

## AVRUPA BİRLİĞİNE ÜYE BAZI ÜLKELERDE, TOPRAKTA ve ARITMA ÇAMURUNDA BULUNAN AĞIR METALLER, ORGANİK KİRLETİCİLER ve PATOJENLER İÇİN ÖRNEKLEME ve ANALİZ YÖNTEMLERİNİN UYUMLAŞTIRILMASI

Dr. Havva KAPTAN\*

### ABSTRACT

*The objective of this study is to carry out sampling and analysis methods for heavy metals, organic pollutants, pathogens and micro-organisms in soil and sewage sludge in some EU countries for harmonisation. Council Directive 86/278/EEC on Sewage Sludge is important to regulate the use of sewage in agriculture and forest land in such a way as to prevent harmful effects on soil. For this purpose, some practices of Sewage Sludge Directive is based on applications in some European Union Countries and investigated pros and cons of application sewage sludge to agricultural and forest land.*

*In, challenges, potential benefits and legislation. Harmonisation is requested in some points such as, common measurement procedure for pH, common analytical methods for heavy metal analysis, sampling strategy, elimination of contaminated soil samples in EU. It is considered that the best method one for harmonisation should be practical, currently available, simply and efficiently, appropriate for a wide range of soil types, range of pH is from 5 to around 8.5, people and environmental friendly for long-term soil protection and provide the desired information.*

*The standards for pH, organic matter and dry matter are accepted and studies agreed with Aqua Regia for digestion. The sampling guidance for sludge for ISO standards requires redrafting and Council Directive 86/278/EEC on Sewage Sludge is needed to revise. A new approach in standardisation work is required to resolve the*

---

\* Ziraat Mühendisi, Çevre ve Orman Bakanlığı; Çevre Yönetimi Genel Müdürlüğü.

*multiple problems of soil and sludge. This research show that novel studies are in need of working to elaborate one standard for soil, sludge and wastes and also investigations should follow internationally accepted standards, which should be CEN-EN or ISO Standards.*

**Anahtar Kelimeler :** *Toprak, Arıtma Çamuru, Ağır Metaller, Organik Kirleticiler, Patojenler, Mikroorganizmalar, Örneklem ve Analiz Yöntemleri, 86/278/EEC Arıtma Çamuru Direktifi, CEN-EN ve ISO Standartları.*

**Key Words :** *Soil, Sewage Sludge, Heavy Metals, Organic Pollutants, Pathogens, Micro-Organisms, Sampling and Analysis Methods, Council Directives 86/278/EEC on Sewage Sludge, CEN-EN and ISO Standards.*

## 1. GİRİŞ

Tarımda kullanılan arıtma çamuru ile ilgili olarak, özellikle toprağın ve çevrenin korunmasında önemli olan 86/278/EEC<sup>1</sup> – Arıtma Çamuru Direktifinin uyumlaştırılması için revizyonu düşünülmüştür<sup>2</sup>.

Direktifin amaçları 3 temel başlık altında toplanabilir:

1. Çamurun doğru kullanımının teşvik edilmesi,
2. Bitkilerin, toprağın ve yeraltı suyunun korunması,
3. İnsan ve hayvan sağlığının korunması.

Bu amaçlara hizmet eden arıtma çamuru ve toprağın niteliklerinin ortaya konması ve bunun için de arıtma çamuru ve toprak analizlerinin yapılması gerekmektedir.

Çamur analizlerinin yapılma esasları şunlardır :

- Her 6 ayda bir,
- Eğer değişiklik yoksa yılda bir,
- Parametreler :
  - Kuru madde, organik madde,
  - pH,
  - N ve P,
  - Cd, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb, Zn.

Toprak analizlerinin yapılma esasları şunlardır :

- MS kullanılır

<sup>1</sup> Council Directive 86/278/EEC on Sewage Sludge.

<sup>2</sup> Marmo, L. Harmonisation in View of the Revision of the Sewage Sludge Directive 86/278/EEC. 2001. Workshop, İtalya.

- Parametreler :
  - pH,
  - Kadmiyum, krom, bakır, nikel, kurşun, çinko
- Örnekleme yönteminde :
  - 5 ha üzerindeki araziler için 25 esas örnek alınır,
  - Örnekleme derinliği : 25 cm ( 10 cm'den daha az olmayacak),
- Analizlerde :
  - Atomik Absorpsiyon Spektrometresi kullanılır.

86/278/EEC – Arıtma Çamuru Direktifinde toprak ve çamur için belirtilmiş olan bazı üye devletlere ait sınır ve yükleme değerleri çizelge 1, 2 ve 3'te verilmiştir.

**Çizelge 1 : 86/278/EEC–Arıtma Çamuru Direktifinde Belirtilen Ağır Metal Sınır Değerleri**

Metaller	Toprak (pH=6-7) ( mg/kg )	Çamur ( mg/kg )	Yükleme (kg/ha yıl)
Cd	1-3	20-40	0.15
Cu	50-140	1000-1750	12
Hg	1-1.5	16-25	0.1
Ni	30-75	300-400	3
Pb	50-300	750-1200	15
Zn	150-300	2500-4000	30

**Çizelge 2 : AB'ye Üye Bazı Ülkelerde Toprak İçin Ağır Metal Sınır Değerleri**

Metaller	86/278/EEC pH = 6 - 7	Avusturya	Finlandiya	Hollanda	İspanya
Cd	1-3	1-2	0.5	0.8	0.4
Cr	-	100	200	100	60
Cu	50-140	60-100	100	36	40
Hg	1-15	1-15	0.2	0.3	0.3
Ni	30-75	50-60	60	35	30
Pb	50-300	100	60	85	40
Zn	150-300	200-300	150	140	100-150

Çizelge 3 : AB'ye Üye Bazı Ülkelerde Çamur İçin Ağır Metal Sınır Değerleri

Metaller	86/278/EEC	Avusturya	Finlandiya	Hollanda	İspanya
	EK 1 B				
Cd	20-40	4-10	3	1.25	2
Cr	-	300-500	300	75	100
Cu	1000-1750	400-500	600	75	600
Hg	16-25	4-10	2	0.75	2.5
Ni	300-400	80-100	100	30	50
Pb	750-1200	150-500	150	100	100
Zn	2500-4000	1600-2000	1500	300	800

## 2.ARITMA ÇAMURUNUN TARIM ve ORMAN ALANLARINDA UYGULANMASI İLE İLGİLİ KONULAR VE PROBLEMLER<sup>3</sup>

### 2.1.Beklentiler

- Konsey Direktifi 91/271/EEC<sup>4</sup>, Şehir Atık Sularının Uygulanması : Şehir atık sularının uygulanmasıyla oluşan arıtma çamuru miktarında artış,
- Konsey Direktifi 1999/31/EC<sup>5</sup>, Atıkların Alanlara Boşaltılması : Alanlara boşaltılacak atıkların biyolojik ayrışma miktarında azalma.

Sonuç olarak; üretilen arıtma çamuru için uygun olan atım ve geri dönüşüm yollarının bulunması gerekmektedir.

### 2.2.İlgiler

Bir atık olan arıtma çamuru, atık su uygulama işlemleri sonucundaki ürünlerle oluşturulur.

Arıtma çamuru şunları içermektedir :

- Toprağın gübrelenmesi için gerekli potansiyel bileşikler : Organik madde, azot, fosfor, potasyum ve daha az yaygın olan kalsiyum, kükürt ve magnezyum.
- Kirleticiler : Ağır metaller, organik kirleticiler ve patojenler

<sup>3</sup>Angelis, A.D. Angelis, A.D. Issues and Problems Related to Sewage Sludge Application in Agriculture and Forest Land. 2001. Workshop, İtalya.

<sup>4</sup>Council Directive 91/271/EEC on Urban Waste Water Treatment.

<sup>5</sup>Council Directive 1999/31/EC on the Landfill of Waste.

## **2.3.Çamurun Tarım Alanlarına Uygulanması**

### **2.3.1.Potansiyel yararlar**

- Azot ve fosfor için kısmen geleneksel gübre uygulamalarının yerleşmesi,
- Organik madde için toprağın mikrobiyal popülasyonunun aktivitesi için enerji kaynakları oluşturmaları ve onun mineralizasyon kapasitesinin artışı.

### **2.3.2.Riskler**

- Toprak kirliliği: Toprak mikroorganizmaları, bitkiler tarafından absorbe edilmesi, hayvanlar tarafından yenilmesi,
- Su ve hava kirliliği: Su ve havadan sağlanan bileşikler veya kirlenmelerin transferi ve onların besin zincirine girişi,
- Çamurdan doğan kirlenmelere maruz kalan insanlar : Bulaşmış olarak bulunan bitkilerin, hayvanların ve suyun tüketimi, çamurun direk olarak elle temas edilmesi veya direkt olarak alanlara uygulanması ,
- Tarım alanlarının tarımsal olarak ekonomik değerinin azalması : Çamurdan doğan kirlenmelerin aşırı birikmesi nedeniyle toprağın tarımsal değerinin azalması.

## **2.4.Çamurun Orman Alanlarına Uygulanması**

### **2.4.1.Spesifik Riskler ve Problemler**

- Orman alanlarında toksik maddelerin birikmesi : Özellikle içme suyu rezervuar alanlarında yeraltına geçiş mümkün olmaktadır.
- Hassas orman habitatlarında ve çok özel türlerde dengenin değişimi : Orman biyolojik çeşitliliğinin idame problemleri,
- Hem ormanlardan sağlanan odun dışındaki yararlar (örneğin, mantar, vs.) ve hem de ormana serbest giriş ile bağlantılı olan hijyenik problemler,
- Orman topraklarına çamur uygulaması için uygun, doğa dostu tekniklerin eksikliği: Toprak erozyonu ve sıkışma, orman yollarındaki zararlar, vs.,
- Yüksek maliyet ve etkinin izlenmesinin zorlukları : Orman topraklarının analizlerinin karışıklığı bunun nedenidir.

### **2.4.2.Potansiyel Yararlar**

Düzenli olarak atmosferik depolama ve topraklarda doğal fiksasyon ve mineralizasyon prosesleri yaygın olarak ormanların ihtiyacı olan besin elementlerini kapsar.

### 2.5.Risk Yönetimi – 1

Yasal girişimle, tarım alanlarına çamur uygulamasının düzenlenmesi gerekir :

- Tarımsal alanlara arıtma çamurunun kabul edilen uygulamaları için titiz teknikler gereklidir. İçeriği şöyledir :

- Tarımsal alanlara uygulama için kullanılan arıtma çamuru için asgari kalite standartları,

- Her kullanım için işlemsel koşullar (periyot, uygulama yöntemleri, ürün tipleri vs.).

- Hem kalite standartlarının uyumu hem de topraklara atık uygulamasının etkisi için sistematik analizlerle kontrol edilmesi ve uygulama pratikliklerinin izlenmesi için uygun hükümler gereklidir.

### 2.6.Risk Yönetimi – 2

Konsey Direktifi 86/278/EEC'nin geliştirilmesi için girişimler söz konusudur:

- Çamurla taşınmış olabilen diğer kirletici tipleri ile ilgili sınır değerler : Örneğin; organik kimyasallar ve patojenler,

- Üye devletlerin bölgesindeki tarımsal alanlara arıtma çamurunun uygulanması için zorlayıcı kurallar oluşturulur ve topluluk direktifi ile karşılaştırılır.

- Uygulamada, arıtma çamurunun farklı tipleri hali hazırda tarımsal alanlara yayılmıştır : Atık su uygulamasının farklı tipleri tarafından meydana getirilen, işlenmiş ve işlenmemiş evsel ve endüstriyel arıtma çamuru,

- Tarımsal alanlardan farklı olarak, çamur için diğer potansiyel geri dönüşüm yolları vardır : Özellikle şehrin yeşil alanları ve ıslah edilmiş alanlar vs.

### 2.7.Risk Yönetimi – 3

Gerekli olan bu kaynakların karşı konulmaz bir şekilde bozulması; yalnızca çiftçilerin en değerli kaynaklarına zarar vermekle kalmaz, bununla beraber gelecek nesillerin çiftçilik fırsatlarının azalmasına sebebiyet verir. Bu kapsamda aşağıdaki hususlar önemlidir:

- Mevcut direktifin kapsamının genişletilmesi,
- Verimlilik amacıyla çamurun kullanımıyla ilgili yeni bir yasal çerçevenin oluşturulması.
- Tarım alanlarının sürdürülebilir yönetimi ile ilgili konuların ele alınması

- Sınırlı ve çok değerli bir kaynak olan tarım toprakların uygun bir şekilde korunması ve yönetilmesi.

Yeni yasal çerçevenin amacı :

- Toprak, vejetasyon, hayvan ve insanlara zararlı etkinin önlenmesi,
- Verimliliğin güvenliği ve daha çok, genel olarak, tarım alanlarının ekonomik olarak kullanılması ve bilimsel tarım açısından değeri,

## **2.8.Risk Yönetimi – 4**

### **2.8.1.Bilgi**

Tarım alanlarına arıtma çamurunun uygulanması için çiftçilerin kendi kendilerini bilgilendirme kararı önem taşımaktadır.

### **2.8.2.Yasal düzenlemeler**

- Atık ürünlerinin kaynağı ve özellikleri hakkında uygun bilginin sağlanması ve özellikle gübre değerleri ve onun kirletici kapsamı hakkında çamur tedariki için yaptırım oluşturması gerekmektedir.
- “Bölgesel” iyi uygulama ilkeleri olarak adlandırılan yerel spesifik koşullara en uygun olan tercihleri onaylamak için katkı sağlamalıdır.

### **2.8.3.İyi Uygulama İlkeleri**

Yerel düzeyde, alanların spesifik problemleri ve potansiyelleri teşhis edilmeli ve alanlar için uygun spesifik çözümler tanımlanmalıdır.

## **2.9.Risk Yönetimi - 5**

### **2.9.1.Belgeleme ve Sorumluluk**

Bunun amacı, sağlanan çamurun yasal düzenlemeyle gerekli uyumu sağladığını gösteren belgenin teminidir. Böylece, kullanım için onun uygunluğunu garanti eder, ancak bu, ne çiftçiler ne de arazi sahipleri için ilave edilen çamurun kirletici içeriğini garanti ettiği anlamına gelmez.

### **2.9.2.Yasal düzenlemeler**

Söz konusu zararlar için çamur sağlayıcıların kullanıcılara ve vatandaşlara olan sorumluluğun açıkça belirtilmesi gerekmektedir.

### **2.9.3.İzlenebilirlik ve Küresel İzleme**

- Tarım alanlarında çamurun uygulanması, ilgili taraflar arasında kurulan anlaşma çerçevesinde meydana gelmelidir.

- Anlaşma kayıtları bağlayıcıdır. Örneğin, nehir havzası mesafesinde uygun bir coğrafik ölçek düzeyinde izlenebilirlik ve küresel izleme önemlidir.

## **2.10.Risk Yönetimi - 6**

### **2.10.1.İzleme ve Kontrol**

- Çamur uygulaması ile zarar sonuçları arasında sebep belirten bir bağlantıyı ispat etmek zor olabilmektedir.
- Sebep belirten bir bağlantı kurulabilse dahi, zararlar geri dönüşümsüzdür ve gelecekteki uygulamalarda caydırıcı etki için yüksek yeterlilikte bir bedeli tanımlamak çok zor olabilmektedir.

### **2.10.2.Uygun İzleme ve Kontrol Sistemlerinin Oluşturulması**

Bu iki konu kontrol edilmeli ve çamur sağlayıcılar bu kontrollerin bedelini üstlenmelidir:

- Yasal düzenlemede oluşturulan minimum kalite standartları ile uyumunu doğrulamak için tarım alanlarında uygulanması için kullanılan çamurun özellikleri,
- Çamur uygulaması yapılan toprağın kalitesi ve zedelenebilirliği,

## **2.11.Risk Yönetimi - 7**

Tek pazarın iyi işlemesi için, aşağıdaki genel kuralların olması gerekmektedir;

- Minimum kalite standartları : Tarım alanlarına uygulanması istenen çamur için.
- Çamur uygulamaları için işlemsel koşullar : Uygulama süresi, yöntemi, ürün cinsi.
- Kontrol işlemleri : Çamurda ve toprakta.

Kontrol işlemleriyle ilgili genel kurallar hem çamur hem de toprak için örnekleme ve analiz yöntemlerinin uyumlaştırılmasının yarıyışlılığını kapsar. Uluslararası kabul gören yöntemler kullanılarak çamurla taşınmış hem besin elementleri hem de kirleticilerle ilgili karşılaştırılabilen sonuçların oluşturulabilmesi gerekir.

## **2.12.Risk Yönetimi - 8**

Bu yöntemler, çamurun alana uygulanması ile ilgili gelecekteki her herhangi bir yasal düzenlemeyi esas alır:

- Örnekleme ve analiz yöntemlerinin uyumlaştırılması
- Çevre ve bilimsel tarımla ilgili bağlantı için teknik tabanın sağlanması,



- Kontrol işlemlerinin uniform bir şekilde uygulamasının sağlanması,
- Bu prosedürlerin ortalama kalitesinin geliştirilmesi,
- Ortak uzlaşa sağlanan bir dilin oluşturulması, böylece risk iletişiminin ve kontrollerinin sonuçlarıyla ilgili şeffaflığın geliştirilmesi,
- Çamurun alana uygulanması ile ilgili prosedürlerin risk değerlendirilmesinin ilerleyerek geliştirilmesine katkı sağlar. Böylece, gelecekteki risk yönetim tercihlerinin planlanmasında gelişme de sağlanmış olur.

### **3.AB TOPRAKLARINDA AĞIR METAL DEĞERLERİNİN BUGÜNKÜ DURUMU**

Avrupa topraklarında iz elementlerin içeriği ile ilgili uzamsal veriler kullanılarak 86/278/EEC - Arıtma Çamuru Direktifinin revizyonu kapsamında Avrupa topraklarında iz elementlerinin bugünkü durumunun tespit edilmesi söz konusudur<sup>6</sup>.

#### **3.1.Çalışmanın Amaçları**

- İz elementler ve organik madde için Avrupa'da mevcut veri tabanının değerlendirilmesi,
- Analitik verilerin, örnekleme prosedürünün, analitik yöntemlerin, kalite kontrolünün, geçerli verilerin yararlılığı ve karşılaştırılabilirliğinin sağlanması,
- Ulusal düzeyde Avrupa çapında uzamsal verilerin kullanılması ve haritaların hazırlanması.

#### **3.2.“Kısa Dönemli Faaliyet” İçin Genel Fikir**

- Uygun veri tabanı ile ilgili bilgilerin geliştirilmesi, mevcut verilerin kullanılması,
- Analiz için verilerin standardizasyonu
  - Örnekleme yöntemleri
  - Yöntemlerin anlaşılması
- Toprak ana materyalinin haritalanması ( coğrafik veri tabanı),
- Başlıca arazi kullanım haritası,

---

<sup>6</sup>Langenkamp, H., Madsen, H.B., Baize, D., Uterman, J. and Loveland P.J. 2001. Present Situation of Heavy Metal Background Values in European Soils. Results of Preliminary Evaluation for Four Member States. Workshop, İtalya.

- Ayrı ayrı ülkeler tarafından oluşturulan verilerin gösterilmesi,
- Farklı ülkeler arasında karşılaştırma.

### 3.3.Toprak pH'sı İle İlgili Değerlendirme

- İngiltere/Galler ve Fransa: Suyu esas alan pH (daha yüksek pH değerlerini verir).
- Almanya ve Danimarka : 0.01 mol/l CaCl<sub>2</sub> veya 1 mol/l içinde KCl (daha düşük pH değerlerini verir).
- Doğru pH'nın belirlenmesi için ulusal yöntemler kullanılabilir.

### 3.4.Dört Üye Devlet İçin Ön Değerlendirmenin Özeti

• Elde edilen veriler, veri uyumlaştırılmasının bugünkü durumunu açıkça göstermektedir, ancak, Avrupa'da verinin nitelikli karşılaştırması henüz mümkün değildir. Bazı üye devletlere ait verilerin özellikleri çizelge 4 ve 5'te verilmiştir :

- Ülkelerin kendilerine özgü değerlendirmesi tam kapsam için mümkün olmamaktadır.
- 15 üye devletin tümü için ağır metal ve organik madde ile ilgili olarak Avrupa çapında verilerin toplanmasına başlanmıştır.

**Çizelge 4. Dört Üye Devlette Yaygın Olarak Kullanılan Verilerin Özeti**

Ülkeler	Bütün Veriler	Arazi Kullanımı	Toprak Ana Materyali	Toprak pH Sınıflaması	Toprak Bünyesi Sınıflaması
Danimarka	•	•	X	•	•
İngiltere	•	X	X	•	•
Fransa	•	Otlak alan için veri yok	X	•	•
Almanya	•	•	•	•/ Otlak alan için veri yok	•

Çizelge 5 : Oluşturulan Verilerin Tanımlanması

Ülkeler	Örnekleme Planı (Küçük Ölçek)	Jeolojiyi Referans Alan Örnekleme	Kirlilik Gösteren Örneklerin Elenmesi	Ayrıştırma Prosedürü
Danimarka	Izgara örnekleme	•	X	50 % HNO <sub>3</sub>
Fransa	Rastgele örnekleme	X	X	HCl <sup>7</sup> HF/HClO <sub>4</sub>
Almanya	Izgara/ Rastgele örn.	•	•	HCl HF/HClO <sub>4</sub>
İngiltere	Izgara örnekleme	•	X	HCl

### 3.5.Tartışma ve Sonuç

Avrupa ülkelerinde aşağıda belirtilen hususlarda uyumlaştırma gerekmektedir :

- pH için ortak ölçüm prosedüründe,
- Ağır metal analizleri ve ayrıştırma için ortak analitik yöntemlerde,
- Avrupa çapında örnekleme stratejilerinin uygulanmasında,
- Kirlilik gösteren toprak örneklerinin elenmesinde,

### 3.6.Değerlendirme Çalışması

Üç konuda Avrupa çapında değerlendirme gereklidir:

- Avrupa'da coğrafik veri kullanılarak toprak ana maddesinde,
- CORINE alan kapsamını esas alan arazi kullanım ünitelerinde,
- Veri tabanında FAO referansını esas alan toprak bünyesi sınıflamasında,

## 4.Topraklar İçin Örnekleme Yöntemleri<sup>8</sup>

### 4.1.Toprak Örneklerinin Alınması

Toprak örneklerinin alınması için gerekli olan kriterler çizelge 6'da verilmiştir.

<sup>7</sup> EN 13346 Aqua Regia Extraction Methods.

<sup>8</sup> Nortcliff, S. 2001. Sampling Methods for Soils. Workshop, İtalya.

**Çizelge 6 : Homojen Alansal Birimler İçin Temsilci Toprak Örnekleri (TTÖ)**

Alan (ha)	TTÖ (n)
0-2	1
>2-5	2
>5-10	3
>10-15	4
>15-20	5
>20-30	6

30 hektardan büyük alanlar için;

“n” aşağıdaki formülle belirlenmektedir :

n : Temsilci örnek sayısı

A : Hektar olarak alan

$$n = 1+A^2$$

#### 4.2.Sonuç ve Gözlemler

1. Refere edilen ISO standartlarının bazıları uygun değildi ya da tam olarak yeterli değildi.

2.Kabul edilmesi önemli olan direktif sadece koruyucu veya önlem alıcı bakış açısıyla ilgili koşullara uygulanır.

3.Önerilen analizler için temsilci toprak örnekleri (TTÖ), verilen alanlar için 25 esas toprak örneğinin birlikte karışımıyla meydana getirilir. Temsilci toprak örneklerinin sayısı alanın büyüklüğü ile homojen olup olmadığına göre değişiklik gösterir. Asıl örnekleme için örnek deseni alınma sırasına göre değildir. Fakat beklenen örnek ISO-DIS 10381-1<sup>9</sup>'de önerilen desenden seçilir.

4. Her alan için toplanmış olan temsilci toprak örneklerinin sayısı her alanın büyüklüğüne göre belirlenir. Toprak özellikleri (örneğin, toprak bünyesi ve toprak derinliği), toprağın yapısını etkileyen faktörler (örneğin, toprak ana maddesi, toprak drenajı, eğimin derecesi veya şekli) veya arazi kullanımı önemlidir. Daha büyük alanların homojen şekilde alt alanlara bölünmesi uygun olabilmektedir. Alt alanların büyüklüğü, her alt alanın TTÖ sayısını belirler.

5. Toprak kalitesi, çevre ve toprak yönetimine ilişkin uniform arazi kullanımının alansal birimler için TTÖ sayısı, ISO-DIS 10381-1'i esas alan rehberine uygun olmalıdır.

<sup>9</sup> ISO-DIS 10381-1

6.Örnekleme derinliği; hem birleşme derinliğinde hem de birleşme şeklinde (örneğin, toprak işleme ve enjeksiyon) hesaba katılmalıdır. Arazi yönetimi için çamur uygulaması, sonuçta profil içinde yayılma etkisi gösterebilmektedir. Bu nedenle örnekleme derinliği belirlenirken hesaba katılmalıdır. Buna ilişkin örnekler şunlardır:

- Eğer, arıtma çamuru 30 cm derinlikte işlenerek toprak altına verilirse veya 30 cm derinlikte işlenerek uygulamayı nihai işlem izlerse örnek 0 - 30 cm arasındaki esas kısmı kapsayan alandan alınmalıdır.

- Eğer, arıtma çamuru toprağın 25 cm altına verilirse ve nihai arazi uygulaması toprak işleme ile birleştirilmemişse asıl toprak örneği 20 - 30 cm arasından alınmalıdır.

7.Örneklerin uygulanması ve onların kullanımı ISO-DIS 10381-2<sup>10</sup>'de tanımlanmıştır.

8.Örnekleme yapan personel, sorumlu yönetim organları tarafından uygun görülen, onaylanan ve nitelikli eleman olmalıdır.

9.Bu öneriler asgari örnekleme standardını sağlar.

10.Suni şekilde oluşturulan toprak örnekleri göz önünde bulundurulmaz.

## 5.Çamur İçin Örnekleme Yöntemleri<sup>11</sup>

### 5.1.Amaçlar

Tavsiye için fikir birliğine varmada, herhangi bir gelecekteki direktifin revizyonu hususunda çamurun örnekleme için referansın tanımlanması amacıyla uygun olan ihtiyaçların karşılanması amaçlanmaktadır. Bu amaçla sediment ve çamurun örneklemeğinde teknik bir çalışma grubu oluşturulmuştur (ISO/TC 147)<sup>12</sup>.

### 5.2.Çözümler

- Şimdi veya gelecekte referans olan komisyonun tavsiyesine göre; çamur için gerekli olan örnekleme protokolü taslağı doküman taslağından çıkarılmalıdır.

-ISO EN 5667-13<sup>13</sup> : 1988 Su Kalitesi – Örnekleme.

-Bölüm 13 . Arıtma çamurunun örneklemeğinde rehber ve su uygulama işleri.

<sup>10</sup> ISO-DIS 10381-2

<sup>11</sup> White, T.C., Esch, B., Jebesan, E., Cruz, R., Da Silva C. and Langenkamp, H. Sampling Methods for Sludge. 2001. Workshop, İtalya.

<sup>12</sup> ISO/TC 147

<sup>13</sup> ISO – EN 5667-13 : 1998, Part 13 : Water Quality – Sampling, Guidance on Sampling of Sludges from Sewage and Water Treatment Works.

- Düzenleyici amaçlarla alınan örnekler için önerilen prosedürel gereksinimlerin daha çok açıklık kazandırmada ihtiyaç olarak dikkate alınması için ISO EN 5667 – 13 : 1998'in revizyonu tavsiye edilmektedir.

- Düzenleyici amaçlar doğrultusunda örnekleme için uygun protokollerin açıklığında etkili olan ISO EN 5667 – 13 : 1998'in revizyonu uygun olmaktadır. Bu koordine edilmiş faaliyet için, üye devletler tarafından adapte edilen prosedürlerin daha fazla uyumlaştırmayı başarıya ulaştırması amacıyla fikir birliğine varılmıştır.

## **6.pH, Kuru madde, Organik Madde ve Besin Maddesi İçin Analitik Yöntemler**

Seçici yöntemler için genel bir prosedür gereklidir ve aşağıdaki konuların tartışılması önemlidir<sup>14</sup>:

-Toprak ve çamur hakkında ne bilmek istiyoruz?

-Hangi yöntemler bize aradığımız bilgiyi verebilir?

-Hangi uygun yöntemi seçmeliyiz?

-Eğer yarayışlı yöntem yoksa veya uygun değilse, yöntemi bulmaya nasıl devam edebiliriz?

### **6.1.pH**

Bu parametre, kirleticilerin hareketliliği, besin elementlerinin yarayışlılığı, mikrobiyal aktivitede çamurun etkisi ve su kalitesi konularında bize bilgi sağlar.

#### **6.1.1.Toprak**

ISO 10390<sup>15</sup> yöntemi kabul edilebilir, 3 ekstraktant (çözücü madde) tanımlanabilir :

-Su,

-1 M Potasyum Klorür - KCl

-0,05 M Kalsiyum Klorür – CaCl<sub>2</sub>

Potasyum klorür kullanımı önerilen direktifte tavsiye edilmemiştir. Direktif, kalsiyum klorür ve suyun ekstraksiyonunda pH'daki farklılıklarını uyumlaştırmak için planlanmalıdır. Kalsiyum klorür ekstraktındaki pH sudan 0.5 oranından daha düşüktür. JRC'den sağlanan sertifikalı referans materyaller olan toprağın üretiminde yürütülen laboratuvarlararası deneyimlerle bulunan

<sup>14</sup> Jennische, P., Marmo, L. and Gawlik, B. Analytical Methods for pH, Dry Matter, Organic Matter and Nutrience. 2001. Workshop, İtalya.

<sup>15</sup> ISO 10290

ISO yöntemleri için (+) veya (-) 0.2 oranında değişikliğin olabildiği bildirilmektedir.

### **6.1.2.Çamur**

EN 12176<sup>16</sup> kabul edilebilir.

## **6.2.Kuru Madde**

Bu parametre, toprakta sudan başka bulunan madde miktarı hakkında bilgi sağlar.

### **6.2.1.Toprak**

ISO 11465<sup>17</sup> kabul edilebilir.

### **6.2.2.Çamur**

EN 12880<sup>18</sup> kabul edilebilir. Kuru madde konusunda, ağır metaller kadar tahmin edilenin ötesinde suyun belirlenmesinde esas olan kuru madde için yöntemler hakkında sorular oluşmuştur. Belirlenmiş olan suyun uçurulması proseslerinde diğer bileşiklerden çok su bırakılır. Bundan daha doğru yöntem olan titrasyon yöntemi kullanılmaktadır, fakat çok ileri bir yöntemin tavsiye edilmesi için tereddüt oluşmaktadır. Aynı zamanda, kurutma yöntemiyle oluşan hata, kabul edilebilir çamurda bulunan metal kapsamı, tahmin edilenin biraz üzerinde sonuçlanmaktadır.

## **6.3.Organik madde**

Organik maddenin belirlenmesi, çamur uygulamasının olumlu yararlarının bilinmesi açısından çiftçilere yararlı olmaktadır.

### **6.3.1.Toprak**

- Elementel analizi esas alan ISO 10694<sup>19</sup> kabul edilmektedir ve organik maddenin hesaplanmasında kullanılan ve 1.7-2 arasında tahmini değişme faktörü bulunan organik karbon kavramının kullanılması önerilmektedir.

- Bu yöntemde, organik madde ölçümünden önce kireçli topraklarda inorganik karbon ayrılır. Bu durum, uzaklaştırılma açısından zahmetli ve sıkıntılı olmaktadır. Diğer bir alternatif yöntem sülfokromik oksidasyonu esas

---

<sup>16</sup> EN 12176

<sup>17</sup> ISO 11465

<sup>18</sup> EN 12880

<sup>19</sup> ISO 10694

alan ISO 14235<sup>20</sup> yöntemi kullanılabilir, fakat çevresel yükü veya tehlikesi nedeniyle tavsiye edilmemektedir.

- Direktifte tavsiye edilen elementel analiz yöntemini esas alan yöntem önerilmektedir. Bu yöntemde, bu parametreyi esas alan limit değerlerinin olmadığı bildirilmektedir.

### **6.3.2.Çamur**

EN 12879<sup>21</sup> kabul edilebilir.

## **6.4.Besin Elementleri**

### **6.4.1.Toprak**

Toprakta N ve P belirlenmesindeki en büyük neden, yüzey ve yer altı suyundaki besin elementlerinin riskini tahmin etmektir. Bu ölçümler, tarım alanında besin elementlerinin durumu için çamur uygulamasının yararına karar vermede çiftçilere yardımcı olmaktadır. Daha ileri aşamadaki çalışmalar süzme potansiyelinin tahmin edilmesi amacıyla uygun olan yöntemlerin belirlenmesi için gerekli olmaktadır. Mevcut ISO yöntemleri olan 14255<sup>22</sup> ve 11263<sup>23</sup> bu amaçlar için geliştirilmemişlerdir.

- Tarım alanlarında besin elementlerinin durumu konusunda çiftçilere bilgi verilmesi için en uygun olan yöntemlerin belirlenmesi için daha fazla çalışmalara gereksinim duyulmaktadır.

- ISO yöntemleri bütün toprak tipleri ve koşulları için genel olarak kabul edilebilir değildir.

- Eğer, ortak yöntemlerde bir anlaşmaya varılması mümkün değilse ulusal yöntemler kullanılabilir.

## **6.5.Ekstraksiyon Yöntemleri**

Kuzey Avrupa ülkeleri ve İrlanda'da, ekstraksiyon için nitrik asit (%50) kullanılmaktadır ve bunda onların ulusal düzenlemeleri esas alınmaktadır.

Almanya, Fransa ve diğer ülkeler hidroklorik asit kullanılmaktadır. Çamur için beklenen yöntemler arasında sadece küçük farklılıkların bulunduğu mevcut araştırmalardan anlaşılmaktadır. Direktifte belirtilen her iki yöntemde, eğer yöntemler arasındaki farklılıklar çok küçük veya çok düzenli ise topraklar için daha fazla araştırmalara bakmaya gerek duyulmaktadır.

<sup>20</sup> ISO 14235

<sup>21</sup> EN 12879

<sup>22</sup> ISO 14255

<sup>23</sup> ISO 11263



### 6.5.1.pH'da Ekstraksiyon Yöntemleri

Su ve Kalsiyum Klorür olan iki ekstraksiyon ortamı arasında farklılık olmasına rağmen bu farklılık oldukça küçüktür. Bütün koşullar için hangi yöntemin en iyisi olduğunu tanımlamak çok zordur. Eğer bir yöntem en iyisi ise, 3 farklı ekstraksiyon ortamının kullanılması için ISO gerekli değildir. 0,5 civarında farklılığın olduğu pek çok durumda genelde küçük olarak belirtilmektedir. Kireçleme amaçlı olarak pH'nın yorumlanmasında o ülkede kullanılan yöntemler esas alınmalıdır ve ülkeler içinde geliştirilmelidir. Her iki ekstraktantın kullanılabilir yollarını gösteren direktifte planlanması mümkün olmaktadır. Limit değerleriyle sınırlanan bir tablodan başka bir referansın bulunması mümkün olabilmektedir.

### 6.5.2.Ağır Metaller İçin Ekstraksiyon Ortamında Ekstraksiyon Yöntemleri

İskandinavya ve bazı ülkelerde çamurda ağır metallerin belirlenmesinde nitrik asit ile ekstraksiyon esas alınmaktadır. Diğer ülkelerde ekstraksiyon için tuz ruhu kullanılmaktadır. Nitrik asit yöntemi kullanım için basit ve konsantre asite ihtiyaç bulunmamakta ve daha sonraki aşamalardaki belirlemede problemlere neden olan kloritin ilave edilmesi gerekmemektedir. Eğer bu yöntemlerin seçilmesi amaçlanıyorsa, bu yöntem en iyi yöntem olmak için iyi bir adaydır.

### 6.6.En İyi Yöntemin Özellikleri

- İstenen bilgiyi vermelidir,
- Basit ama etkili bilgiyi vermelidir,
- İnsanlar ve çevre için dost bir yöntem olmalıdır.

### 7.Toprak pH'sının Ölçümünde Önemli Bilgiler

Bu konuda bir çok önemli bilgi, analitik yöntemlerin tartışılması sonucunda ortaya çıkmıştır. Bu konuya kişisel bakış açısı gerekmektedir ve bunun yöntemin uyumlaştırılması yönünde karar alma konusunda önemli katkı sağlayacağı düşünülmektedir. Kompleks fiziko-kimyanın önemli bir kısmının basitleştirilmesi gerekmektedir ve detay noktaları hakkında tartışma sonlandırılabilir. Bununla birlikte, bütün genel kavramlar için uygulamalı bir çözüme ulaşmaya ihtiyaç duyulmaktadır<sup>24</sup>.

<sup>24</sup> Loveland, P. Note on the measurement of soil pH. Cranfield University, Silsoe UK.

### 7.1.Genel bir anlaşmaya varmak için bazı tahminler

- Yöntem pratik olmalıdır ve toprak çeşidinin geniş bir aralığı için uygun olmalıdır,
- Daha çok tarım topraklarına değinilmesi tahmin edilmektedir,
- pH için aralık pH = 5-8.5 arasında olmalıdır,
- Topraklar Akdeniz iklimi veya ılıman iklim arasında yaygınlık göstermektedir,
- Eğer şu anda daha iyi delil yoksa, koruma ve önlem ilkelerinin uygulandığı toprak koruma amaçlanmaktadır.

### 7.2.pH'yi Etkileyen Faktörler

Bu çok elementer görünmesine rağmen, orijinal kavramın bir yaklaşımı olan toprak için pH'nın uygulanmasını unutmamak gerekir. Nispeten yalın bir kimya bilgisi ile çözümler geliştirilmiştir. Toprak pH'sı, toprak taneciklerinin yüzeylerinin elektriksel özellikleri arasındaki karşılıklı etkileşimi, onların iyon değişim reaksiyonu ve toprak çözeltisi içindeki çözünmüş maddelerin varlığının bir sonucudur. Bu faktörler topraklar arasında oldukça farklılık göstermektedir. Nedenleri şöyle özetlenebilir :

- Onların doğasında var olan özellikler,
- Gübre veya toprak çözeltisinde çözünebilir diğer agro-kimyasallar gibi materyallerin ilave edilmesi,
- Toprak çözeltisindeki maddelerin konsantrasyonunu etkileyecek olan toprak neminin durumundaki değişiklikler,
- Yetiştirilen ürünlerin etkisi (örneğin, bunlar topraktaki maddelerin konsantrasyonunu etkileyebilir),
- Çözeltideki maddelerin çeşidi,
- Sıklıkla toprağın biyolojik aktivitesini etkileyen toprak havasının kimyası vs.

Pratikte, pH'nın ölçülmesi tek başına, ölçümlerde bu etkilerin toplamını tahmin etmek için bir girişim olmaktadır.

### 7.3.pH'nın Ölçümü

1950'li yıllarda, tarımda ve ılıman topraklarda bu problemler için tek bir referans gösterilmekteydi. Buna göre, en iyi yaklaşım, yetiştirme sezonu boyunca geniş toprak pH'sı aralığını ölçmek esastı. Daha sonra, fikse olmuş topraklarda pH'nın ölçülmesinde standart yaklaşımlar geliştirildi (Su oranı ve bunun yanısıra 0.01 M Kalsiyum Klorür çözeltisinde aynı oranda). Toprağa basit elektrolitin zayıf çözeltisinin nispeten büyük hacimde ilave edilmesiyle,

etkide bu yöntem, ayrı ayrı ölçümler için zor olabilen değişim kaynaklarının düzgünlüğü makul surette beklenebilen azami değişimi henüz temsil etmemiştir. Tarımda kullanılan ılıman iklim kuşağındaki topraklara basit bir tuz çözeltilisinin ilavesi (bir elektrolit - bu durumda 0.01 M Kalsiyum Klorür çözeltilisi ) pH'nın düşmesine sebep olacaktır. Çünkü, toprak tanelerinin yüzeylerindeki H<sup>+</sup> iyonlarının yerini Ca alır, H<sup>+</sup> iyonları ise toprak çözeltilisine geçer. Bütün bu olanlar, toprak yüzeylerinde ve toprak çözeltilisindeki vs. kompleks değişimi ve toprak tanelerinin bileşimine bağlıdır.

#### 7.4.pH Aralığı

Pratikte, ılıman iklim kuşağındaki tarım topraklarından alınan binlerce toprak örneğinin pH'sının ölçümü, göstermiştir ki, genelde pH, sudaki ölçümlerle karşılaştırıldığında 0.01 M Kalsiyum Klorür çözeltilisinde yavaş yavaş düşecektir. Düşme, daha düşük pH'da daha azdır. Hali hazırdaki asit ortamda daha az miktarda protonun serbest bırakılması nedeniyle pH daha fazla düşmez. Yüksek pH'da (pH>7) pH'daki düşme nispeten küçüktür. Çünkü, sistem mevcut karbonatın artan miktarıyla tamponlanır. Kalsiyum Karbonat - Su - Karbondioksit sisteminin pH dengesi pH=8.2 civarındadır. Böylece, protonların serbest bırakılmasının etkisi küçüktür veya bu pH'ya yaklaşmaktadır.

pH'daki büyük düşüş pH=5.5 ile pH=6.5-7 arasındaki orta aralıkta meydana gelmektedir. Fakat pH'nın düşüşü, en çok ılıman iklim kuşağındaki tarım topraklarında bir birimde 0.5'i geçer.

#### 7.5.pH'nın Etkisi

Toprağın korunması için pH'nın uygulanmasında, bir şeyin düşünülmesi gerekir ki, ilgili bir çok iz elementin daha düşük bir pH'da daha fazla mobil (hareketli) hale gelmektedir. Toprak pH'sındaki 0.5 birim düşmenin bir çok durumda önemli olup olmadığı tartışılabilmektedir. Fakat tedbir ilkesi olarak 0.01 M Kalsiyum Klorür çözeltilisinde ölçülen daha düşük değer önerilmektedir, potansiyel mobiliteye karşı daha fazla koruma istenmektedir. Eğer toprağın daha asit olduğunu tahmin ederseniz, toprağa daha az kirletici eklersiniz. Bununla birlikte, bu bakış açısını kabul etmeden önce, Avrupa Komisyonu, bu konunun önemi üzerindeki uzman görüşünü kazanmak için element taşınmasında literatürün yeniden gözden geçirilmesini isteyebilir.

#### 7.6.pH İçin Standart

ISO 10390 standardı, toprak pH'sının ölçülmesinde elektrolit olarak 1M Potasyum Klorür çözeltilisinin kullanımına izin verir. Bu daha fazla yoğunluklu elektrolit ve daha düşük toprak pH'sı demektir ve her ne kadar mekanizma geniş ölçüde aynı olsa da 0.01 M Kalsiyum Klorit çözeltilisinde oldukça fazla meydana gelmektedir. Bununla birlikte, ISO standardı, uluslararası olarak

geliştirilmiştir. Genel olarak; örneğin, hava miktarı fazla olan topraklar, Kalsiyum ve daha çok Hidrojen, Demir ve Alüminyum gibi bütün asidik kanyonlarla daha az doyurulmuş olan değişim karmaşasına sahiptir. Sıcak iklimlerdeki toprakların bir çoğu, ılıman iklimdeki tarımsal topraklardan daha fazla miktarda çözünebilir tuzlar da içermektedir. Bu durumda, toprak pH'sındaki yıllar arasındaki değişimler ılıman tarım topraklarından daha geniştir. Toprak pH'sının ölçülmesinde Potasyum Klorür yaklaşımı bu durum için geliştirilmiştir. pH =5 - 8 arasında olan ılıman tarım topraklarına uygulanabilir olması için genel olarak düşünülemez. Fakat bu, bütün koşullar altında toprak pH'sının ölçümünün gereklerini karşılamak için amaçlanan ISO 10390 standardı, yöntemi içermesi açısından tamamen uygundur.

### 8.Patojen ve Mikroorganizmaların Ölçümü İçin Analitik Yöntemler<sup>25</sup>

- Laboratuvarlar arası değerlendirme çalışması yapmadan değişik mikrobiyolojik test yöntemleri arasında seçim yapmak mümkün olmaktadır. Bu çalışma için yöntemlerin doğruluğunu tanımlamak esastır ve bu ko-normatif araştırma için uygun aday olmaktadır.

- Ulusal sınırları geçen ve yayılan örneklerin uygulanabilme imkanı ve başarılabirliği dikkate alınmalıdır.

- Geliştirmeye değer *Salmonella ssp.* için mevcut yöntemlerin izlenmesi dikkate alınmıştır, bunların hepsi onaylama için veriye sahiptir :

- CEN/TC 308 yöntemi,

- Membran canlandırma ve diriltme yöntemi,

- İtalya 1992'den beri çamurda *Salmonella* için standarda sahiptir.

- En uygun yöntem, işlenmiş ve işlenmemiş çamur örnekleri kullanılarak laboratuvarlar arası karşılaştırma ile seçilmelidir. Olumlu sonuçlarda hata oluşturmayan yöntemlerin kontrolünün önemli olduğu düşünülmektedir.

- Geliştirmeye değer *Escherichia Coli* için mevcut metotların izlenmesi dikkate alınmıştır, bunların hepsi onaylama için veriye sahiptir :

- İngilterede ulusal araştırmada kullanılan *E.Coli* için filtrasyon yöntemi,

- Membran canlandırma yöntemi,

- ISO 9308-2<sup>26</sup> çok safhalı tüp yöntemi,

- ISO 9308-3<sup>27</sup> mikro levha yöntemi.

<sup>25</sup> Roubin, M.R., Bagge L., Deportes I., Böhm R., Evans T., Debaene L. and Rosado M. **Analytical Methods for the Measurement of Pathogens and Micro-Organisms.** 2001. Workshop, İtalya.

<sup>26</sup> ISO 9308-2

<sup>27</sup> ISO 9308-3

- *E. Coli* için önerilen limit : 500 cfu E.coli/g

• *Enterococci* ve *Ascaris*'in belki de en son ürün standardı ve onaylama prosesleri için önemli olduğu düşünülmektedir. *Clostridium perfringens*'in indikatör bir organizma için uygun olmadığı görüşüne varılmıştır. Bazı cinsleri keşfetmek için *E. Coli* yöntemlerinin gerekliliği hakkında görüşler arasında bölünmeler vardır.

• Proseslerin onayı için protokollerin gözden geçirilmesi sonucunda bunların kullanımlarının iyi bir şekilde ifade edilmesinin gerekli olduğu, standardize edilmiş prosedürlerin her çeşit proses için uygulanabilir olduğu düşünülmüştür.

• Diğer sistemlerde meydana gelmiş ve sıvı prosesler için metal kaplarda tekrar kazanılır formlarda başlangıç organizmaları kullanılmaktadır. Her ölçekte geçerli olan çamur uygulama bitkilerinin uygulanabilirliği hakkındaki görüşler arasında bölünmeler vardır.

• *E. Coli*'nin kuru ağırlık veya ıslak ağırlık olarak ifadesi için temel olup olmadığı hakkında kesinlik kazanmamıştır.

*9.Ağır Metaller ve Besin Elementleri İçin Örneklerin Hazırlanması, Ekstraksiyon ve Analitik Yöntemler*

Bu amaçla çalışma grupları oluşturulmuştur :

ISO/TC 190<sup>28</sup> Toprak Kalitesi.

CEN/TC 223<sup>29</sup> Toprak Geliştirici ve Yetiştirme Ortamı.

CEN/TC 292<sup>30</sup> Atıkların Özellikleri.

CEN/TC 308<sup>31</sup> Çamurun Özellikleri.

### **9.1.Toprak ve Çamurda Uyumlaştırma Yöntemleri**

*Ağır Metaller ve Besin Elementleri İçin Örneklerin Hazırlanması, Ekstraksiyon ve Analitik Yöntemler*

- Makro besin elementleri : N,P,K, Ca, Mg
- Mikro besin elementleri : S, Fe, Mn, B, Zn, Cu
- İz elementler : Cd, Cr, Co, Pb, Cu, Mn, Ni, Zn, Hg, As, Se, Sb, Tl

<sup>28</sup> ISO/TC 190 Soil Quality.

<sup>29</sup> CEN/TC 223 Soil Improver and Growing Media.

<sup>30</sup> CEN/TC 292 Characterisation of Wastes.

<sup>31</sup> CEN/TC 308 Characterisation of Sludges.

## 9.2.Sonuç ve Gözlemler<sup>32</sup>

1.Fiziko-kimyasal analiz önerisi için çamur örneklerinin ön uygulamasında standartların eksikliği : ISO 11464<sup>33</sup> ve CEN/TC 223 ve 292'yi esas alan toprakları, atıkları ve çamurla ilgili başlıkları içeren bir standardın detaylı şekilde ele alınması,

2.Hidroklorik asit ekstraksiyonu

2.1.Topraklar için mikro dalga yöntemi yok

Öneri : Mikrodalga yönteminin kullanımını onaylamak için laboratuvarlar arası kalibrasyonun sağlanması.

2.2. İskandinavya ülkeleri alternatif yöntemle çalışmaktadır (HNO<sub>3</sub>).

Öneri : Eğer toprak ve çamur için aynı sonuçlar alınırsa ( HCl'i esas alan örnek) alternatif yöntem kabul edilebilir.

2.3.Süzme için farklı iki yıkama işlemi vardır.

Öneri : Bir laboratuvar bu ikisi arasında seçim yapmada veri sağlamak amacıyla toprak ve çamur için iki çalışma işlemini test eder.

2.4.Karbon kapsamı toprak standartları için verilirken çamur için bu konuda bilgi eksikliği bulunmaktadır.

2.5.Belirleme teknikleri : Toprak ve çamur standardında .

3.Kuru yanmayla toplam kükürtün belirlenmesi, hem toprak hem de çamur için uygun olmaktadır.

4.Toplam iz element kapsamında benzer çalışmalar vardır.

Öneri : Toprak, çamur ve atıklar için bir standardın detaylı olarak ele alınması gerekmektedir.

5.Kuru yanmayla toplam azotun belirlenmesi (ISO 13878<sup>34</sup>).

Öneri : Eğer toprak ve çamur için bir tek standart uygunsuz laboratuvar bu yöntemi çamurla test eder.

6.Toprak, atık ve çamur için detaylı bir Kjeldahl yöntemi için (ISO/TC 190, CEN/TC 223, 292 ve 308) güçlü bir çalışmaya ihtiyaç vardır.

7.NH<sub>4</sub> – N ekstrakte edilebilir: Ekstraksiyon çözeltilisinin yoğunluğu konusunda bir anlaşmaya ihtiyaç vardır (ISO/TC 190, CEN/TC 223 ve 308).

<sup>32</sup> Gomez,A. **Samples Preparation, Extraction and Analytical Methods for Heavy Metals and Nutrients**. 2001. Workshop, İtalya.

<sup>33</sup> ISO 11464 Pretreatment of Samples for Physico-Chemical Analysis.

<sup>34</sup> ISO 13878 Determination of Total Nitrogen Content by Dry Combustion ("Elemental Analysis").

8.Toplam fosforun belirlenmesi : Kuru yakma (ISO/TC 190) veya ıslak ayırma (CEN/TC 223 ve 308).

Öneri : Toprak, çamur ve atık için bir standardın detaylı şekilde çalışılması (ISO/TC 190, CEN/TC 292 ve 308).

9.Ekstrakte edilebilen fosfor ve kükürt, DTPA ile ekstrakte edilen iz elementler: Çamurla ilgili değildir.

10.Süzme testi : Çamur ve toprak için önemli bir ihtiyaç bulunmaktadır. Bunlar CEN/TC 292'nin çalışmalarıdır. Toprak, çamur ve atık için detaylı bir standardın çalışılması gerekmektedir (ISO/TC 190, CEN/TC 292 ve 308).

Toprak ve çamurda uyumlaştırmaya ilişkin veriler çizelge 7 ve 8'de verilmiştir.

**Çizelge 7 : Örneklerin Hazırlanması**

	ISO/TC 190		CEN/TC 308	
	Referans	Konu	Referans	Konu
Örneklerin hazırlanması	ISO 11464	Fiziko-kimyasal analizler için örneklerin ön uygulaması	EN 13346	Çamurun özellikleri : HCl ekstraksiyon yöntemleri-iz elementlerin ve fosforun belirlenmesi.

**Çizelge 8 : Toprak ve Çamur İçin Analiz Yöntemlerinin Karşılaştırılması**

Toprak	Çamur
ISO 11261 <sup>35</sup>	EN 13342 <sup>36</sup>
Toplam azotun belirlenmesi : modifiye edilmiş Kjeldahl yöntemi	Atığın niteliği – Kjeldahl azotunun belirlenmesi
Etken madde : 4 ml sülfürik asit + salisilik asit + sodyum tiyosülfat	Etken madde : 10 ml sülfürik asit
Katalitik etken madde : 1.1 g sülfat + potasyum sülfat + titanyum dioksit	Katalitik etken madde : 5 g sodyum sülfat + selenyum
0.5 – 1 g örnek	0.25 – 0.5 g örnek
Görsel kontrol altında ısısal program	Görsel kontrol altında ısısal program
20 ml su ilavesi	40 ml su ilavesi
20 ml sodyum hidroksit (10 mol/l ) ilavesi	30 ml sodyum hidroksit (12.5 mol/l ) ilavesi

<sup>35</sup> ISO 11261 Determination of Total Nitrogen : Modified Kjeldahl Method.

<sup>36</sup> EN 13342 Determination of Kjeldahl Nitrogen.

20 g/l borik asit	40 g/l borik asit
Buhar destilasyonu : 40 ml	Buhar destilasyonu : 120 ml + 30 ml
Titrimetrik yöntem İndikatör:Kromofenol Mavisi	Titrimetrik yöntem
ISO 13878	?
Kuru yakmayla toplam azotun kapsamının belirlenmesi (“elementel analiz”)	

## 10.Organik Bileşikler İçin Örneklerin Hazırlanması, Ekstraksiyon ve Analitik Yöntemler

### Sonuçlar ve gözlemler<sup>37</sup>

1. ISO 5667 standardı, bölüm 15<sup>38</sup> : “Su Kalitesi Örnekleme : Çamur ve Sediment Örneklerinin İşleme Tarzı ve Korunmasında Rehber”. Bu uluslar arası standartların tasarlanması mevcut analitik ihtiyaçları yerine getirir. Gözden geçirilmiş olan Direktif 86/278/EEC organik bileşikleri ve hijyenik ihtiyaçları kapsayacaktır, sonra ISO 5667<sup>39</sup> standardının revizyonu, bölüm 15 diğer nedenlerden dolayı revizyonu gerekemeyebilir. Organik bileşikler ve diğer parametreler için işaret edilen depolama koşulları (sıcaklık aralığı, zaman) için veri tablosunda standart içerir.

2.Sorunun çözülmesi konusunda, bazı soruların cevaplanması gerekir:

- Referans depolama yöntemleri için sürekli teste ihtiyaç var mı?
- Daha uzun sürelerde depolama için referans materyallerde bileşiklerin stabilitesi ne durumda ?

3.ISO FDIS 14507 “Toprakta Organik Analizler İçin Örneklerin Ön İşleme Tabii Tutulması” konusunda toprakta organik tayin edici için analitik işlemler açısından yararlı bir doküman olarak tavsiye edilmektedir.

4.Belirli olarak şu anda mevcut topraklar için daha fazla geliştirilmiş yöntemler için sebep görülmemiştir; çamur için ISO ve CEN yöntemlerinin revizyonu veya geliştirilmesinde toprakların ve katı atıkları içermesi düşünülmektedir.

<sup>37</sup> Leschber, R. Sample Preparation, **Extraction and Analytical Methods for Organic Compounds**, 2001. Workshop, İtalya.

<sup>38</sup> ISO – EN 5667-15 : 1998, Part 15 : Water Quality – Sampling, Guidance on Preservation and Handling of Sludge and Sediment Samples.

<sup>39</sup> ISO FDIS 14507.



5.Ulusal ve resmi uzmanlar tarafından tartışılan daha fazla organik kirleticiler için analizin mümkün olduğu düşünülmektedir. Nokta kaynaklı veya nokta kaynaklı olmayan kirlenmede yaygın araştırma faaliyetleri için ulusal veya yerel yetkililer karar verirler.

6.Avrupa Birliğine üye ülkelerde durum:

- Almanya'da; PCBs ve dioksin için standart ve yöntemler mevcut.
- Danimarka'da; PAH<sub>9</sub> için ulusal standart yöntemler mevcut.
- Fransa'da; PAH<sub>3</sub> ve PCB için standart yöntem mevcut.
- Hollanda'da PAH ve PCB için onaylanmış yöntem mevcut.
- İsveç ve Avusturya'da standart bulunmamaktadır.

Mevcut CEN/TC 308'de belirtilen yöntemlerin, bu alanda Avrupa standartları için ilk basamak olduğu ve bu programın komisyon için gerekli görülmesi halinde geliştirilmesi ve yaygınlaştırılması önerilmektedir.

Fakat, hiç şüphe yok ki, bunların geliştirilmesi mali kaynaklarla yakından ilişkilidir ve özellikle pratik olarak test yöntemleri ve laboratuvarlar arası karşılaştırma için insan desteğine ihtiyaç bulunmaktadır.

7.Organik kirleticiler için tablo oluşturulmuş ve kullanılan ulusal analiz yöntemleriyle ilişkili olarak sınır değerleri önerilmiştir. Komisyon şu konunun önemi konusunda farkındadır ki; yeni analitik yöntemlerin geliştirilmesi sonucunda gelecekte sınır değerlerinin sonuçlarının tekrar gözden geçirilmesiyle kirleticilerin kapsamı veya kirletici grupları önemli oranda geliştirebilir.

## 11.Sonuç ve Öneriler

1.Örnekleme için ISO-toprak standartlarının tekrar oluşturulmasına ihtiyaç vardır.

2.Örnekleme için temel ihtiyaçlar arıtma çamuru direktifinin ekinde verilmiştir.

3.Çamur için örnekleme referansının tekrar oluşturulması gerekmektedir.

4.pH, organik madde ve kuru madde için standartlar kabul edilmektedir.

5.Toprak pH'sının belirlenmesinde hem fikir olunmuştur ve 0.01 M Kalsiyum Klorür çözeltisinde araştırma yapılmalıdır.

6.Besin elementlerinin belirlenmesi için hem ISO hem de CEN standartları taslak arıtma çamuru direktifinin gereksinimlerini karşılamalıdır.

7.İlave araştırma ve temel standardizasyon çalışması, patojenlerin ve mikroorganizmaların belirlenmesi için gereklidir.

8.ISO standardı 5667, bölüm 15 : “Su Kalitesi Örnekleme” : Çamur ve sediment örneklerinin alınması ve saklanması referans şimdiki analitik ihtiyaçları karşılamalıdır.

9.ISO FDIS 14507 : “Topraklarda Organik Analizler İçin Örneklerin Uygulama Öncesi” topraklarda organik kirleticilerin belirlenmesi için şimdiki analitik ihtiyaçları karşılamalıdır.

10.Uygulama öncesi ilave ihtiyaçlar için (örneğin; patojenler, fizikokimyasal analizler), teknik komiteler arasında uyumlaştırmanın gerekli olduğu düşünülmektedir : ISO/TC 190, CEN/TC 223,292 ve 308.

11.Toprak materyallerinden ağır metallerin ekstraksiyonu için şimdiki ISO yöntemi ve şimdiki laboratuvar uygulamaları (mikro dalga kavramı) içinde hesaba katılmamıştır.

12.Yapılan çalışmalarda temelde “aqua regia” konusunda hem fikir olunmuştur.

13.Analitik belirleme teknikleri eşdeğer ağırlıklı olmalıdır (AAS gibi).

14.Besin elementlerinin belirlenmesi için (örneğin; ikincil besin elementleri, azot) yeni bir yaklaşıma ihtiyaç bulunmaktadır.

15.Farklı materyaller için detaylı belirli yöntemlere (süzme/zayıf ekstraktant<sup>40</sup>) ihtiyaç vardır.

16.Ulusal analiz yöntemleri, önerilen sınır değerleri ile ilgili olan direktifte belirtilen organik kirleticiler için kullanılmalıdır.

Sonuç; yapılan çalışmalar, standardizasyon çalışmalarında acilen yeni bir yaklaşıma ihtiyaç bulunduğunu göstermiştir.

---

<sup>40</sup> ISO N 000 Leaching

**KISALTMALAR**

AB : Avrupa Birliği

EU : European Union

AAS : Atomic Absorption Spectrometry (Atomik Absorpsiyon Spektrometresi)

EC : European Community (Avrupa Topluluğu)

EEC : European Economic Community (Avrupa Ekonomik Topluluğu)

ISO : International Organisation for Standardisation (Uluslararası Standardizasyon Örgütü)

CEN-EN : European Committee for Standardisation (Avrupa Topluluğu Standardizasyonu)

TC : Technical Committee (Teknik Komite)

FAO : Food and Agricultural Organization (Birleşmiş Milletler Gıda ve Tarım Örgütü)

CORINE : Co-Ordination Information on Environment (Çevre Bilgi Koordinasyonu)

MS : Monitoring System (İzleme Sistemi)

JRC : Joint Research Center (Ortak Araştırma Merkezi)

TTÖ : Temsilci Toprak Örnekleri

PH: Bir litre saf sudaki hidrojen iyonları konsantrasyonunun cebirsel ters işaretlisinin logaritması.

Aqua Regia: Kral suyu : Bir kısım  $\text{HNO}_3$  (nitrik asit) ve 3 kısım  $\text{HCl}$  (hidroklorik asit) karışımından meydana gelen ve metalik altını çözebilen karışım.

PCBs : Poliklorobifeniller

PAHs : Çok Halkalı Aromatik Hidrokarbonlar (  $\text{PAH}_3$ ,  $\text{PAH}_6$ ,  $\text{PAH}_9$  ).

EDTA : Etilen Diamin Tetra Asetik Asit

DTPA : Dietilen Triamin Penta Asetik Asit

$\text{HClO}_4$  : Perklorik Asit

$\text{HNO}_3$  : Nitrik Asit

M : Molar

$\text{CaCl}_2$  : Kalsiyum Klorür

KCl : Potasyum Klorür

---

H <sup>+</sup>	: Hidrojen iyonu
OH <sup>-</sup>	: Hidroksil iyonu
HF	: Hidrojen Florür
NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>	: Amonyum
NH <sub>4</sub> -N	: Amonyum Azotu
N	: Azot
P	: Fosfor
K	: Potasyum
Ca	: Kalsiyum
Mg	: Magnezyum
Fe	: Demir
S	: Kükürt
Mn	: Mangan
B	: Bor
Zn	: Çinko
Cu	: Bakır
Cd	: Kadmiyum
Cr	: Krom
Co	: Kobalt
Pb	: Kurşun
Ni	: Nikel
Hg	: Civa
As	: Arsenik
Se	: Selenyum
Sb	: Antimon
Tl	: Talyum