

# Rafinace sulfitového lihu na přístrojích melasových lihovarů

676.1.022.168:663 55

E. GREGOR

*Je nutno hledat lepší využití sulfitového lihu, nežli k všeobecné denaturaci. Autor konstatuje, že rektifikační a odvodňovací přístroje v melasových lihovarech jsou použitelné pro rafinaci surového sulfitového lihu, provedou-li se malé úpravy na potrubí odvodňovacích přístrojů.*

Sulfitový líh vyráběný v pěti lihovarech zřízených během války u největších celulosek v českých zemích a na Slovensku obsahuje co surový líh, t. j. produkt destilace, podobné nečistoty, jaké se vyskytují v melasovém a bramborovém surovém lihu a kromě toho až 4 % methanolu. Tento líh lze odvodňovat, a to nejsnadněji na přístroji soustavy zvané Hiag, při které není methanol na závodu jako při azeotropickém odvodňování pomocí benzínu a benzolu. Jelikož výroba sulfitového lihu je větší, nežli odyt absolutního alkoholu, byl zbytek prvního denaturován podobně jako t. zv. rafinační úkapy melasového a bramborového lihu.

Výroba sulfitového lihu, přispívající k zneškodnění výfuků odpadajících z celulosek (výpalky mají asi o 22 % sušiny méně nežli výfuk před neutralisací v lihovaru) stoupá a nutno hledat lepší využití sulfitového lihu, nežli k všeobecné denaturaci. Odstranění methanolu samo nestačí, neboť sulfitový líh obsahuje větší množství přiboudliny, nežli připouští norma pro t. zv. „technickou rafinadu“ a mnohdy obsahuje i více vody, nežli tato norma dovoluje (4 % obj.).

Z uvedených důvodů se stane i rafinace sulfitového lihu stejně tak nezbytnou, jako rafinace lihu jiného původu. Otázkou je, lze-li použití stávající rafinační přístroje melasových lihovarů a rafinerií k rafinaci sulfitového lihu s podmínkou, že bude odstraněn i methanol.

Odloučení methylalkoholu od ethylalkoholu není snadné, jelikož jejich fyzikální vlastnosti jsou málo rozdílné, jak patrně ze sestavení:

	methylalkohol		ethylalkohol	
specifická váha při: . . . °C	15	0,796	15,5	0,7936
specifické teplo při: . . . °C	5	0,576	Ø	0,545
	20	0,60	25	0,595
	40	0,617	50	0,665
			100	0,82
bod varu při 760 mm Hg	66 °C		78,3 °C	
výparné teplo kcal/kg . .	262,8 °C		206,4	

Stupeň kyselosti surového sulfitového lihu závisí na způsobu provádění neutralisace při destilaci v lihovaru.

Volných kyselin, jako octová, nalezeno 6 až 140 mg v 1 litru lihu, nejčastěji asi 20 mg/l.

Ačkoliv jsou destilační přístroje sulfitových lihovarů zařízeny na částečné odloučení úkapu (aldehydů) a téměř úplné odloučení přiboudliny, obsahuje sulfitový líh téměř ze všech závodů poměrně velké množství těchto nečistot; tak na př. od 260 do 2000 mg aldehydů jako acetaldehyd v 1 litru a od 220 do 1700 mg přiboudliny v 1 l.

Veliký obsah aldehydů je nápadný, protože se v sulfitových lihovarech vrací částečně úkap od destilace do kvasných kádí za účelem zvýšení výtežku ethylalkoholu.

Vysoký obsah přiboudliny může být zaviněn chybnou konstrukcí a funkcí odlučovače přiboudliny a také tím, že se nedosahuje dosti vysoké lihové stupňovitosti lihu.

Od 15. 9. 1951 je v účinnosti norma pro surový líh, podle které má mít tento líh složení:

alkohol 95—97 %, obj. (vyhovuje), aldehydy (jako acetaldehyd) nejvýše 500 mg v 1000 ml abs. alk. (líh vyhovuje zřídka kdy), přiboudlina nejvýše 400 mg v 1000 ml a. a. (líh mnohdy nevyhovuje), methanol nejvýše 4 % obj. (líh vyhovuje).

Poměrně velký obsah aldehydů a přiboudliny ztěžuje potřebitelnost a tím odyt sulfitového lihu. Úkapové a dotokové produkty (aldehydy, estery, přiboudlina a jiné vyšší alkoholy) lze odstranit z lihu pomocí stávajících, kontinuálních rektifikačních přístrojů. Za účelem snížení kyselosti lihu a aby rafinační přístroje, které jsou vesměs měděné, neutrpěly škodu, bude nutno provádět neutralisaci lihu nejlépe na spodních dnech jak zesilovací kolony epurateuru, tak rektifikační kolony.

K odstranění methanolu z takto rafinovaného lihu navrhl autor použití odvodňovací kolony přístrojů, které dosud pracovaly podle azeotropické soustavy s benzinem a benzoilem co odlučovaďly. Důvodem pro použití těchto kolon je, že mají veliký počet den pro rektifikaci azeotropické směsi a pro vyvaření odlučovaďla z odvodněného alkoholu.

Methylalkohol je těkavější nežli ethylalkohol a lze jej proto z tohoto v koloně vyvařit asi tak, jako ethylalkohol



z jeho směsi s vodou, nebo úkapové produkty ze surového líhu v epurateuru a podobně. Jelikož je při tom velká spotřeba tepla, musí mít kolona methanolová veliký počet vyvřecích den a kromě toho jistý počet den na koncentraci methanolu ve vývaru. Tak na př. může sloužit u kolony se 48 provařovacími dny 36 spodních den k vyvřování a hořejších 12 den ke koncentraci methanolu. Sulfitový surový lůh ohřátý na př. ve výměníku tepla čistým líhem lze v uvažovaném případě přivádět na 13. dno kolony, počítáno seshora; stékal by na 36 dnech do vařáku, jakým je každá odvodňovací kolona opatřena. Ve vařáku vyvíjené a kolonou stoupající líhové páry mohou vyvřít úplně methanol ze stékajícího líhu a přestoupit na 12 zesilovacích den kolony. Deflegmátor této kolony srazí větší část par z kolony do něho přivedených. Sraženina stéká na nejvyšší dno kolony, tvořící její přepad, který se spojuje na 13. dně s přítokem rafinovaného líhu. Na nejvyšších 12 dnech nastává v líhových parách koncentrace methanolu, která může dosáhnout obsahu methanolu 50 až 90 %. Zbytek par v deflegmátoru nesražených přestoupí do chladiče, kde se srazí a sraženina ochladí. Část této se odvede v množství obsahující veškerý methanol v dosažitelné koncentraci. Obsahuje-li rafinovaný sulfitový lůh na př. 4 obj. % methanolu, 92,6 % ethylalkoholu a 3,4 % vody a dosáhne-li se koncentrace 50 % methanolu, musí se odvést z chladiče 8 % z množství rafinovaného líhu co methanolový úkap s obsahem 46,6 % ethylalkoholu a 3,4 % vody. Čistého líhu bude 92 % z původního množství rafinovaného líhu opět s 96,6 % ethylalkoholu a 3,4 % vody.

Obsahuje-li surový sulfitový lůh 4 % methanolu, 92 % ethylalkoholu a 4 % vody, lze počítat, že při rafinaci přestoupí 15 % těchto alkoholů do úkapu a dotoku, čili 0,6 % methanolu a 13,8 % ethylalkoholu z jejich původních množství a tedy jen 3,4 % methanolu a 78,2 % ethylalkoholu do methanolové kolony, celkem 81,6 % alkoholů. S methanolem vypuzeným v methanolové koloně odejde stejné množství ethylalkoholu 3,4 % a zbude téhož v čistém líhu 74,8 % z původních 92 %. Výtěžek čistého líhu by byl 81,3 % počítáno na ethylalkohol v surovém sulfitovém líhu, čili 77,9 % ze všeho alkoholu obsaženého v surovém sulfitovém líhu.

Nedosáhne-li se při vlastní rafinaci výtěžku 85 %, jak výše předpokládáno, bude výtěžek čistého líhu ještě menší než 77,9 %. Naproti tomu lze pomocí velkého počtu den methanolové kolony vyvřít i úkapové produkty z čistého líhu podobně jako v závěrečné koloně některých rektifikačních přístrojů, takže by vypočtený výtěžek čistého líhu byl možný. Z uvedeného shledáváme, že by bylo možno ziskat z 96 l alkoholů obsažených v surovém sulfitovém líhu: 74,8 l ethylalkoholu v čistém líhu a 4 l methanolu a 17,2 l jiných, celkem 21,2 l alkoholů v úkapu a dotoku, jejichž směs by obsahovala 18,87 % methanolu z obsažených alkoholů. Skutečně čistý sulfitový lůh zbavený i methanolu by vytékal z methanolové kolony zcela tak, jako odvodněný lůh do chladiče líhu, z tohoto do eprouvety a do nádrže opatřené čerpadlem, které sloužilo k dopravě absolutního alkoholu do skříně líhu.

Získaný čistý sulfitový lůh bude slabší, než lůh přivedený do methanolové kolony, protože je v každé líhové koloně líhovitost par a tekutiny na nejvyšších dnech vyšší, nežli na nejnižších dnech.

Přiboučlína, která by se při rafinaci surového sulfitového líhu nevyloučila a přešla do rafinovaného líhu, dospěla by s tímto do methanolové kolony a dokonce na její nejnižší dna, kde by znečišťovala čistý lůh. Při rafinaci líhu nutno tedy vyloučit přiboučlínu co nejlépe.

Je samozřejmé, že nemusí být při vyvřování methanolu z líhu ve stávající odvodňovací koloně dekantér a ani benzolová a líhová kolona v činnosti. Odvodňovací kolonu lze kombinovat s rektifikačním přístrojem tak, že se odvádí rektifikovaný lůh na př. t. zv. pasteuovaný lůh z rektifikační kolony přímo do methanolové kolony, při čemž ohřívání líhu odpadá.

Ve dvou závodech českých zemí jsou přístroje takto kombinované a užívány dosud k odvodňování surového líhu. Výkon těchto přístrojů lze odhadnout na 150, případně 180 hl/24 h sulfitového surového líhu.

#### Rektifikace sulfitového surového líhu

Surový lůh, který se rafinuje, zředňuje se vždy vodou. Podle analýs zásob sulfitového líhu pohybuje se jeho lího-

vitost kolem 96 obj. %. K zesílení tohoto líhu na 96,6 obj. % alkoholu v rektifikační koloně je nutno vynaložit teoreticky nejméně 1270 kcal na 1 kg zesíleného líhu. Při každé jiné líhovitosti je teoretická minimální spotřeba tepla menší, na příklad při 95,8 obj. % 1144 kcal

96,2	"	870	"
96,4	"	467	"
96,5	"	282	"
96,6	"	—	"

Protože však zesilování líhu v rektifikační koloně postupuje na nejvyšších dnech zvolna a musí dosáhnout a překročit 96 obj. %, je nejmenší teoretická spotřeba tepla rektifikační kolony vždy 1270 kcal/kg líhu, ať zesílíme líhy kterékoli nižší stupňovitosti, nežli 96 obj. % na stupňovitost 96,6 % obj.

Zesílujeme-li na 96,5 obj. %, je teoretická minimální spotřeba tepla o 188 kcal na 1 kg rafináty menší a obnáší pouze 1082 kcal.

Silný, surový lůh nutno zředit vodou za účelem dokonalejšího vyvření úkapových produktů z líhu v epurateuru a akumulace přiboučliny na vhodném místě v lutrové koloně. Spotřeba páry rektifikačního přístroje bude tedy stejně velká jako při rafinaci melasového a bramborového surového líhu. Práce s rektifikačním přístrojem bude také stejná.

U Barbetových rektifikačních přístrojů jsou jistá místa na zesilovací koloně epurateuru a na rektifikační koloně opatřena hrdly pro přívod reagičů, vhodných k neutralizaci líhu a k účinku na jisté vyšší alkoholy. Na tato hrdla nutno připojit do tvaru obrácené násosky (pytle) ohnuté trubky, které se prodlouží do vyššího patra a tam opatří násevkou, do které by kapala ve vodě rozpuštěná anebo tekutá reagencie. Přívod reagencie lze provést kohoutkem upevněným na malé nádrži, anebo kádečce obsahující reagenci vhodně úpravy a hustoty.

Přivádět reagencie na napájecí dna epurateuru a lutrové kolony by nebylo správné, protože by reagencie působily málo na páry vystupující z tekutin na těchto dnech vroucích. Těchto tekutin je značně větší množství, nežli přepadů ze zesilovací kolony epurateuru a z rektifikační kolony. Přidávají-li se reagencie do těchto přepadů, působí účinněji, protože se líhové páry v těchto tekutinách také propírají.

Při rafinaci se nedosáhne vypuzení všeho methanolu z líhu ani v epurateuru, tím méně v autorově aldehydové anebo pasteuovací koloně, jak praxe ukazuje. Obsahuje-li bramborový surový lůh methanol, obsahuje jej také rafinovaný lůh, protože se vynakládá na epuraci velmi málo páry (asi 40 kg na 100 l alkoholu) a aldehydová nebo pasteuovací kolona nepůsobí v pravém slova smyslu jako vyvřovací kolona. K vypuzení methanolu z ethylalkoholu je nezbytné třeba použít vyvřovací kolonu s velkým počtem den, spotřebující přes to mnoho páry — více nežli 100 kg/100 l čistého alkoholu.

Spotřeba páry na rafinaci bude obnášet na 100 l ethylalkoholu a methanolu dohromady u Barbetových přístrojů 265 kg a u Guillaumových přístrojů až 300 kg.

Rafinaci surového, methanolového líhu lze provést na každém rektifikačním přístroji, ovšem bez současného očištění líhu od methanolu.

#### Vyvření methanolu z rektifikovaného, sulfitového líhu

Jak výše vypočteno, získá se ze surového líhu sulfitového 3,4 % methanolu a 78,2 % ethylalkoholu, celkem 81,6 % obou alkoholů, obsažených ve směsi (81,6.100): 96,6 = 84,47 % včetně vody, jejíž množství obnáší 84,47 — 81,6 = 2,87 %, počítáno na surový lůh.

Máme tedy směs	v l	v %
methanolu . . . . .	3,4	4,14
ethylalkoholu . . . . .	78,2	92,46
vody . . . . .	2,87	3,4
	84,47	100,00

Sledování destilace této potravní směsi je příliš složité. Abychom zjednodušili výpočet, musíme pomíjet vodou. Zbývající směs 4,3 % methanolu a 95,7 % ethylalkoholu.

Podle díla prof. Kirschbauma: Destillier- und Rektifizier-techník, podle stejnojmenné knhy Hausbrandovy a podle Bergströma obsahují páry vystupující z vroucí směsi,  $T = 5$  váh. % methylalkoholu a 95 % ethylalkoholu  $U = 7,5$  % prvého; je-li  $T = 10$  váh. %, je  $U = 14,2$  váh. %.



$$\text{Poměr } U:T = 7,5:5 = 1,5 \text{ v 1. případě}$$

$$\text{a } 14,2:10 = 1,42 \text{ v 2. případě}$$

Jelikož jsou specifické váhy obou alkoholů málo rozdílné, můžeme počítat s hodnotami váh. % stejné velikosti jako uvedených obj. %.

Můžeme tedy předpokládat, že u všech  $T$  menších, nežli 5 váh. % bude poměr  $U:T$  vždy roven 1,5. V tomto případě bude u kolony i poměr podílů methanolu v tekutinách dvou sousedních dnů vždy stejný a stačí vypočítáme-li pro libovolný podíl menší, nežli 4,3 % váh, podíl methanolu v tekutině na sousedním dně. K tomu nutno předem určit spotřebu tepla na př.  $K = 750$  kcal jako rozdíl mezi teplem odvedeným z kolony parami a teplem přivedeným do kolony líhem, připadající na 1 kg rozdílu váhy přitékajícího líhu a váhy vystupujících par, t. j. zbytku destilace. Matematicky se to vyjadřuje takto:

Teplu přivedené (líhem  $D$  + topící parou) = teplu odvedenému (parami a zbytkem), t. j.  $DCd + DX = VL + (D - V)Cv$ , kde  $D$  kg je množství přivedeného líhu,

$C_d$  kcal tepelný obsah 1 kg  $D$ ,

$X$  kcal teplo předané topící parou na 1 kg  $D$ ,

$V$  kg váha líhových par vystupujících z  $D$  kg líhu,

$L$  kcal úhrnné teplo 1 kg par  $V$ ,

$D - V$  kg zbytek destilace,

$C_v$  kcal tepelný obsah 1 kg zbytku  $D - V$ .

Kromě toho platí  $Dd = VU$ , kde  $d$  je váhový podíl v % methanolu v  $D$  a  $U$  podíl methanolu ve  $V$ .

Předpokládáme, že v parách  $V$  je obsažen veškerý methanol, obsažený původně v přivedeném líhu  $D$ .

Je tedy  $DX - D - V/C_v = VL - DCd$ , t. j. rozdíl mezi teplem odvedeným  $V$  a přivedeným  $D$ .

Dělením rovnice rozdílem  $D - V$  obdržíme

$$\frac{DX}{D - V} - C_v = \frac{VL - DCd}{D - V}$$

t. j. rozdíl tepelných množství líhových par a líhu, připadající na 1 kg rozdílu  $D - V$ .

Označíme-li pravou stranu hořejším  $K$ , obdržíme

$$\frac{DX}{D - V} = K + C_v$$

$$\text{a } DX = (D - V)(K + C_v),$$

z toho připadá na 1 kg líhu zbaveného methanolu spotřeba tepla  $(K + C_v) = 750 + 56 = 806$  kcal/kg.

Protože je  $Dd = VU$ ,

$$\text{je } \frac{VL - DCd}{D - V} = \frac{dL - UCd}{U - d} = K$$

Podobně můžeme odvodit platnost

$$\frac{T_n L_{n+1} - U_{n+1} C_n}{U_{n+1} - T_n}$$

kde  $T_n$  jsou váhová procenta methanolu v tekutině na  $n$  dně,  $U_{n+1}$  jsou váhová procenta methanolu v parách z  $(n + 1)$ . dna vystupujících,  $C_n$  tepelný obsah 1 kg tekutiny na  $n$  dně,  $L_{n+1}$  tepelný obsah 1 kg par z  $(n + 1)$ . dna vystup.

Z posledního vzorce snadno odvodíme

$$T_n = U_{n+1} \frac{K + C_n}{K + L_{n+1}}$$

Volíme  $U_{n+1} = 4,5$  odpovídající  $T_{n+1} = 3$  % váh. methanolu. (Poměr obou je, jak výše uvedeno,  $4,5:3 = 1,5$ .)

$$100 L_{n+1} = 4,5 (0,65 \cdot 80 + 262,8) + 95,5 \cdot 264,9$$

$$L_{n+1} = 267,15 \text{ kcal}$$

$$C_n = 56,0 \text{ kcal}$$

Je tedy

$$T_n = 4,5 \frac{750 + 56}{750 + 267}$$

$$T_n = 3,56$$

$$\text{Poměr } T_n : T_{n+1} = 1,19$$

Poměr obsahu methanolu v líhu na nejvyšším a nejnižším ze 32 dnů bude tedy:

$$1,19^{32} : 1 = 261 : 1$$

Je-li tedy na nejvyšším dně 4,3 % váh, methanolu, obsahuje tekutina na nejnižším dně pouze:

$$4,3 : 261 = 0,0164 \text{ % váh. bez ohledu na vodu.}$$

Podle výpočtů Hausbrandových stačí za stejných podmínek 27 dnů, avšak jeho výpočty nejsou přesné, neboť poměry podílů methanolu na sousedních dnech velmi kolísají, což je nepřipustné (str. 231, tabulka 41, sčítanec 80 000 kcal na 100 kg zbytku,  $Fl$  %, t. j. váh. % methanolu v tekutině od 35. k 1. dnu, číselováno odspodu vzhůru):

1,058	35. a 34. dno
1,142	34. a 33. "
1,112	33. a 32. "
1,11	32. a 31. "
1,20	31. a 30. "
.	.
1,282	17. a 16. "
1,295	16. a 15. "
1,285	15. a 14. " atd.

Provedený výpočet je teoretický.

Ve skutečnosti je efekt vyvážení horší. Činí-li jen 80 %, znamená to, že rozdíl mezi výše vypočtenými podíly nebude  $3,56 - 3,0 = 0,56$ , nýbrž pouze  $0,8 \cdot 0,56 = 0,448$  váh. % methanolu a  $T_n$  bude  $3,0 + 0,448 = 3,448$  váh. %. Tomu odpovídá poměr podílů  $3,448 : 3 = 1,149$ , místo 1,19 a  $1,149^{32} = 85,1$ . Na nejnižším dně bude methanolu  $4,3 : 85,1 = 0,050$  váh. %.

Jiný výpočet vychází od poměru množství par a tekutiny, které se v koloně setkávají mezi sousedními dny, a od poměru  $U:T$ . Methanolovou kolonou stéká jednak zbytek líhu po vyvážení methanolu, t. j.  $100 - (2 \cdot 4,3) = 91,4$  kg na 100 kg přítoku do kolony, bez ohledu na vodu, a jednak sraženina par.

Při spotřebě tepla  $(K + C_v) = 806$  kcal na 1 kg líhu vytékajícího z methanolové kolony připadá na 91,4 kg líhu  $91,4 \cdot 806 = 73\,668$  kcal a na 100 l líhu 79,43 kg. 806 kcal/kg = 64 000 kcal.

Počítáme-li s výparným teplem topící páry 535 kcal/kg, vychází spotřeba páry 119,6 kg/100 l alkoholu.

Teplem 73 668 kcal se vyvine ve vařáku.

$V = 73\,668 : 209 = 352,5$  kg líhových par, které dají stejný methanolový přepad.

Celkový přepad v koloně pod místem vtoku líhu do kolony jest  $P = 91,4 \text{ kg} + 352,5 \text{ kg} = 443,9 \text{ kg}$ .

Poměr množství par a přepadu jest

$$\frac{V}{P} = \frac{352,5}{443,9} = 0,794$$

Poměr podílů methanolu v parách a v tekutině je, jak již výše uvedeno, 1,5. Součin  $1,5 \cdot 0,794 = 1,191$  musí být větší, nežli 1, sice se methanol z líhu nevyváží. Poměr  $V:P$  musí být větší nežli  $1:1,5 = 0,666$ . Uvedený součin 1,19 je shodný s poměrem  $T_n : T_{n+1} = 1,19$  výše vypočteným a dostal bychom dalším výpočtem podle geometrické řady stejný výsledek jako dříve.

Těmito výpočty je potvrzeno, že k vyvážení methanolu z ethylalkoholu je zapotřebí velkého počtu dnů vyvážací kolony a velkého množství páry. Také průměr kolony je nemalý. Na 100 l čistého líhu musí prostoupit kolonou  $64\,020 : 209 = 306,3$  kg líhových par zaujímajících objem asi  $306,3 \text{ kg} : 1,6 \text{ kg/m}^3 = 191,4 \text{ m}^3$ . Při rychlosti par mezi dny pouze 0,5 m/sec vychází průřez kolony.

$$\frac{191,4}{3600 \cdot 0,5} = 0,1063 \text{ m}^2$$

Pro výkon přístroje 800 l/h surového sulfitového líhu je potřebný průřez methanolové kolony  $0,748 \cdot 0,1063 = 0,0795 \text{ m}^2$  a tedy průměr kolony 1025 mm. Vzdálenost kloboučkových dnů stávajících odvodňovacích kolon je 150 mm. Proto volena malá rychlost par 0,5 m/sec.

Velikost deflegmatoru a kondensátoru se vypočte za předpokladu, že chladící voda odvede na 100 l alkoholu přibližně výše vypočtené teplo 64 000 kcal.

S ohledem na bod varu methanolu 66 °C ohřeje se voda pouze na 62 °C. Spotřeba chladící vody původní teploty 15 °C je  $64\,000 : (62 - 15) = 1360 \text{ kg/100 l}$  alkoholu vytékajícího jako čistý lín z methanolové kolony.



Budeme počítat, že v deflegmatoru se srazí 75 % množství par vystoupivších z methanolové kolony a zbytek v chladiči, kde se sraženina ochladí. Označíme-li množství par V je

$0,75 V \cdot 262,8 + 0,25 V (262,8 + 50) = 64\,000 \text{ kcal}$   
za předpokladu, že jde o páry methyalkoholové.

Z toho vychází  $V (197,19 + 65,73 + 12,5) = 64\,000 \text{ kcal}$   
 $275,42 V = 64\,000 \text{ kcal}$

Množství par je  $V = 232,5 \text{ kg}$

Deflegmátor přenese  $232,5 \cdot 197,19 = 45\,800 \text{ kcal}$   
Chladič přenese  $232,5 \cdot 65,73 = 15\,300 \text{ kcal}$   
při kondensaci par  $232,5 \cdot 12,5 = 2\,900 \text{ kcal}$   
při chlazení.

Deflegmátor. Voda se ohřeje o  $45\,800 : 1360 = 33,64^\circ\text{C}$ .

Krajní teploty par  $66,00^\circ$   $66^\circ\text{C}$

Krajní teploty vody  $28,36^\circ$   $62^\circ\text{C}$

Krajní rozdíly teplot  $37,64^\circ$   $4^\circ\text{C}$

Střední rozdíl teplot  $15^\circ\text{C}$ , součinitel přechodu tepla  $350 \text{ kcal/m}^2\text{h}^\circ\text{C}$ .

Plocha deflegmátoru:

$$\frac{45\,800}{15 \cdot 350} = 8,75 \text{ m}^2$$

Chladič: Kondensace. Voda se ohřeje o  $15\,300 : 1360 = 11,21^\circ\text{C}$ .

Krajní teploty par  $66,00^\circ$   $66,00^\circ\text{C}$

Krajní teploty vody  $17,15^\circ$   $28,36^\circ\text{C}$

Krajní rozdíly teplot  $48,85^\circ$   $37,64^\circ\text{C}$

Střední rozdíl teplot  $43,5^\circ\text{C}$

Plocha kondensační:

$$\frac{15\,300}{43,5 \cdot 350} = 1,00 \text{ m}^2$$

Chlazení:

Krajní teploty par a líhu  $66,00^\circ$   $17^\circ\text{C}$

Krajní teploty vody  $17,15^\circ$   $15^\circ\text{C}$

Krajní rozdíly teplot  $48,85^\circ$   $2^\circ\text{C}$

Střední rozdíl teplot  $10^\circ\text{C}$ , součinitel přechodu tepla  $70 \text{ kcal/m}^2\text{h}^\circ\text{C}$ .

Plocha chladiče:

$$\frac{2900}{14,6 \cdot 70} = 2,84 \text{ m}^2$$

Celková plocha chladiče  $1,00 + 2,84 = 3,84 \text{ m}^2$ .

Na  $0,748 \cdot 8 = 5,984 \text{ hl}$ , přibližně  $600 \text{ l}$  čistého líhu/h jsou potřebné plochy: deflegmátoru  $6,875 = 52,5 \text{ m}^2$   
chladiče  $6,384 = 23,0 \text{ m}^2$

#### Vařák methanolové kolony

Na  $100 \text{ l}$  získaného čistého líhu musí přenést  $64\,000 \text{ kcal}$ . Vytápí se výfukovou parou tlaku  $0,5 \text{ atp}$ , teploty asi  $112^\circ\text{C}$ . Teplota bodu varu líhu při přetlaku asi  $1,5 \text{ m v. s.}$  asi  $82^\circ\text{C}$ . Rozdíl teplot asi  $30^\circ\text{C}$ . Součinitel přechodu tepla mezi vodní parou a líhem na měděné ploše pouze asi  $1000 \text{ kcal/m}^2\text{h}^\circ\text{C}$ .

Potřebná plocha

$$\frac{64\,000}{30 \cdot 1000} = 2,15 \text{ m}^2/100 \text{ l alkoholu}$$

Na  $600 \text{ l/h}$  alkoholu v čistém líhu  $12,9 \text{ m}^2$ .

#### Koncentrace methanolu vyvařeného z líhu

Rychlost koncentrace v parách zesilovací části methanolové kolony závisí na poměru množství par a destilátu. Množství par je dáno spotřebou tepla potřebného k vyvaření methanolu z líhu a množství destilátu je dáno množstvím methanolu a žádanou jeho koncentrací v destilátu — úkapu.

Při výpočtu plochy deflegmátoru bylo nalezeno množství par methanolu  $V = 232,5 \text{ kg}$ , vystupující z kolony do deflegmátoru a připadající na  $100 \text{ l}$  ethylalkoholu zbaveného methyalkoholu. Destilátu je asi  $E = 3,6 \text{ kg}$  na  $100 \text{ l}$  ethylalkoholu.

Přepadu je ve vrcholu zesilovací kolony

$$P = V - E$$

$$P = 232,5 - 3,6 = 228,9 \text{ kg.}$$

Poměr  $V : P = 1,016$  a poměr  $V : E = 64,6$  tedy značný.

Proto pokračuje koncentrace methanolu v zesilovací koloně rychle ode dna ke dnu vzhůru a počet den nemusí být příliš veliký.

Z tepla odvedeného deflegmací ( $64\,000 \text{ kcal}$ ) připadá na  $1 \text{ kg}$  získaného methanolu  $Q = 64\,000 : 3,6 = 17\,800 \text{ kcal}$ .

U rektifikačních kolon líhu obnáší  $Q = 1400 \text{ kcal/kg}$  ethylalkoholu.

Lze vypočítat podobně jako u líhových rektifikačních kolon složení tekutiny na dnech zesilovací kolony. Pro efekt kolony  $80\%$  byl nalezen váhový podíl methanolu na jednotlivých dnech číslovaných odspodu nahoru: váh. % methanolu. Poměr  $T_{n+1} : T_n$

16.	95,3	
15.	93,8	1,016
14.	90,9	1,03
13.	86,7	1,048
12.	81,6	1,062
11.	75,6	1,08
10.	66,9	1,13
9.	56,5	1,18
8.	45,60	1,24
7.	36,0	1,26
6.	28,2	1,27
5.	21,9	1,29
4.	16,83	1,30
3.	12,7	1,33
2.	9,48	1,34
1.	7,—	1,35

V následujícím sestavení se porovnávají potřebné, charakteristické rozměry částí přístroje k vypuzování methanolu z rafinovaného líhu, jak byly právě vypočteny, s rozměry částí odvodňovacích přístrojů nalézajících se ve dvou lihovarech I. a II. v českých zemích.

	Vypočtené I.		II.
Průměr methanol. kolony mm	1025	950	950
Počet vyvařovacích den	32	31—33	31—33
Počet zesilovacích den	16	17—15	17—15
Celkový počet den	48	48	48
Plocha deflegmátoru $\text{m}^2$	52,5	44	44
Plocha kondensátoru $\text{m}^2$	23,0	24	24
Plocha vařáku $\text{m}^2$	12,9	16	16

Ze sestavení je zřejmo, že rozměry stávajících přístrojů jsou dostačující, aby bylo možno získat na každém přístroji z rafinovaného líhu až  $600 \text{ l}$  čistého líhu zbaveného methanolu. V obou lihovarech jsou také nepřetržitě pracující rektifikační přístroje líhu, které jsou dokonce již s odvodňovacími kolonami kombinovány tak, aby mohl být v jedné operaci získán při minimální spotřebě páry absolutní alkohol ze surového líhu libovolné stupňovitosti. Na těchto zařízeních možno tedy v jednom tahu rafinovat a zbavit i methanolu surový líh sulfitový. Postačí malé úpravy na spojovacích potrubích, které mohou provést údržbaři na účet výrobních nákladů lihovaru.

Avšak i v jiných lihovarech možno rafinovat surový líh sulfitový a získanou rafinátu zbavovat methanolu, pokud je k dispozici odvodňovací přístroj sestávající v podstatě z kolony s velkým počtem kloboučkových den, opatřené kromě deflegmátoru a kondensátoru také vařákem a chladičem líhu.



## Závěr

Surový líh sulfitový se hodí svými vlastnostmi převážně k všeobecné denaturaci, nikoliv k odvodňování azeotropickou cestou, jelikož methanol netvoří s ponejvíce používanými odlučovacími azeotropickou směs, čímž snižuje výkon přístrojů a odvodňování ztěžuje a zdražuje. K technickým účelům se jmenovaný líh svými vlastnostmi nehodí. Jelikož výroba tohoto líhu stoupá, bude nutno přikročit dříve anebo později k jeho rafinaci, aby se získal líh chemicky čistý, použitelný aspoň pro technické účely a vyhovující svou jakostí zejména podmínkám kladeným chemickým průmyslem, který používá místo technického líhu v hojnější míře jemného čistého líhu.

Rektifikační a odvodňovací přístroje, kterými jsou vybaveny melasové lihovary v českých zemích, jsou použitelné pro rafinaci surového líhu sulfitového a pro odloučení methanolu od rafinovaného líhu, provedou-li se malé úpravy na potrubích odvodňovacích přístrojů, nevyžadující žádných investičních nákladů.

Ze 100 l surového líhu sulfitového s obsahem 96 l ethyl-

alkoholu a methanolu dohromady lze získat rafinaci (85 %) 81,6 l obou dohromady v rafinovaném líhu, tedy 84,47 l líhu s podílem 96,6 obj. %. Jsou-li v tomto množství líhu 3,4 l methanolu a 78,2 l ethylalkoholu a vyloučí-li se vedle 3,4 l methanolu s tímto také 3,4 l ethylalkoholu, získáme 74,8 l ethylalkoholu v chemicky čistém líhu, jehož bude 77,50 l při stupňovitosti asi 96,5 obj. %. Do vedlejších produktů přejde 21,2 l alkoholů. Výtěžek čistého líhu bude asi 77,9 %, methanolového úkapu asi 7,1 % a ostatních 15 %.

Spotřeba páry na rafinaci 96 l alkoholů bude	255 kg
Spotřeba páry na získání 74,8 l chemicky čist.	
líhu v methanolové koloně . . . . .	90 kg
Celkem spotřeba páry . . . . .	345 kg

t. j. 360 kg páry na 100 l alkoholu v surovém líhu sulfitovém, nebo 460 kg páry na 100 l chemicky čistého líhu, obsahujícího pouze 0,05 váh. % methanolu. Před zásadním rozhodnutím o rafinaci surového líhu sulfitového lze provést stávajícími zařízeními bez průtahů praktické zkoušky.