

# Analýza a určení obsahu fulvových kyselin ve vzorku Lignohumátu A

## Zkrácená zpráva

Vzorek: Lignohumát A, šarže č. 016.002

Výrobce: AMAGRO s.r.o.; Praha

Lignohumát A představuje směs huminových a fulvových kyselin vyrobených z technického lignosulfonanu. Vysoká biologická aktivita Lignohumátu A je dána synergií účinku těchto látek.

Fulvové kyseliny jsou látky patřící ke skupině přírodních huminových látek. Na rozdíl od huminových kyselin fulvové kyseliny vykazují nižší molekulovou hmotnost (Mw) a větší obsah karboxylových a hydroxylových skupin než frakce huminových kyselin. Přírodní fulvové kyseliny jsou na rozdíl od huminových rozpustné i ve slabě kyselém prostředí. Stanovení obsahu fulvokyselin v preparátu Lignohumát A je poměrně náročné vzhledem ke skutečnosti, že fulvové a huminové kyseliny v Lignohumátu A jsou navíc částečně nebo úplně sulfonovány a jsou proto dobře rozpustné ve vodě a klasické metody stanovení obsahu přírodních fulvových a huminových kyselin zde selhávají.

Stanovení fulvových kyselin bylo proto provedeno nově vypracovaným a dosud nepublikovaným postupem odstranění huminových kyselin jejich vysrážením za specifických podmínek. Kontrola obsahu fulvových kyselin pak byla provedena a) **gravimetricky** b) **spektrofotometrickou analýzou** a c) **hmotnostní spektrometrií** MALDI TOF MS (Matrix Assisted Laser/Desorption Ionization – Time of Flight mass spectrometry).

Pro každou z metod byly použity standardy International Humic Substances Society (IHSS) a standardy laboratoře Masarykovy Univerzity.

### Kontrola kvality fulvových kyselin metodou MALDI – TOF MS

Instrumentace: hmotnostní spektrometr AXIMA – CFR firmy Shimadzu, dusíkový laser:  $\lambda = 337$  nm, měřicí mód: lineární (+), pulzní extrakce: 500

Hmotnostní spektrometrie MALDI – TOF MS se používá pro charakterizaci biomolekul, přírodních látek ale i huminových či fulvových kyselin a dovoluje určit jejich molekulovou hmotnost. Bylo provedeno podrobné studium různých matric k získání hmotnostních spekter a měření byla provedena ve čtyřech režimech (+) a (-) lineární a refletron. Nejvýhodnější je ionizace těchto látek procesem LDI (laserem indukovaná desorpce a ionizace) v lineárním pozitivním módu.

V uvedeném vzorku Lignohumát A, šarže č. 016.002 byla potvrzena přítomnost fulvových kyselin a určena jejich molekulová hmotnost  $\approx 60 - 400$  Da.

Průměrný obsah fulvových kyselin v produktu Lignohumát A (stanovený z několika paralelních stanovení) je

**$56 \pm 5$  % (váh.),  $44 \pm 3.5$  % (váh.)** jsou huminové kyseliny.

Brno, 15.11.2006



Prof. Josef HAVEL, DrSc  
Katedra analytické chemie PřF MU

# Analýza a určení obsahu fulvových kyselin ve vzorku Lignohumátu AM

## Zkrácená zpráva

Vzorek: Lignohumát AM, šarže č. 007.04, pevný vzorek

Výrobce: NPO RET, Sankt Peterburg, Rusko

Lignohumát AM představuje směs huminových a fulvových kyselin vyrobených z technického lignosulfonanu. Vysoká biologická aktivita Lignohumátu A je dána synergií účinku těchto látek.

Fulvové kyseliny jsou látky patřící ke skupině přírodních huminových látek. Na rozdíl od huminových kyselin fulvové kyseliny vykazují nižší molekulovou hmotnost ( $M_w$ ) a větší obsah karboxylových a hydroxylových skupin než frakce huminových kyselin. Přírodní fulvové kyseliny jsou na rozdíl od huminových rozpustné i ve slabě kyselém prostředí. Stanovení obsahu fulvokyselin v preparátu Lignohumát AM je poměrně náročné vzhledem ke skutečnosti, že fulvové a huminové kyseliny Lignohumátu AM jsou částečně nebo úplně sulfonovány a jsou proto dobře rozpustné ve vodě a klasické metody stanovení obsahu přírodních fulvových a huminových kyselin zde selhávají.

Stanovení fulvových kyselin bylo proto provedeno nově vypracovaným a dosud nepublikovaným postupem odstraněním huminových kyselin jejich vysrážením za specifických podmínek. Kontrola obsahu fulvových kyselin pak byla provedena a) **gravimetricky** b) **spektrofotometrickou analýzou** a c) **hmotnostní spektrometrií** MALDI TOF MS (Matrix Assisted Laser/Desorption Ionization – Time of Flight mass spectrometry). Pro každou z metod byly použity standardy – International Humic Substances Society (IHSS) a standardy laboratoře Masarykovy Univerzity.

### Kontrola kvality fulvových kyselin metodou MALDI – TOF MS

Instrumentace: hmotnostní spektrometr AXIMA – CFR firmy Shimadzu, dusíkový laser:  $\lambda = 337$  nm, měřicí mód: lineární (+), pulzní extrakce: 500

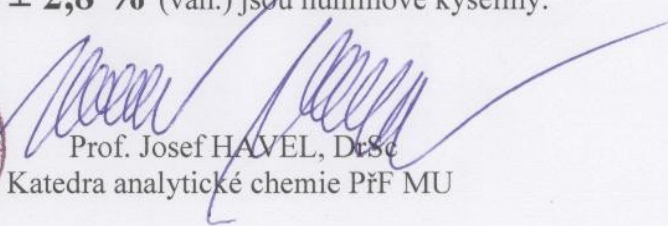
Hmotnostní spektrometrie MALDI – TOF MS se používá pro charakterizaci přírodních huminových či fulvových kyselin a dvoluje určit jejich molekulovou hmotnost. Bylo provedeno podrobné studium různých matic k získání hmotnostních spekter. Měření pak byla provedena ve čtyřech režimech (+) a (-) lineární a refletron. Nejvýhodnější je ionizace těchto látek procesem LDI (laserem indukovaná desorpce a ionizace bez přítomnosti matrice) v lineárním pozitivním módu. V uvedeném vzorku byla potvrzena přítomnost fulvových kyselin a určena jejich molekulová hmotnost  $\approx 60 - 400$  Da.

Průměrný obsah fulvových kyselin v produktu Lignohumát AM (stanovený z několika paralelních stanovení) je

**$72 \pm 2,5$  % (váh.),  $25 \pm 2,8$  % (váh.)** jsou huminové kyseliny.

Brno, 15.11.2006



  
Prof. Josef HAVEL, DrSc.  
Katedra analytické chemie PřF MU

# Analýza a určení obsahu fulvových kyselin ve vzorku Lignohumátu B

## Zkrácená zpráva

Vzorek: Lignohumát B, šarže č. 006.21, roztok

Výrobce: AMAGRO s.r.o.; Praha

Lignohumát B představuje 12 % vodný roztok směsi huminových a fulvových kyselin vyrobených z technického lignosulfonátu. Vysoká biologická aktivita Lignohumátu A je dána synergií účinku těchto látek.

Fulvové kyseliny jsou látky patřící ke skupině přírodních huminových látek. Na rozdíl od huminových kyselin fulvové kyseliny vykazují nižší molekulovou hmotnost ( $M_w$ ) a větší obsah karboxylových a hydroxylových skupin než frakce huminových kyselin. Přírodní fulvové kyseliny jsou na rozdíl od huminových rozpustné i ve slabě kyselém prostředí. Stanovení obsahu fulvokyselin v preparátu Lignohumát B je poměrně náročné vzhledem ke skutečnosti, že fulvové a huminové kyseliny Lignohumátu B jsou navíc částečně nebo úplně sulfonovány a jsou proto velmi dobře rozpustné ve vodě a klasické metody stanovení obsahu přírodních fulvových a huminových kyselin zde selhávají.

Stanovení fulvových kyselin bylo proto provedeno nově vypracovaným a dosud nepublikovaným postupem odstraněním huminových kyselin jejich vysrážením za specifických podmínek. Kontrola obsahu fulvových kyselin pak byla provedena a) **gravimetricky** b) **spektrofotometrickou analýzou** a c) **hmotnostní spektrometrií** MALDI TOF MS (Matrix Assisted Laser/Desorption Ionization – Time of Flight mass spectrometry). Pro každou z metod byly použity standardy – International Humic Substances Society (IHSS) a standardy laboratoře Masarykovy Univerzity.

### Kontrola kvality fulvových kyselin metodou MALDI – TOF MS

Instrumentace: hmotnostní spektrometr AXIMA – CFR firmy Shimadzu, dusíkový laser:  $\lambda = 337$  nm, měřicí mód: lineární (+), pulzní extrakce: 500

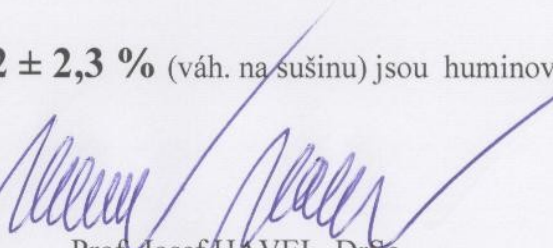
Hmotnostní spektrometrie MALDI – TOF MS se používá pro charakterizaci přírodních huminových či fulvových kyselin a dovoluje určit jejich molekulovou hmotnost. Bylo provedeno podrobné studium různých matric k získání hmotnostních spekter. Měření pak byla provedena ve čtyřech režimech (+) a (-) lineární a refletron. Nejvýhodnější je ionizace těchto látek procesem LDI (laserem indukovaná desorpce a ionizace) v lineárním pozitivním módu. V uvedeném vzorku byla potvrzena přítomnost fulvových kyselin a určena jejich molekulová hmotnost v rozsahu  $\approx 60 - 400$  Da.

Průměrný obsah fulvových kyselin v produktu Lignohumát B (stanovený z několika paralelních stanovení) je

**$68 \pm 2,5$  %** (váh. na sušinu),  **$32 \pm 2,3$  %** (váh. na sušinu) jsou huminové kyseliny.

Brno, 15.11.2006



  
Prof. Josef HAVEL, DrSc  
Katedra analytické chemie PřF MU