



MD 182 Y 2010.04.30

REPUBLICA MOLDOVA



(19) Agenția de Stat
pentru Proprietatea Intelectuală

(11) **182** ⁽¹³⁾ **Y**
(51) Int. Cl.: *B01D 3/00* (2006.01)
B01D 3/14 (2006.01)
B01D 3/36 (2006.01)
C07C 31/08 (2006.01)
C07C 31/20 (2006.01)

(12) **BREVET DE INVENȚIE
DE SCURTĂ DURATĂ**

În termen de 6 luni de la data publicării mențiunii privind hotărârea de
acordare a brevetului de invenție de scurtă durată, orice persoană poate face
opoziție la acordarea brevetului

(21) Nr. depozit: s 2009 0143
(22) Data depozit: 2009.07.30

(45) Data publicării hotărârii de
acordare a brevetului:
2010.04.30, BOPI nr. 4/2010

(71) Solicitant: INSTITUȚIA PUBLICĂ "INSTITUTUL ȘTIINȚIFICO-PRACTIC DE HORTICULTURĂ ȘI
TEHNOLOGII ALIMENTARE", MD

(72) Inventatori: STÎȚIUC Mihai, MD; GĂINA Boris, MD; VIȘNEVSCHII Vladimir, MD; OLARU
Constantin, MD; BOUNEGRU Tudor, MD

(73) Titular: INSTITUȚIA PUBLICĂ "INSTITUTUL ȘTIINȚIFICO-PRACTIC DE HORTICULTURĂ ȘI
TEHNOLOGII ALIMENTARE", MD

(54) **Procedeu de obținere a alcoolului etilic deshidratat**

(57) **Rezumat:**

1

Invenția se referă la industria alcoolului, și
anume la un procedeu de obținere a alcoolului
etilic deshidratat.

Procedeul de obținere a alcoolului etilic
deshidratat până la concentrația de 98,9...99,5%
vol. include distilarea alcoolului etilic cu con-
centrația de 95,5...96,5% vol. în contracurent cu
1,2-propilenglicol în raport de 1:1, lichefierea

2

5 vaporilor de alcool etilic și colectarea alcoolului
etilic deshidratat.

10 În calitate de alcool etilic pot fi utilizate și
fracțiile de coadă de la producerea alcoolului etilic
rectificat de cereale și melasă, distilatului de vin și
alcoolului etilic rectificat de struguri, preventiv
concentrat până la 95,5...96,5% vol.

Revendicări: 2

MD 182 Y 2010.04.30

Descriere:

Invenția se referă la industria alcoolului, și anume la un procedeu de obținere a alcoolului etilic deshidratat.

Alcoolul etilic deshidratat poate fi utilizat în industria de producere a carburanților lichizi, în special, la producerea bioetanolului, folosit ca adaos la benzină.

După cum se știe, bioetanolul, folosit ca adaos la benzină, trebuie să aibă un conținut de 98,7% (Carburanți pentru automobile. Etanol ca component de amestec pentru benzină. Cerințe și metode de încercare. EN15376:2007 idt) sau 99,3% vol. (Высокооктановая кислородсодержащая добавка к бензину. ТУ 30183376.001/2000) de alcool etilic, pe când în instalațiile de rectificare a alcoolului etilic el se obține cu un conținut de cel mult 96% vol. alcool etilic (GOST 5962-67).

Se cunoaște procedeul de deshidratare a alcoolului etilic, care se bazează pe absorbția moleculelor de apă din alcool cu utilizarea sitelor moleculare din zeolit sintetic granulat de 3 Å [1].

Capacitatea de adsorbție a apei de către zeolit depinde de presiunea și temperatura apei. Cu cât presiunea și temperatura vaporilor alcoolului este mai mare, cu atât se mărește saturația zeolitului cu apă. Moleculele de apă, având diametrul mai mic decât al alcoolului etilic, se adsorb în porii zeolitului. Când sita moleculară este saturată cu apă, ea este readusă în starea inițială. Procesul de desorbție a apei din sitele moleculare are loc în vid. Cu ajutorul sitelor moleculare pe bază de zeoliți se poate obține alcool etilic cu concentrația de 99,0...99,8% vol.

Dezavantajele acestui procedeu constau în următoarele:

- sitele moleculare pe bază de zeoliți au rezistență mecanică joasă, din care cauză repede se uzează și necesită a fi înlocuite;
- alcoolul etilic rectificat trebuie să fie de o puritate înaltă, deoarece sitele moleculare nu sunt regenerabile;
- este foarte greu de dirijat procesul de absolutizare, deoarece atât procesul de adsorbție a apei, cât și procesul de desorbție sunt specifice și nu pot fi automatizate.

Soluția cea mai apropiată este procedeul de obținere a alcoolului etilic deshidratat cu utilizarea benzenului. Acest procedeu de deshidratare a alcoolului etilic prin utilizarea amestecurilor triple, constă în următoarele. La alcoolul etilic rectificat se adaugă benzen. Amestecul triplu etanol-apă-benzen formează un azeotrop, care constă din, % mas.: etanol 19,5, apă 7,4 și benzen 74,1, care fierbe la temperatura de 64,85°C. Amestecul azeotrop la distilare se comportă ca un complex ușor volatil. La răcire el se separă ușor în două straturi: de sus – format preponderent din benzen, și de jos – din etanol și apă. La temperatura de 15°C în stratul de sus se conține: benzen 85%, alcool etilic 13,3% și apă 1,7%, în cel de jos alcool etilic 49,7%, apă 41,3% și benzen 9% [2].

La distilarea amestecului de alcool etilic, apă și benzen primul se distilează alcoolul etilic, iar în soluție rămâne benzenul și apa. Deoarece temperaturile de fierbere a benzenului este de 80,1°C, iar a alcoolului etilic de 78,37°C, alcoolul etilic distilat conține urme de benzen. Cu ajutorul benzenului se poate obține alcool etilic cu concentrația de 99,0...99,5% vol.

Pentru producerea a 0,01 m³ de alcool etilic anhidru se consumă aproximativ 0,25 m³ apă și 0,01 kg de benzen. Pierderile ultimului se compensează prin adaosul periodic al lui în coloana de deshidratare. Pierderile maxime admisibile la absolutizare constituie 1% de alcool etilic.

Dezavantajele acestui procedeu constau în faptul că:

- la distilarea alcoolului etilic o parte din benzen rămâne în alcoolul deshidratat;
 - benzenul și produsele lui de ardere sunt toxice, din această cauză el a fost interzis pentru utilizare;
 - la producerea alcoolului etilic anhidru sunt mari cheltuielile de vapori de apă.
- Problema pe care o soluționează invenția dată constă în utilizarea unui agent de deshidratare care nu este toxic și la distilare nu trece în alcoolul etilic deshidratat.

Esența procedurii de obținere a alcoolului etilic deshidratat până la concentrația de 98,9...99,5% vol, constă în distilarea alcoolului etilic cu concentrația de 95,5...96,5% vol. în contracurent cu 1,2 propilenglicol în raport de 1:1, lichifierea vaporilor de alcool etilic și colectarea alcoolului etilic deshidratat.

La distilarea amestecului triplu din alcool etilic, apă și 1,2 propilenglicol se obține alcool etilic cu concentrația de 99,0...99,5% vol. Produsul obținut poate fi folosit ca solvent în industria chimică sau ca adaos la benzină.

În calitate de alcool etilic se utilizează fracțiunile de coadă de la producerea alcoolului etilic rectificat din cereale și melasă, distilatului de vin și alcoolului etilic rectificat de struguri, preventiv concentrat până la 95,5...96,5% vol.

Rezultatul tehnic al invenției constă în aceea că:

- se obține alcool etilic de 98,9...99,5% vol.;
- alcoolul etilic deshidratat poate fi folosit ca adaos la benzină;
- 1,2 propilenglicolul utilizat poate fi deshidratat la încălzirea lui până la temperatura de fierbere, care este de 187°C la presiune normală sau în vid la temperaturi mai joase;
- 1,2 propilenglicolul este stabil, nu se modifică în procesul de deshidratare a alcoolului sau la regenerarea lui;

MD 182 Y 2010.04.30

4

- folosind 1,2 propilenglicolul se pot utiliza fracțiile de coadă de la producerea alcoolului etilic rectificat din cereale și melasă, distilatului de vin și alcoolului etilic rectificat de struguri, preventiv concentrat până la 95,5...96,5% vol.

Rezultatul tehnic al invenției se datorează faptului că:

- 5
- se utilizează 1,2 propilenglicolul ca agent de deshidratare, care nu este toxic;
 - 1,2 propilenglicolul formează cu apa hidrați mai stabili, asigurând un grad mai ridicat de concentrare a alcoolului etilic.

Exemplul 1

10 Pentru deshidratare se utilizează 2000 cm³ de alcool etilic rectificat conform (GOST 5962-67) cu concentrația alcoolului etilic de 96% vol., care se introduce în alambicul coloanei de distilare, unde se încălzesc. Vaporii de alcool și apă se ridică în coloana de distilare, iar prin partea de sus se debitează 1,2 propilenglicolul în raport de 1:1 față de alcoolul utilizat. 1,2 propilenglicolul leagă apa din vaporii și coboară în jos prin coloană nimerind în alambic. Vaporii de alcool fără apă ieșind din coloana de distilare sunt răciți și lichidul format este colectat. Concentrația alcoolului etilic în produsul final este de 15 99,5% vol.

Exemplul 2

Pentru deshidratare s-a utilizat: fracția de la producerea alcoolului etilic rectificat de origine vinicolă cu concentrația alcoolică de 96% vol. în cantitate de 30%, alcool etilic rectificat din cereale cu concentrația alcoolului etilic de 96,4% vol. în cantitate de 60% și fracția de coadă de la producerea 20 distilatului de vin cu concentrația alcoolului etilic de 40% vol. în cantitate de 10%. Concentrația alcoolică medie a amestecului constituie 91% vol. Acest amestec este concentrat într-o instalație de distilare până la concentrația alcoolului etilic de 95,5...96,6% vol., apoi este încălzit în alambicul coloanei de distilare și vaporii formați se ridică în sus în coloana de distilare. În partea de sus a coloanei se debitează 1,2 propilenglicol în raport de 1:1 față de amestecul concentrat, care venind în contact cu 25 vaporii leagă apa și se acumulează în alambicul coloanei. Vaporii de alcool, precum și ai componentelor fracțiilor de coadă fără apă din coloana de distilare nimeresc în sistemul de răcire unde sunt lichefiați, iar alcoolul etilic deshidratat este colectat.

Rezultatele obținute sunt prezentate în tabel.

Tabel

30

Amestecul alcoolic		Alimentarea cu 1,2 propilenglicol, m ³ /h	Durata experimentului, h	Cantitatea de produs obținut, cm ³	Concentrația alcoolică, % vol.	Viteza selectării etanolului, cm ³ /h
Volumul, cm ³	Concentrația alcoolică, % vol.					
2000	95,5	500	2	1250	98,9	450
2000	96,1	500	2	1250	98,9	450
2000	96,6	500	2	1250	99,15	450

După finalizarea procesului de deshidratare amestecul de 1,2 propilenglicol și apă, acumulat în cazan și 10% de alcool restant se dirijează spre regenerare. Regenerarea 1,2 propilenglicolului se efectuează în evaporator deschis prin încălzire la presiune normală până la temperatura de 287°C sau 35 într-un sistem închis în vacuum de 750...800 Pa până la temperatura de 132°C, care corespunde temperaturii de fierbere a 1,2 polietilenglicolului.

1,2 polietilenglicolul regenerat se răcește până la t = 80°C și poate fi utilizat din nou pentru deshidratarea altei porții de alcool.

MD 182 Y 2010.04.30

5

(57) Revendicări:

5 1. Procedeu de obținere a alcoolului etilic deshidratat până la concentrația de 98,9...99,5% vol., care include distilarea alcoolului etilic cu concentrația de 95,5...96,5% de vol. în contracurent cu 1,2-propilenglicol în raport de 1:1, lichefierea vaporilor de alcool etilic și colectarea alcoolului etilic deshidratat.

10 2. Procedeu conform revendicării 1, în care în calitate de alcool etilic se utilizează fracțiile de coadă de la producerea alcoolului etilic rectificat din cereale și melasă, distilatului de vin și alcoolului etilic rectificat de struguri, preventiv concentrat până la 95,5...96,5% de vol.

15

(56) Referințe bibliografice:

1. Технические условия. Цеолиты синтетические. Ярославль, 2007. с.7
2. Яровенко В.Л. Технология спирта. Москва, Колос, 2002, с. 372-374

Șef Secție:

COLESNIC Inesa

Examinator:

DUBĂSARU Nina

Redactor:

LOZOVANU Maria

RAPORT DE DOCUMENTARE

pentru cerere de brevet de invenție de scurtă durată conform art.52(2) a Legii nr. 50/2008

(21) Nr. depozit: s 2009 0143	(85) Data fazei naționale PCT:
(22) Data depozit: 2009.07.30	(86) Cerere internațională PCT:
(51) IPC: Int. Cl.: B01D 3/00 (2006.01) B01D 3/14 (2006.01) B01D 3/36 (2006.01) C07C 31/08 (2006.01) C07C 31/20 (2006.01) Alți indici de clasificare: Titlul: Procedeu de obținere a alcoolului etilic deshidratat (71) Solicitantul: INSTITUȚIA PUBLICĂ "INSTITUTUL ȘTIINȚIFICO-PRACTIC DE HORTICULTURĂ ȘI TEHNOLOGII ALIMENTARE", MD	
I. Condiția de unitate a invenției ☒ satisface	
II. Minimul de documente consultate: MD Perioada 1993-2009 EA Perioada 1996-2009	
III. Domeniul de documentare: a) Indicii IPC: B01D3/00 (2006.01) B01D3/14(2006.01) B01D3/36(2006.01) C07C31/08(2006.01) C07C31/20(2006.01) b) Termeni caracteristici, cuvinte-cheie, sinonime: alcool etilic deshidratat, alcool etilic absolut, спирт этиловый дегидратированный, спирт этиловый абсолютированный	
IV. Documente considerate a fi relevante	
Categoria	Date de identificare ale documentelor citate si, unde este cazul, indicarea pasajelor pertinente
D	1. Технические условия. Цеолиты синтетические. Ярославль, 2007. с.7.
D	2. Яровенко В.Л. Технология спирта. Москва, Колос, 2002, с. 372-374
A	3. MD 2215 G2 2003.07.31
A	4. RU 2265473 C1 2005.12.10
	Relevant față de revendicarea nr.
	1,2
	1,2
	1,2
	1,2
Categorii de documente citate	
A - document care definește stadiul anterior în general	O - document referitor la o divulgare orală, un act de folosire, la o expunere etc.
X - document de relevanță deosebită: invenția revendicată nu poate fi considerată nouă sau implicând activitate inventivă	P - document publicat înainte de data de depozit dar după data priorității invocate
Y - document de relevanță deosebită: invenția revendicată nu poate fi considerată ca implicând activitate inventivă când documentul este asociat cu unul sau mai multe alte documente de aceeași natură	T - document publicat după data de depozit sau a priorității invocate, citat pentru a pune în evidență principiul sau teoria care fundamentează invenția
E - document anterior dar publicat la data de depozit național reglementar sau după această dată	D – Document menționat în descrierea cererii de brevet
Data finalizării documentării 2010-02-04	

