

## **Chloridy**

Chloridy v půdách mohou ovlivňovat míru zasolení půd. Fyziologický účinek zasolení je ve svých konečných důsledcích totožný s vlivem sucha. Pro obsah celkových chloridů v půdách nebyla definována žádná limitní hodnota. Teprve v roce 2007 připravilo Ministerstvo životního prostředí Britské Kolumbie návrh limitní hodnoty pro obsah chloridů v půdách (zemědělské, městské parky, komerční zóny, průmyslové oblasti). Obsah chloridů by neměl být vyšší než 1 000 mg/g. Limitní hodnota vychází jednak z fyto toxických účinků, ale také respektuje limity pro obsah chloridů ve vodách, které vychází ze stanovení dělicího koeficientu  $K_d$  pro voda-půda. Informace o limitech obsahuje zpráva:

**Fox G.R. (2007): Finalization of proposed 2007 final draft matrix soil standard for sodium and chloride. Victoria, British Columbia. Ministry of Environment.**

K vydaným normativům byly vypracovány i analytické metodiky, které jsou dostupné na následující stránce:

[http://www.env.gov.bc.ca/epd/remediation/requests\\_for\\_comments/archives/2007/sodium.htm](http://www.env.gov.bc.ca/epd/remediation/requests_for_comments/archives/2007/sodium.htm)

Jedná se o British Columbia Environmental Laboratory Manual, 2007 (BCMMOE), který obsahuje analytické metody: “Saturated paste extraction for soils”, determination of site-specific soil water partitioning Co-efficient ( $K_d$ ) for chloride, sodium and chloride in soil saturated paste extraction.

### ***Standardizované metody stanovení***

**ČSN EN 14582 (838023)** Charakterizace odpadů – Obsah halogenu a síry. Spalování v kyslíku v uzavřených systémech a metody stanovení. Datum vydání 2007-09-01.

Tato evropská norma specifikuje metody spalování pro stanovení obsahu halogenu a síry spalováním odpadů v uzavřeném systému obsahujícím kyslík (kalorimetrická bomba) a následné analýzy produktů spalování s použitím různých analytických metod. Tato metoda je použitelná pro pevné, pastovité a kapalně vzorky obsahující více než 0,025 g/kg halogenu a/nebo 0,025 g/kg síry. Mez detekce závisí na prvku, matici a použité metodě stanovení. Těmito metodami nelze zcela stanovit nerozpustné halogenidy a sírany přítomné v původním vzorku nebo vzniklé během spalování.

**U.S. EPA Method No. 375.2. 1978.** Chloride (Colorimetric, Automated, Ferricyanide, AA II) U.S. Environmental Protection Agency. March, 1979. Methods for chemical analysis of water and wastes. U.S. EPA-6004-79-020. Environmental Monitoring and Support Laboratory, Office of Research and Development, Cincinnati, OH 45268.

Ke 12 g vzorku půdy usušené na vzduchu se přidá 25 mg aktivního uhlí a chloridy jsou extrahovány 30 ml 0,01M Ca (NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> po dobu 30 minut. Vzorky jsou pak odstředěny nebo filtrovány a analyzovány kolorimetricky se thiokyanidem rtuťnatým na analyzátoru Technicon Autoanalyzer při vlnové délce 480 nm. Při této metodě chlorid vytěsňuje rtuť z thiokyanidu rtuťnatého a uvolňuje tak thiokyanidový ion. Thiokyanidový ion v přítomnosti přebytku dusičnanu železitého vytváří načervenalé žlutý thiokyanát železitý.

**U.S. EPA Method 330.1** Chlorine, total residual (titrimetric, amperometric).

Amperometrická titrace je vhodná pro všechny druhy vod a odpady, které neobsahují vysoké množství organické složky. Při acidobazické reakci pH 4 nebo nižší chlor a chloraminy stechiometricky uvolňují jod z jodidu draselného. Jód je titrován obvyklým redukčním činidlem, jako je thiosíran sodný nebo oxid fenylarzenu s použitím ampermetru pro určení bodu ekvivalence.

### **U.S. EPA Method 330.0** Determination of inorganic anions by ion chromatography

Použití: všechny druhy vod, tuhé matrice a výluhy (kromě výluhu v kyselině octové)

Pro tuhé matrice je zavedena metoda extrakce. Extrakce probíhá v redestilované vodě. Ke vzorku sušiny se přidává desetinásobné množství vody. Suspenze je dále 10 minut míchána magnetickým míchadlem a následně zfiltrována přes membránový filtr 0,45 µm. Další postup stanovení odpovídá stanovení chloridů ve vodách.

### *Nestandardizované metody stanovení*

**Gelderman R.H., J.L. Denning and R.J. Goos (1988): Chlorides. p. 49-52. Recommended Chemical Soil Test Procedures for the North Central Region. North Central Regional Research Publication No. 221 (Revised). Missouri Agricultural Experiment Station SB 1001.**

**LaCroix, R.L., D. R. Keeney and L. M. Walsh (1970): Potentiometric Titration of Chloride in Plant Tissue Extracts using the Chloride Ion Electrode. Soil Sci. and Plant Analysis, 1(1), p.1– 6.**

Mezi metody používané pro analýzu chloridů v půdách lze zařadit potenciometrickou titraci, kdy se používá k titraci AgNO<sub>3</sub> a chloridová iontově selektivní elektroda. Tato metoda je podobná metodě podle LaCroix et al. (1970). Druhou metodou je kolorimetrické stanovení s thiokyanidem rtuťnatým.

### **Metoda rentgenové spektrometrie ED-XRF**

Analyzátor Alpha TM firmy Innow X systems rozšířila „soil mod“ o možnost stanovení chloridů. Spektrometr ALPHA je vhodným přístrojem pro provádění analýz dle metody U.S. EPA 6200 (metoda je zaměřena na stanovení následujících prvků Ti, Cr, Mn, Fe, Ni, Cu, Zn, As, Se, Rb, Sr, Zr, Mo, Ag, Cd, Sn, Sb, Ba, Hg a Pb, chloridy zatím nejsou v metodě uváděny (<http://www.bas.cz/innov-x-systems/alpha.php>).

### **Stanovení chloridů za nepřítomnosti organických látek**

**Johnston, C.M. and Ulrich (1959): Analytical Methods for use in Plant Analysis. California Agricultural Exp. Sta. Bulletin #766, p39 – 41.**

**LeGrys VA, Basrfitt MF, Gibson LE, Hammond RB, Kraft K.. National Committee for Clinical Laboratory Standards (NCCLS) Sweat Testing: Sample Collection and Quantitative Analysis; Approved Guideline. NCCLS document C34-A2, Vol. 20 No. 14 (ISBN 1-56238-407-4) NCCLS, Pennsylvania.**

Chloridy vyloužené vodou ze vzorků půd se stanoví metodou podle Volharda. Srážejí se přebytkem odměrného roztoku dusičnanu stříbrného v kyselém prostředí. Přebytek se titruje odměrným roztokem thiokyanatanu amonného v přítomnosti síranu železito-amonného.

*273/ 1998 Sb . Úplné znění vyhlášky MZe ve znění vyhlášky MZe č. 475/2000 Sb., o odběrech a chemických rozbořech vzorků hnojiv. Volhardova metoda.*

### **Nepřímá metoda – měření salinity půd**

Salinita půd je ovlivněna obsahem Na, Ca, Mg, chloridů apod. Salinita půd se měří konduktometrem v následujících podmínkách:

- Nasycený extrakt. Elektrická konduktivita se měří v nasyceném roztoku. 200 – 400 g na vzduchu vysušeného vzorku se míchá s vodou až do úplného nasycení roztoku. Roztok se nechá stát 4 hodiny, přefiltruje se přes vývěvu. Na každých 25 ml extraktu se přidá kapka 0,1% (NaPO<sub>3</sub>)<sub>6</sub>. Výsledky této metody nejsou ovlivněny texturou půdy.
- Vodný extrakt – připraví se suspenze půda:voda = 1:5. Vzorek půdy je usušen na vzduchu. Suspenze se třepe 1 hodinu. Na každých 25 ml extraktu se přidá kapka 0,1% (NaPO<sub>3</sub>)<sub>6</sub>. Pro přepočet se používá konduktivita stanovené v roztoku 1:5 se používají následující faktory: spraše, písčité půdy a půdy s nízkým obsahem jílovité složky – se hodnota násobí 25, sprašové hlíny – 14, prachovité půdy – 9, těžké jílové půdy – 6.
- Piezometricky.

Rhoades J.D., Chanduvi F., Lesch S. (2004): Soil salinity assessment. Methods and interpretation of electrical conductivity by measurements. Scientific Publishers, India.