

Komposztok izzítási vesztesége és korrelációja a bikromáttal meghatározott szervesanyag tartalommal

TÖRÖK LÁSZLÓ

*Könnnyűipari Minisztérium, Helyiipari Kutató Intézet,
Budapest*

Települési és ipari szerves hulladékok komposztálás útján történő hasznosítása mind nagyobb mértékben terjed. A komposztok vizsgálatára azonban minden igényt kielégítő, egységes vizsgálati metodika nincsen. Egyetértünk a Szemétkutatás Nemzetközi Munkaközösségének (Internationale Arbeitsgemeinschaft für Müllforschung) véleményével abban, hogy a komposzt vizsgálati módszerek felülvizsgálata, egységesítése szükséges és helyeseljük az erre vonatkozó felhívását. E munkánkkal kezdjük meg a komposztvizsgálati módszerek kritikai tanulmányozásánál szerzett tapasztalatainkat közölni. Folytatjuk a komposztok értékelését szolgáló egyéb módszerek vizsgálatát is.

A szemétkomposzt gyakorlati értékelésénél alapvető feladat az összes szervesanyag, illetve széntartalom megállapítása. A szervesanyagtartalomra vagy az izzítási veszteségből következtethetünk, vagy a széntartalmat határozzuk meg valamilyen eljárással, amelyet az általánosan használatos 1,72 faktorral szorozva kapjuk a szervesanyag mennyiségét.

A különböző laboratóriumok az izzítási veszteség meghatározását nem azonos módszerekkel végzik és az irodalomban is többféle előírást találunk [1, 2, 3]. Szükséges tehát a módszerek összehasonlító vizsgálata és célszerű egybehangolása, a bikromátos titrálásos szervesanyag meghatározási módszerrel, mert bizonyos esetekben az izzítási veszteség nem alkalmas a szervesanyag mennyiségének megítélésére.

Komposztokban a változó összetételű szervesanyag mellett, a nagyobb tömeget rendszerint szervesanyag képviseli. Az izzítási veszteség, a szervesanyag mennyiségének megítélésénél a komposzt összetételétől függően, nagy hibával terhelt adat is lehet. A hiba részben pozitív a szervesanyagban is bekövetkező veszteség miatt, részben negatív a szervesanyag tökéletlen elégeése folytán. A legnagyobb mértékű pozitív hibát a komposztban nagyobb mennyiségben is előforduló szén-savas mésztartalom okozhatja. A karbonát a hőmérséklet-től és az izzítás időtartamától függően, részben vagy egészben termikus bomlást szenved. Eltávozhat a kémiai kötött víz is, pl. a primér és szekunder foszfátok vízkilépésével meta-, illetve pirofoszfátokká alakulhatnak.

Az alkali kloridok magasabb hőmérsékleten részben vagy egészben elillanhatnak. A NaCl levegőn hevítve, vörös izzáson a vízgőzzel NaOH-ra és HCl-re hidrolizál. A tökéletlen elégeésből származó szénrészecskék redukáló hatásánál fogva veszteség léphet fel a foszfor és kén-tartalomban is. Mindezek a szervesanyag nem becsülhető veszteségei.

A tökéletlen elégből visszamaradó széntartalom — ha az izzítás alacsony hőmérsékleten történik, vagy a szervesanyagot körülvevő ásványi védőburok nem enged elegendő oxigént a szervesanyaghoz — mint negatív hiba jelentkezik. A pozitív és negatív hiba kedvező esetben ki is egyenlítheti egymást. Az izzítási veszteség meghatározásánál ezt a legkedvezőbb hőfokot és izzítási időtartamot kell megállapítanunk.

Hogy a különböző módszerekkel nyert izzítási veszteséget összehasonlítsuk és az izzítási veszteség meghatározására az optimális viszonyokat megállapítsuk, 5 különböző összetételű és szervesanyag tartalmú komposztot vizsgáltunk meg, amelyek között karbonát tartalmú is volt. 34 meghatározást végeztünk, 6 párhuzamos méréssel. A mintákat vizsgálat előtt szárítottuk, daráltuk, szitáltuk (0,3 mm lyukbőségű szitán) és homogenizáltuk. A vizsgálatok eredményeit az 1. táblázatban találjuk. Az adatok száraz anyagra vonatkoznak.

A vizsgált komposztminták ismertetése

- 267 Hulladék zöldnövény-komposzt csérfölddel (csérföld-budapesti szemétbánya anyag)
 256 Egri szemétkomposzt
 255 Magas szervesanyag tartalmú fekálkomposzt
 268 Karbonátos szemétkomposzt, túlnyomó részben csérfölddel
 234 Gyengén meszes tőzegek fekália.

Az izzítási veszteséget 500, 600, 700 és 800 fokon határoztuk meg, 1, 3 és 6 óra alatt, továbbá 500 fokon ammóniumnitráttal is. A mérések precizitását az egyes mérések szórásával (standard deviáció D), továbbá a deviációk százalékával ($D\%$) jellemezzük. A deviációkat 6 párhuzamos mérés eredményeiből számítottuk. Az 1. táblázat eredményeiből megállapíthatjuk, hogy az izzítási veszteség 500 fokon, 1—3 óráig izzítva kiugróan alacsony. Az izzítási idő meghosszabbítása 500 fokon is jelentékenyen növeli az eredményeket, de a százalékos szórás még így is nagyobb, mint 600° -on. Megállapíthatjuk továbbá azt is, hogy a súlyállandóságot, legalábbis az esetek többségében 800 fokon sem lehet elérni. A 267-es mintánál pl. a 6 órás izzítási veszteség 800 fokon, csaknem 20% -kal nagyobb, mint 700° -on 3 óra alatt. Az izzítás hőmérsékletének emelésével javul a reprodukálhatóság, a szórások általában csökkennek.

Lényegesen befolyásolja az eredményeket a kalciumkarbonát jelenléte. Hogy a kalciumkarbonát termikus bomlásából származó veszteségek nagyságáról tájékozódjunk, a tiszta kalciumkarbonát súlyvesztését is megvizsgáltuk. Eszerint a kalcium-karbonát súlyvesztése 3 óra alatt 500 fokon $3,2\%$, 600 fokon $5,6\%$ és 700 fokon a 25% -ot meghaladja.

A nagy kalciumkarbonát tartalom növeli a szórást, amint a 268-as minta 3 órás 600 fokos izzítási veszteségének kiugró deviáció értéke tanúsítja.

Hogy a kalciumkarbonát ne torzítsa az eredményeket, továbbá, hogy lásuk, van-e lehetőség a szervesanyag égését elősegítő segédanyaggal az izzítás hőmérsékletét csökkenteni, meghatároztuk az izzítási veszteségeket ammóniumnitrát alkalmazásával is, 500 fokon.

Az ammóniumnitrátos hamvasztást úgy végeztük, hogy a szervesanyag zömét 500 fokon előzőleg elégettük, majd a visszamaradt, még szervesanyagot tartalmazó hamut, konc. ammóniumnitráttal átnedvesítettük és ismét izzítottuk 3 órán át 500 fokon. Az 1. táblázatból láthatjuk, hogy az ilyen módon meghatározott izzítási veszteségértékek elég jól egyeznek a 600 fokos 3 órás izzítási

veszteségekkel. Cél szerű tehát a karbonátot tartalmazó komposztoknál az izzítást 500 fokon ammóniumnitráttal végezni.

A komposztok szervesanyag-tartalmának meghatározására, a talajvizsgálatoknál általánosan elterjedt, káliumbikromátos titrálásos szénmeghatározási módszert is behatóan tanulmányoztuk, hogy a két metodikával nyert értékek korrelációját megállapítsuk, és egyúttal támpontot kapjunk az izzítási veszteség meghatározásánál alkalmazandó legkedvezőbb hőmérsékletre és izzítási időre.

A bikromátos módszerrel végzett tanulmányunkat, külön közleményben fogjuk ismertetni [4].

A 600 fokos 3 órás és az 500 fokos 3 órás ammóniumnitrátos izzítási veszteségek értékeit, valamint a bikromátos módszerrel meghatározott szervesanyag-tartalmakat (Ag_2SO_4 -el és enélkül), továbbá a két módszer korrelációját, a 2. táblázat adatai szemléltetik.

A különböző módszerek deviációinak összehasonlításából a következőket állapíthatjuk meg. A deviációk nagyságát a minták homogenitása és kalciumkarbonát tartalma határozza meg. A minták inhomogenitása elsősorban a bikromátos szervesanyag meghatározásnál növeli a szórást, mivel az izzítási veszteséget 1,5–2 g anyagból határozzuk meg, a bikromátos módszernél pedig a be-mérés csak 0,2 g nagyságrendű. Bizonyítja ezt a 267 komposzt-minta. Ennél az anyagnál a bikromátos szervesanyag-tartalom meghatározását ötször ismételt-

I. táblázat

Az izzítási veszteség és a meghatározások szórása különböző hőfokon és idő alatt

(1) Minta száma	(2) Izzítási		(3) Izzítási veszteség %	(4) Standard deviáció* ±D	D %
	hőfok C°	idő óra			
267	500	1	21,4	0,7	3,7
	500	3	25,7	0,4	1,4
	500	6	26,3	0,4	1,4
	600	1	27,4	0,2	0,7
	600	3	28,3	0,2	0,7
	600	6	28,7	0,3	1,0
	700	1	29,6	0,3	1,9
	700	3	29,8	0,3	1,0
	700	6	29,8	0,3	1,0
	800	1	29,9	0,3	0,9
NH ₄ NO ₃ kezelés	800	6	31,6	0,2	0,6
	500	2×3	28,7	0,4	1,3
256	500	1	37,9	3,1	8,3
	500	3	44,1	0,4	0,8
	500	6	44,5	0,3	0,7
	600	1	44,1	0,6	1,4
	600	3	45,0	0,1	0,3
	600	6	45,1	0,1	0,3
	700	1	45,6	0,1	0,2
	700	3	45,6	0,1	0,2
	700	6	45,6	0,1	0,2
	800	1	45,6	0,1	0,2
NH ₄ NO ₃ kezelés	500	2×3	44,8	0,1	0,3
255	500	3	56,9	0,5	0,9
	600	3	59,7	0,3	0,5
	700	3	63,9	0,1	0,1
	800	1	64,2	0,1	0,1
	500	2×3	62,2	0,3	0,5
NH ₄ NO ₃ kezelés	500	3	21,4	0,3	1,3
	600	3	24,4	0,7	2,7
	700	3	26,8	0,1	0,4
	800	1	27,1	0,1	0,5
	500	2×3	25,1	0,1	0,4
Erősen karbonátos 268	500	3	21,4	0,3	1,3
NH ₄ NO ₃ kezelés	600	3	24,4	0,7	2,7
	700	3	26,8	0,1	0,4
Kevés karbonát 234	800	1	27,1	0,1	0,5
	500	2×3	25,1	0,1	0,4
Kevés karbonát 234	600	3	59,4	0,2	0,3

$$* D = \pm \sqrt{\frac{\sum D_i^2}{n-1}}$$

D_i = az egyes mérési eredmények eltérése középértéktől.

n = a mérések száma.

tük meg hat párhuzamos méréssel. Ennek az anyagnak következetesen minden alkalommal, a táblázatban látható magas deviációértéke volt. Ugyanakkor az izzítási vesztesége nem mutatott szórást a megismételt vizsgálatokban sem.

2. táblázat

Komposztok izzítási vesztesége 600 C°-on 3 óra alatt, 500 C° on 3 óra alatt NH₄NO₃-al és a bikromáttal meghatározott szervesanyag-tartalom

(1) Minta száma	(2) Izzítási veszteség 600 C°-on			(3) Izzítási veszteség 500 C°-on NH ₄ NO ₃ -tal			(4) Bikromátos szerves anyag Ag ₂ SO ₄ -el			(5) Bikromátos szerves anyag katalizátor nélkül		
	%	D	D %	%	D	D %	%	D	D %	%	D	D %
267	28,3	0,2	0,7	28,7	0,4	1,3	27,1	0,7	2,6	27,1	0,4	1,6
256	45,0	0,1	0,3	44,8	0,1	0,3	46,7	0,1	0,1	44,7	0,2	0,5
255	59,7	0,3	0,5	62,2	0,3	0,5	58,5	0,2	0,3	57,1	0,3	0,5
268	24,4	0,7	2,7	25,1	0,1	0,4	22,7	0,2	0,8	22,6	0,6	2,7
234	59,4	0,2	0,3	—	—	—	55,3	1,9	3,7	—	—	—

A korrelációs koefficiens a 600 C°-os izzítási veszteség és bikromátos szervesanyag tartalmakra vonatkozóan: $r = 0,993$.

A 256 és 255-ös komposztoknál az ismételt szériavizsgálatok szórása is kicsi volt. A 268-as magas mésztartalmú anyagnál következetesen erős szórás mutatkozott a 600 fokos izzítási veszteség értékeiben, ugyanakkor alacsony deviációkat kaptunk mind az 500 fokos ammóniumnitrátos izzításnál, mind a bikromátos szervesanyag meghatározásnál. A 234-es komposzt karbonát-tartalma alacsony, izzítási vesztesége jó eredményt adott, inhomogenitása azonban növelte a bikromátos szervesanyag-meghatározás szórásait.

3. táblázat

Tőzegek izzítási vesztesége 700 C°-on 3 óra alatt és szervesanyag-tartalmuk K-bikromáttal meghatározva

(1) Minta száma	(2) Izzítási veszteség %	(3) Szerves anyag %	(4) Korrelációs koefficiens
1	84,9	80,9	0,992
2	85,2	82,8	
3	87,2	84,5	
4	90,2	91,9	
5	83,6	81,6	
6	85,0	82,5	
7	71,0	70,2	

Az izzítási veszteség és a bikromátos szervesanyag-tartalom meghatározását sok szervesanyagot tartalmazó tőzegeknél is összehasonlíttuk (3. táblázat). Eddigi tapasztalataink szerint ilyen tőzegeknél, ha karbonátot nem tartalmaznak, 700 fokon, 3 órás izzítással érünk el kielégítő eredményt, amelyek elég jól egyeznek a bikromáttal meghatározott szervesanyag-tartalmakkal. Ha pedig a tőzeg karbonátot is tartalmaz, a szervesanyag meghatározására a bikromátos módszer ajánlható. Tőzegeknél a mésztartalom, 700 fokon, a mennyiségtől függően, 10–15, sőt 20%-kal is növelheti az izzítási veszteség értékét. Lápfoldék és tőzegek ammónium-nitrátos izzításáról egyelőre elegendő eredményeink nincsenek. Annyit azonban megállapítottunk, hogy tőzegekben az 500 fokos izzítás után sok szervesanyag marad vissza, ami akadályozza az ammóniumnitrát használatát, mivel az oxidáció robbanásszerű és ez elkerülhetetlenül anyagvesztéget okoz. A sok szervesanyagot tartalmazó karbonátos tőzegeknél tehát gyakorlatilag az ammóniumnitrátos izzítás alkalmazása is nehézségekbe ütközik.

Összefoglalás

Vizsgálataink eredményeiből megállapítottuk, hogy a karbonátot nem tartalmazó komposztok izzítási veszteségének meghatározására legmegfelelőbb a 3 órás izzítás 600°-on. A Szemétkutatás Nemzetközi Munkaközösségének hozzánk eljuttatott analitikai módszerek gyűjteményében, komposztok izzítási veszteségének meghatározására ugyanezt a metodikát írják elő. Ennek helyességét az ismertetett vizsgálati adataink alátámasztják. Kiegészítjük azonban azzal, hogy karbonáttartalmú anyagoknál célszerű az izzítást 500°-on végezni, ammóniumnitrát segédanyag alkalmazásával úgy, hogy a szervesanyag zömét az ammóniumnitrátos kezelést előtt 500°-on elhamvasztjuk.

A javasolt módszer alkalmazását indokolja az a körülmény, hogy a 600°-os 3 órás izzítási értékek jó egyezést mutatnak az ammóniumnitrátos kezelések 500°-on elért izzítási értékeivel, továbbá jó egyezést mutatnak a káliumbikromátos szénmeghatározásokból számított szervesanyagtartalmakkal. Ezért az értékek összehasonlíthatósága és a módszerek helyettesíthetősége szempontjából is előnyös. Indokolja továbbá a 600 fokos izzítást az a megfontolás is, hogy ezen a hőmérsékleten az esetleges pozitív és negatív hibák feltehetően kiegyenlítik egymást.

A megállapítások olyan szervestrágyákra vonatkoznak, amelyekben a szervesanyag-mennyiségek 20—60% nagyságrendűek.

Érkezett: 1962. november 21.

Irodalom

- [1] Methoden zur Untersuchung von Müll- und Müllklärschlamm-Kompost. Internationale Arbeitsgemeinschaft für Müllforschung. Zürich. 1961.
- [2] Szervestrágyák vizsgálata. Szabvány MNOSZ 19920—54. 1955.
- [3] Talaj és Trágyavizsgálati Módszerek. Mezőgazdasági kiadó, Budapest. 1962.
- [4] Төрők, Л.: Az oxigénfogyasztás mérésén alapuló szénmeghatározási módszerek. Kézirat.

Связь между содержанием органического вещества, определенного бихроматным методом и потерью от прокаливания

Л. ТЁРЁК

Научно-исследовательский институт местной промышленности, Будапешт

Резюме

Результаты исследований показали, что самым пригодным методом определения потери от прокаливания компостов, не содержащих карбонаты, является трехчасовое прокалывание при температуре 600° С. В сборнике аналитических работ международной группы по изучению отходов, так же предлагается этот метод. Правильность метода подтверждается и работами автора. В дополнении автор предлагает проводить прокалывание компостов, содержащих карбонаты при температуре 500° С с добавлением нитрата аммония, так что бы большая часть органического вещества сжигалась перед обработкой нитратом аммония при 500°. Данные, полученные при прокалывании в течение 3-х часов при температуре 600°, совпадают с данными полученными при прокалывании при температуре 500° с обработкой нитратом аммония, а так же соответствуют данным полученным при определении органического вещества бихроматным методом. Метод трехчасового прокалывания более пригоден т. к. полученные данные могут быть сопоставлены с данными других методов. Прокалывание при 600° имеет еще и то преимущество, что при этой температуре положительные и отрицательные ошибки взаимно уравновешиваются. Эти выводы относятся к таким органическим удобрениям в которых содержание органического вещества колеблется между 20—60%.

Табл. 1. Потери от прокаливания, полученные за различное время при различной температуре. (1) Номер образца. (2) Температура прокаливания в °C и время в часах. (3) Потери от прокаливания в %. (4) Стандартная деривация.

Табл. 2. Потери от прокаливания компостов при температуре 600° за 3 часа и при температуре 500° за три часа при обработке нитратом аммония, а так же содержание органического вещества, определенного бихроматным методом. (1) Номер образца. (2) Потери от прокаливания при T. 600 в %. (3) Потери от прокаливания при 500° с обработкой NH_4RO_3 в %. (4) Органическое вещество, определенное бихроматным методом с Ag_2SO_4 , в %. (5) Процент органического вещества, определенного бихроматным методом без катализатора. Корреляционный коэффициент между потерей от прокаливания при 600° и содержанием органического вещества, определенного бихроматным методом составляет $r = 0,993$.

Табл. 3. Потери от прокаливания торфа при 700° за три часа и содержание органического вещества, определенного бихроматным методом. (1) Номер образца. (2) Потери от прокаливания в %. (3) Органическое вещество в %. (4) Коэффициент корреляции.

Glühverlust und dessen Korrelation zu dem mit Bichromat bestimmten organischen Stoffgehalt der Komposte

L. TÖRÖK

Ministerium für Leichtindustrie, Forschungsinstitut für örtliche Industrie, Budapest

Zusammenfassung

Auf Grund eigener Untersuchungsergebnisse wurde festgestellt, dass ein dreistündiges Glühen bei 600° für die Bestimmung des Glühverlustes von karbonatfreien Komposten am besten geeignet ist. In der uns zugesandten Sammlung der analytischen Methoden der Internationalen Arbeitsgemeinschaft für Müllforschung ist ebenfalls diese Methodik vorgeschrieben. Deren Stichhaltigkeit wird auch durch die in der vorliegenden Arbeit vorgeführten Untersuchungsdaten bekräftigt. Ergänzend wird jedoch festgestellt, dass es zweckmässig ist, bei karbonathaltigen Stoffen das Glühen bei 500° unter Benutzung von Ammoniumnitrat-Hilfstoff so durchzuführen, dass der überwiegende Teil der organischen Substanz vor der Ammoniumnitrat-Behandlung auf 500° zur Veraschung gelangt.

Die Eignung der empfohlenen Methoden wird auch durch den Umstand bekräftigt, dass die Werte des dreistündigen Glühens bei 600° sowohl mit den bei 500° erzielten Glühwerten der Ammoniumnitrat-Behandlungen, als auch mit dem aus der Kaliumbichromatkohlenbestimmung berechneten organischen Stoffgehalt gute Übereinstimmung zeigen. Das Verfahren ist daher auch hinsichtlich Vergleichbarkeit der erhaltenen Werte, sowie Ersetzbarkeit der Methoden vorteilhaft. Für das Glühen bei 600° spricht auch die Erwägung, dass sich bei dieser Temperatur eventuelle positive und negative Fehler wahrscheinlich ausgleichen dürften.

Die Feststellungen sind für solche organische Dünger gültig, bei denen die Menge der organischen Substanz der Grössenordnung von 20–60% entspricht.

Tabelle 1. Streuung der Glühverlust- und Bestimmungswerte bei unterschiedlichen Temperaturen und Behandlungszeiten. (1) Nummer der Stichprobe, (2) Glühtemperatur, C°, (3) Glühverlust, 0/0, (4) Standardabweichung (Varianz).

Tabelle 2. Glühverluste der Komposte in 3 Stunden bei 600°, 3 Stunden bei 500° mit NH_4NO_3 und der mit Bichromat bestimmte organische Stoffgehalt. (1) Nummer der Stichprobe, (2) Glühverlust bei 600° C. in 0/0, (3) Glühverlust bei 500° C mit NH_4NO_3 , in 0/0, (4) mit Bichromat bestimmter organischer Stoff mit Ag_2SO_4 , in 0/0, (5) Mit Bichromat bestimmter organischer Stoff, ohne Katalysator, in 0/0. Der Korrelationskoeffizient für den Glühverlust bei 600° C und dem mit Bichromat bestimmten organischen Stoffgehalt: $r = 0,993$.

Tabelle 3. Glühverlust von Torf bei 700° C in 3 Stunden und der mit K-Bichromat bestimmten organische Stoffgehalt. (1) Nummer der Stichprobe, (2) Glühverlust, in 0/0, (3) Organischer Stoff in 0/0, (4) Korrelationskoeffizient.