

Rektifikace lihu

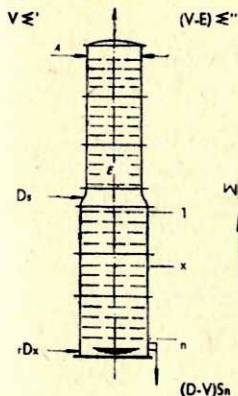
JAROSLAV SUKOVATÝ
MPPV - HS lihovarů a škrobáren, Praha

663.551.4

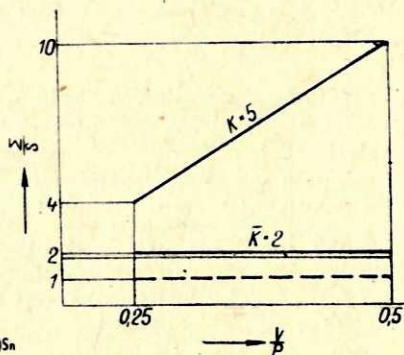
Tato práce navazuje na článek „Teorie vyvažování alkoholu“ uveřejněný v č. 10/1956 tohoto časopisu.

Vyvažování nečistot z lihu

Podle Sorela lze sledovat vyvažování nečistot z lihu jako samostatný proces určité nečistoty a binární směsi ethanol — voda bez vlivu ostatních přímíšenin vytvářejících jednotlivě ternární směsi (přímíšenina + ethanol + voda).



Obr. 1



Obr. 2

Poměry hodnot parciálních obsahů nečistoty v parách a kapalině udává výparný koeficient K_n

$$K_n = \frac{b}{a}$$

kde a je váhové procento nečistoty v kapalině,
 b — váhové procento nečistoty v parách.

Poměr výparného koeficientu nečistot K_n a výparného koeficientu lihu K_1 dává rektifikační koeficient K'

$$K' = \frac{K_n}{K_1}$$

U kontinuálních rektifikačních přístrojů je snahou

vyvážit ester-aldehydovou frakci na nejmenší část původního obsahu při minimálním odtahu těchto úkapových produktů.

Provedeme-li obecný řez vyvažovací částí epurateuru (obr. 1 x), získáme na základě rovnovážného stavu rovnici, udávající vztah nečistoty a dalších veličin:

$$V_{x+1} K_{x+1} s_{x+1} = P_x s_x + E \Sigma \quad (1)$$

Kde V_{x+1} je váhové množství par $x+1$ dna,

K_{x+1} — výparný koeficient $x+1$ dna,

s_{x+1} — váhové procento nečistot $x+1$ dna,

P_x — váhové množství přepadu x -tého dna,

s_x — váhové procento nečistot x -tého dna,

E — váhové množství odtahované ester-aldehydové frakce,

Σ — váhové procento nečistot obsažené v E .

Podobně stanovíme další rovnovážnou rovnici epurateuru (obr. 1).

$$D s = V \Sigma' + (D - V) s_n \quad (2)$$

Z rovnice (2) vyplývá:

$$\Sigma' = \frac{s - (1 - \frac{V}{D}) \cdot s_n}{\frac{V}{D}} \quad (3)$$

Množství nečistot v parách n -tého dna epurateuru stanovíme takto: Uvažujeme-li funkční závislost všech veličin na číselné hodnotě obsahu určité nečistoty při vyvažování od prvního do n -tého dna můžeme psát:

$$P_1 s_1 = s_n V_n K_n \cdot K_1 \cdot K_2 \cdot \dots \cdot K_{n-1} \left(\frac{V}{P} \right)_1 \cdot \left(\frac{V}{P} \right)_2 \cdot \dots \cdot \left(\frac{V}{P} \right)_{n-1} - E \Sigma \left[1 + K_1 \left(\frac{V}{P} \right)_1 + K_1 \cdot K_2 \left(\frac{V}{P} \right)_1 \cdot \left(\frac{V}{P} \right)_2 + \dots + K_1 \cdot K_2 \cdot \dots \cdot K_{n-1} \left(\frac{V}{P} \right)_1 \cdot \left(\frac{V}{P} \right)_2 \cdot \dots \cdot \left(\frac{V}{P} \right)_{n-1} \right]$$

Po úpravě dostáváme obecnou rovnici udávající množství nečistot v parách n -tého dna:

$$s_n V_n K_n = \left(P_1 s_1 + E \sum \frac{\left(\frac{KV}{P} \right)^n - 1}{\frac{KV}{P} - 1} \right) \cdot \left(\frac{P}{KV} \right)^{n-1}$$

Snadnou úpravou dostáváme důležitou rovnici, udávající vztah nečistoty na prvním a n -tém vyvážovacím dně:

$$\frac{s_1}{s_n} = \left(\frac{KV}{P} \right)^n + \left(1 - \frac{V}{P} \right) \frac{\left(\frac{KV}{P} \right)^n - 1}{\frac{KV}{P} - 1} \quad (4)$$

Pro všechna obecná označení platí veličiny dříve uvedené.

Vytvoříme-li poměr rozdílů nečistot prvního, druhého a třetího dna (číslování den odspodu nahoru) dostáváme:

$$\frac{s_3 - s_2}{s_2 - s_1} = K \frac{V}{P}$$

takže můžeme psát obecnou rovnici pro jmenovitou závislost:

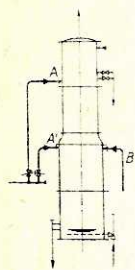
$$\frac{s_{n+1} - s_n}{s_n - s_{n-1}} = \left(K \frac{V}{P} \right)^{n-1} \quad (5)$$

Provádíme-li minimální zesílení úkapové frakce při aplikaci rektifikačního koeficientu na vyvážování nečistot v epurateuru platí vztah:

$$s_1 = s_n \left(1 + K' \frac{V}{P} \right) \frac{\left(K' \frac{V}{P} \right)^n - 1}{K' \frac{V}{P} - 1} \quad (6)$$

Analýsou uvedených rovnic zjišťujeme, že odlučování esterů a vysokovroucích úkapových produktů probíhá v epurateuru za ztížených podmínek, provádíme-li velké zesilování (diagram na obr. 2).

Hodnota K_n závisí na lihovitosti lihové kapaliny, neboť čím je větší T_n (obsah alkoholu v kapalině n -tého dna), tím menší je K_n .



Obr. 3 — Epurateur rektifikačního přístroje systému Guillaum

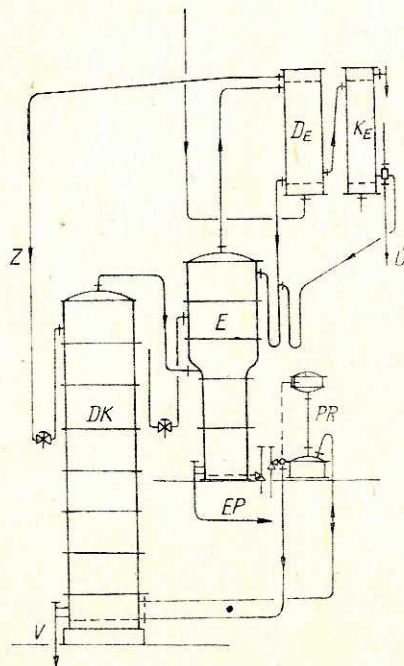
A — přívod zředovací horké lutrové vody; B — přívod předehřátého surového lihu

Máme-li provést minimální odtah úkapové frakce při největší koncentraci esterů a aldehydů, je třeba zaručit provařování ternární směsi na vyvážecích a zesilovacích dnech epurateuru bez většího zesilování. Zde je kladem částečné odlučování dokapů, které sledují v nezesílené ternární směsi vlastnosti úkapové frakce.

Tuto podmínku nemůže splnit přívod zředovací vody do směšovací nádoby umístěné před přívodem zředěné suroviny ve střední části epurateuru a je třeba náležitě zředovat ternární směs, počínaje n -tým dnem zesilovací části epurateuru (viz obr. 1 A a obr. 7 A).

Lihovitost úkapové frakce při dodržení uvedených zásad klesne z původních 95–96 obj. % na 80 obj. %. Zlepšené odlučování úkapových produktů

umožňuje odtahovat až čtyřnásobně menší množství úkapové frakce se zaručením minimálního obsahu úkapových produktů v epurátu vedeného na první dno lutrové kolony.



Obr. 4 — Guillaumův princip droždářských destilačních přístrojů na mladinku

DK — destilační kolona; E — epurateur; DE — deflegmátor epurateuru; K_E — kondenzátor, chladič epurateuru; PR — parní regulátor, výfukové páry; EP — epurát, který se odvádí na první dno lutrované kolony a známým způsobem zesílí; U — úkap; V — výpalky do výměníků tepla (používají se k ohřívání vody pro droždárnu); Z — předehřátá mladinka

První, kdo poukázal na nutnost správného přívodu zředovací vody do epurateuru, byl Guillaum (obr. 3).

Provádíme-li destilaci a odloučení ester-aldehydové frakce, na př. u droždářské mladinky, která obsahuje 0,4–1,5 obj. % alkoholu, používáme s úspěchem v našich droždárnách Guillaumova návrhu destilační kolony a epurateuru (obr. 4).

Surový lih z droždářské mladinky je na přístrojích jmenovaného principu zbaven ester-aldehydové frakce a částečně dokapových produktů. Rafinací této suroviny získáme nejjemnější rektifikát.

Destilujeme-li droždářskou mladinku na jednokolovém destilačním přístroji, získáme rafinaci této suroviny jen technický lih.

Rektifikační kolona

Vedeme-li obecný řez rektifikační kolonou (obr. 5), můžeme psát na základě rovnováhy vystupujících par z n -tého dna, přitékajícího přepadu na n -té dno a odtahovaných frakcí čistého i nepasteurovaného lihu tuto rovnici:

$$v_n = P_{n+1} + E \quad (7)$$

Kde V_n je váhové množství par n -tého dna v kg,

P_{n+1} — váhové množství přepadu $n+1$ dna v kg,

E — váhové množství lihové frakce v kg.

Uvažujeme-li množství obsaženého alkoholu, dostáváme pro jmenované veličiny: ¹⁾

$$V_n U_n = P_{n+1} T_{n+1} + Ee \quad (8)$$

Kde U_n je váhové procento alkoholu par n -tého dna,

T_{n+1} — váhové procento alkoholu přepadu $n+1$ dna,

e — váhové procento alkoholu lihové frakce.

Uvažujeme-li dále tepelné obsahy příslušející uvedeným veličinám, platí rovnice:

$$V_n L_n = P_{n+1} C_{n+1} + EQ \quad (9)$$

Kde L_n je tepelný obsah par v kcal . kg⁻¹,

C_{n+1} — tepelný obsah přepadu $n+1$ dna v kcal . kg⁻¹,

Q — množství tepla kcal . kg⁻¹ příslušející odtahované lihové frakci (destilátu).

Z uvedených základních rovnic (7), (8), (9) snadno odvodíme rovnici, která nám udává zesilování lihové kapaliny na dnech rektifikační kolony od n -tého dna

$$T_{n+1} = \frac{U_n (Q - C_{n+1}) - e (L_n - C_{n+1})}{Q - L_n} \quad (10)$$

T_{n+1} je váhové procento přepadu $n+1$ dna.

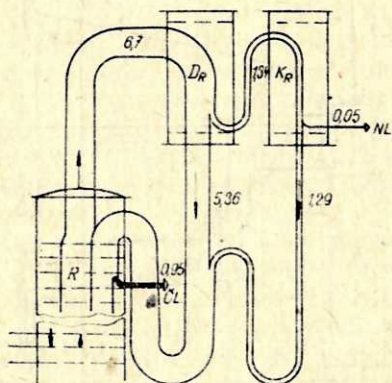
Ostatní obecné označení v rovnici (10) značí veličiny dříve uvedené.

Další rovnicí odvozenou ze základních rovnic (7), (8), (9) je množství tepla Q kcal . kg⁻¹ příslušející odtahovému destilátu:

$$Q = e \frac{L_n - C_{n+1}}{U_n - T_{n+1}} - \frac{T_{n+1} L_n - U_n C_{n+1}}{U_n - T_{n+1}} \quad (11)$$

Pro minimální množství tepla Q min. platí:

$$Q_{\min} = e \frac{L - C}{U - T} - \frac{TL - UC}{U - T} \quad (12)$$



Obr. 5 — Barbetova pasteurace

R — rektifikační kolona; D_R — deflegmátor rektifikační kolony; K_R — kondenzátor — chladič rektifikační kolony

Množství tepla Q kcal . kg⁻¹ příslušející odtahovanému destilátu ukazuje diagram na obr. 6 (Q — průměrná hodnota pro $T > 2$ váh. % alk.).

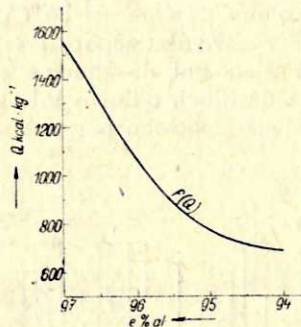
Názorně lze sledovat funkci rektifikační kolony kontinuálního rektifikačního přístroje systému — Barbet včetně deflegmátoru a kondenzátoru — chladiče (obr. 5). Teorie výměny tepla v deflegmátorech a kondenzátorech byla popsána pod stejným názvem článku uveřejněného v Kvasném průmyslu č. 12/1955.

¹⁾ Hodnoty intenzivních veličin stanovíme na základě Bergströmových tabulek a pod.

Při sledování dotokové frakce a jejím rozložení na nižších dnech rektifikační kolony použijeme rovnice platících pro vyvažování nečistot v epurateuru, ovšem s náležitou změnou platných veličin K případně K' a za předpokladu, že $\frac{V}{P} > 1$. (Obecná označení platí pro veličiny dříve uvedené.)

Výpočet počtu den zesilovacích kolon

Při výpočtu počtu zesilovacích den v kolonách postupujeme obecně takto:



Obr. 6

a) Vycházíme z daných veličin n -tého dna, t. j. známe-li hodnotu T_n (váž. % alkoholu n -tého dna), zjistíme podle fyzikálních tabulek „Bergström a pod.“ příslušné veličiny U_n (váž. % alkoholu v parách n -tého dna), L_n (tepelný obsah par n -tého dna), C_{n+1} (tepelný obsah přepadu $n+1$ dna) a Q (množství tepla připadající na 1 kg destilátu) stanovíme.

b) Použitím rovnice (10) dostáváme teoretickou hodnotu T_{n+1} (vážové procento alkoholu $n+1$ dna).

c) Vytvoříme rozdíl $T_{n+1} - T_n$ a tento násobíme účinností den $\eta = 0.8$.

d) Zmenšený rozdíl připočítáme k základní dané hodnotě T_n a tím stanovíme reálnou hodnotu T'_{n+1} . Takto postupujeme až k dané hodnotě $T'_{n+n'}$. Počet zesilovacích den je roven $n + n'$.

Výpočet spotřeby páry zesilovacích kolon

Ze stanoveného Q (množství tepla na kg destilátu) rovnice (11) lehce určíme potřebné množství topící páry.

Příklad: Vyrábíme-li destilát stupňovitosti $e = 96.5$ obj. % přísluší pro jeden kg destilátu $Q = 1300$ kcal (obr. 6).

Teoretická spotřeba páry je tedy 197 kg páry na 100 l destilátu, obsahující jmen. obsah alkoholu. ($r = 536.3$ kcal . kg⁻¹, $p = 0.232$ atp).

Destilační a rektifikační přístroje

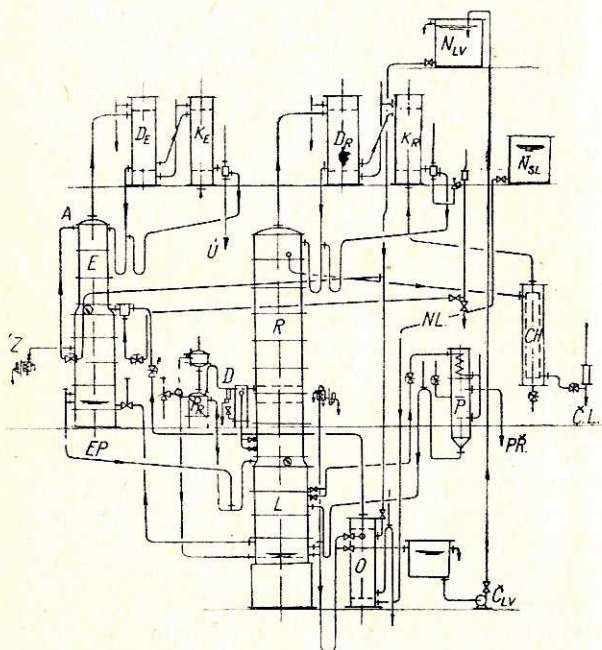
Nejdokonalejší jsou přístroje, které máme v některých našich závodech na výrobu čistého lihu přímo ze zápary. Mají na př. proti Barbetově kombinovanému destilačnímu a rektifikačnímu přístroji menší spotřebu tepla.

a) Destilujeme-li zkvašenou záparu v destilační koloně, která má funkci jednokolonového destilačního přístroje a ve spojení s rektifikačním přístrojem, tvoří kombinovaný destilační a rektifikační přístroj; vynakládáme určité množství tepla na sa-

mostatnou destilaci a samostatnou rektifikaci.

b) Provedeme-li náležité kombinační předání tepla a využijeme-li známé odlučování úkapové frakce ze zápary, vidíme, že je zbytečné zatěžovat epurateur vyvařováním úkapu z celého množství vydestilované suroviny. Stačí vést do epurateuru pouze jednu třetinu oddestilované suroviny, která obsahuje největší část úkapové frakce (obr. 9e). Další dvě třetiny oddestilované suroviny lze vést v parách přímo do spodu rektifikační kolony. Abychom však využili výparného tepla těchto par, přehříváme jimi ohřátou záparu z deflegmátoru rektifikační kolony (teplota asi 70 °C) o dalších asi 20 °C na 90 °C v ohříváku zápary (viz obr. 9 P).

Uvedenými zásadami dosáhneme minimální potřeby tepla na destilaci, odlučování ester-aldehydové frakce a menší spotřebu páry na rafinaci.



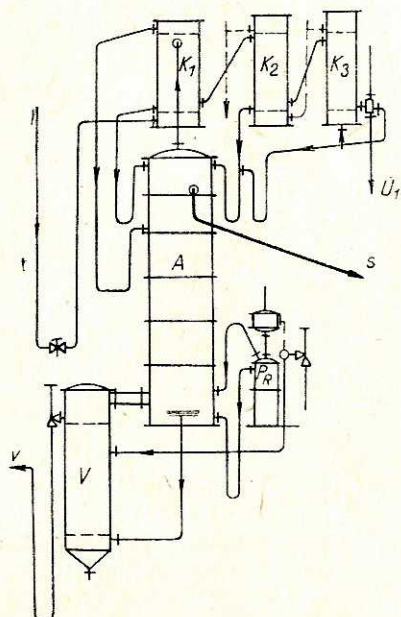
Obr. 7 — Rektifikační přístroj systému - Barbet, pracující s 95 % výtěžností čistého lihu (přepočteno na a. a.) při nejlepší kvalitě rektifikátu

E — epurateur; R — rektifikační kolona; L — lutrová kolona; D_E — deflegmátor epurateuru; K_E — kondensátor — chladič epurateuru; D_R — deflegmátor rektifikační kolony; K_R — kondensátor — chladič rektifikační kolony; A — přívod horké zředovací lutrové vody; C — čerpadlo na lutrovou vodu; CH — chladič čistého lihu; N_S — nádrž na surový líh; N_{LV} — nádrž na lutrovou vodu

Pozn.: Výškový rozdíl je nutno zachovat (tlak lutrové vody v ohříváku větší o Δp než tlak surového lihu, aby nevznikaly ztráty lihu, je-li porušena výměnná tepelná plocha (trubky); O — ohřívák surového lihu; P — odlučovač přiboudliny; P_R — parní regulátor; Z — zkušební epruveta ke kontrole zředování surového lihu v epurateuru (odváděný epurát — EP obsahuje 30–35 % (obj. alk.); ČL — čistý líh; NL nepasterovaný líh; U — dokapová frakce; PR — přiboudlina

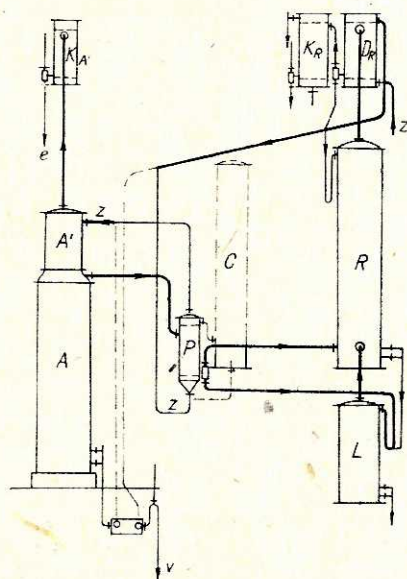
První námět správného využití kombinačního předávání tepla ukázal přístroj IV. technika (soustava Usines de Melle), t. j. přístroj k výrobě absolutního alkoholu přímo ze zápary (obr. 9), jehož princip (tepelné úspory) je totožný s našimi přístroji na výrobu čistého lihu přímo ze zápary. Plné čáry značí stejný princip u přístroje IV. techniky a přístrojů v našich závodech na výrobu čistého lihu přímo ze zápary. Čárkované čáry rozdíl.

Provedeme-li tepelnou bilanci, vidíme, že spotřeba páry destilačního a rektifikačního přístroje pracujícího podle a) činí 445 kg na 100 l alkoholu



Obr. 8 — Destilační kolona Barbetova kombinovaného destilačního a rektifikačního přístroje

A — destilační kolona; K₁, K₂, K₃ kondensátory destilační kolony; V — vařák; P_R — parní regulátor; U₁ — část úkapové frakce; s — surovina k rafinaci (do epurateuru rektifikačního přístroje); z — zápara; v — výpalky



Obr. 9 — Porovnání schématu přístroje IV. technika a přístroje k výrobě čistého lihu přímo ze zápary

A — destilační kolona; A' — čistící záparová kolona (může být také samostatná); R — rektifikační kolona; L — lutrová kolona; D_R — deflegmátor rektifikační kolony; K_R — kondensátor — chladič rektifikační kolony; K_{A'} — kondensátor kolony A'; P — ohřívák zápary; C — odvodňovací kolona (pouze u IV. techniky); e — jedna třetina oddestilované suroviny vede se do epurateuru; v — výpalky; z — zápara

a spotřeba páry destilačního a rektifikačního přístroje pracujícího podle b) 350 kg na 100 l alkoholu.

V praxi se velmi často vyskytuje otázka spotřeby tepla destilačních a rektifikačních přístrojů při normálním provozu. Zde lze použít praktické rovnice, která nám udává spotřebu páry pro celý přístroj při chodu.

$$DC_D + rD_x = \Sigma E \cdot 10 + (D - E) \cdot 105 + \Sigma W (t_x - t_0)$$

Z této rovnice spotřeba páry

$$D_x = \frac{\Sigma E \cdot 10 + (D - E) \cdot 105 + \Sigma W (t_x - t_0) - DC_D}{r} \quad (13)$$

kde D je váhové množství zápary v kg,

C_D — tepelný obsah přiváděné zápary do přístroje v kcal . kg⁻¹ (rozumí se počáteční teplota),

D_x — váhové množství topící páry v kg,

r — tepelný obsah topící páry v kcal . kg⁻¹,

ΣE — váhové množství všech odtahovaných frakcí v kg,

10 — praktická hodnota průměrného tepelného obsahu odtahovaných frakcí v kcal . kg⁻¹,

$D-E$ — váhové množství rozdílu zápary a odtahovaných frakcí v kg (výpalky a lurová voda),

105 — praktická hodnota průměrného tepelného obsahu $D-E$

ΣW — součet váhového množství deflegmační vody pro celý přístroj v kg (rozumí se pro všechny kondensátory a chladiče jednotlivých kolon),

t_0 — počáteční teplota deflegmační vody v gradech,

t_x — konečná teplota deflagmační vody v gradech.

Literatura

- [1] ERNEST SOREL: „Rectification de l'alcool“, Paris 1910.
- [2] V. J. POPOV, L. L. DOBROSJERDOV, V. I. STABNIKOV, K. P. ANDREJEV: „Technologičeskoe oborudovanie brodilnych proizvodstv“. Moskva 1953.