	Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský Národní referenční laboratoř	Strana	1
	Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv 10190.1 – Stanovení obsahu vybraných parametrů metodou NIRS	Vydání	1
		Revize	1

STANOVENÍ OBSAHU VYBRANÝCH PARAMETRŮ METODOU NIRS

1 Rozsah a účel

Metoda byla vyvinuta pro stanovení sušiny, N-látek, tuku a vlákniny ve vzorcích kompletních krmných směsí pro prasata a drůbež.

2 Princip

Vzorky kompletních krmných směsí pro prasata a drůbež jsou měřeny v blízké infračervené spektrální oblasti v rozsahu vlnových délek (1100 – 2500) nm s reflektanční detekcí. Sledované parametry se vyhodnocují softwarově matematickými a statistickými postupy z příslušného vytvořeného kalibračního modelu. Kalibrační model pro určitý parametr vyjadřuje míru korelace mezi výsledky získanými metodou NIRS a laboratorní referenční metodou (LRM). Vzorky krmiv se měří v pevném stavu po pomletí a homogenizaci.

3 Přístroje a pomůcky

- 1 Přístroj pro měření v NIR oblasti, např. disperzní spektrometr NIRSystems 6500 (Foss-NIRSystems Inc., USA) s potřebným programovým vybavením a měřicími kruhovými kyvetami (small ring cup) o průměru 5 cm a 7 cm.
- 2 Laboratorní mlýnek (např. Retsch ZM 200, VM-7 Minirazant apod.).

Poznámky


- 1 *Metoda NIR spektroskopie nevyžaduje speciální přípravu vzorků, ale musejí být dodrženy určité přesné postupy pro sušení, mletí a homogenizaci vzorků.*

4 Postup

V případě, že vzorek je potřeba před NIRS analýzou sušit (čerstvé materiály), teplota v horkovzdušné sušárně by měla být nejvýše do 65 °C.

Hrubé vzorky se melou na vhodném mlýnku s výstupní velikostí částic (0,5 – 1) mm. Je třeba zamezit zvýšení teploty při mletí. Doporučená doba mletí je nejvýše 30 s až 1 min.

Upravené vzorky před vlastním měřením vyžadují důkladné promíchání, aby bylo dosaženo maximální homogenity vzorků.

	Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský Národní referenční laboratoř	Strana	2
	Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv 10190.1 – Stanovení obsahu vybraných parametrů metodou NIRS	Vydání	1
		Revize	1

Poznámky

- 2 *Způsob úpravy reálných vzorků musí být totožný s postupy, které byly použity při tvorbě kalibračních modelů.*
- 3 *Kalibrační vzorky krmiv, ve kterých množství hledaného parametru je stanoveno laboratorní referenční metodou (LRM), jsou následně změřeny metodou NIR spektroskopii, vytvoří se kalibrační model a ten je vztažen na koncentraci těchto vzorků. Spektra neznámých vzorků jsou potom změřena, shromážděna a jejich koncentrace vyhodnocena tímto modelem.*

Upravený a zhomogenizovaný vzorek se nadávkuje do měřicí kyvety v takovém množství, aby bylo možné kyvetu dostatečně uzavřít papírovou zátkou. Vzorek musí být nadávkován tak, aby pokrýval celou plochu kyvety a aby se neobjevovaly vzduchové mezery mezi částmi vzorku. Naplněná kyveta se umístí do měřicí části přístroje a nasnímá se NIR spektrum.

Neznámé vzorky se měří nejméně ve 2 paralelních stanoveních. Pokud hodnota paralelního stanovení překročí hodnotu opakovatelnosti stanovení metodou NIR spektroskopie uvedenou v tabulkách, měření se opakuje.

5 Vyhodnocení výsledků

Výsledky neznámých vzorků pro danou matici a parametr se vyhodnocují softwarově s použitím matematických a statistických postupů aplikovaných na vytvořené příslušné kalibrační modely. Výsledky stanovení neznámého vzorku pro jednotlivé parametry jsou uvedeny v jednotkách % (abs.) v původní hmotě.