului prin extruder. La trecerea prin matrită materialul trebuie să aibă temperatura și presiunea necesară obținerii unui produs finit de calitate.

*Granularea* are ca scop asigurarea proprietăților de curgere a produsului finit și s-a realizat într-o moară cu ciocănele, al cărei rotor cu diametrul de 220 mm este antrenat la 1000 rot/min cu un motor electric monofazat având puterea de 500 W.

*Uscarea* are ca scop reducerea umidității și îmbunătățirea caracteristicilor mecanice ale acestora și s-a realizat într-o etuvă cu recircularea aerului și așezarea granulelor pe o sită.

Parametrii procesului tehnologic sunt prezentați în tabelul 2.

Tabelul 2.

Parametru	U.M	Valoare					
		Z1	Z2	Z3	Z4	Z5	Z6
Temperatura in zona	°C	30	30	40	60	80	100
Debitul de alimentare componente solide	Kg/h	3,3					
Debitul de alimentare componente lichide	Kg/h	2,2					
Raport debit alimentare solid/lichid	-	1,5					
Presiunea de extrudare	barr	60					

In Fig.10. sunt prezentate aspecte ale materialul biocompozit eco-fertilizant granular pe bază de turbă conform celor 3 variante de rețetă. a)-înainte de granulare, b)-după granulare

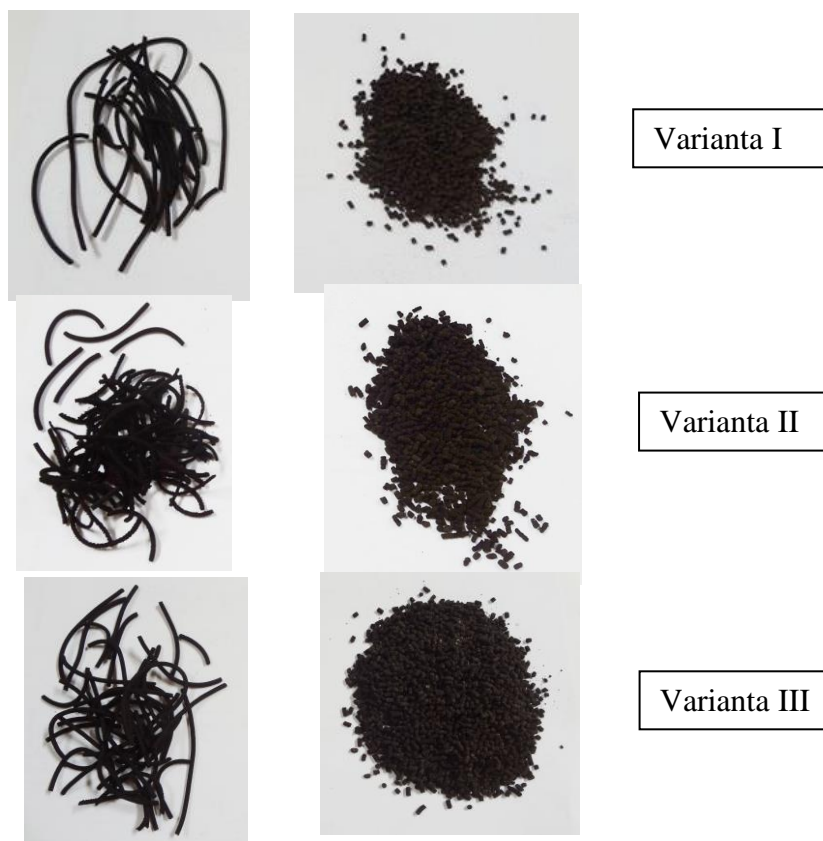


Fig. 10. Material biocompozit eco-fertilizant pe bază de turbă.  
a)-înainte de granulare, b)-după granulare

#### **4.Experimentări în vederea caracterizării materialelor biocompozite eco-fertilizante, granulare pe bază de turbă. Demonstrare.**

Materialul biocompozit eco-fertilizant granular pe bază de turbă a fost realizat în faza anterioară prin extrudare și granulare, rețeta de fabricație fiind preparată în 3 variante.

#### **Caracterizarea materiilor prime utilizate la realizarea materialului biocompozit eco-fertilizant granular pe bază de turbă**

Turba este materia primă de bază și sursa principală de substanță organică pentru biocompozitul fertilizant realizat.

*Conținutul de umiditate* al turbei, care influențează parametri de procesare prin extrudare, s-a determinat astfel: s-au prelevat 2 eșantioane de 50 g turbă cântărite cu balanța de precizie Partner, cu domeniul de măsurare între min.0,5 g și max. 600 g și o eroare de 0,1 g. Probele au fost uscate în etuva în reprize de câte 1 oră, la temperatura de 50 °C, după fiecare repriză fiind cântărite din nou, până când se obțin minim 3 valori identice. Prin diferența dintre masa inițială a eșantioanelor și masa finală (după uscare) s-a determinat conținutul de umiditate al turbei. Conform datelor obținute umiditatea turbei utilizată la realizarea granulelor este de 70,7 %.

*Macroelementele* necesare în rețetă sunt asigurate de următoarele componente:

Monoamoniofosfat (MAP) este un îngrășământ mineral sub formă de cristale fine de culoare albă, cu azot 12 %, fosfor 61%, potasiu 0%, lipsit de clor și alte elemente nocive, total solubil, cu un pH scăzut de 4-4,5.

Ureea este un îngrășământ sub formă de granule albe, cu 46% azot, cu o solubilitate de 60- 80 g uree la 100 ml hidrolizat proteic la temperatura de 20 °C.

Melasa din sfeclă de zahăr este un lichid vâscos de culoare închisă care conține 0.5-2.1% azot, 2-5% potasiu, și alte microelemente, având un pH de 4.9-8.5.

Hidrolizatul proteic utilizat s-a obținut prin hidroliza deșeurilor de lână (10-15%) în amestec cu hidroxid de potasiu (1-3 %) și apă. Hidrolizatul obținut conține 10-13% proteine, polipeptide și aminoacizi.

Sulfatul de Magneziu heptahidrat ( $Mg SO_4 \cdot 7 H_2O$ ) se prezintă sub formă de cristale incolor, cu 16% Magneziu și 13% Sulf, fără azot, total solubil în apă, cu un pH de 5%.

*Microelementele* necesare în rețetă:

Sulfatul de Zn, sub formă de cristale incolor, este frecvent folosit ca sursă de ioni de zinc solubili și este necesar activării mai multor sisteme enzimatice ale plantelor.

Sulfatul de Cu, sub forma de sare cristalină de culoare albastră, este sursa de Cu și are rol în metabolismul vegetal și formarea clorofilei.

Sulfatul de Fe, sub forma de sare de culoare verde, are rol în sinteza clorofilei, carbohidraților și asimilarea de azot.

Sulfat de Mn, sub forma de cristale sau pudra cristalină de culoare roz pal, este important în metabolismul azotului și asimilarea  $CO_2$  și este esențial în procesul de fotosinteză.

Sulfat de Co, sub forma de cristale roșii, solubil în apă, este esențial pentru fixarea azotului.

## **Caracterizarea materialelor biocompozite eco-fertilizante granulare pe baza de turbă**

### *- Analiza granulometrică a materialului biocompozit obținut*

În urma controlului vizual a granulelor obținute se observă că sunt de culoare neagră în toate cele trei variante.

Pentru determinarea fracțiilor granulometrice am prelevat eșantioane de cca 50 g din fiecare variantă de material realizată. Fiecare eșantion a fost cernut prin site cu dimensiunea ochiului de 5; 2; 1; 0,5 și 0,25 mm. Frația granulometrică cuprinsă între 5-2 mm obținută a fost de 75% pentru varianta I, 51% pentru varianta II și 80% pentru varianta III. Analizând datele obținute observăm că varianta I și varianta III permite obținerea unui procent de 75-80% granule cu dimensiunea cuprinsă între 2-5 mm asigurând caracteristica dimensională impusă prin tema proiectului. Materialul cu dimensiuni mai mici de 2 mm va fi reintrodus în ciclul de fabricare prin amestecarea cu componenta solidă din rețetă.

### *- Umiditatea materialului biocompozit granular pe bază de turbă*

Pentru a asigura caracteristici mecanice corespunzătoare granulele de material biocompozit ecofertilizant pe bază de turbă trebuie să aibă o umiditate de maxim 15%. Pentru a determina conținutul de apă al granulelor am prelevat eșantioane de 20 g din masa de granule pentru fiecare

varianta realizată care au fost cântărite cu balanța de precizie Partner, cu domeniul de măsurare între 0,5 g și max.600 g și o eroare de 0,1g. Eșantioanele au fost uscate în etuvă în reprize de câte 1 oră, la temperatura de 60 °C, după fiecare repriză fiind cântărite din nou până când s-au obținut minim 3 valori consecutive egale. Conținutul de umiditate a fost determinat prin diferența dintre masa inițială a eșantioanelor și masa finală (dupa uscare) raportat la masa inițială a eșantionului. Valorile obținute au fost: umiditate 6,8% pentru varianta I; 8,2% pentru varianta II și 5,6 % pentru varianta III.

*- Controlul proprietăților mecanice ale granulelor de material biocompozit pe bază de turbă*

Prin încercări mecanice la compresiune, comparativ între cele trei variante de granule s-a urmărit influența rețetei de fabricare asupra rezistenței la compresiune a granulelor obținute. Încercările la compresiune s-au realizat cu o presa manuala echipată cu un traductor de forță de 5 kN (figura 11) datele fiind preluate și prelucrate prin intermediul unei plăci de achiziție date Spider 8. Pentru măsurători s-a utilizat câte o granulă, măsurătorile fiind repetate de 5 ori pentru a stabili valoarea medie a rezistenței la compresiune pentru fiecare rețetă. Rezultatele măsurătorilor sunt prezentate în figura 12 iar valorile medii obținute sunt : varianta I-38,52 N, varianta II- 29,64 N, varianta III- 33,0 N .



Fig. 11. Echipament pentru încercări la compresiune.

*- Densitatea în vrac a granulelor de material biocompozit pe bază de turbă*

Densitatea în vrac este o caracteristică importantă a materialelor cum ar fi pulberile, granulele și alte particule. Densitatea în vrac este definită ca masa unui material vrac împărțit la volumul ocupat de materialul respectiv. Pentru a determina densitatea în vrac a granulelor de material biocompozit pe bază de turbă am utilizat un vas calibrat de volum  $V=0,03 \text{ dm}^3$  iar masa lui obținută prin cântărire a fost  $m=27,56 \text{ g}$ . Pentru determinări am introdus materialul de la o înălțime de 5 cm în vas după care am bătut vasul de 50 ori de o masă de lemn și l-am cântărit obținând masa  $m_1$ . S-a calculat densitatea în vrac în stare îndesată cu formula (1).

$$\rho = (m_1 - m) / V \quad (1)$$

Rezultatele obținute pentru densitatea în vrac în stare îndesată sunt: varianta I-747,6 kg/m<sup>3</sup>, varianta II-650,6 kg/ m<sup>3</sup>, varianta III-694,3 kg/ m<sup>3</sup>.

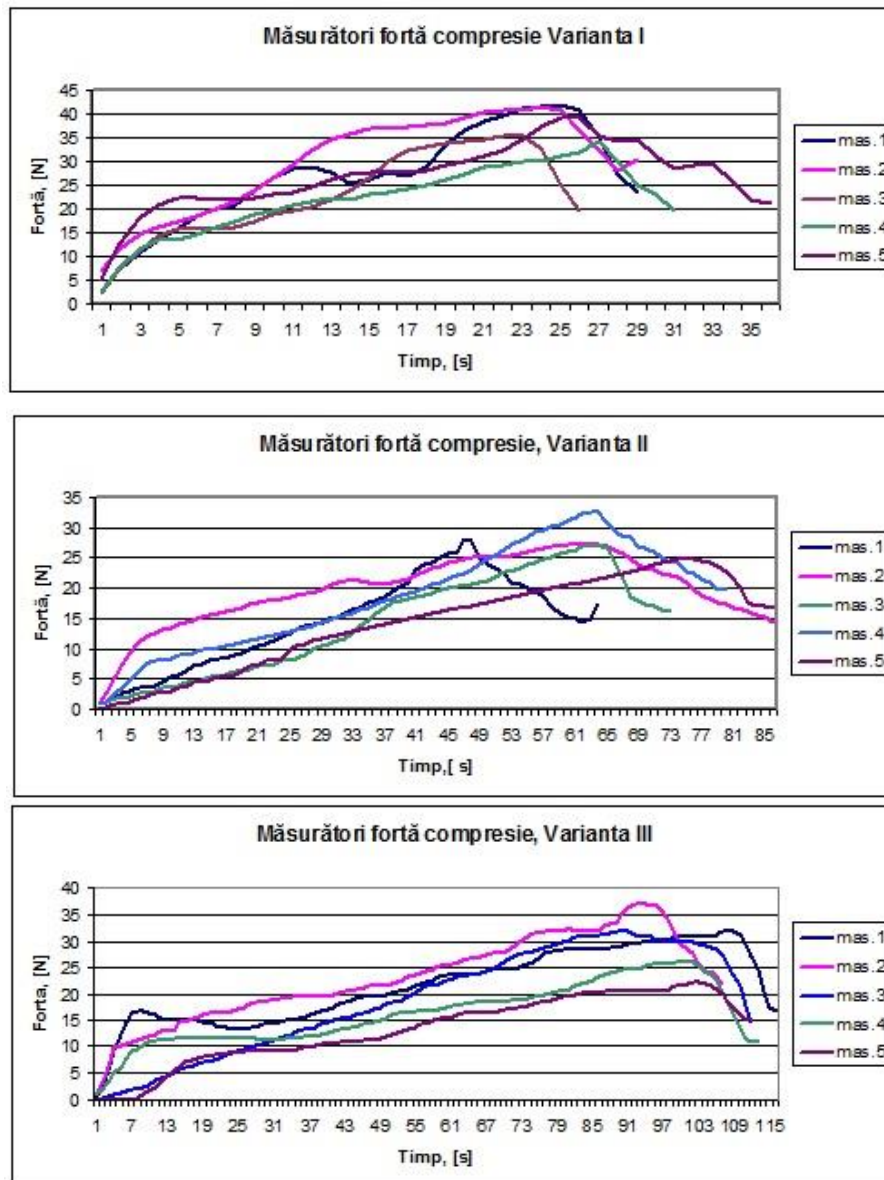


Fig. 12. Determinare forței de rezistență la compresiune pentru cele trei variante de material

*- Analiza gradului de absorbție a apei*

Absorbția de apă este proprietatea materialului de a absorbi și a reține apa în porii și în capilarele sale. Pentru a determina experimental capacitatea de absorbție a granulelor realizate în cele 3 variante am măsurat prin cântărire eșantioane de 5 g granule ( $m_{us}$ ) peste care am adăugat 10 g apă distilată iar după 5 minute am îndepărtat surplusul de apă și am cântărit din nou proba saturată ( $m_{sa}$ ). S-a calculat absorbția de apă raportată la masă ( $a_m$ ) cu formula (2). Valorile obținute sunt : 41% pentru varianta I, 55% pentru varianta II și 70% pentru varianta III.

$$a_m = (m_{sa} - m_{us}) 100 / m_{us} \quad (2)$$

*- Determinarea pH-ului*

În vederea determinării pH-ului materialului biocompozit pe bază de turbă obținut conform celor trei variante de rețete în trei pahare Berzelius am cântărit eșantioane de câte 2 g granule peste care am adăugat 20 ml apă distilată. Am amestecat până la dizolvarea completă a granulelor și am măsurat pH-ul cu hârtie indicator pH de la firma Merck, obținând un pH de 6,7 pentru Varianta I și Varianta II și un pH de 6,1 pentru Varianta III.

*- Conținutul de substanță uscată, de carbon organic și raportul masic C/N*

Conținutul de substanță uscată în produsul final este determinat de conținutul de substanță uscată al tuturor ingredientelor din rețeta de fabricație. Apa din rețeta de fabricație este conținută de turba, hidrolizatul proteic și sulfatul de magneziu heptahidrat (turba-21,6 % apă, hidrolizatul -85,5% apă, și MgSO<sub>4</sub>-50% apă). În tabelul 3 sunt prezentate valorile procentuale pentru substanța uscată în produsul final.

Conform datelor din tabelul 3 conținutul de substanță uscată în toate cele 3 variante realizate este mai mare decât valoarea impusă prin tema de proiect de min.40%.

Carbonul organic total conținut de materialul biocompozit eco-fertilizant granular pe bază de turbă realizat pe baza celor 3 variante de rețete este format din carbonul din turbă, uree, amidon, hidrolizatul proteic și melasă. Conținutul de carbon organic este de: 48% din substanța uscată organica din turbă, 20% în uree, 46% în amidon, 44% în substanța uscată din hidrolizatul proteic și 45% în substanța uscată din melasă. Procentul de carbon organic pentru materialul biocompozit eco-fertilizant granular se determină raportând cantitatea de carbon la total substanță uscată din produsul final. Cantitatea de carbon organic corespunzătoare ingredientelor celor 3 variante raportată la substanța uscată în produsul final, exprimată în kg și % este prezentată în tabelul 3.

**Tabelul 3**

**Conținutul de substanță uscată, carbon organic și raportul masic C/N pentru materialul obținut conform celor trei variante**

	<b>Varianta I</b>	<b>Varianta II</b>	<b>Varianta III</b>
Masă produs final, kg	25,70	25,86	25,87
Substanță uscată din produs final, kg	20,04	20,20	20,218
<b>Substanță uscată din produs final, %</b>	<b>78%</b>	<b>78,11%</b>	<b>78,15%</b>
Total Carbon organic, kg	4,42	4,56	4,56
<b>Carbon organic [%]</b>	<b>22,05</b>	<b>22,57</b>	<b>22,55</b>
<b>Raport masic C/N</b>	<b>12,14</b>	<b>12,42</b>	<b>12,38</b>

Conform datelor obținute conținutul de carbon organic în toate cele 3 variante realizate este mai mare decât valoarea impusă prin tema de proiect de min. 7,5%. Deasemenea, raportul masic C/N (tabelul 1), pentru toate cele 3 variante se încadrează în limitele propuse de 12-15%.

**DEMONSTRAREA ȘI PREZENTAREA TEHNOLOGIEI DE FABRICAȚIE A MATERIALELOR BIOCUMPOZITE ECO-FERTILIZANTE, GRANULARE PE BAZĂ DE TURBĂ**

**Metodologia de demonstrare**

În scopul demonstrării și prezentării impactului și avantajelor pe care le prezintă realizarea și utilizarea materialelor biocompozite eco-fertilizante granulare pe bază de turbă realizate prin tehnologia de realizare dezvoltată în cadrul proiectului: PN 18 30.01.03. *Biocompozite fertilizante granulare ecologice pe bază de turbă*, au fost invitați, prin poștă pe suport hârtie sau electronic, la sediul INMA Sucursala Cluj-Napoca reprezentanți ai unor entități din mediul economic și universitar, interesați de rezultatele proiectului.

Au fost prezentate în fața acestora sub forma de demonstrare practică: materiile prime folosite la realizarea materialelor biocompozite eco-fertilizante granulare pe bază de turbă, rețeta de fabricație, tehnologia de realizare și fazele procesului tehnologic, componenta și parametrii instalației utilizate pe parcursul experimentărilor, regimul de lucru la extrudare și granulare, rezultatele obținute

materializate prin caracteristicile produsului biocompozit eco-fertilizant granular pe bază de turbă realizat, metodologia de control și caracterizare fizico-mecanică a materialelor și materiilor prime utilizate precum și a produsului finit realizat, pagina web atât în limba română cât și în engleză, CD-ul care conține prezentarea rezultatelor obținute în cadrul proiectului, fișa tehnică, pliant și lucrări științifice comunicate și publicate în reviste științifice de profil recunoscute.

La încheierea acțiunilor practice de demonstrare și prezentare s-a întocmit un Proces Verbal, care a fost semnat de către participanți.

### Activități de demonstrare și prezentare

Demonstrarea aplicării Tehnologiei de fabricație a materialelor biocompozite eco-fertilizante granulare pe bază de turbă a cuprins atât activități cu caracter teoretic: prezentarea tehnologiei de realizare, a rețetei utilizate, a fazelor procesului tehnologic și a instalației de lucru, cât și practic.

**Rețeta de fabricație** utilizată pentru realizarea materialului biocompozit eco-fertilizant granular pe bază de turbă conține:

- turba este materia primă de baza și sursa principală de substanță organică pentru biocompozitul fertilizant ce urmează a fi realizat.

- uree, utilizată ca și sursă de azot, este un îngrășământ granular, cu 46% azot,

- monoamoniufosfat (MAP), utilizat ca și sursă de fosfor și azot este un îngrășământ mineral sub forma de granule, cu azot 12 %, fosfor 61%, potasiu 0%, lipsit de clor și alte elemente nocive, total solubil, cu un pH scăzut de 4-4,5.

- melasa din sfeclă de zahăr, ca sursă de azot organic, potasiu și vitamine, este un lichid vâcos de culoare închisă care conține 0.5-2.1% azot, 2-5% potasiu, și alte microelemente , având un pH de 4.9-8.5.

- hidrolizat proteic, conține 10-13% proteine, polipeptide și aminoacizi.

- amidonul utilizat a fost amidon de porumb fabricat la SC ROQUETTE SA Calafat.

- microelemente - cobalt, zinc, cupru, fier și mangan, sub formă de sulfați .

Ureea împreună cu melasa și amidonul, servesc ca lianți pentru asigurarea coeziunii componentelor rețetei pe parcursul extrudării.

Rețeta de realizare a materialului biocompozit eco-fertilizant granular pe bază de turbă conține elementele prezentate în tabelul 4.

Tabelul 4.

Componența rețetei utilizate la realizarea materialul biocompozit eco-fertilizant granular pe bază de turbă

Nr crt.	Substanța utilizată	Părți procentuale, %
1	Turbă uscată, umiditate 20%	31,80
2	Monoamoniufosfat (MAP)	26,19
3	Uree	15,71
4	Hidrolizat proteic	18,31
5	Amidon	2,10
6	Sulfat de magneziu, MgSO4	3,14
7	Sulfat de zinc, Zn SO4	0,08
8	Sulfat de cupru, CuSO4	0,05
9	Sulfat de fier, FeSO4	0,10
10	Sulfat de mangan, MnSO4	0,21
11	Sulfat de cobalt, CoSO4	0,03
12	Melasă din sfeclă de zahăr	2,10
13	Acid ortofosforic, H2PO4	0,18

**Tehnologia de realizare** a materialului biocompozit eco-fertilizant granular pe baza de turba, este prezentata in fig.6.

**Instalația de lucru** prezentată in fig.7 cuprinde urmatoarele elementele principale: Pompa peristaltică 1, Dozatorul de materiale pulverulente 2, Extruderul 3, Matrița 4, Incinta de răcire 5, și echipamentul de granulare de tip moară cu ciocănele.

Principalele caracteristici ale acestora sunt:

Pompa peristaltică tip SP 311/6, fabricație VELP Scientifica, pentru dozare lichide poate realiza debite cuprinse între 6 și 35 ml/min.

Dozatorul de materiale pulverulente, este un dozator volumetric, cu șnecc dublu, destinat alimentării materialelor cu granulații cuprinse între 2,0 și 40 micrometri, la o umiditate de max. 15%, cu posibilitatea de reglare continuă a debitului între 0,3 și 10 kg/h. Alimentarea se va face în mod continuu, orice întrerupere a alimentării conducând la variații ale debitului și proprietăților produsului finit.

Extruderul este de tip „ZK 25”, fabricație Collin, cu doi melci modulari corotativi, cu o productivitate de max. 15 kg/h, diametrul melcilor:  $D=25$  mm, lungimea melcilor:  $L=30xD$ , turația melcilor: max. 400 rot/min..

Cilindrul extruderului este de asemenea modular și are 5 zone (Z1-Z6) demontabile și interschimbabile una față de alta, fiecare zonă având încălzire și răcire independentă. Fiecare dintre aceste zone este prevăzută cu câte un senzor de temperatură care măsoară temperaturile și comandă pornirea sau oprirea încălzitoarelor sau ventilatoarelor pentru menținerea temperaturilor reglate. Extruderul este prevăzut cu un microprocesor de control ECS, cu posibilitatea reglării și menținerii temperaturii în cele cinci zone de lucru ale extruderului, adaptor și matriță. Partea cilindrului care formează zona Z2 are un orificiu pentru dozarea componentelor lichide (plastifianti).

Matrița este prevăzută cu 3 orificii având diametrul de 2,5 mm. Matrița este prevăzută cu sistem propriu de încălzire cu puterea instalată de 5 kW și trei senzori de temperatură.

Incinta de răcire asigură scăderea temperaturii produsului în vederea colectării și granulării acestuia.

Echipamentul de granulare este de tip moară cu ciocănele, al cărui rotor cu diametrul de 220 mm este antrenat la 1000 rot/min cu un motor electric monofazat având puterea de 500 W

**Fazele procesului tehnologic** sunt următoarele:

-*Pregătirea materiilor prime* constă în gruparea și amestecarea acestora în amestec de componente solide (turba uscată, monoamoniufosfat (MAP) și amidon) și amestec de componente lichide format din hidrolizatul proteic în care se dizolvă ureea, melasa și microelementele sub forma de sulfați. Amestecul solid se macină în moara cu ciocănele, realizându-se astfel textura și granulația corespunzătoare alimentării extruderului prin intermediul dozatorului de materiale pulverulente.

-*Alimentarea extruderului* cu cele două categorii de amestecuri se face prin cele două puncte de alimentare, dozarea amestecului de componente solide în pâlnia extruderului situată în zona Z1 cu ajutorul unui dozator cu doi melci iar dozarea amestecului lichid în zona Z2 cu ajutorul unei pompe dozatoare. Debiturile de alimentare sunt stabilite astfel încât să fie respectate proporțiile conform rețetei.

-*Extrudarea*. Amestecurile dozate prin cele două puncte de alimentare ale extruderului sunt preluate de cei doi melci corotativi care le omogenizează și procesează prin forfecare și încălzire în timp ce sunt deplasate înspre matriță. Pe de altă parte, datorită rotației melcilor, în zona Z5 are loc o creștere a presiunii spre matriță. Temperatura cilindrului este presetată și menținută la valorile stabilite de sistemul de încălzire și răcire a cilindrului. Turația melcilor este reglabilă, permițând varierea timpului de trecere a materialului prin extruder. La trecerea prin matriță materialul trebuie să aibă temperatura și presiunea necesară obținerii unui produs finit de calitate.

-*Granularea* are ca scop asigurarea proprietăților de curgere a produsului finit și s-a realizat într-o moară cu ciocănele, al cărei rotor cu diametrul de 220 mm este antrenat la 1000 rot/min cu un motor electric monofazat având puterea de 500 W.

-*Uscarea* are ca scop reducerea umidității și îmbunătățirea caracteristicilor mecanice ale acestora și s-a realizat într-o etuvă cu recircularea aerului și așezarea granulelor pe o sită, într-un singur strat. Temperatura de uscare a fost de 40-60 OC.

**Parametrii procesului tehnologic** sunt prezentați în tabelul 2.

#### **Activități practice de demonstrare**

După prezentarea teoretică s-a trecut la efectuarea unei demonstrații practice de realizare a îngrășământului eco-fertilizant granular pe bază de turbă, prin extrudare și granulare. În timpul demonstrației s-a urmărit modul de pregătire a materiilor prime, conform rețetei de fabricație, parametrii procesului tehnologic de lucru și modul de realizare a fazelor de lucru. Au fost recoltate probe în vederea efectuării de măsuratori privind determinarea unor caracteristici ale produsului realizat.

Participanților la demonstrare li s-au înmănat câte un exemplar din Fișa tehnică, Pliant, și un CD-ROM, realizate în acest scop, iar aceștia au făcut recomandări ca cercetările și rezultatele proiectului să fie puse în mod nediscriminatoriu la dispoziția factorilor interesați.

### **Faza: 5. Optimizarea variantelor în vederea definitivării soluției. Diseminarea pe scară largă prin comunicarea și publicarea rezultatelor**

#### **❖ OPTIMIZAREA VARIANTELOR ÎN VEDEREA DEFINITIVĂRII TEHNOLOGIEI**

Pe baza rezultatelor obținute la experimentările de realizare și caracterizare, s-au optimizat variantele și s-a întocmit dosarul de omologare pentru tehnologia de obținere a biocompozitelor eco-fertilizante granulare pe baza de turbă.

**Rețeta de fabricație** utilizată pentru realizarea materialului biocompozit eco-fertilizant granular pe bază de turbă va conține următoarele componente: turbă, care este materia primă de baza; uree, utilizată ca și sursă de azot; monoamoniufosfat (MAP), utilizat ca și sursă de fosfor și azot; melasă din sfeclă de zahar, ca sursă de azot organic, potasiu și vitamine; hidrolizat proteic, utilizat ca sursă de proteine, polipeptide și aminoacizi; amidon, utilizat ca agent de expandare; microelemente (magneziu, zinc, cupru, fier, mangan și cobalt) se vor introduce în rețetă sub formă de sulfați și acid ortofosforic ca sursă de fosfor și favorizant al reacțiilor de policondensare la extrudare.

Având în vedere proporția componentelor care aduc în rețetă elementele nutritive în limitele corespunzătoare cerințelor reglementărilor europene în domeniu și pentru a asigura rolul fertilizator al biocompozitelor obținute, în cazul fazei 3 „Realizare materiale biocompozite eco-fertilizante granulare pe bază de turbă” au fost procesate 3 variante de rețetă. Caracteristicile fizico-mecanice ale granulelor realizate prin procesarea celor 3 rețete, determinate la etapa 4 „Experimentări în vederea caracterizării materialelor biocompozite eco-fertilizante, granulare pe bază de turbă”, sunt prezentate centralizat în tabelul 1.

Tabelul 1.

Caracteristicile fizico-mecanice ale granulelor de biocompozit eco-fertilizant pe bază de turbă

Nr crt.	Caracteristica		U.M.	Varianta I	Varianta II	Varianta III
1	Granulația	Între 2 și 5 mm	%	75	51	80
		< 0,25 mm		9,6	14,2	5,5
2	Conținutul de umiditate		%	6,8	8,2	5,6
3	Rezistența la compresiune		N	38,52	29,64	33,0
4	Densitatea în vrac		kg/ m3	747,6	650,6	694,3
5	Absorbția de apă		%	41	55	70
6	Substanța uscată		%	93,2	91,8	94,4

7	Carbon organic	%	22,05	22,57	22,55
8	Raport masic C/N	-	12,14	12,42	12,38
9	pH	-	6,7	6,7	6,1

Din analiza acestor rezultate se observă că toate cele 3 variante de rețetă asigură încadrarea caracteristicilor de fertilizant ale granulelor de material biocompozit pe bază de turbă realizate în limitele impuse prin tema de proiectare, carbon organic: min 7,5%, conținut substanță uscată: min 40%, raport masic C/N: 12 – 15. Dacă ținem seama însă de valorile granulației, sunt de urmărit doi parametri: fracția cuprinsă între 2 și 5 mm, care reprezintă granulele de îngrășământ corespunzătoare dimensional pentru a putea fi aplicate pe câmp cu mașini specializate și fracția de sub 0,25 mm care este un indicator al gradului de sfărâmare a granulelor pe timpul transportului. Deci, din punct de vedere al eficienței tehnologiei de obținere, al reducerii pierderilor pe timpul transportului și al aplicării în câmp, varianta optimă este rețeta varianta III, care generează, comparativ cu varianta I, cu 6,25% mai multe granule cu dimensiuni între 2 și 5 mm și cu 42,7 mai puține granule cu dimensiuni sub 0,25 mm, chiar dacă rezistența la compresiune este mai mică cu 14,3%.

**Procesul tehnologic** care va fi utilizat în vederea realizării de biocompozite eco-fertilizante granulare pe baza de turbă se va desfășura după diagrama prezentată în figura 1.

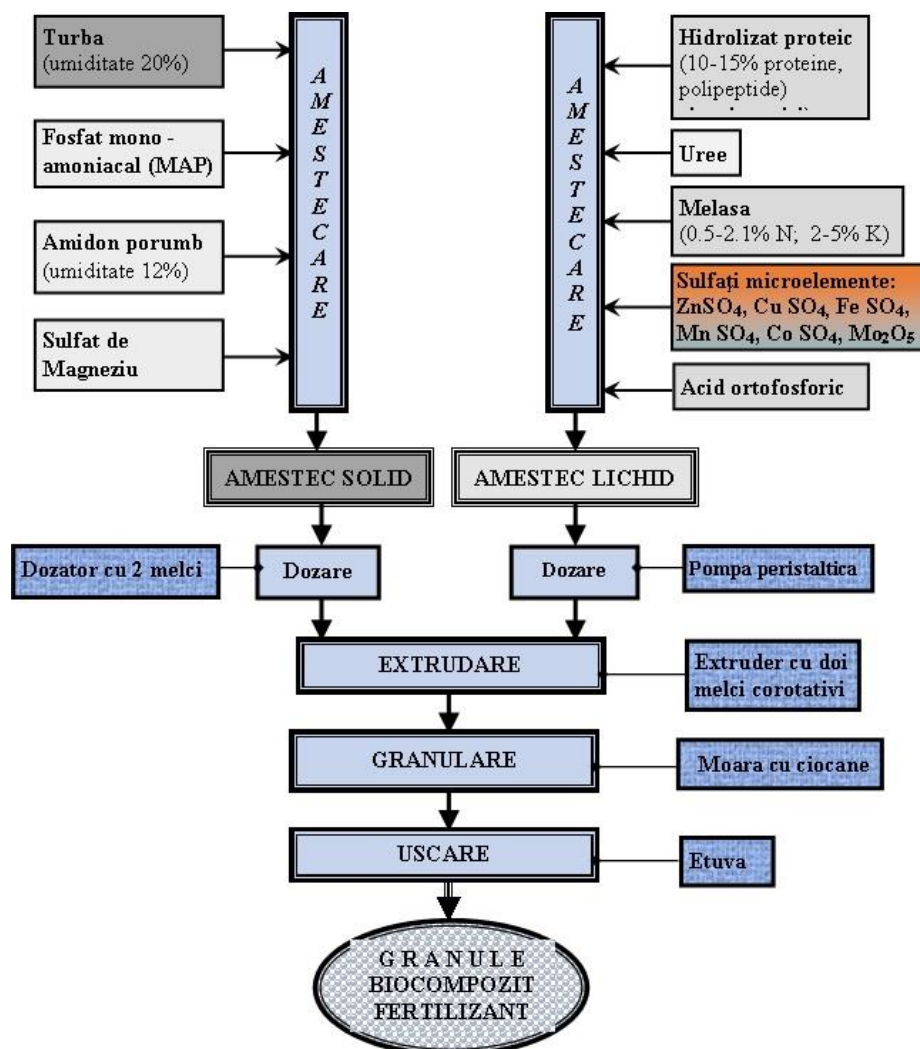


Fig 1. Schema fluxului tehnologic

Conform diagramei, procesul tehnologic cuprinde următoarele faze:

Pregătirea amestecurilor de materii prime, care constă în gruparea și amestecarea acestora în două categorii: amestec solid format din turbă uscată la umiditatea de 20%, fosfat monoamoniacal

(MAP), amidon și sulfat de magneziu; amestec lichid format din hidrolizatul proteic în care se dizolvă ureea, melasa și microelementele sub forma de sulfați precum și acidul ortofosforic.

Procesarea amestecurilor de materii prime se va realiza pe o instalație a carui componență este prezentată în Fig. 2 și va cuprinde următoarele operații:

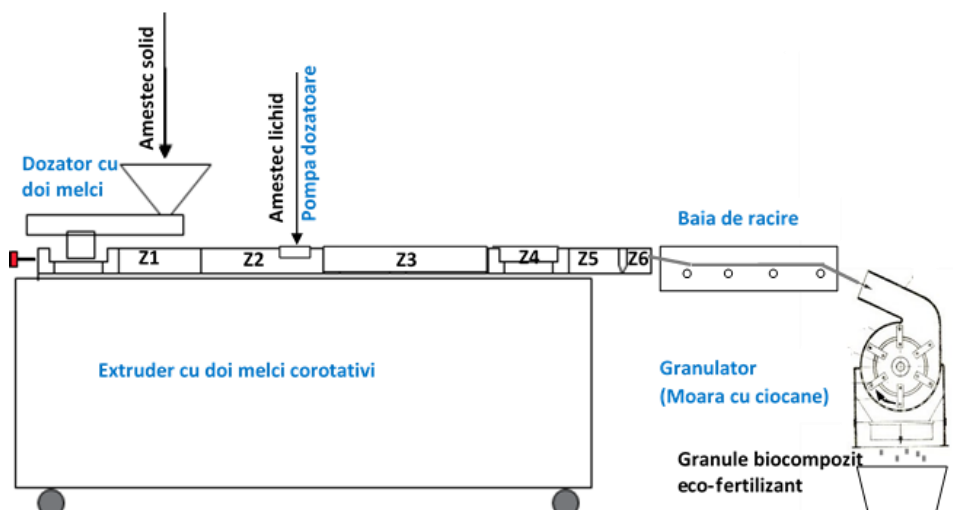


Fig. 2 Instalația de extrudare, răcire și granulare

*Alimentarea* extruderului se va realiza prin dozarea concomitentă a amestecului solid pulverulent în pâlnia de alimentare a extruderului, situată în zona Z1, cu ajutorul unui dozator cu doi melci și a amestecului lichid în zona Z2 cu ajutorul unei pompe dozatoare. Alimentarea se va face în mod continuu, orice întrerupere a alimentării conducând la variații ale debitului și proprietăților produsului finit.

*Extrudarea* se recomandă a fi realizată pe un extruder cu doi melci modulari corotativi, cu autocurățire. Pentru a fi utilizați parametri tehnologici stabiliți la experimentări diametrul melcilor va fi de 25 mm, iar lungimea acestora  $L=30 \times D$ . Turația melcilor va fi de min 80 rot/min. Extruderul prezentat în Fig. 2 are 6 zone, demontabile și interschimbabile una față de alta. Fiecare dintre primele 5 zone este prevăzută cu câte un senzor de temperatură care măsoară temperaturile și comandă pornirea sau oprirea încălzitoarelor sau ventilatoarelor pentru menținerea temperaturilor reglate pe fiecare zonă. Zona a șasea, Z6, este zona matriței. În această zonă se găsesc doi senzori care sunt în contact direct cu materialul care se procesează și care măsoară temperatura și presiunea acestuia. Amestecurile dozate prin cele două puncte de alimentare ale extruderului sunt preluate de cei doi melci corotativi care le omogenizează și procesează prin forfecare și încălzire în timp ce sunt deplasate înspre matriță. Temperatura cilindrilor este presetată și menținută, la valorile stabilite, de sistemul de încălzire și răcire a cilindrilor. La trecerea prin matriță materialul trebuie să aibă temperatura și presiunea necesară obținerii unui produs finit de calitate.

*Răcirea* are ca scop scăderea temperaturii în masa materialului obținut, pentru a avea consistența necesară granulării. Se realizează prin trecerea acestor profile printr-o încălț de răcire.

*Granularea* are ca scop asigurarea proprietăților de curgere a produsului finit și se va realiza într-o moară cu ciocane, ale cărei rotor, în cazul în care are un diametru de 220 mm va fi antrenat la 1000 rot/min cu un motor electric monofazat având puterea de 500 W.

*Uscarea* are ca scop reducerea umidității granulelor și îmbunătățirea caracteristicilor mecanice ale acestora și se va realiza într-o etuvă cu recircularea aerului și așezarea granulelor pe o sită, într-un singur strat. Se recomandă o temperatură de uscare de 40-60 °C.

**Parametrii de lucru** recomandați a fi utilizați la extrudare sunt prezentați în tabelul 2.

Parametrii utilizați la extrudare

Parametru	U.M	Valoare					
		Z1	Z2	Z3	Z4	Z5	Z6
Zona	-	Z1	Z2	Z3	Z4	Z5	Z6
Temperatura	°C	30	30	40	60	80	100
Debitul de alimentare solid	Kg/h	3,3					
Debitul de alimentare lichid	Kg/h	2,2					
Raportul debit alimentare solid/lichid	-	3/2					
Presiunea de extrudare	bar	max. 60					

❖ **Diseminarea pe scară largă prin comunicarea și publicarea rezultatelor**

Pentru diseminarea pe scara largă a rezultatelor obținute în cadrul proiectului, în scopul popularizării acestora, s-a acționat pe urmatoarele directii principale:

- Întocmirea de documentație specifică activității (Fișa tehnică de prezentare-1 buc., Poster-1 buc., Pliant-1 buc.), cu prezentarea succintă a tehnologiei;
- Participarea la manifestări tehnico-științifice prin comunicarea și prezentarea de lucrări științifice (3 participări);
- Publicarea de articole științifice în reviste de specialitate (1 articol ISI, 4 articole BDI);
- Inregistrare cerere de brevet (1 buc.);
- Realizare CD-ROM cu rezultatele proiectului;
- Realizarea unei pagini web cu rezultatele obținute in cadrul proiectului.

**DATELE DE CONTACT ALE DIRECTORULUI DE PROIECT:**

**Ing. Nagy Elena Mihaela** - INMA BUCURESTI, Sucursala Cluj-Napoca

Tel./Fax: 0264418162

e-mail: nagy\_m2002@yahoo.co.uk