

Koncem října a začátkem listopadu bylo provedeno měření na kombinovaném destilačním a rafinačním přístroji na výrobu pitného lihu přímo ze zápary. Měření mělo ověřit funkci jednotlivých částí nového přístroje, zjistit spotřebu topné páry a chladicí vody, změřit tlaky a teploty na důležitých místech přístroje, stanovit výkon a lihovitost a provést rozborů produktů a vzorků, odebraných z různých míst. Při měření bylo získáno mnoho zkušeností, z nichž některých lze využít i v jiných lihovarech.

Přístroj byl navržen Potravinoprojektem v Hradci Králové podle čs. patentu čís. 73 593 [1] zemřelého inž. E. Gregora, nositele Řádu práce, a doplněn několika novými součástmi. Patent předpokládá, že při oddestilování $\frac{1}{3}$ množství alkoholu, obsaženého v zápaře, se z ní vyloučí a oddestilují zároveň všechny lehce těkavé látky. V článku inž. E. Gregora [2], uveřejněném v tomto časopise, se uvádí, že zápara, destilovaná v hlavní záparové koloně u přístrojů tohoto typu, neobsahuje již žádné úkapové produkty, a proto je možno z ní vypuzenými parami, obsahujícími zbývajících 70 % původního množství alkoholu v zápaře, vytápět přímo rafinační kolonu.

Chemickými zkouškami bylo v Leopoldově prokázáno, že ve vzorcích lihových par vystupujících z destilační kolony a u kondenzátu lihových par z ohříváku zápary je větší množství aldehydů, a že předpoklad, uvedený v patentním spise a v článku [2] není ve skutečnosti splněn.

Přehřátí zápary

Druhým zajímavým poznatkem, získaným při měření, je možnost přehřátí zápary nad bod varu u přístrojů této soustavy. Schéma a funkce nového přístroje byla popsána již dříve [3]. Pro snadný přehled bude použito dřívějšího označení jednotlivých součástí přístroje.

Jak již bylo uvedeno, zápara se prohřívá ve dvou ohřívácích. V prvním se ohřeje lihovými parami z rafinační kolony a ve druhém lihovými parami vystupujícími z destilační kolony. Konečné ohřátí zápary bylo 96 až 98 °C, což znamená, že byla přehřáta nad bod varu. Zápara o lihovitosti 9,5 obj. % má bod varu podle fyzikálních tabulek [4] $t = 92,91$ °C. Přehřátí zápary bylo tedy asi 3 až 5 °C nad bod varu. Toto přehřátí nepříznivě působí na zesilovací schopnosti lihovodní směsi a

způsobí, že lihovitost kondenzátu v kondenzátorech G a G_1 je nižší, jen asi 30 obj. %, ačkoli by měla být podle fyzikálních tabulek mnohem vyšší. Nízká lihovitost kondenzátu způsobí zvýšené tepelné namáhání chladicí plochy kondenzátorů G a G_1 , větší spotřebu chladicí vody a vyžaduje větší kondenzační plochy. Přehřátí zápars nad bod varu zamezí nové obtokové potrubí s regulačním kohoutem, které bude dodatečně zamontováno v době přestávky.

Lapač kapek

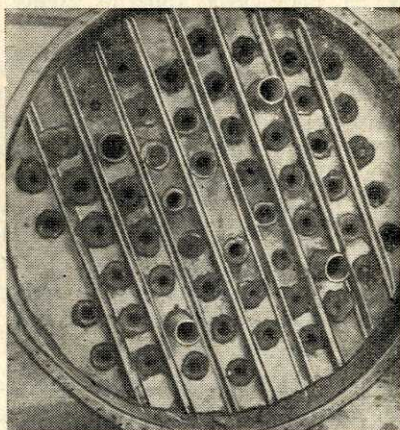
V Leopoldově bylo poprvé použito lapače kapek zamontovaného do potrubí lihových par vystupujících z destilační kolony. Lapač je stojatá válcová nádoba s kuželovým spodkem, zhotovená z měděného plechu. Lihové páry vstupují do lapače tangenciálně umístěným hrdlem, aby bylo využito odstředivé síly k oddělování kapek od par a vystupují hrdlem, umístěným v ose víka. Uvnitř válce je přepážka válcového tvaru, způsobující změnu směru proudění par tak, aby odlučování kapek bylo co největší.

O dobré funkci lapače svědčí rozdíl barvy kondenzátu lihových par, vystupujících z destilační kolony před vstupem do odlučovače (hnědá barva) a kondenzátem lihových par, které již prošly odlučovačem a srazily se na topné ploše ohříváku zápars E (mléčná barva). Zachycené kapičky stržené zápars v lapači mají velký vliv na jakost jemného lihu. O tom, jak velký vliv má lapač kapek na jakost rafinády při zpracování zápars ze škrobnatých surovin, bylo podrobně pojednáno v odborné sovětské literatuře [5].

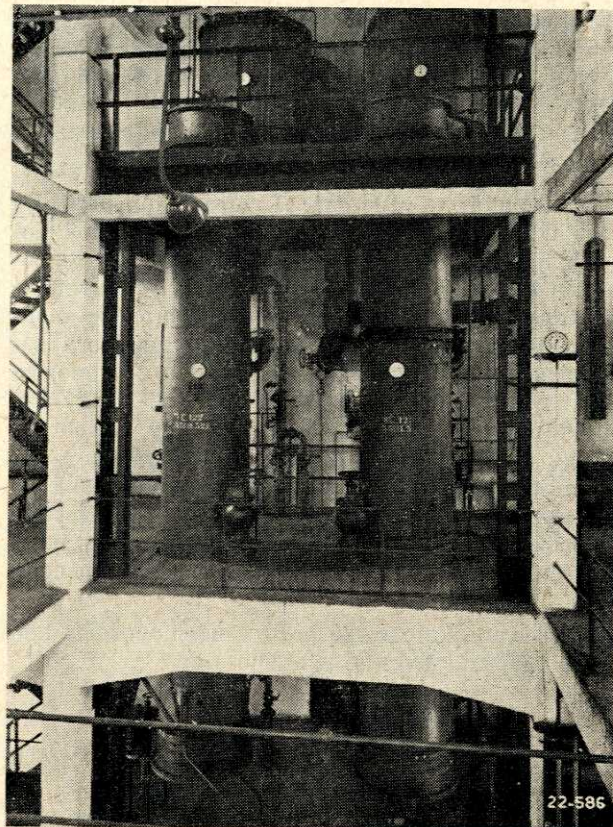
Destilační kolona se síťovými patry a velkými otvory

Tento typ pater byl v našem závodě poprvé vyroben pro Leopoldov podle sovětských zkušeností, získaných autorem za jeho cesty do SSSR. Kromě výhod, plynoucích z jednoduché konstrukce a úspory materiálu, mají tato patra ještě jednu výbornou vlastnost — jsou snadno čistitelná. Síťové patro stačí nyní vystříkat proudem studené vody, aby spláchla všechny nečistoty.

V Leopoldově vzniká na destilačních patrech hodně inkrustace vlivem velmi tvrdé vody. Již



Obr. 1



Obr. 2

v minulém článku [3] bylo na to poukazováno a uveřejněna fotografie zanešeného deflegmačního potrubí. Na obr. 1 je pohled zdola na kloboučkové patro staré destilační kolony po kampani. Porovnáním méně a více ucpaných komínků můžeme si učinit představu o stupni zanešení patra. Usazeného kalu na patrech kolony bylo dříve velké množství a její čištění trvalo několik dnů. Nyní se vyčistí destilační kolona se 22 síťovými patry za několik hodin.

Vytápění destilační kolony je nepřímé pomocí vařáku výpalků. Přímého vytápění děrovanou trubící se používá jen při uvádění přístroje do chodu a při poruchách provozu. Vařák výpalků se vytápí brydovými parami z předvařáku typu Kestner (obr. 2). S ohledem na zanášení topné plochy inkrustací jsou k dispozici dva předvařáky, z nichž v provozu je vždy jeden.

Epuratér a jeho vytápění

Na kloboučkových patrech spodní rozšířené části epuratéru C se mají vyvařit z lihu všechny úkapové lehce těkavé látky. Pro jejich dokonalejší vyvaření se přidává do epuratéru zředovací voda a její množství se řídí podle údajů zkušebního chladiče. Lihový přepad se zředuje nejlépe na 30 obj. % a ve spodku kolony se udržuje optimální tlak 940 mm vod. sl. Dodržení tohoto tlaku je bezpodmínečně nutné, protože ovlivňuje do značné míry jakost jemného lihu. Chemickými zkouškami bylo v Leopoldově prokázáno, že při optimálním tlaku ve spodku epuratéru jsou z přepadu, odtékajícího do lutrové kolony, již vyvařeny všechny aldehydy.

Při nižším tlaku nevyvaňuje epuratér všechny těkavé látky, které se pak snadno dostanou přepadem do rafinační kolony a zhorší jakost jemného lihu.

Závěrečná kolona (colonne finale)

Této kolony se používá běžně u rafinačních přístrojů soustavy Guillaume. U rafinačních přístrojů soustavy Barbet bylo této kolony s úspěchem použito u nás v dnes již zrušeném lihovaru Bartošovice a nyní podruhé v Leopoldově. Její výborné vlastnosti a čisticí schopnost jsou v provozu snadno prokazatelné. Z epruvety u kondenzátoru závěrečné kolony byl odebrán vzorek a zjištěno, že obsahoval 704 mg aldehydů v 1 l a. a. Jemný líh, odtékající ze spodku závěrečné kolony, obsahoval 12 mg aldehydů v 1 l a. a. V kondenzátoru závěrečné kolony, z něhož část kondenzátu odtéká do epuratéru, nastává tedy $704:12 = 58,7$ násobné zvýšení koncentrace aldehydů při poměrně malé spotřebě topné páry 8,4 kg/100 l a. a. vyrobeného lihu.

Závěrečnou kolonu lze proto všude doporučit, kde jde o zlepšení kvality jemného lihu.

Spotřeba páry

U destilačního a rafinačního přístroje je spotřeba páry důležitým ukazatelem, zda-li přístroj je výhodný po tepelné stránce a pracuje ekonomicky. Spotřeba páry se musí proto měřit podle možnosti přesně.

V Leopoldově se přivádí topná pára z kotelny k aparát ní síni velmi dlouhým izolovaným potrubím, opatřeným na několika místech hrdly na odvod kondenzátu. Toto potrubí nemá teploměrné jímky na měření teploty páry. Lze předpokládat, že na konci přiváděného parního potrubí v aparát ní síni bude vždy jen sytá pára tlaku 1,75 atp. Rovněž brydová pára, vytápějící vařák výpalků, je vždy sytou parou tlaku 1,05 atp.

Spotřeba páry u destilační a lutrové kolony byla stanovena nejpřesněji vážením kondenzátu, odtékajícího z topného prostoru vařáku, odváděčem kondenzátu do kovových sudů. U závěrečné kolony byla spotřeba páry stanovena měřením času, potřebného k naplnění určitého obsahu odměrné nádoby, protože jde o malé množství páry.

Epuratér v Leopoldově je jediná kolona, která se nevytápí vařákem, ale přímo děrovanou trubici, a proto se jeho spotřeba páry původně měla měřit škrťací clonou a diferenciálním manometrem. Pro nedokončenou montáž této clony bylo od tohoto

Tabulka 1

Spotřeba páry (syté) kombinovaného destilačního a rafinačního přístroje v Leopoldově při výrobě jemného lihu 96,5 obj. % (výtěžek asi 82 %) přímo ze zápar 9 obj. %

Kolony	kg/hl a. a. ve výrob. lihu
Destilační	203,0
Lutrová	71,0
Epuratér	31,1
Závěrečná	8,4
Spotřeba páry celkem	313,5

Tabulka 2
Spotřeba páry v kg/hl a. a. při nepřetržité rafinaci podle Koloskova a Komarova (6)

K o l o n y	Spotřeba páry v kg/hl absolutního lihu rafinady o lihovitosti	
	95,52 obj. %	96-96,2 obj. %
Epurační	40-50	40-50
Rafinační	160-200	240-280
Závěrečná čisticí	30-50	20-30
Dodatečná přiboudlinová	40-60	40-70
Celkem na čtyřkolonovém přístroji v kg/hl a. a.	270-360	340-430
Celkem na tříkolonovém přístroji v kg/hl a. a.	270-310	320-400

Tabulka 3

Spotřeba páry na 1 hl a. a. rafinady 1. třídy při lihovitosti zápar 8 obj. % podle Koloskova a Komarova (6)

Typ přístroje	Spotřeba páry v kg/hl a. a.
Tříkolonový s plným využitím tepla lihových par	200-280
Tříkolonový Gladilina s částečným využitím tepla lihových par	380-420
Čtyřkolonový s částečným využitím tepla lihových par	470-530
Pětikolonový s částečným využitím tepla lihových par	500-580
Tříkolonový Gladilina bez využití tepla lihových par	420-450

Tabulka 4

Spotřeba vody kombinovaného destilačního a rafinačního přístroje v Leopoldově při výrobě jemného lihu 96,5 obj. % (výtěžek asi 82 %) přímo ze zápar 9 obj. %. Teplota studené vody v nádrži 9,2°C

Kondenzace kolony nebo kondenzátor, chladič	Spotřeba vody v hl/hl a. a. ve výrob. lihu
Čisticí destilační	3,96
Rafinační	5,90
Aldehydová	1,11
Epuratér	2,38
Závěrečná	0,55
Kondenzátor M, přiboudlinový	1,58
Kondenzátor N, dokapový	0,40
Had. chladič N, úkapový	1,22
Zkušební chladič O ₁	0,38
Celková spotřeba vody	18,20

způsobu upuštěno a spotřeba páry byla stanovena měřením množství tepla odebraného odtékající horkou deflegmační vodou. K takto stanovené spotřebě páry se připočetly tepelné ztráty vyzařováním.

Spotřeba páry všech kolon a celého přístroje je uvedena v tabulce 1. V tabulce 2 a 3 jsou údaje spotřeby páry rafinačních a kombinovaných destilačních a rafinačních přístrojů podle Koloskova a Komarova [6]. Porovnáme-li spotřeby páry jednotlivých kolon, uvedené v tabulce 1 se sovětskými údaji v tabulce 2, seznáme, že nový přístroj pracuje velmi ekonomicky bez ohledu na to, že se skládá z většího počtu kolon. Jeho celková spotřeba páry je menší, než udává tabulka 3 pro čtyř a pětikolonový přístroj.

Ve Smiřicích byla inž. E. Gregorem naměřena celková spotřeba páry 354 kg/100 l a. alkoholu obsaženého v získaných produktech u přístroje téže soustavy [2]. V tomto lihovaru bylo však

možno měřit kondenzát topné páry pouze u destilační kolony a proto nelze považovat naměřenou hodnotu celkové spotřeby páry za přesnou. Přístroj v Leopoldově spotřebuje mnohem méně páry než ve Smiřicích a lze to odůvodnit zvýšeným počtem pater u hlavních kolon a lepší izolací jak kolon tak i spojovacího potrubí pro lihové páry.

Spotřeba chladicí vody

Množství chladicí vody bylo stanoveno u každé kolonové kondenzace zvláště měřením času potřebného k naplnění určitého válcového objemu, vymezeného lubem kondenzátoru nad horní trubkovnicí. Naměřené hodnoty jsou uvedeny v tabulce 4. Nízká spotřeba vody u kondenzátorů je způsobena účelným uspořádáním dvou kondenzátorů za sebou. Studená voda vstupuje nejdříve do zadního výše postaveného kondenzátoru a oteplená přepadá z něj potrubím do předního, kde se ohřeje na konečnou nejvyšší teplotu. Směr proudění par a chladicí vody je u obou kondenzátorů protiproudý.

Celková spotřeba vody činí 18,2 hl na hl a. a. ve vyrobeném lihu a je nižší než udává *Gladilin* [7] pro čtyř a pětikolonový přístroj. V době měření byla teplota studené vody v nádrži v aparátě síni $t = 9$ a $9,2^{\circ}\text{C}$. Je samozřejmé, že množství spotřebované chladicí vody je závislé na její teplotě.

Teploty a tlaky

V době měření byl z elektrických dálkových odporových teploměrů v činnosti pouze registrační třímístní teploměr, který zapisoval tyto teploty: vrchní a spodní část lutrové kolony a spodní část destilační kolony. Zaregistrované hodnoty teplot představují na odvíječím se papírovém diagramu prakticky tři různobarevné přímky. Zbývající dálkové elektrické teploměry s prepínačem byly částečně porouchány a nebylo možno jich použít. Teploty musely být proto měřeny skleně-

Tabulka 5

Naměřené teploty		
Součást přístroje	Místo	Teplota ve $^{\circ}\text{C}$
Destilační kolona	1 patro dole	107,8
Destilační kolona	22 patro nahoře	99,6
Lutrová kolona	2 patro nahoře	91,6
Lutrová kolona	3 patro nahoře	91,0
Lutrová kolona	11 patro dole	104,7
Epuratér	4 patro uprostřed	84,3
Závěrečná kolona	16 patro dole	77,6
Kondenzátor E ₁	výstup vody	61,0
Kondenzátor E ₂	výstup vody	13,5
Kondenzátor F	výstup vody	75,5
Kondenzátor F ₁	výstup vody	49,0
Kondenzátor G	výstup vody	79,5
Kondenzátor G ₁	výstup vody	48,5
Kondenzátor H	výstup vody	75,0
Kondenzátor H ₁	výstup vody	56,5
Kondenzátor T	výstup vody	76,0
Kondenzátor U	výstup vody	62,0
Zkušební chladič O	výstup vody	13,0
Zkušební chladič O ₁	výstup vody	13,5
Zkušební chladič O ₂	výstup vody	12,0
Kondenzátor M přiboudl.	výstup vody	14,0
Kondenzátor N ₁ dokapový	výstup vody	16,0
Had. chladič N úkapový	výstup vody	11,0
Záparové potrubí	za ohřívákem E'	70,6
Záparové potrubí	za ohřívákem E	97,0

Naměřené tlaky

Součást přístroje	Místo	Tlak
Destilační kolona	spodek	2850 mm v. sl.
Čisticí dest. kolona	vršek	1270 mm v. sl.
Lutrová kolona	spodek	2300 mm v. sl.
Rafinační kolona	vršek	440 mm v. sl.
Epuratér	spodek	940 mm v. sl.
Závěrečná kolona	spodek	700 mm v. sl.
Závěrečná kolona	vršek	80 mm v. sl.
Parní regulátor P	vršek dest. kol.	2000 mm v. sl.
Parní regulátor P ₁	4 patro lutr. kol.	2100 mm v. sl.
Potrubí topné páry	před red. stan.	4,8 atp
Rozdělovač páry	za red. stan.	1,75 atp
Vařák výpalků	mezitrub. prostor	0,47 atp
Vařák lutru	mezitrub. prostor	0,5 atp
Vařák závěr. kolony	mezitrub. prostor	0,08 atp
Předvařák Kestner	mezitrub. prostor	1,05 atp

Tabulka 6

Tabulka 7

Chemické rozborly jemného lihu provedené Výzkumným ústavem lihovarského a konzervářského průmyslu v Praze

A. Označení vzorku: Rafináda lihová, Leopoldov 19. X. 1962 (Závěrečná kolona nebyla v provozu)	
N á l e z :	
Hustota při 15/15 $^{\circ}\text{C}$	0,81016
Etanol	96,50 % vol
Volné kyseliny (jako kys. octová)	10,7 mg/1000 ml a. a.
Estery (jako etylacetat)	32,3 mg/1000 ml a. a.
Aldehydy (jako acetaldehyd)	40,0 mg/1000 ml a. a.
Přiboudlina (vyšší alkoholy)	41,5 mg/1000 ml a. a.
Metanol	negativní nález
Fural	negativní nález
B. Označení vzorku: Jemná lihová rafináda, Leopoldov 7. XI. 1962 (Závěrečná kolona byla v provozu)	
N á l e z :	
Hustota při 15/15 $^{\circ}\text{C}$	0,81181
Etanol	96,17 % vol
Volné kyseliny (jako kys. octová)	11,0 mg/1000 ml a. a.
Estery (jako octan etylnatý)	32,0 mg/1000 ml a. a.
Aldehydy (jako acetaldehyd)	10,0 mg/1000 ml a. a.
Přiboudlina (vyšší alkoholy)	31,0 mg/1000 ml a. a.
Metanol	negativní zkouška
Fural	negativní zkouška
Odparek při 105 $^{\circ}\text{C}$	1, mg/1000 ml

Tabulka 8

Chemické zkoušky na aldehydy provedené závodní laboratoří lihovaru (množství v mg) 1000 ml a. a.

Součást přístroje	Místo	Provoz dne			
		6. XI	7. XI	8. XI	9. XI
Hlavní výtoková epruveta	zkušební kohout	14	14	11	17
Epruveta u kondenzátoru E ₂	zkušební kohout	—	1936	—	—
Epruveta u kondenzátoru U	zkušební kohout	—	704	—	—
Potrubí lihových par z destilační kolony	před lapačem	prop. 20	prop. 12,5	—	—
Rafinační kolona	11 patro	23	25	—	—
Ohřívák zápary E'	výtok. kond.	nad 100	nad 100	—	—

ným hůlkovým rtuťovým teploměrem, ponořeným do teploměrných jímek, naplněných strojním olejem. Naměřené hodnoty teplot jsou uvedeny v tabulce 5. Tlaky topné páry byly měřeny číselníkovými pružinovými manometry a tlaky ve vrcholu a spodku jednotlivých kolon byly měřeny tlakoměrnými baňkami. Naměřené tlaky jsou uvedeny v tabulce 6.

Výkonnost, lihovitost a jakost

Při zkouškách bylo snadno dosaženo požadované výkonnosti a je pravděpodobné, že tato bude překročena, až se zvýší výkonnost kvasírny. Dosaženo bylo také požadovaných lihovitostí u všech pro-

duktů; vyrobený jemný lih vyhovuje ČSN 66 0825. Zkoušky jemného lihu prováděla jak závodní laboratoř, tak i výzkumný ústav lihovarského a konzervářského průmyslu v Praze (tabulka 7).

Při chemických zkouškách byla věnována největší pozornost stanovení množství aldehydů v etylalkoholu v různých místech přístroje, aby se mohlo zaujmout správné stanovisko k schopnosti čisticí destilační kolony vyvařit ze zápary všechny aldehydy. Zkoušky na aldehydy, provedené v závodní laboratoři, spočívaly v reakci aldehydů se Schiffovým činidlem a v srovnávání na Langeho fotokolorimetru s čistým roztokem etylalkoholu. Výsledky těchto zkoušek jsou uvedeny v tabulce 8.

Další důležitou laboratorní zkouškou byla kontrola vyvařování kolon. Bylo zjištěno toto množství lihu ve výpalcích a lutrové vodě:

destilační kolona	0,0009 obj. % alkoholu,
lutrová kolona	0,003 obj. % alkoholu.

Z těchto výsledků je patrné, že obě kolony vyvařují dobře i při nízké spotřebě topné páry.

Závěr

Dnes u nás pracují celkem čtyři kombinované destilační a rafinační přístroje na přímou výrobu jemného lihu ze zápary podle patentu inž. E. Gregora. Po tepelné stránce byly prozatím vyzkoušeny jen dva z nich a shledáno, že jsou velmi ekonomické. Bylo by prospěšné, aby i u ostatních přístrojů tohoto typu bylo provedeno měření spotřeby páry

a získalo se tak více provozních údajů k porovnání.

V Leopoldově byla měřením zjištěna spotřeba páry 313,5 kg/hl a. a. ve vyrobeném lihu. Je známo, že při starém způsobu práce se spotřebuje na destilaci 250 kg/hl a. a. ve vyr. lihu a na rafinaci (Barbet) 265 kg/hl a. a. ve vyr. lihu, celkem tedy 515 kg/hl a. a. ve vyr. lihu. Je tedy úspora páry 201,5 kg/hl a. a. ve vyr. lihu nebo 39,1 %. Při ceně topné páry 30 až 35 Kčs za tunu a výkonnost lihovaru například 200 hl a. a./24 hod lze za jeden den uspořit páry proti dřívějšímu způsobu práce v ceně 1210 až 1410 Kčs a při kampani trvající 9 měsíců 327 000 až 381 000 Kčs. Jde tedy o velké položky, které mají vliv na výrobní cenu lihu.

Při měření v Leopoldově byly získány zkušenosti, ověřeny dobré vlastnosti lapače kapek a závěrečné kolony. Těchto zkušeností lze s úspěchem využít u všech destilačních a rafinačních přístrojů.

Literatura

- [1] Patentový spis č. 73 593 — Inž. E. Gregor, způsob a zařízení k výrobě čistého lihu bezprostředně ze zápary.
- [2] E. Gregor: Pokroky v tepelném hospodářství melasových lihovarů. Kvasný průmysl 1, 5, 108 (1955).
- [3] B. Melichar: Nový přístroj na výrobu pitného lihu v Leopoldově. Kvasný průmysl 8, 4, 82 (1962).
- [4] Ch. Mariller: La distillation fractionnée et la rectification, Paris 1917.
- [5] V. N. Telisov i M. F. Kašjanov: Polučeniye spirita vysšej očistki na pjatokolonnom bragorektifikacionnom apparate. Spirtovaja promyšlennost 2, 34 (1954).
- [6] S. P. Koloskov, A. F. Komarov: Teplosilovoje chozjajstvo i teplovaja apparatura spirtovyh zavodov, Moskva 1954.
- [7] N. J. Gladilin: Rukovodstvo po rektifikacii spirita, Moskva 1952.

Došlo do redakce 22. 1. 1963.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИЗМЕРЕНИЯ ПОКАЗАТЕЛЕЙ РАБОТЫ ДЕСТИЛЛЯЦИОННО-РЕКТИФИКАЦИОННОЙ КОЛОННЫ НА СПИРТОВОМ ЗАВОДЕ В Г. ЛЕОПОЛЬДОВ

В статье приводятся и анализируются результаты изучения показателей работы и экономичности опытной дестилляционно-ректификационной колонны, установленной на спиртовом заводе в г. Леопольдов.

MESSUNG AUF DEM DESTILLATIONS-UND RAFFINATIONSAPPARAT IN LEOPOLDOV

Der Artikel informiert über die Auswertung der Messungen und über die Betriebesökonomie der Apparatur für kombinierte Spiritus-Destillation und Raffination in Leopoldov.

EXPERIMENTAL COMBINED DISTILLATION AND RECTIFICATION APPARATUS AT LEOPOLDOV DISTILLERY

A new type of combined distillation and rectification apparatus has been installed at the Leopoldov distillery. To verify its advantages detailed measurements of several parameters have been undertaken. The article deals with the results of tests and their evaluation.