

## **INTEKO ATCZ42**

1. 1. 3 Transfer know-how NIR z AT do CZ

## Obsah

1	Úvod .....	3
1.1	Vybavení laboratoře INTEKO.....	3
2	Postup přenosu know – how .....	6
2.1	Odběr a měření vzorků kompostu.....	6
2.2	Tvorba modelu .....	6
2.2.1	Regresní model NIR.....	6
2.2.2	Kalibrační model NIR.....	7
3	Přílohy .....	10
3.1	Průběh přenosu know – how .....	10
3.2	Metodika odběru a přípravy vzorků .....	12
3.2.1	Odběr vzorků .....	12
3.2.2	Příprava vzorků .....	13
3.2.3	Příprava čerstvého vzorku – úprava velikosti zrn .....	13
3.2.4	Sušení .....	13
3.2.5	Drcení .....	13
3.2.6	Měření na přístroji NIR.....	13
3.3	Předávací protokol .....	15
3.4	Dohoda o spolupráci v rámci udržitelnosti projektu .....	17
3.5	Použité zkratky .....	17

## Seznam obrázků

Obrázek 1	Chladicí zástavba do automobilu .....	4
Obrázek 2	Laboratorní sušárna .....	4
Obrázek 3	Kulový laboratorní mlýn RETSCH.....	5
Obrázek 4	Analytický přístroj NIR .....	5
Obrázek 5	Přesné laboratorní váhy .....	5
Obrázek 6	Průběžné výsledky tvorby regresního modelu.....	7
Obrázek 7	Tvorba kalibračního modelu .....	8
Obrázek 8	Kalibrační model - pouze vzorky z CZ .....	8
Obrázek 9	Kalibrační model - pouze vzorky z AT .....	9
Obrázek 10	Fotografie z průběhu některých aktivit .....	12

## 1 Úvod

Součinností partnerů BFA a ZERA došlo k transferu znalostí a praktických dovedností souvisejících s metodou blízké infračervené spektrometrie (NIR - **N**ear **I**nfra**R**ed), což je analytická technika umožňující určit v závislosti na kalibrační metodě více parametrů testované látky a to jak chemických tak i fyzikálních. Nižší absorpce záření v NIR spektroskopii způsobuje, že záření v blízké infračervené oblasti (o vlnové délce 650-2500 nm) proniká několik milimetrů do vzorku, což umožňuje analýzu složitých nehomogenních vzorků (kompostu) a navíc je možné provádět analýzy přímo bez úpravy vzorku (bez rozpouštění, ředění).

Projektový partner BFA má řadu zkušeností s interpretací infračerveného spektra a jeho matematickou transformací, což umožňuje přesné stanovení zralosti kompostu a tyto znalosti byly přeneseny do ČR, kde zatím není tato metoda při hodnocení procesů s biologicky rozložitelnými surovinami využívána.

### 1.1 Vybavení laboratoře INTEKO

V rámci projektu bylo pořízeno investiční vybavení projektového partnera ZERA – zařízení pro stanovení zralosti kompostu (NIR).

- Chladicí box (INDEL BTB65DD) - zástavba do automobilu pro přepravu vzorků (obr. 1)
- Laboratorní sušárna (MT UF 750) – pro přípravu vzorků o objemu 750 l (obr. 2)
- Laboratorní kulový mlýn (Retsch RH -PM 100) s velikostí mlecích nádob 500 ml a materiálů mlecích nástrojů oxid zirkoničitý (obr. 3)
- Analyzátor NIR (Unity SpectraStar XT) – kompletní včetně analytického a kalibračního SW Uncrambler (obr. 4)
- Přesné laboratorní váhy (CY 320) (obr. 5)



Obrázek 1 Chladicí zástavba do automobilu



Obrázek 2 Laboratorní sušárna



Obrázek 3 Kulový laboratorní mlýn RETSCH



Obrázek 4 Analytický přístroj NIR



Obrázek 5 Přesné laboratorní váhy

## 2 Postup přenosu know – how

### 2.1 Odběr a měření vzorků kompostu

V průběhu projektu byly partnerem ZERA odebírány vzorky kompostu různých typů na zařízeních v rámci projektového regionu.

Při odběru vzorků byl kladen důraz na:

- Technologii kompostování
- Stadium kompostovacího procesu (průběh teplot)
- Surovinovou skladbu

V první fázi byly odebrané vzorky odesílány na pracoviště partnera BFA a zde byly upraveny a analyzovány. Vysušené a připravené vzorky byly následně měřeny na přístroji NIR na pracovišti ZERA. V laboratoři partnera BFA zároveň probíhaly podpůrné kvalitativní analýzy anorganických látek na mokré cestě.

Po pořízení vybavení laboratoře na pracovišti ZERA – CETT byly odebrané vzorky rozděleny a část byla zpracována (sušení, drcení) přímo na pracovišti ZERA a část byla zasílána na pracoviště BFA.

Výsledky získané na mokré cestě a výsledky měření na přístrojích NIR se použily pro kalibraci a výpočet modelu určujícího body zralosti.

Tímto postupem bylo zajištěno porovnání a sjednocení přípravy vzorků a následného měření na obou přístrojích NIR (ZERA, BFA) a kvalitního zpracování modelu pro určování zralosti metodou NIR.

Popis metodiky odběrů a přípravy vzorků je součástí přílohy č. 1.

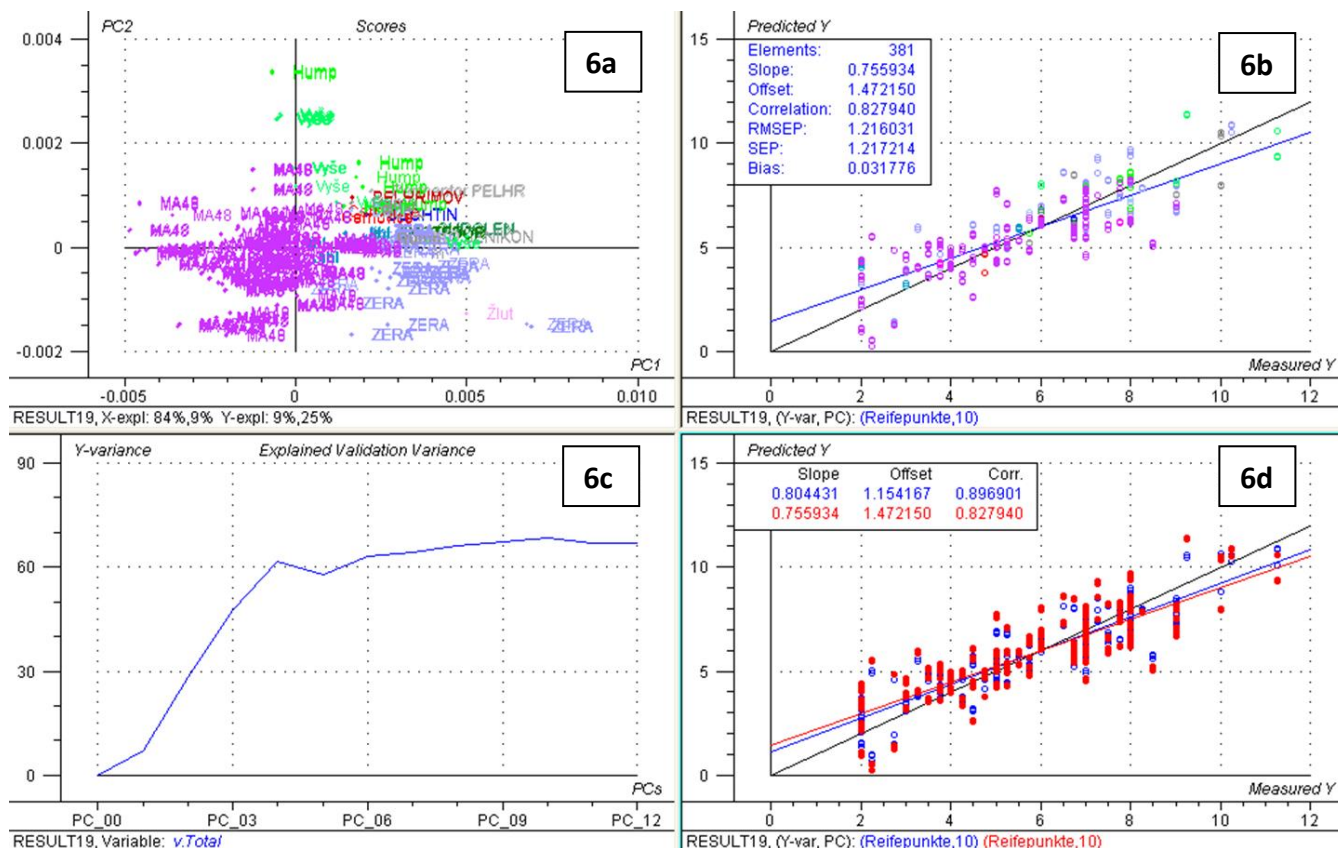
### 2.2 Tvorba modelu

Během projektu se na základě mnohačetného reálného měření a souběžného měření přístrojem NIR postupně zpřesňoval, kalibroval regresní model charakterizující průběh kompostování s cílem umožnit zpětné stanovení stupně zralosti kompostu.

Průběh tvorby modelu je znázorněn v následujících kapitolách. Vzhledem k tomu, že se jedná o analytickou metodu, je třeba, aby se využití modely co nejvíce přibližovaly průměru a byly schopny interpretovat měřené vzorky s co nejmenší odchylkou. Takto vytvořený model zajistí přesnost měření.

#### 2.2.1 Regresní model NIR

Regresní analýza je statistickou metodou, při které odhadujeme hodnotu cílové proměnné veličiny na základě znalosti jiných veličin (vysvětlujících proměnných).



Obrázek 6 Průběžné výsledky tvorby regresního modelu

Vysvětlivky k obrázku č. 6:

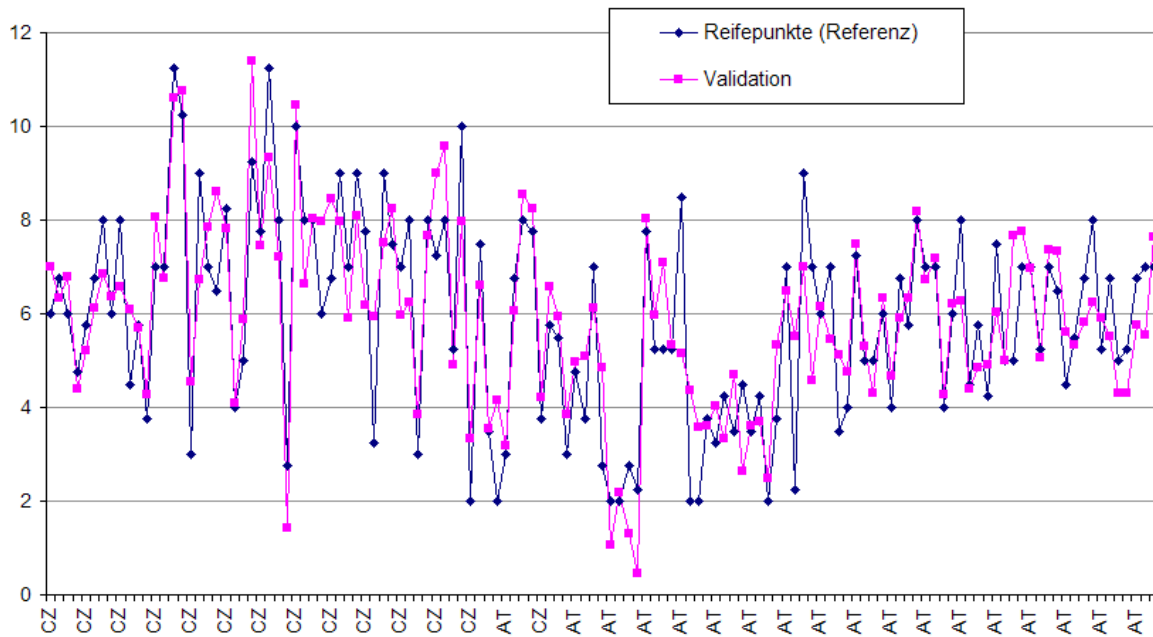
- Ordinační diagram 6a - znázorňuje naměřená spektra vzorků z rakouské a české strany. Soubor vzorků MA48 odpovídají vzorkům z AT a soubory vzorků ZERA, Hump, Žlut, Pelhr odpovídají vzorkům ze strany CZ.
- Ordinační diagram 6b – převedení naměřených spekter a kalibrace naměřených hodnot (vysvětlující proměnné; measured Y) a předpokladu (predicted Y)
- Ordinační diagram 6c – křivka znázorňující % dat vysvětlených modelem
- Ordinační diagram 6d – kalibrace

Výsledkem je regresní validace s přesností 0,89 a regresní kalibrace s přesností 0,82, kdy je možné interpretovat 68 % dat u bodu 10.

## 2.2.2 Kalibrační model NIR

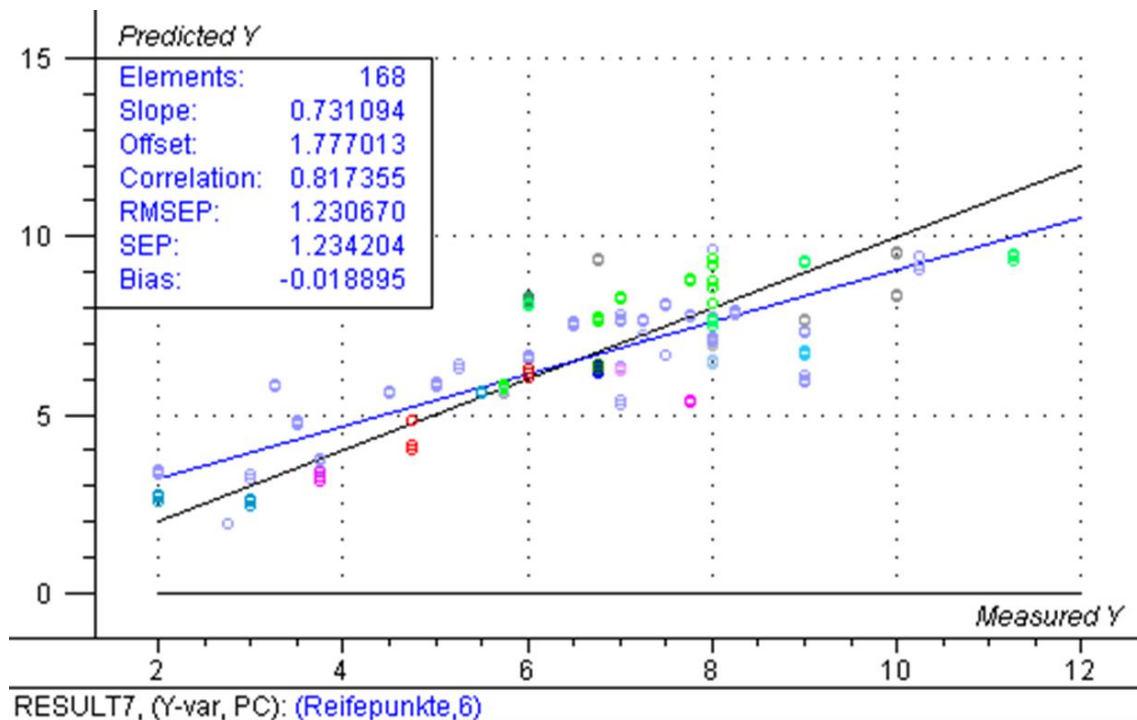
Při kalibraci vstupují vždy dvě veličiny. Jednak vlastní měřená veličina (Measured Y, v tomto případě chemické analýzy měřené v laboratoři BFA – vlhkost, obsah organické hmoty, zasolenost, poměr C:N, obsah  $\text{NH}_4\text{-N}$  a  $\text{NO}_x\text{-N}$ , DOC,  $\text{N}_{\text{org}}$ ,  $\text{C}/\text{N}_{\text{org}}$ , potřeba kyslíku, Solvita index, Oxitop) jednak odezva měřicího přístroje Y, například absorpance, napětí, počet částic, odpor. Úloha kalibrace má vždy dvě části: tvorbu (konstrukci) kalibračního modelu a použití kalibračního modelu.





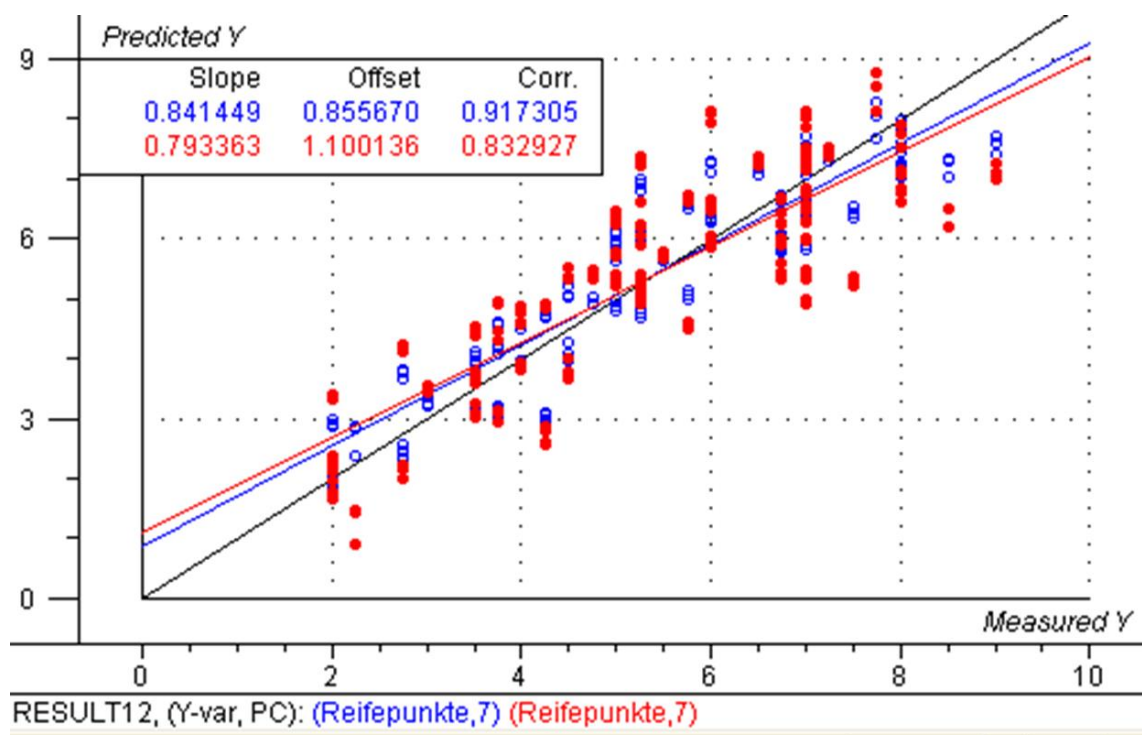
Obrázek 7 Tvorba kalibračního modelu

Obrázek č. 7 ukazuje tvorbu kalibračního modelu pro přístroj NIR. Modrá křivka jsou referenční hodnoty a růžová křivka znázorňuje hodnoty naměřené přístrojem NIR. (Reifepunkte (Referenz) hodnoty stanovené skutečným měřením, tzv. „body (stupně) zralosti; Validation). Na průběhu křivek je názorně vidět, že validační křivka přístroje je téměř shodná se skutečnými naměřenými hodnotami a interpretace dat je možná.



Obrázek 8 Kalibrační model - pouze vzorky z CZ





Obrázek 9 Kalibrační model - pouze vzorky z AT

Při rozdělení dat na vzorky, které byly odebrány v CZ a vzorky, které byly odebírány v AT (obr. 8 a 9) je možno české vzorky interpretovat se 67% přesností u bodu 6 a u rakouských vzorků 69% u bodu 7. Tento malý rozdíl může být způsoben tím, že na české straně byly odebírány vzorky v různých fázích kompostovacího procesu z více zařízení a na rakouské straně pouze kompost s předpokladem ukončeného kompostovacího procesu z jedné konkrétní kompostárny.

Na základě všech výše uvedených dat byl projektovým partnerem vytvořen kalibrační model, který byl nahrán na přístroj NIR na pracovišti projektového partnera ZERA, na kterém lze v současné době samostatně měřit a určovat zralost kompostu.

V průběhu udržitelnosti projektu bude i nadále probíhat odběr vzorků kompostu, jejich měření a zpřesňování a aktualizace již vzniklého kalibračního modelu obou projektových partnerů. Toto je dokladováno dohodou o udržitelnosti. Její znění je součástí přílohy č. 3.4

### 3 Přílohy

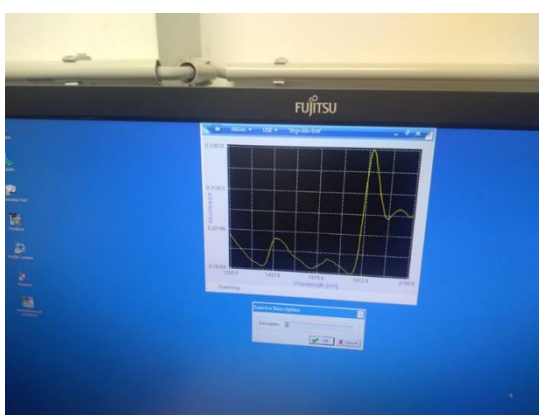
- Průběh přenosu know - how
- Metodika odběru a přípravy vzorků
- Předávací protokol
- Dohoda o spolupráci v rámci udržitelnosti projektu

#### 3.1 Průběh přenosu know – how

Výše popsáný přenos know – how a tvorba kalibračního modelu byl zajištěn především mezi partnery BFA, ZERA, pro poradenství v odborných záležitostech a biologických procesech spolupracoval partner MENDELU. Přenos probíhal v průběhu celého projektu následujícími aktivitami:

- Diskuze o konečných technických parametrech vybavení laboratoře projektového partnera ZERA

- Investice – laboratoř pracoviště ZERA
- Průběžná pracovní setkání u obou partnerů - podmínky odběru vzorků, metodiky, technologie, fáze odběru, apod.
- Průběžná pracovní setkání u obou partnerů - zaškolení v přípravě vzorků, práce na laboratorních přístrojích
- Průběžná pracovní setkání u obou partnerů - diskuze k výsledkům tvorby regresních a kalibračních modelů
- Vlastní odběry a příprava vzorků, přeprava vzorků do laboratoře BFA
- Průběžná měření na obou stranách a vzájemné předávání získaných dat
- Mailová a telefonická komunikace





Obrázek 10 Fotografie z průběhu některých aktivit

## 3.2 Metodika odběru a přípravy vzorků

### 3.2.1 Odběr vzorků

Pro odběr vzorků platí ČSN 465735 Průmyslové komposty, kapitola 4 Vzorkování.

#### 3.2.1.1 Odběr vzorku

Pro vzorkování je možno použít spirálový vzorkovač k odběru dílčích vzorků, nebo lopatu, rýč či jinou vhodnou nádobu. Dílčí vzorky se odebírají na několika místech rovnoměrně rozložených po celém ložném prostoru zakládky, z povrchu zakládky se odstraní cca 20-30 cm vrchní vrstvy. Počet dílčích vzorků se určí dle hmotnosti vzorkovaného celku (zakládka do 20 t – 5 dílčích vzorků). Jednotlivé dílčí vzorky se vysypou na čistou a suchou podložku, pokud možno chráněnou před povětrnostními

podmínkami, promíchají se, podrtí se (prosejí) na částice menší než 5 cm a znovu se promíchají. Takto získaný hrubý vzorek (cca 30 kg) se kvartací zmenší na průměrný vzorek. Vzorek se uchovává v suchém, čistém a uzavíratelném sáčku nebo v lahvi z plastické hmoty, či skla, vzorek je vždy označen štítkem.

#### 3.2.1.2 Uchování vzorků

Pokud není možno, aby odebraný vzorek kompostu byl zpracován bezprostředně po odebrání, je nutné vzorek zchladit a uchovávat v temnu při teplotě  $+4^{\circ}\text{C}/-2^{\circ}\text{C}$ .

#### 3.2.1.3 Transport vzorků

Vzorky se transportují v temnu, při teplotě  $+4^{\circ}\text{C}/-2^{\circ}\text{C}$  v chladničce či termotašce. Vzorky nesmí být vystaveny extrémním klimatickým podmínkám, není dovoleno vzorky zmrazovat, vysušovat či dosycovat vodou. Vzorky musí být předány co nejdříve ke zpracování.

#### 3.2.1.4 Požadované množství pro měření metodou NIR

Cca 5 litrů kompostu přesátého přes síto 10x10 mm.

### 3.2.2 Příprava vzorků

#### 3.2.2.1 Příjem vzorku do laboratoře

Každý vzorek přijatý do laboratoře musí být označen laboratorním číslem (prostřednictvím vhodného systému zadávání). Laboratorní čísla musí zajistit, aby byl příslušný laboratorní vzorek jasně přiřaditelný k původnímu vzorku.

#### 3.2.3 Příprava čerstvého vzorku – úprava velikosti zrn

Příprava čerstvého laboratorního vzorku s velikostí zrn  $\leq 10$  mm. Část čerstvého původního vzorku je proseta přes síto s velikostí ok 10 x10 mm. Shromážděné částice musí být pečlivě protlačeny.

#### 3.2.4 Sušení

Část čerstvého laboratorního vzorku s velikostí zrn  $\leq 10$  mm se suší při teplotě  $\leq 45^{\circ}\text{C}$  ke stanovení C / N ve vodném extraktu a ke stanovení bodů zrání pomocí blízké infračervené spektroskopie (NIR). Vzorek se suší při teplotě  $45^{\circ}\text{C}$  po dobu 7 dní.

#### 3.2.5 Drcení

Vysušený vzorek kompostu se následně rozemele v kulovém mlýnu.

#### 3.2.6 Měření na přístroji NIR

Vysušený rozemletý vzorek se použije přímo pro měření NIR bez další přípravy vzorku. Postup musí brát v úvahu pracovní pokyny výrobce zařízení.



### 3.3 Předávací protokol



**PŘEDÁVACÍ PROTOKOL**  
**Übergabeprotokoll**  
*Protokol o předání a akceptaci předmětu plnění*  
*Übergabeprotokoll und Abnahme des Leistungsgegenstandes*


<b>Přebírající / Übernehmende Person</b>	<b>ZERA-Zemědělská a ekologická regionální agentura, z.s.</b>
<i>ADRESA/ ADRESSE</i>	Podhradí 1022, 675 71 Náměšť nad Oslavou
<i>ODPOVĚDNÁ OSOBA/ VERANTWORTLICHE PERSON</i>	Ing. Květuše Hejátková
<i>IČ/ IUD Nr.:</i>	70851131
<i>SMLOUVA/ VERTRAG:</i>	Smlouva k projektu/ Vertrag zum Projekt INTEKO ATCZ 42
<b>Předávající/ Übergebende Person:</b>	<b>Bioforschung Austria</b>
<i>ADRESA SPOLEČNOSTI/ ADRESSE DER GESELLSCHAFT:</i>	Esslinger Hauptstrasse 132 – 134, A-1220 Wien
<i>ODPOVĚDNÁ OSOBA/ VERANTWORTLICHE PERSON:</i>	Dr. Eva Erhart
<i>IČ/ UID Nr.:</i>	895 094 906


<b>DATUM PŘEDÁNÍ/ TERMIN DER ÜBERGABE</b>	
<i>DATUM:</i>	20. 8. 2019
<i>MÍSTO PŘEDÁNÍ/ ORT DER ÜBERGABE:</i>	Náměšť n.O./ laboratoř CETT/ Labor CETT

<b>PŘEDMĚT PŘEDÁNÍ - DOKUMENTACE A MÉDIA/ GEGENSTAND DER ÜBERGABE – DOKUMENTATION UND MEDIEN:</b>
Kalibrační model NIRS pro přístroj partnera ZERA/ Kalibrierungsmodell NIRS für den Partner ZERA
Instalace kalibračního modelu/ Installation des Kalibrierungsmodelles

Přebírající a předávající tímto potvrzují, že dílo (zboží) bylo předáno dle stanovených pravidel ve smlouvě (objednávce) v požadovaném termínu a kvalitě. / Der Übernehmende Person und der übergebende Person bestätigen hiermit, dass die Übergabe der Arbeit (Ware) gemäß den im Vertrag (Bestellung) festgelegten Regeln in der geforderten Zeit und Qualität erfolgt ist.

V Náměšti nad Oslavou, dne 20. 8. 2019/ In Náměšť nad Oslavou, am 20.8. 2019

  
 .....  
 Za předávajícího/ Übergebende Person

  
 .....  
 Za přebírajícího/ Übernehmende Person

### 3.4 Dohoda o spolupráci v rámci udržitelnosti projektu

V rámci udržitelnosti projektu byla mezi partnery ZERA – zemědělská a ekologická agentura z.s. a Bioforskung Austria uzavřena dohoda o další spolupráci a používání kalibračních modelů NIRS.

Předmětem dohody je používání kalibračních modelů NIR mezi ZERA a BFA po skončení projektu INTEKO (1.9.2019 – 1.9.2024), včetně průběžné aktualizace kalibračního modelu na obou přístrojích NIR (ZERA a BFA) dle předání kalibračních vzorků a datových souborů v dohodnutém časovém plánu každého roku vždy do 30.11. daného roku

### 3.5 Použité zkratky

NIR	blízká infračervená spektrometrie
C:N	poměr uhlík : celkový dusík
NH <sub>4</sub> -N	amonné ionty minerálního dusíku
NO <sub>x</sub> -N	dusičnanové ionty minerálního dusíku
DOC	organický uhlík rozpustný ve vodě
N <sub>org</sub>	celkový organický dusík
C:N <sub>org</sub>	poměr uhlík : dusík organický
Solvita index	metoda testování zralosti
Oxitop	metoda testování zralosti



EVROPSKÁ UNIE

Tento materiál byl vytvořen v rámci projektu ATCZ42 INTEKO

2019

17