

(Contract 081312 )

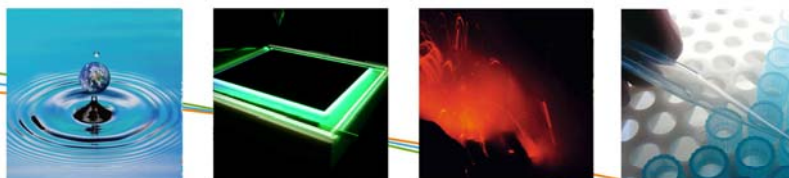
FINAAL RAPPORT

# INVLOED VAN DE BOORDIAMETER EN DE MONSTERVEROORBEHANDELING OP DE ANALYSERESULTATEN VAN NITRAAT IN BODEM

C. Vanhoof, H. Van den Broeck, J. Patyn, Groep AN, K. Tirez

Studie uitgevoerd in opdracht van de Vlaamse Landmaatschappij  
2009/MANT/R/009

Maart 2009



**VITO NV**

Boeretang 200 – 2400 MOL – BELGIUM  
Tel. + 32 14 33 55 11 – Fax + 32 14 33 55 99  
vito@vito.be – www.vito.be

BTW BE-0244.195.916 RPR (Turnhout)  
Bank 435-4508191-02 KBC (Brussel)  
BE32 4354 5081 9102 (IBAN) KREDBEBB (BIC)



Alle rechten, waaronder het auteursrecht, op de informatie vermeld in dit document berusten bij de Vlaamse Instelling voor Technologisch Onderzoek NV ("VITO"), Boeretang 200, BE-2400 Mol, RPR Turnhout BTW BE 0244.195.916. De informatie zoals verstrekt in dit document is vertrouwelijke informatie van VITO. Zonder de voorafgaande schriftelijke toestemming van VITO mag dit document niet worden gereproduceerd of verspreid worden noch geheel of gedeeltelijk gebruikt worden voor het instellen van claims, voor het voeren van gerechtelijke procedures, voor reclame of antireclame en ten behoeve van werving in meer algemene zin aangewend worden

# INHOUDSTABEL

<b>1</b>	<b>SITUERING</b> .....	<b>11</b>
1.1	INVLOED VAN DE BOORDIAMETER OP HET GEMETEN NITRAATGEHALTE IN BODEMSTALEN .....	11
1.2	INVLOED VAN HET VOORBEHANDELINGSPROCES OP HET NITRAATGEHALTE IN BODEM .....	12
<b>2</b>	<b>BEMONSTERING VAN DE BODEMSTALEN</b> .....	<b>14</b>
2.1	BESCHRIJVING LOKATIES .....	14
2.2	BESCHRIJVING MONSTERNAME .....	14
2.3	MONSTERVERORBEHANDELING (IN HET LABORATORIUM).....	16
2.4	ANALYSEMETHODE.....	17
<b>3</b>	<b>INVLOED VAN HET VOORBEHANDELINGSPROCES OP HET NITRAATGEHALTE IN BODEM</b> .....	<b>20</b>
3.1	INTERNATIONALE EN EUROPESE NORMMETHODEN .....	20
3.1.1	<i>Beschrijving ISO 14256 (deel 1 en 2)</i> .....	20
3.1.2	<i>Horizontal Standaard</i> .....	21
3.1.3	<i>Beschrijving BAM compendiummethode – versie september 2007</i> .....	22
3.2	VOORBEHANDELING VAN DE BODEMMONSTERS .....	22
3.3	ANALYSEMETHODE EN RESULTATEN .....	23
3.3.1	<i>Analysemethode</i> .....	23
3.3.2	<i>Resultaten kwaliteitscontrole</i> .....	24
3.3.2.1	Controlemonster .....	24
3.3.2.2	Duplo analyses (van éénzelfde monsterreceptiënt).....	24
3.3.3	<i>Evaluatie analyseresultaten bodemmonsters</i> .....	26
3.3.3.1	Vergelijkende nitraatgehaltes van verse monsters en monsters na invriezen .....	26
3.3.3.2	Vergelijkende nitraatgehaltes van verse monsters en gedroogde monsters bij 40°C (gezeefd 2 mm) 30	
3.3.3.3	Vergelijkende nitraatgehaltes van monsters gedroogd bij 40°C en bij 105°C (gezeefd 2 mm) .....	33
3.3.3.4	Evaluatie van de bewaring van het verse monster bij 4°C.....	36
3.3.3.5	Beoordeling van de juistheid van de analyseresultaten i.f.v. de voorbehandelingsmethode .....	37
3.3.3.6	Beoordeling van de precisie van de analyseresultaten i.f.v. de voorbehandelings-methode .....	39
3.4	BESLUIT – MONSTERVERORBEHANDELING .....	40
<b>4</b>	<b>INVLOED VAN DE BOORDIAMETER OP HET NITRAATGEHALTE IN BODEMSTALEN</b> .....	<b>43</b>
4.1	BESCHRIJVING STATISTISCHE VERWERKING.....	43
4.2	RESULTATEN STATISTISCHE EVALUATIE .....	44
4.3	BESLUIT – BOORDIAMETER .....	48
<b>5</b>	<b>ALGEMEEN BESLUIT</b> .....	<b>49</b>
	<b>BIJLAGE 1: NITRAAT-N RESULTATEN VAN DE VERSCHILLENDE LOKATIES EN MONSTERNAMES</b> .....	<b>53</b>



## LIJST VAN TABELLEN

Tabel 1: Duplo analyses uitgevoerd op de verse bodemmonsters .....	25
Tabel 2: Duplo analyses uitgevoerd op de bodemmonsters gedroogd bij 40°C, gezeefd 2mm .....	25
Tabel 3: Duplo analyses uitgevoerd op de bodemmonsters gedroogd bij 105°C, gezeefd 2mm .....	25
Tabel 4: Duplo analyses uitgevoerd op de bodemmonsters na invriezen .....	25
Tabel 5: Nitraatresultaten na bewaring bij 4°C .....	36
Tabel 6: Gemiddeld nitraatgehalte(160 metingen) per monstervoorbehandeling .....	38
Tabel 7: Afwijkingen tussen de vergelijkende resultaten i.f.v. de monstervoorbehandeling .....	38
Tabel 8: Variatiecoëfficiënt ( $CV_R$ ) van vergelijkende analyseresultaten i.f.v. de monstervoorbehandeling .....	40
Tabel 9: Standaardafwijkingen duplo's (aantal 10) van analyse (onafhankelijk van monsternamen en dieptes) en monsternamen .....	45
Tabel 10: Variatiecoëfficiënt(CV in %) van duplo's(10) van monsternamen .....	45
Tabel 11: Standaardafwijkingen duplo's (aantal: 10,*8,**9) van monsternamen gebruik makend van verschillende boren .....	45
Tabel 12: Variatiecoëfficiënten (CV in %) duplo's (aantal: 10,*8,**9) van monsternamen gebruik makend van verschillende boren .....	46
Tabel 13: Ckikwadraat waarden .....	47

## LIJST VAN FIGUREN

Figuur 1: Schematische weergave van het analyseverloop van de bodemmonsters voor de bepaling van nitraat in bodem .....	19
Figuur 2: Controlekaart van het referentiemonster .....	24
Figuur 3: Vergelijking van alle individuele resultaten van verse monsters tov monsters na invriezen .....	27
Figuur 4: Vergelijking van de resultaten (diepte 0 – 90 cm) van verse monsters tov monsters na invriezen .....	28
Figuur 5: Vergelijking van de resultaten (diepte 0 – 30 cm) van verse monsters tov monsters na invriezen .....	28
Figuur 6: Vergelijking van de resultaten (diepte 30 – 60 cm) van verse monsters tov monsters na invriezen .....	29
Figuur 7: Vergelijking van de resultaten (diepte 60 – 90 cm) van verse monsters tov monsters na invriezen .....	29
Figuur 8: Vergelijking van alle individuele resultaten van verse monsters tov monsters gedroogd bij 40°C (gezeefd 2 mm) .....	31
Figuur 9: Vergelijking van de resultaten (diepte 0 – 90 cm) van verse monsters tov monsters gedroogd bij 40°C (gezeefd 2 mm) .....	31
Figuur 10: Vergelijking van de resultaten (diepte 0 – 30 cm) van verse monsters tov monsters gedroogd bij 40°C (gezeefd 2 mm) .....	32
Figuur 11: Vergelijking van de resultaten (diepte 30 – 60 cm) van verse monsters tov monsters gedroogd bij 40°C (gezeefd 2 mm) .....	32

Figuur 12: Vergelijking van de resultaten (diepte 60 – 90 cm) van verse monsters tov monsters gedroogd bij 40°C (gezeefd 2 mm) .....	33
Figuur 13: Vergelijking van alle individuele resultaten van monster gedroogd bij 40°C tov monsters gedroogd bij 105°C (gezeefd 2 mm) .....	34
Figuur 14: Vergelijking van de resultaten (diepte 0 – 90 cm) van monster gedroogd bij 40°C tov monsters gedroogd bij 105°C (gezeefd 2 mm).....	34
Figuur 15: Vergelijking van de resultaten (diepte 0 – 30 cm) van monster gedroogd bij 40°C tov monsters gedroogd bij 105°C (gezeefd 2 mm).....	35
Figuur 16: Vergelijking van de resultaten (diepte 30 – 60 cm) van monster gedroogd bij 40°C tov monsters gedroogd bij 105°C (gezeefd 2 mm).....	35
Figuur 17: Vergelijking van de resultaten (diepte 60 – 90 cm) van monster gedroogd bij 40°C tov monsters gedroogd bij 105°C (gezeefd 2 mm).....	36

## **LIJST VAN FOTO'S**

Foto 1: Monsterneming lokatie Meise .....	15
Foto 2: Bodemonster Koksijde (40 mm) – a: origineel monster, b: grof gebroken, c: fijn gebroken.....	17
Foto 3: Bodemonster Koksijde (20 mm) – a: origineel monster, b: fijn gebroken.....	17

## SAMENVATTING

Voor de bepaling van nitraatstikstofresidues in bodem dienen de laboratoria de methoden zoals beschreven in het BAM (Bemonsterings- en analysemethodes voor mest, bodem en veevoeder in het kader van het mestdecreet) te volgen zowel voor de bemonstering als de analyse. Momenteel laten de beschreven procedures een aantal vrijheden toe die door de laboratoria zelf kunnen ingevuld worden. Om de variabiliteit op de nitraatresiduebepaling in kaart te brengen werd door VLM aan VITO gevraagd om de invloed van een aantal factoren (uitvoeringsmethoden) op het uiteindelijke analyseresultaat na te gaan:

1. Momenteel worden door de laboratoria stalen genomen met boren met verschillende diameters. Om na te gaan of de diameter van de gebruikte boor een invloed heeft op het eindresultaat van de nitraatanalyse werd door VLM aan VITO gevraagd hiervoor een onderzoek uit te werken.
2. Terzelfdertijd werd ook de vraag gesteld of de monstervoorbehandeling - meer bepaald het meten op vers staal, gedroogd staal bij 40°C (gezeefd < 2 mm) en gedroogd staal bij 105°C (gezeefd < 2 mm) – een invloed heeft op het eindresultaat.

In deze studie werd een onderzoek uitgewerkt dat tot doel had om op beide vragen een eenduidig antwoord te geven.

### Invloed van de boordiameter op het gemeten nitraatgehalte in bodemstalen

Volgens de huidige procedure beschreven in het BAM dient voor bodemstaalnames een *aangepaste boor* gebruikt te worden. In voorgaande versies van BAM (vóór mei 2005) werd beschreven dat de buitendiameter van elke gebruikte boor (zowel enkele als set) *minstens 20 mm* bedraagt.

In de N-(eco)<sup>2</sup> studie werd als compromis vooropgesteld dat minimaal 15 boorsteken dienen te worden genomen om binnen een aanvaardbare precisie het nitraatstikstofresidu te bepalen en de ruimtelijke variabiliteit te ondervangen. In het BAM werd verder een strikt bemonsteringspatroon en een maximale perceelsgrootte van 2.2 hectare als bijkomende restricties opgelegd.

Om de invloed van de boordiameter op het eindresultaat van een nitraatbepaling te evalueren werden in deze studie volgende boren gebruikt: 13 mm, 20 mm, 30 mm en 40 mm. Daarnaast werd ook met de dunste boor (13 mm) het aantal steken van 15 per 2.2 ha naar 30 verhoogd. Op 10 verschillende percelen, 5 graslanden en 5 akkerlanden, werden bemonsteringen uitgevoerd op drie verschillende dieptes van respectievelijk 30 cm, 60 cm en 90 cm. Het is niet de bedoeling om in deze studie de meest ideale boordiameter te bepalen, maar wel na te gaan of het gebruik van verschillende boordiameters tot verschillende resultaten leidt.

De statistische verwerking van de bekomen nitraatresultaten is gebaseerd op duplo-analyses. Op basis van een Chi-kwadraat toets werd getest of het verschil tussen varianties significant is.

Uit de studie blijkt dat in de bovenste laag (0-30 cm) het gebruik van verschillende boren en een verschillend aantal steken aanleiding geeft tot statistisch verschillende varianties. Voor de twee volgende lagen (30-60 cm en 60-90 cm) wordt dit niet bevestigd.

We concluderen dat voor de bovenste bodemlaag (0 - 30 cm) bij het gebruik van eenzelfde boordiameter en eenzelfde aantal steken de meest vergelijkbare resultaten worden bekomen. In de N-(Eco)<sup>2</sup> studie en de daarin vermelde wetenschappelijke publicaties wordt vermeld dat boordiameters kleiner dan 2 cm moeten vermeden worden. Uitgaande van 15 steken per terrein wordt voorgesteld om de 20 mm boor (binnendiameter) als enige toegestane boor voor de bovenste laag op te nemen in het BAM. Voor de twee volgende lagen is de keuze van boordiameter voor het bekomen van vergelijkbare resultaten minder kritisch, maar wordt de selectie hiervan bepaald door de praktische uitvoering. Een boordiameter groter dan 20 mm is niet mogelijk, eenzelfde diameter kan mogelijk aanleiding geven tot contaminatie vanuit de bovenste laag. Bijgevolg is het gebruik van een boor met diameter 13 mm (mogelijk met een nuttige lengte van 60 cm zodat beide lagen in één beweging kunnen worden bemonsterd) het meest aangewezen.

## Invloed van het voorbehandelingsproces op het nitraatgehalte in bodem

In deze onderzoeksstudie werd geëvalueerd welke invloed de toegepaste voorbehandelingsmethode kan hebben op het uiteindelijke nitraatgehalte. Nitraat bepalingen werden uitgevoerd op verse monsters, op monsters na invriezen en op gedroogde monsters bij 40°C en 105°C<sup>1</sup> (beiden gezeefd 2 mm). Uit de bekomen analyseresultaten werd zowel de juistheid als de precisie op het analyseresultaat bij toepassing van de verschillende voorbehandelingen berekend.

Bij de beoordeling van de resultaten werd ervan uitgegaan dat de analyse uitgevoerd op het verse monster (analyse binnen 24 uur na staalname) de juiste concentratie aan nitraat-N het meest benadert. Bijgevolg werd deze waarde als referentiewaarde weerhouden in de evaluatie van de bekomen resultaten.

Volgende bevindingen konden in deze studie worden vastgesteld:

- De vergelijkende analyseresultaten tussen de verse monsters en de gedroogde monsters bij 40°C (gezeefd 2 mm) tonen significante verschillen aan, welke in de bodemlaag 0 – 30 cm diepte zelfs kunnen resulteren in een gemiddelde verhoging van 32%. Bij de nitraatgehalten over het totale diepteprofiel (0 – 90 cm) wordt na drogen een gemiddelde stijging vastgesteld van 23%. De vastgestelde afwijking tussen beide methoden is monsterafhankelijk en bijgevolg geen constante.
- De analyseresultaten bekomen na drogen van de monsters bij 40°C en bij 105°C (beiden gezeefd 2 mm) zijn niet significant verschillend.
- Bij evaluatie van de juistheid van het analyseresultaat kan afgeleid worden dat geen enkele voorbehandelings/conserveringsmethode ertoe leidt dat gelijkwaardige resultaten worden bekomen met deze bepaald op de verse monsters (gepaarde t-test, 95% betrouwbaarheidsinterval). Echter kan gesteld worden dat de verandering in het nitraatgehalte beperkt is bij analyse van monsters na invriezen (mediaan waarde 4.7% stijging), in vergelijking met deze bekomen bij monsters gedroogd bij 40°C of 105°C (mediaan waarde ± 21% stijging). In deze studie werden voornamelijk voor de kleiachtige bodems significante verhogingen vastgesteld (na drogen bij 40°C en 105°C significanter dan na invriezen).

---

<sup>1</sup> In deze studie werd het drogen bij 105°C aansluitend aan het drogen bij 40°C uitgevoerd.



- Bij evaluatie van de precisie afgeleid uit de duplo analyses (n=10) van de nitraatgehalten bij eenzelfde monstervoorbehandeling wordt een precisie (95% B.I.) van ongeveer 20% bekomen.

Voor de bepaling van nitraat in bodem wordt geadviseerd om de analyses uit te voeren op verse bodemmonsters omwille van de volgende redenen:

- Analyses uitgevoerd op verse bodemmonsters geven de meest correcte weergave van het aanwezige nitraatgehalte. Indien bodemmonsters worden gedroogd, kunnen mineralisatieprocessen optreden die resulteren in een significante verhoging van het nitraatgehalte.
- Bepaling van ammonium dient uitgevoerd te worden op verse monsters omdat bij droging vervluchtiging van ammonium kan optreden. Bij analyse van verse bodemmonsters voor de bepaling van ammonium en nitraat kunnen deze op hetzelfde extract worden uitgevoerd.
- Deze methodiek is beschreven in de Internationale normmethode ISO 14256 en de analyses kunnen uitgevoerd worden conform de beschreven richtlijnen:
  - o ISO 14256-1:2003 Soil quality – Determination of nitrate, nitrite and ammonium in field moist soils using potassium chloride solution as extractant – Part 1: Manual method
  - o ISO 14256-2:2005 Soil quality – Determination of nitrate, nitrite and ammonium in field moist soils using potassium chloride solution as extractant – Part 1: Automated method with segmented flow analysis

Voor de bewaring van de verse bodemmonsters kan het monster worden ingevroren bij  $\leq -20^{\circ}\text{C}$ .

In deze studie werd de duur van de bewaring bij  $4^{\circ}\text{C}$  en in de diepvries niet geëvalueerd. Hiervoor kunnen de richtlijnen voor monsterbehandeling en -bewaring zoals beschreven in ISO 14256 opgevolgd worden namelijk:

- Tijdens de monsternamen dient opwarming van het monster vermeden te worden;
- Tijdens het transport naar het laboratorium mag het monster niet opwarmen. Het gebruik van een koelbox is aanbevolen, voornamelijk in de lente en zomer;
- Indien de monsters worden geanalyseerd binnen 3 dagen, kunnen deze bewaard worden bij  $4^{\circ}\text{C}$ . Indien niet, dienen deze bewaard te worden bij  $-20^{\circ}\text{C}$  (ingevroren), waardoor de bewaartijd wordt verlengd tot enkele weken zonder significante wijzigingen in het gehalte aan minerale stikstof;
- Wanneer het gehalte aan minerale stikstof wordt bepaald op de ingevroren monsters, dient de temperatuur en de duur van het ontdooiproces onder gecontroleerde omstandigheden uitgevoerd te worden. De monsters kunnen worden ontdooid bij kamertemperatuur indien deze worden gehomogeniseerd en geëxtraheerd binnen 4 uur na aanvang van het ontdooien. Ontdooien bij  $4^{\circ}\text{C}$  is ook mogelijk, maar de duur van het ontdooien mag niet meer zijn dan 48 uur;
- De tijd nodig om het monster te ontdooien wordt sterk beïnvloed door de monstergrootte. Indien bodemmonsters niet kunnen worden geanalyseerd binnen de vereiste periode voor verse monsters, en daardoor dienen ingevroren te worden, is het aanbevolen om de bodemmonsters te homogeniseren vooraleer deze in te vriezen. Enkel de hoeveelheid nodig voor analyse wordt dan ingevroren.
- Het laboratoriummonster wordt aangemaakt door het originele of het ontdooide diepgevroren monster te homogeniseren. De homogenisatie kan worden uitgevoerd door

het totale monster grondig te mengen ofwel met de handen of een mechanische mixer, waarbij de aggregaten worden verdeeld in deeltjes kleiner dan 5 mm in diameter.

- Na extractie met KCl dienen de relevante stikstof fracties onmiddellijk bepaald te worden, of ten laatste 1 dag na de extractie. Indien dit niet mogelijk is, kunnen de extracten bewaard worden in de koelkast bij temperaturen lager dan 4°C voor maximum 1 week.

Deze richtlijnen zijn bespreekbaar binnen de werkgroep.

## Samengevat

Samengevat stelt VITO voor om volgende methodieken te weerhouden voor opname in het compendium BAM:

- De monsternamen van de bovenste bodemlaag (0-30 cm) wordt uitgevoerd met een boor van 20 mm diameter;
- De monsternamen van de onderliggende bodemlagen (30-60 cm en 60-90 cm) wordt uitgevoerd met een boor van 13 mm diameter (mogelijk met een nuttige lengte van 60 cm zodat beide lagen in één beweging kunnen worden bemonsterd);
- De bepaling van het nitraatgehalte wordt uitgevoerd op de verse bodemmonsters, als conservering kunnen de bodemmonsters bewaard worden bij  $\leq -20^{\circ}\text{C}$ .

# 1 SITUERING

Voor de bepaling van nitraatstikstofresidues in bodem dienen de laboratoria de methoden zoals beschreven in het BAM (Bemonsterings- en analysemethodes voor mest, bodem en veevoeder in het kader van het mestdecreet<sup>2</sup>) te volgen zowel voor de bemonstering als de analyse. Momenteel laten de beschreven procedures een aantal vrijheden toe die door de laboratoria zelf kunnen ingevuld worden. Om de variabiliteit op de nitraatresiduebepaling in kaart te brengen werd door VLM aan VITO gevraagd om de invloed van een aantal factoren (uitvoeringsmethoden) op het uiteindelijke analysesresultaat na te gaan:

1. Momenteel worden door de laboratoria stalen genomen met boren met verschillende diameters. Om na te gaan of de diameter van de gebruikte boor een invloed heeft op het eindresultaat van de nitraatanalyse werd door VLM aan VITO gevraagd hiervoor een onderzoek uit te werken.
2. Terzelfdertijd wordt ook de vraag gesteld of de monstervoorbehandeling - meer bepaald het meten op vers staal, gedroogd staal bij 40°C (gezeefd < 2 mm) en gedroogd staal bij 105°C (gezeefd < 2 mm) – een invloed heeft op het eindresultaat.

In deze studie werd een onderzoek uitgewerkt dat tot doel heeft om op beide vragen een eenduidig antwoord te geven.

## 1.1 Invloed van de boordiameter op het gemeten nitraatgehalte in bodemstalen

Volgens de huidige procedure beschreven in het BAM (Bemonsterings- en analysemethodes voor mest, bodem en veevoeder in het kader van het mestdecreet) dient voor bodemstaalnames een *aangepaste boor* gebruikt te worden. In voorgaande versies van BAM (vóór mei 2005) werd beschreven dat de buitendiameter van elke gebruikte boor (zowel enkele als set) *minstens 20 mm* bedraagt.

In de N-eco<sup>2</sup> studie werd als compromis vooropgesteld dat minimaal 15 boorsteken dienen te worden genomen om binnen een aanvaardbare precisie het nitraatstikstofresidu te bepalen en de ruimtelijke variabiliteit te ondervangen.<sup>3</sup> In het BAM werd verder een strikt bemonsteringspatroon en een maximale perceelsgrootte van 2.2 hectare als bijkomende restricties opgelegd.

Wat betreft de boordiameter werd in de N-eco<sup>2</sup> studie besloten dat de invloed van de boordiameter ter bepaling van de residuele nitraatstikstofconcentratie in de bodem minimaal is, op voorwaarde dat men de staalnametechniek goed beheerst. Evenwel moet gesteld worden dat voor de bovenste laag het gebruik van een bredere boordiameter is aangewezen. Hiermee wordt zowel de korteafstandsvariabiliteit meer in rekening gebracht en wordt cross-contaminatie met de onderste lagen vermeden.

Om deze stelling verder te onderbouwen en een beter inzicht te krijgen in de invloed van de boordiameter op het eindresultaat van een nitraatbepaling werd volgende aanpak uitgewerkt. Op 10 verschillende percelen, 5 graslanden en 5 akkerlanden, werden bemonsteringen uitgevoerd op drie verschillende dieptes van respectievelijk 30 cm, 60 cm en 90 cm. Het is niet de bedoeling om in deze studie de meest ideale boordiameter te bepalen, maar wel na te gaan of het gebruik van verschillende boordiameters tot verschillende resultaten leidt.

---

<sup>2</sup> [http://www.emis.vito.be/EMIS/Media/referentielabo\\_VLM\\_BAM\\_deel-1.pdf](http://www.emis.vito.be/EMIS/Media/referentielabo_VLM_BAM_deel-1.pdf)

<sup>3</sup> *Bepaling van de hoeveelheid minerale stikstof in de bodem als beleidsinstrument – N-(eco)<sup>2</sup>*, studie uitgevoerd door een consortium (BDB, KUL, RUG) in opdracht van VLM, 2000, referentie P/00/001.

Deze percelen werden door VLM aangeduid waarbij VLM de nodige afspraken maakte met de landbouwer.

De gebruikte boren hadden een binnendiameter van respectievelijk 13 mm, 20 mm en 40 mm. Volgende bemonsteringswijzen werden geëvalueerd en werden uitgevoerd op elk van de 10 gras- en akkerlanden:

- 15 steken met een boor van 20 mm op een diepte van respectievelijk 30 cm, 60 cm en 90 cm en op een oppervlakte van maximaal 2,2 ha
- 15 steken met een boor van 13 mm op een diepte van respectievelijk 30 cm, 60 cm en 90 cm
- 30 steken met een boor van 13 mm op een diepte van respectievelijk 30 cm, 60 cm en 90 cm
- 15 steken met een boor van 20 mm op een diepte van 30 cm en met een boor van 13 mm op een diepte van respectievelijk 60 en 90 cm.
- 15 steken met een boor van 40 mm op een diepte van respectievelijk 30 cm, 60 cm en 90 cm (enkel op eerste akkerland), bij de andere percelen: 15 steken met een boor van 40 mm op een diepte van 30 cm, met een boor van 30 mm op een diepte van 60 cm en met een boor van 20 mm op een diepte van 90 cm

Bij uitvoering van de bovenstaande monsternamen werden in het totaal 150 monsters gecollecteerd waarvan het gehalte aan nitraat werd bepaald. Het nitraatgehalte (TON en NO<sub>2</sub>) in deze monsters werd gemeten onder diverse monstervoorbehandelingscondities. Voor de evaluatie van de invloed van de boordiameter werd de dataset bekomen uit de nitraatbepalingen op verse monsters weerhouden.

Verwacht werd dat uit deze gegevens de volgende informatie kan bekomen worden:

- Vergelijkbaarheid van de resultaten bij gebruik van boren met verschillende diameter (13 mm tegenover 20 mm en 40 mm)
  - Invloed van een verdubbeling van het aantal deelmonsters op het eindresultaat.
  - Invloed van de boordiameter in functie van de steekdiepte op het eindresultaat of de ruimtelijke spreiding van de nitraatconcentratie op de verschillende diepten.
- Het gebruik van boren met een kleinere diameter op grotere diepte (bemonsteringsprotocol 4) heeft tot doel het risico van contaminatie op grotere diepte vanuit de bovenlaag te beperken.

## **1.2 Invloed van het voorbehandelingsproces op het nitraatgehalte in bodem**

Uit de gegevens van de jaarlijkse blinde controles nitraat in bodem die door VITO in opdracht van VLM worden uitgevoerd, blijkt dat door de verschillende laboratoria verschillende methodes gebruikt worden in de voorbereiding van de te meten monsters. Om een eenduidig idee te krijgen van de invloed van de monstervoorbehandeling op het eindresultaat werd, bijkomend aan het onderzoek beschreven onder § 1.1, het nitraatgehalte in elk van de bodemstalen bepaald op verschillend voorbehandelde monsters. De analyses werden uitgevoerd op een vers deelmonster, op een deelmonster na drogen bij 40°C en 105°C (telkens gezeefd), en op een deelmonster na invriezen ≤ -20°C.

Bij deze studie werd tijdens de homogenisatie van elk bodemstaal enerzijds een deelmonster ingevroren bij -20°C en anderzijds een deelmonster bewaard bij 4°C. Ter vollediging van de studie (invloed van drogen) was het een meerwaarde om het nitraatgehalte van de monsters

na invriezen (150 monsters) en bewaard bij 4°C (15 monsters) nogmaals te bepalen. Uiteindelijk werden vergelijkende nitraatgehalten bekomen van verse monsters, monsters na invriezen, verse monsters bewaard bij 4°C (beperkte set), gedroogde monsters bij 40°C en zeven 2 m, gedroogde monsters bij 105°C en zeven 2 mm. Op basis van al deze resultaten kan aangegeven worden welke voorbehandelingsmethode aangewezen is om nitraat bepalingen op bodem uit te voeren.

Om een vergelijkbare situatie te hebben met de staalname van de nitraatresidues, werd de bemonstering uitgevoerd in de periode van 15 oktober tot 30 november.

## 2 BEMONSTERING VAN DE BODEMSTALEN

### 2.1 Beschrijving lokaties

Op 10 verschillende percelen, 5 graslanden en 5 akkerlanden, werden bemonsteringen uitgevoerd op drie verschillende dieptes van respectievelijk 30 cm, 60 cm en 90 cm. Voor de selectie van de lokaties werden verschillende bodemtexturen weerhouden. De percelen werden door VLM geselecteerd en aan VITO meedegeëld. De bemonstering werd door VITO monsternemers uitgevoerd.

Op volgende lokaties werden bodemmonsters gecollecteerd:

- Meise (weiland en akkerland): zandleemstreek
- Koksijde (weiland en akkerland): polders
- Bornem (weiland en akkerland): Vlaamse zandstreek
- Poppel (weiland en akkerland): Kempen
- Bierbeek: weiland: leem – akkerland: zandleem

### 2.2 Beschrijving monstername

*Lokatie Meise (akkerland)*

Datum bemonstering: 15 oktober 2008

De bemonstering werd uitgevoerd volgens vierkantsverband. Voor methode 3 werd de rastergrootte gehalveerd (30 bemonsteringsplaatsen). Bij het bemonsteren van diepte 30-60 cm en 60-90 cm werd de bovenste 2 cm uit de gutsboor met een spatel verwijderd.

Volgende methoden werden toegepast voor de bemonstering van de bodemstalen:

- Methode 1: diameter 20 mm, 15 steken, 0-30 cm + 30-60 cm + 60-90 cm
- Methode 2: diameter 13 mm, 15 steken, 0-30 cm + 30-60 cm + 60-90 cm
- Methode 3: diameter 13 mm, 30 steken, 0-30 cm + 30-60 cm + 60-90 cm
- Methode 4: diameter 20 mm, 15 steken, 0-30 cm + diameter 13 mm, 15 steken 30-60 cm + 60-90 cm
- Methode 5: diameter 40 mm, 15 steken, 0-30 cm + 30-60 cm + 60-90 cm

De steken per diepte (0-30 cm, 30-60 cm, 60-90 cm), genomen bij methode 1, 3 en 5, werden in 3 plasticen emmers van 10 L verzameld. De monsters werden nadien handmatig (door kneden en omzetten) gehomogeniseerd. Bij de gecollecteerde monster van meer dan 1 L, werd een volumereductie uitgevoerd door middel van kwarteren in een plasticen schaal tot een eindvolume van 1 L. Bij de volgende staalnames (lokatie 2 t.e.m.10) werd deze monsterreductie steeds in het laboratorium uitgevoerd.

De bemonsteringen met de boor van 13 mm volgens methode 2 en 4 werden rechtstreeks in de voorziene 1 L plasticen potten gebracht (totale hoeveelheid per diepte < 1 L).



*Foto 1: Monsterneming lokatie Meise*

*Lokatie Meise (weiland)*

Datum bemonstering: 20 oktober 2008

De bemonstering werd uitgevoerd volgens kruisverband (1<sup>ste</sup> diagonaal: 7 steken, 2<sup>de</sup> diagonaal: 8 steken). Alle 5 methoden worden op dezelfde bemonsteringsplaats uitgevoerd (boorgaten naast elkaar). Voor methode 3 werd de tussenafstand van de bemonsteringsplaatsen gehalveerd (30 bemonsteringsplaatsen).

Volgende methoden werden toegepast voor de bemonstering van de bodemstalen:

- Methode 1: diameter 20 mm, 15 steken, 0-30 cm + 30-60 cm + 60-90 cm
- Methode 2: diameter 13 mm, 15 steken, 0-30 cm + 30-60 cm + 60-90 cm
- Methode 3: diameter 13 mm, 30 steken, 0-30 cm + 30-60 cm + 60-90 cm
- Methode 4: diameter 20 mm, 15 steken, 0-30 cm + diameter 13 mm, 15 steken 30-60 cm + 60-90 cm
- Methode 5: diameter 40 mm, 15 steken, 0-30 cm + diameter 30 mm, 15 steken 30-60 cm + diameter 20 mm, 15 steken 60-90 cm (opm: andere methodiek dan bij vorige lokatie)

Bij bemonstering van de diepte 0-30 cm kon de boor doorgaans met fysieke kracht in de grond geduwd worden. Bij de monsternamen van de dieptes 30-60 cm en 60-90 cm kon de boor meestal tot op 10 cm van het einde in de grond geduwd worden, voor de laatste 10 cm werd een eyckelkamp-hamer gebruikt (gewicht: 2 kg).

De gutsen van 20, 30 en 40 mm hebben telkens een werkbare lengte van 30 cm. Dit betekent dat de bemonstering van methoden 1, 4 en 5 altijd in 3 keer uitgevoerd werd.

Methoden 2 en 3 werden telkens bemonsterd met een guts van 13 mm met een werk lengte van 60 cm. De bemonstering van methode 2 en 3 werd dan ook slechts in 2 handelingen uitgevoerd. Deze guts van 60 cm lengte heeft het voordeel dat het grondstaal minder gecompacteerd werd in de guts en dat versmering tussen het 0-30 cm en 30-60 cm bodemstaal minder groot is.

De steken per diepte werden verzameld in plasticen emmers van 3 L (6 L voor methode 5). Er werd geen monstervoorbehandeling (kwarteren) ten velde uitgevoerd. De monsters werden wel ter plaatse gewogen met een weeghaak.

### *Andere lokaties*

Voor de alle andere lokaties werd de bemonsteringsmethodiek zoals beschreven bij lokatie Meise-weiland, toegepast.

Koksijde-akker: perceelgrootte: ca. 1.14 ha, datum bemonstering: 22 oktober 2008

Koksijde-weiland : perceelgrootte: ca. 0.2 ha, datum bemonstering 3 november 2008

Bornem-weiland: perceelgrootte ca. 0.8 ha, datum bemonstering: 5 november 2008

Bornem-akker: perceelgrootte: ca. 5.5 ha waarvan ca. 2 ha bemonsterd, datum bemonstering: 12 november 2008

Poppel-akker: perceelgrootte: ca. 14 ha waarvan 0.5 ha bemonsters, datum bemonstering: 18 november 2008

Poppel-weiland: perceelgrootte: ca. 14 ha waarvan 0.55 ha bemonsterd, datum bemonstering: 19 november 2008

Bierbeek-akker: perceelgrootte: 1.5 ha, datum bemonstering: 24 november 2008

Bierbeek-weiland: perceelgrootte: 0.7 ha, datum bemonstering: 26 november 2008

## **2.3 Monstervoorbehandeling (in het laboratorium)**

De monstervoorbehandeling van de gecollecteerde monsters werd steeds uitgevoerd 1 dag na de staalname.

Alle monsters werden in het labo uitgespreid in afzonderlijke schalen, manueel in kleinere stukken gebroken en gehomogeniseerd door kneden en omzetten. Het monster werd vervolgens in de originele bemonsteringssemmer gebracht en nogmaals geschud. Daarna werden er 4 deelmonsters genomen:

1. een analyseportie voor nitraatbepaling (extractie met KCl) en afzonderlijk staal voor droge stofbepaling op vers materiaal. Deze analyses werden steeds 1 dag na de staalname opgestart. Rest van deze analyseportie werd bewaard bij 4°C.
2. een analyseportie vers materiaal werd ingevroren ( $\leq -20^{\circ}\text{C}$ ) voor heranalyse.
3. een analyseportie werd gedroogd bij 40 °C. Na drogen werd dit deelmonster gezeefd < 2 mm. Aansluitend werd een KCl-extractie uitgevoerd en een nitraatbepaling.
4. een deelmonster van portie 3 werd verder gedroogd bij 105 °C. Aansluitend werd een KCl-extractie gevolgd door een nitraatbepaling uitgevoerd, en een droge stofbepaling werd uitgevoerd voor de bepaling van het restvocht. Met dit restvocht werd in deze studie rekening gehouden.

Tijdens de monstervoorbehandeling van de gecollecteerde bodemonsters werd bij elke lokatie en elke voorbehandelingsmethode steeds bijkomend 1 duplo monster aangemaakt uit eenzelfde monsterrecept dat vervolgens de volledige analysecyclus doorliep. Het duplo monster varieerde over de verschillende dieptes en bemonsteringsmethoden.

Bij de bodemonsters gecollecteerd in Koksijde (polders) werd bij de monsters genomen volgens methode 5 (diameter 40 mm, diameter 30 mm en diameter 20 mm) voorafgaandelijk nog een monsterhoeveelheidsreductie uitgevoerd (moeilijk te verfijnen wegens hoog kleigehalte). De originele stalen (Foto 2a) werden eerst “grof” gebroken (Foto



2b), omgezet en gekwarteerd. De helft werd verder manueel verfijnd (i.e. in kleinere stukken gebroken) (Foto 2c), gehomogeniseerd door omzetten en in een bemonsteringssemmer van 3 L gebracht.



*Foto 2: Bodemmonster Koksijde (40 mm) – a: origineel monster, b: grof gebroken, c: fijn gebroken*



*Foto 3: Bodemmonster Koksijde (20 mm) – a: origineel monster, b: fijn gebroken*

## 2.4 Analysemethode

De bepaling van nitraat in bodem werd uitgevoerd zoals beschreven in het compendium 'Bemonsterings- en analyseprocedures voor mest, bodem en veevoeder in het kader van het

mestdecreet'. De aanbevolen analysemethoden voor bodem zijn terug te vinden op de website.<sup>4</sup>

Een korte beschrijving van de toegepaste procedure is hieronder weergegeven.

Voorafgaandelijk aan de analyse werden de bodemmonsters geëxtraheerd met 1M KCl.

Bij de extractie van verse monsters werd aan 40 g vers monster 200 ml 1 M KCl toegevoegd. Bij de voorgedroogde monsters (40°C en 105°C) werd aan 10 g monster 50 ml 1M KCl toegevoegd.

Aansluitend werd voor beide type van extracties gedurende 1 uur de oplossing geschud op een schudtafel en vervolgens gefiltreerd over een zwartbandfilter die vooraf werd gespoeld met 10 ml 1M KCl. De eerste 10 ml van het extract werden verwijderd. Het extract werd vervolgens geanalyseerd t.o.v. een ijking uitgevoerd met 1M KCl. Verdunningen werden steeds aangemaakt in 1M KCl.

Het nitraatgehalte werd spectrofotometrisch bepaald met een doorstroomanalysestelsel zoals beschreven in het Compendium voor Monsterneming en Analyse CMA/2/I/C.6.<sup>5</sup> De bepaling is gebaseerd op de Griess-Ilosvay kleurreactie. Stikstof in de vorm van nitriet geeft aanleiding tot een roze kleur waarvan de intensiteit evenredig is met de concentratie. Om het gehalte aan nitraat en nitriet te bepalen moet nitraat omgezet worden in nitriet door een reductie.

Om het gehalte aan nitraat te kwantificeren, dienen 2 analyses uitgevoerd te worden: een analyse van de som van nitraat en nitriet en een tweede analyse waarbij de reductie van nitraat wordt overgeslagen en dus enkel nitriet wordt bepaald. Nitraat wordt vervolgens berekend uit het verschil van beide analyseresultaten.

De 15 gecollecteerde monsters van 1 lokatie werden geanalyseerd in 1 meetreeks. Bij elke meetreeks (zowel bij vers materiaal, als bij materiaal na invriezen, als bij gedroogd 40 °C als bij gedroogd 105 °C) werden eveneens een blanco (1M KCl oplossing die volledige extractie- en analysecyclus heeft doorlopen), een duplo bodemmonster uit eenzelfde recipiënt en een referentiestaal (bodemmonster uit ringtest 05.2008) gemeten.

Een analysereeks bij de bepaling van nitraat in bodem omvatte bijgevolg volgende monsters:

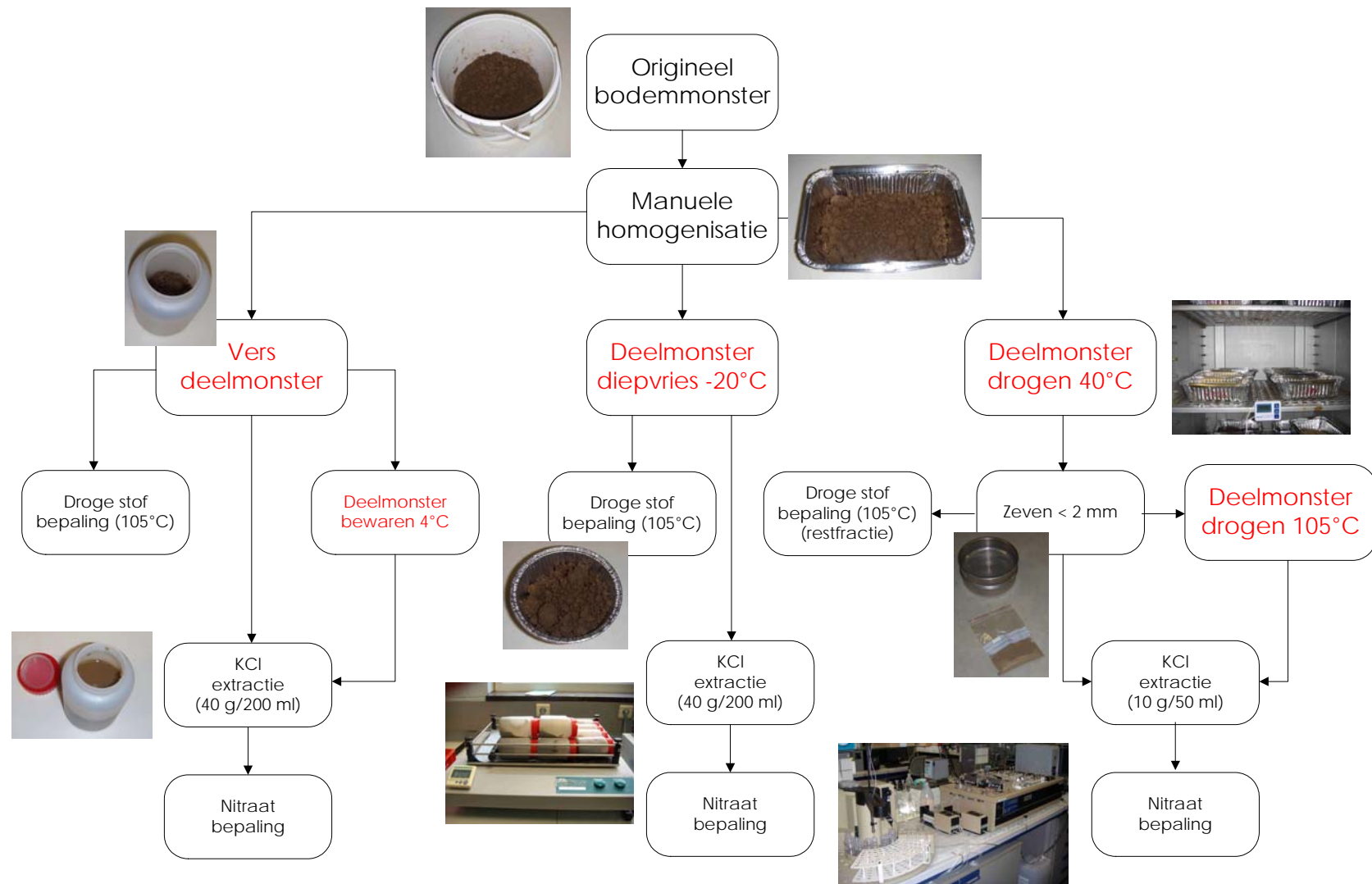
- 15 extracten van de bodemmonsters (5 methoden en 3 dieptes)
- 1 blanco monster (blanco extract van 1M KCl)
- 1 extract van een duplo bodemmonsters
- 1 extract van een referentiemonster (controlemonster)

In Figuur 1 is een schematische weergave gegeven van het analyseverloop van de bodemmonsters voor de bepaling van nitraat in bodem.

---

<sup>4</sup> [http://www.emis.vito.be/EMIS/Media/referentielabo\\_VLM\\_BAM\\_deel-1.pdf](http://www.emis.vito.be/EMIS/Media/referentielabo_VLM_BAM_deel-1.pdf)

<sup>5</sup> [http://www.emis.vito.be/EMIS/Media/referentielabo\\_bodem\\_CMA\\_2006\\_2-I-C6.pdf](http://www.emis.vito.be/EMIS/Media/referentielabo_bodem_CMA_2006_2-I-C6.pdf)



Figuur 1: Schematische weergave van het analyseverloop van de bodemmonsters voor de bepaling van nitraat in bodem

### **3 INVLOED VAN HET VOORBEHANDELINGSPROCES OP HET NITRAATGEHALTE IN BODEM**

#### **3.1 Internationale en Europese normmethoden**

Bij het op punt stellen van een compendium procedure wordt er naar gestreefd om maximaal mogelijk Internationale en/of Europese normmethoden te implementeren. Binnen de Internationale Organisatie voor Standardisatie (ISO) is de technische werkgroep ISO/TC 190 *Soil quality* actief waarbij Subcommittee SC 3 *Chemical methods and soil characteristics* het ontwikkelen van analysemethoden voor de karakterisatie van bodemmonsters behartigt. Binnen deze werkgroep werden 2 normmethoden voor de bepaling van nitraat in bodem door extractie met kaliumchloride oplossing ontwikkeld:

- ISO 14256-1:2003 Soil quality – Determination of nitrate, nitrite and ammonium in field moist soils using potassium chloride solution as extractant – Part 1: Manual method
- ISO 14256-2:2005 Soil quality – Determination of nitrate, nitrite and ammonium in field moist soils using potassium chloride solution as extractant – Part 1: Automated method with segmented flow analysis

Op Europees niveau werd in 2001 een start genomen met het project HORIZONTAL dat tot doel stelt om de verschillende testmethoden over de verschillende matrices heen te harmoniseren en om horizontale standaarden te ontwikkelen. Meer specifiek werden de analysemethoden voor de matrices slib, behandeld biologisch afval en bodem geuniformiseerd. Meer achtergrondinformatie hieromtrent is beschikbaar op de website [www.ecn.nl/horizontal](http://www.ecn.nl/horizontal). Momenteel zijn draft Horizontal Standaarden ter beschikking welke binnen CEN/BT/Task Force 151 *Horizontal Standards in the Field of Sludge, Biowaste and Soil* werden aangemaakt. Voor de bepaling van nitraat in bodem is volgende Horizontal Standaard te beschikking:

- WI CSS99019 Sludge, treated biowaste and soil – Determination of ammonium nitrogen and nitrate nitrogen after extraction with 1 mol/l potassium chloride (version 2007-02)

Deze Horizontal standard heeft nog een draft status en bijgevolg kunnen nog wijzigingen optreden vooraleer de officiële versie wordt gepubliceerd. In dit rapport zal de inhoud van de draft versie dd 02.2007 worden besproken.

##### **3.1.1 Beschrijving ISO 14256 (deel 1 en 2)**

###### *Methoden*

ISO 14256-1:2003 Soil quality – Determination of nitrate, nitrite and ammonium in field moist soils using potassium chloride solution as extractant – Part 1: Manual method

ISO 14256-2:2005 Soil quality – Determination of nitrate, nitrite and ammonium in field moist soils using potassium chloride solution as extractant – Part 1: Automated method with segmented flow analysis

Beide methoden van ISO 14256 – deel 1 en deel 2 - beschrijven eenzelfde voorbehandelings- en extractieprocedure. Enkel de bepaling van de minerale stikstof in het extract is verschillend tussen beide methoden, hetzij m.b.v. een manuele of een geautomatiseerde spectrofotometrische methode.

### *Procedure*

De bepaling van nitraat op bodem wordt uitgevoerd op veldvochtige bodemonsters. Het gehomogeniseerde bodemonster (40 g) wordt geëxtraheerd met 200 ml 1 M KCl oplossing (verhouding 1:5) bij  $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ . Na 1 uur extractie, wordt de oplossing gecentrifugeerd voor de bepaling van de anorganische stikstofverbindingen in de bovenstaande vloeistof. De extractie wordt uitgevoerd bij een bijna constante temperatuur omdat de hoeveelheid extraheerbaar ammonium stikstof wordt beïnvloed door de temperatuur tijdens de extractie. Centrifugatie wordt aanbevolen omdat filterpapier ofwel ammonium kan absorberen of kan gecontamineerd zijn.

Meting van de relevante stikstoffractie dient onmiddellijk te worden uitgevoerd, of ten laatste 1 dag na extractie. Indien dit niet mogelijk is, dienen de extracten bewaard te worden in de koelkast bij temperaturen lager dan  $4^{\circ}\text{C}$  voor maximaal 1 week.

### *Monsterbehandeling en – bewaring:*

- Tijdens de monsternamen dient opwarming van het monster vermeden te worden;
- Tijdens het transport naar het laboratorium mag het monster niet opwarmen. Het gebruik van een koelbox is aanbevolen, voornamelijk in de lente en zomer;
- Indien de monsters worden geanalyseerd binnen 3 dagen, kunnen deze bewaard worden bij  $4^{\circ}\text{C}$ . Indien niet, dienen deze bewaard te worden bij  $-20^{\circ}\text{C}$  (ingevroren), waardoor de bewaartijd wordt verlengd tot enkele weken zonder significante wijzigingen in het gehalte aan minerale stikstof;
- Wanneer het gehalte aan minerale stikstof wordt bepaald op de ingevroren monsters, dient de temperatuur en de duur van het ontdooiproces onder gecontroleerde omstandigheden uitgevoerd te worden. De monsters kunnen worden ontdooid bij kamertemperatuur indien deze worden gehomogeniseerd en geëxtraheerd binnen 4 uur na aanvang van het ontdooien. Ontdooien bij  $4^{\circ}\text{C}$  is ook mogelijk, maar de duur van het ontdooien mag niet meer zijn dan 48 uur;
- De tijd nodig om het monster te ontdooien wordt sterk beïnvloed door de monstergrootte. Het is aanbevolen om de hoeveelheid bodemonster wordt beperkt voor invriezen.
- Het laboratoriummonster wordt aangemaakt door het originele of het ontdooide diepgevroren monster te homogeniseren. De homogenisatie kan worden uitgevoerd door het totale monster grondig te mengen ofwel met de handen of een mechanische mixer, waarbij de aggregaten worden verdeeld in deeltjes kleiner dan 5 mm in diameter.
- Indien bodemonsters niet kunnen worden geanalyseerd binnen de vereiste periode voor verse monsters, en daardoor dienen ingevroren te worden, is het aanbevolen om de bodemonsters te homogeniseren vooraleer deze in te vriezen. Enkel de hoeveelheid nodig voor analyse wordt dan ingevroren.

## **3.1.2 Horizontal Standaard**

### *Methode*

WI CSS99019 Sludge, treated biowaste and soil – Determination of ammonium nitrogen and nitrate nitrogen after extraction with 1 mol/l potassium chloride (version 2007-02)

Deze methode beschrijft de bepaling van ammonium en nitraat stikstof in slib, behandeld biologisch afval en bodem na extractie met 1 mol/l kaliumchloride oplossing. De

extractiemethode is geschikt voor verse monsters. De bepaling kan worden uitgevoerd met manuele of geautomatiseerde methoden.

Opmerking: Hieronder zullen enkel de uitvoeringsstappen relevant voor bodemmonsters worden besproken.

#### *Procedure*

Voor de bepaling van nitraat in bodem is de draft Horizontal methode afgeleid van ISO 14256. Een hoeveelheid gehomogeniseerd testmonster (gelijk aan 1,0 g tot 10,0 g droge stof) wordt in een extractierecipient gebracht, kalium chloride oplossing (1 mol/l) wordt toegevoegd in een massa (gedroogd monster): volume (van de extractie oplossing) verhouding van 1:5 (m/V) bij veldvochtige bodemmonsters (<10 mm) en 1:10 (m/V) bij droge bodemmonster (< 2 mm). Schudden gedurende 1 uur, meestal bij 20°C ± 1°C. Minimum 1 herhaling van de extractie na filtratie is noodzakelijk bij gedroogde bodemmonsters < 250 µm. Veelal resulteert drogen in een verandering van de originele samenstelling en dient dit worden vermeden.

De hoeveelheid testmonster mag gewijzigd worden mits de verhouding monster tot extractiemiddel wordt gerespecteerd.

#### *Monsterbehandeling- en bewaring*

De monsterbehandelings- en bewaringsprocedures in deze standaard zijn identiek aan deze beschreven in ISO 14256.

Bij de beschrijving van de interferenties werd uitdrukkelijk vermeld dat drogen van het materiaal, zelfs snel microgolf drogen, kan leiden tot een verandering in het stikstof gehalte voornamelijk bij ammonium. *'Drying is not a subject within this standard.'*

### **3.1.3 Beschrijving BAM compendiummethode – versie september 2007**

De procedure voor de bepaling van nitraat in bodem beschreven in de compendium methode<sup>6</sup> is afgeleid van ISO 14256 en beschrijft een extractie van het bodemmonster met 1 M KCl gedurende 1 uur, filtratie en aansluitend analyse met manuele of geautomatiseerde spectrofotometrische methoden.

In tegenstelling tot de ISO methode worden in BAM 2 verschillende monstervoorbehandelingsprocedures toegestaan:

1. Analyse op voorgedroogde monsters (40°C, gezeefd 2 mm) waarbij aan 10 g voorgedroogd monster 50 ml KCl oplossing werd toegevoegd;
2. Analyse van vers gehomogeniseerd monsters waarbij aan 40 g vers monster 200 ml KCl oplossing werd toegevoegd (conform ISO 14256).

Om een eenduidig beeld te krijgen van de invloed van de monstervoorbehandeling op het analyseresultaat werd in deze studie nitraatgehalten bepaald op bodemmonsters voorbehandeld volgens verschillende procedures. De bekomen resultaten worden hieronder beschreven.

## **3.2 Voorbehandeling van de bodemmonsters**

---

<sup>6</sup> BAM, Deel 1: Bemonsterings- en analysemethodes voor bodem in het kader van het mestdecreet.

Om de invloed van de monstervoorbehandeling op het uiteindelijke analyseresultaat na te gaan, zijn verschillende voorbehandelingsprocedures geëvalueerd. Van de gecollecteerde bodemmonsters (zie paragraaf 2.2) werden verschillende deelmonsters genomen zodat de nitraat gehalten konden vergeleken bij toepassing van volgende voorbehandelingsstappen:

- analyse van *vers monster* binnen 24 uur na staalname. In deze studie werden alle verse monsters geanalyseerd 1 dag na de staalname. Restfractie van deze analyseportie werd bewaard bij 4°C.
- analyse van *monster na invriezen* bij  $\leq -20^{\circ}\text{C}$ . In deze studie werden de monsters 2 à 3 maanden bewaard bij  $\leq -20^{\circ}\text{C}$ . Na invriezen werden de monsters overnacht ontdooid bij 4°C en de extracties werden 's morgens opgestart.
- analyse van bodemmonsters *gedroogd bij 40°C en gezeefd over 2 mm*. In deze studie werden de gedroogde bodemmonsters bewaard bij kamertemperatuur en geanalyseerd binnen 3 weken.
- analyse van bodemmonsters *gedroogd bij 105°C en gezeefd over 2 mm*. In deze studie werden de gedroogde bodemmonsters bewaard bij kamertemperatuur en geanalyseerd binnen 3 weken.

De deelmonsters werden steeds genomen na homogenisatie van het oorspronkelijke monster (zie paragraaf 2.3). Alle bodemmonster (150) werden volgens deze 4 methoden voorbehandeld en aansluitend geanalyseerd.

### 3.3 Analysemethode en resultaten

#### 3.3.1 Analysemethode

De bodemmonsters werden geëxtraheerd met 1M KCl in een verhouding bodem:KCl 1:5. Voor de verse monsters werd 40 g bodem geëxtraheerd, bij de gedroogde bodemmonsters werd 10 g voorbehandelde bodem genomen.

De nitraatgehalten in de extracten werden spectrofotometrisch bepaald met een doorstroomanalysestelsel. Om het gehalte aan nitraat te kwantificeren, dienden 2 analyses uitgevoerd te worden: een analyse van de som van nitraat en nitriet en een tweede analyse waarbij de reductie van nitraat wordt overgeslagen en dus enkel nitriet wordt bepaald. Nitraat wordt vervolgens berekend uit het verschil van beide analyseresultaten.

De 15 gecollecteerde monsters van 1 lokatie werden steeds geanalyseerd in 1 meetreeks. Bij elke meetreeks (zowel bij vers materiaal, als bij materiaal na invriezen, als bij gedroogd 40 °C materiaal als bij gedroogd 105 °C materiaal) werden eveneens een blanco (1M KCl oplossing die de volledige extractie- en analysecyclus heeft doorlopen), een duplo bodemmonster uit eenzelfde recipiënt en een referentiestaal (bodemonster uit ringtest 05.2008) gemeten.

De bekomen nitraatgehalten van de verschillende bodemmonsters werden omgerekend met de bijhorende dichtheden per bodemlaag (zoals beschreven in het BAM) en uitgedrukt in kg NO<sub>3</sub>-N/ha.

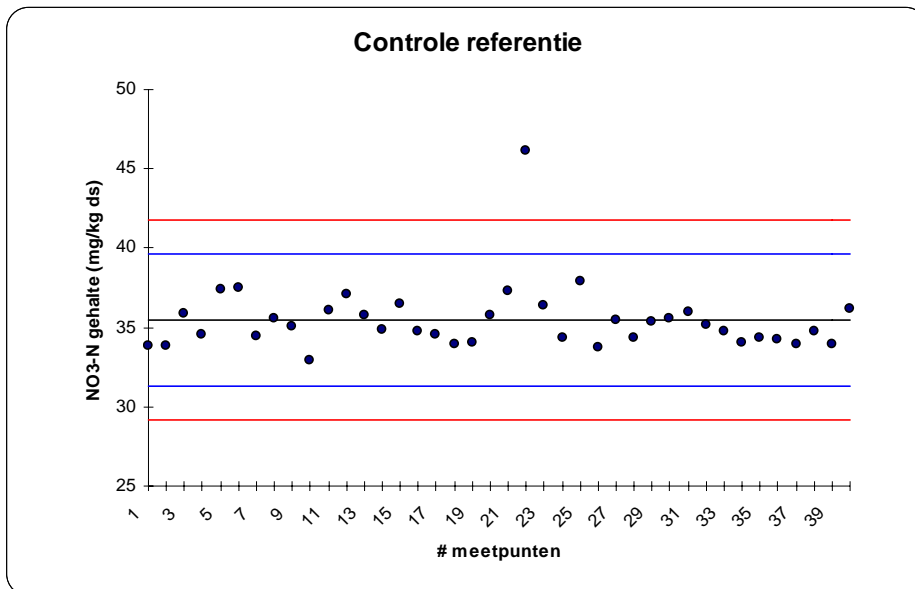
### 3.3.2 Resultaten kwaliteitscontrole

#### 3.3.2.1 Controlemonster

Als controlemonster werd het ringtestmonster (05.2008) voor de bepaling van nitraat in bodem weerhouden. Dit bodemmonster is een gedroogd bodemmonster bij 40°C en gezeefd over 2 mm. De gemiddelde waarde van de ringtest bedroeg 35.8 mg N/kg droog monster en de % relatieve standaarddeviatie (RSD) van de ringtest bedroeg 10% (23 deelnemende laboratoria).

Dit controlemonster werd bij elke analysereeks (i.e. 15 gecollecteerde bodemmonsters van 1 lokatie met een welbepaalde voorbehandeling) gemeten. De individuele nitraat gehalten van dit referentiemonster met de gemiddelde waarde, de 2s- en 3s-grenzen zijn weergegeven in Figuur 2. De gemiddelde waarde van deze controlemetingen bedroeg 35.5 mg N/kg droog monster met een % RSD van 5.9 %. Buiten 1 afwijkende waarde schommelen alle gemeten nitraatgehalten rond de gemiddelde waarde en binnen de specificatiegrenzen.

De meetreeks met de afwijkende controlewaarde (reeks 2, gedroogd 105°C) werd weerhouden voor de verdere evaluatie omdat de resultaten van de blanco controle en de duplo analyses voldeden. Bovendien waren de bekomen resultaten van deze reeks in overeenstemming met de bekomen resultaten van dezelfde reeks gedroogd bij 40°C. Er was bijgevolg geen aanwijsbare reden om deze resultaten niet te weerhouden.



Figuur 2: Controlekaart van het referentiemonster

#### 3.3.2.2 Duplo analyses (van éénzelfde monsterrecipiënt)

Bij elke analysereeks werd steeds 1 monster in duplo geanalyseerd. Dit duplo monster werd genomen tijdens de homogenisatie van het originele monster en bereiding van de verschillende analyseporties. Een afzonderlijke extractie en aansluitende nitraatbepaling werden op de duplo monsters uitgevoerd. Van elke voorbehandeling zijn de resultaten van 10 duplo analyses ter beschikking.



Tabel 1: Duplo analyses uitgevoerd op de verse bodemmonsters

	Monster	NO3 vers mg N /kg ds	NO3 vers mg N /kg ds	$(X_{i,1}-X_{i,2})/X_{gem}$
Met 1: dia 20 mm, 15, 0-30 cm	1,01	7,6	8,0	-0,05
Met 2: dia 13 mm, 15, 30-60 cm	2,05	4,8	3,1	0,45
Met 3: dia 13 mm, 30, 60-90 cm	3,09	3,9	3,7	0,05
Met 4: dia 20 mm, 15, 0-30 cm	4,10	5,9	5,9	0,00
Met 5: dia 30 mm, 15, 30-60 cm	5,14	<0.6	<0.6	-
Met 1: dia 20 mm, 15, 60-90 cm	6,03	5,3	4,6	0,14
Met 2: dia 13 mm, 15, 0-30 cm	7,04	6,1	6,3	-0,03
Met 3: dia 13 mm, 30, 30-60 cm	8,08	0,8	0,9	-0,16
Met 4: dia 13 mm, 15, 60-90 cm	9,12	8,9	7,9	0,12
Met 5: dia 40 mm, 15, 0-30 cm	10,13	<0.6	<0.6	-
		CV <sub>R</sub>	12,9	%

Tabel 2: Duplo analyses uitgevoerd op de bodemmonsters gedroogd bij 40°C, gezeefd 2mm

	Monster	NO3 40 °C mg N /kg ds	NO3 40 °C mg N /kg ds	$(X_{i,1}-X_{i,2})/X_{gem}$
Met 1: dia 20 mm, 15, 0-30 cm	1,01	10,5	8,3	0,24
Met 2: dia 13 mm, 15, 30-60 cm	2,05	3,5	3,9	-0,10
Met 3: dia 13 mm, 30, 60-90 cm	3,09	5,3	5,5	-0,03
Met 4: dia 20 mm, 15, 0-30 cm	4,10	15,3	16,1	-0,05
Met 5: dia 30 mm, 15, 30-60 cm	5,14	1,5	1,2	0,23
Met 1: dia 20 mm, 15, 60-90 cm	6,03	4,8	3,8	0,25
Met 2: dia 13 mm, 15, 0-30 cm	7,04	6,4	5,9	0,08
Met 3: dia 13 mm, 30, 30-60 cm	8,08	0,9	1,0	-0,12
Met 4: dia 13 mm, 15, 60-90 cm	9,12	7,8	8,2	-0,04
Met 5: dia 40 mm, 15, 0-30 cm	10,13	1,4	1,5	-0,07
		CV <sub>R</sub>	10,3	%

Tabel 3: Duplo analyses uitgevoerd op de bodemmonsters gedroogd bij 105°C, gezeefd 2mm

	Monster	NO3 105 °C mg N /kg ds	NO3 105 °C mg N /kg ds	$(X_{i,1}-X_{i,2})/X_{gem}$
Met 1: dia 20 mm, 15, 0-30 cm	1,01	10,7	5,8	0,59
Met 2: dia 13 mm, 15, 30-60 cm	2,05	4,4	3,6	0,22
Met 3: dia 13 mm, 30, 60-90 cm	3,09	6,3	6,1	0,04
Met 4: dia 20 mm, 15, 0-30 cm	4,10	15,3	18,0	-0,16
Met 5: dia 30 mm, 15, 30-60 cm	5,14	1,4	1,2	0,20
Met 1: dia 20 mm, 15, 60-90 cm	6,03	4,1	4,3	-0,05
Met 2: dia 13 mm, 15, 0-30 cm	7,04	6,4	6,3	0,02
Met 3: dia 13 mm, 30, 30-60 cm	8,08	1,0	1,0	0,00
Met 4: dia 13 mm, 15, 60-90 cm	9,12	8,0	8,4	-0,05
Met 5: dia 40 mm, 15, 0-30 cm	10,13	1,6	1,6	-0,03
		CV <sub>R</sub>	15,3	%

Tabel 4: Duplo analyses uitgevoerd op de bodemmonsters na invriezen

	Monster	NO3 na invriezen mg N /kg ds	NO3 na invriezen mg N /kg ds	$(X_{i,1}-X_{i,2})/X_{gem}$
Met 1: dia 20 mm, 15, 0-30 cm	1,01	9,1	9,4	-0,03
Met 2: dia 13 mm, 15, 30-60 cm	2,05	3,9	3,7	0,05
Met 3: dia 13 mm, 30, 60-90 cm	3,09	4,6	4,1	0,11
Met 4: dia 20 mm, 15, 0-30 cm	4,10	8,4	8,2	0,02
Met 5: dia 30 mm, 15, 30-60 cm	5,14	<0.6	<0.6	-
Met 1: dia 20 mm, 15, 60-90 cm	6,03	4,4	4,9	-0,09
Met 2: dia 13 mm, 15, 0-30 cm	7,04	6,5	6,3	0,02
Met 3: dia 13 mm, 30, 30-60 cm	8,08	0,8	0,8	-0,01
Met 4: dia 13 mm, 15, 60-90 cm	9,12	7,8	10,5	-0,29
Met 5: dia 40 mm, 15, 0-30 cm	10,13	1,0	0,9	0,10
		CV <sub>R</sub>	8,1	%

Opmerking: Rekening houden met een gemiddelde dichtheid van 1450 kg/m<sup>3</sup> benadert een concentratie van 20 mg N/kg gedroogd materiaal ongeveer de normwaarde van 90 kg NO<sub>3</sub>-N/ha.

De bekomen resultaten van deze duplo analyses zijn weergegeven in Tabel 1 t.e.m. Tabel 4. De variatiecoëfficiënt van de duplo analyses uitgevoerd op de verse monsters bedraagt 12.9% (na invriezen 8.1%), deze van de gedroogde monsters bij 40°C en 105°C respectievelijk 10.3% en 15.3%. Gezien het lage concentratieniveau van de nitraatgehalten van de duplo analyses kan men stellen dat de nitraat bepalingen met voldoende betrouwbaarheid zijn uitgevoerd.

### 3.3.3 Evaluatie analyseresultaten bodemmonsters

In bijlage 1 zijn de nitraat-N resultaten weergegeven per methode (boordiameter) en per bodemlaag, en dit voor de verschillende lokaties. In volgende paragrafen zullen de resultaten verder besproken worden.

#### 3.3.3.1 Vergelijkende nitraatgehalten van verse monsters en monsters na invriezen

De nitraatgehalten van de verse monsters werden getoetst aan de resultaten van de monsters na invriezen. Hierbij dient te worden vermeld dat de analyses van de verse monsters steeds zijn uitgevoerd binnen één dag na staalname en er bijgevolg wordt voldaan aan de vereisten zoals beschreven in ISO 14256 (analyse binnen 3 dagen). De analyses van de monsters na invriezen werden uitgevoerd na 2 à 3 maand conservering. In ISO 14256 wordt aangegeven dat ingevroren monsters enkele weken kunnen worden bewaard. Een bewaartijd van 2 à 3 maanden benadert bijgevolg het worst case scenario. Daarenboven dient gemeld te worden dat aan de andere specificaties zoals beschreven in ISO 14256 werd voldaan: het monster werd voorafgaandelijk aan het invriezen gehomogeniseerd en een testportie van ± 50 g werd ingevroren, voorafgaandelijk aan de analyse werd het monster ontdooid in de koelkast bij 4°C overnacht en de analyse werd opgestart binnen 18 uur na aanvang van het ontdooiden.

Bij de vergelijking van de analyseresultaten werd de evaluatie steeds uitgevoerd voor:

- alle individuele meetresultaten (160 metingen per voorbehandelingsmethode) (Figuur 3)
- de nitraat-N meetwaarden berekend over het totale diepteprofiel 0 – 90 cm (50 metingen per voorbehandelingsmethode) (Figuur 4)

- de nitraat-N meetwaarden bepaald in de bodemlaag 0 – 30 cm (50 metingen per voorbehandelingsmethode) (Figuur 5)
- de nitraat-N meetwaarden bepaald in de bodemlaag 30 – 60 cm (50 metingen per voorbehandelingsmethode) (Figuur 6)
- de nitraat-N meetwaarden bepaald in de bodemlaag 60 – 90 cm (50 metingen per voorbehandelingsmethode) (Figuur 7)

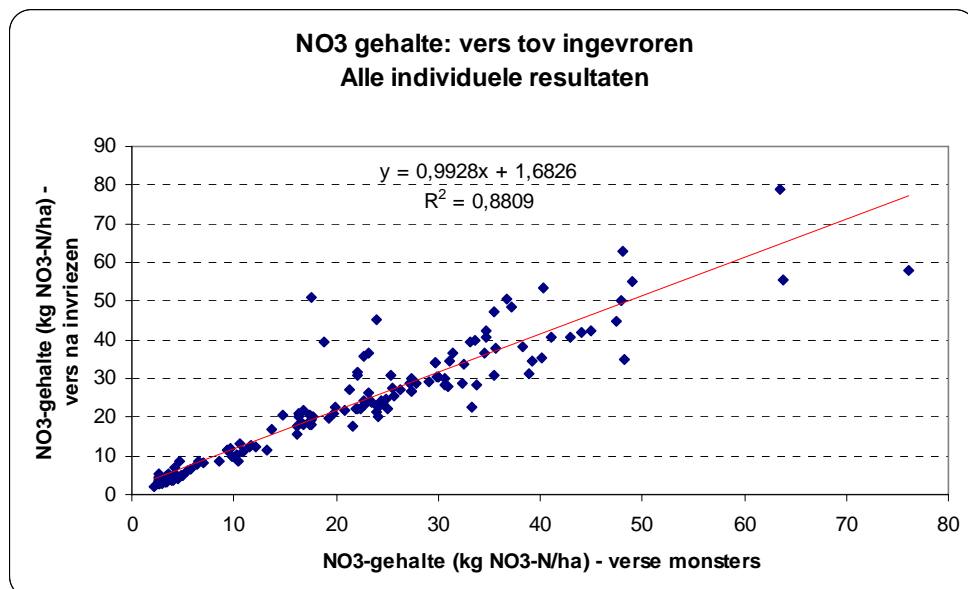
Willekeurig over de verschillende bodemlagen zijn bijkomend een aantal duplo analyses (in totaal 10).

De vergelijkende metingen van de individuele resultaten tonen aan dat de correlatie tussen beide methoden in goede overeenstemming is (helling 0.9928). De regressiecoëfficiënt  $R^2$  die een maat is voor de fractie van de totale variantie welke kan toegeschreven worden aan de regressielijn, bedraagt 0.8809.

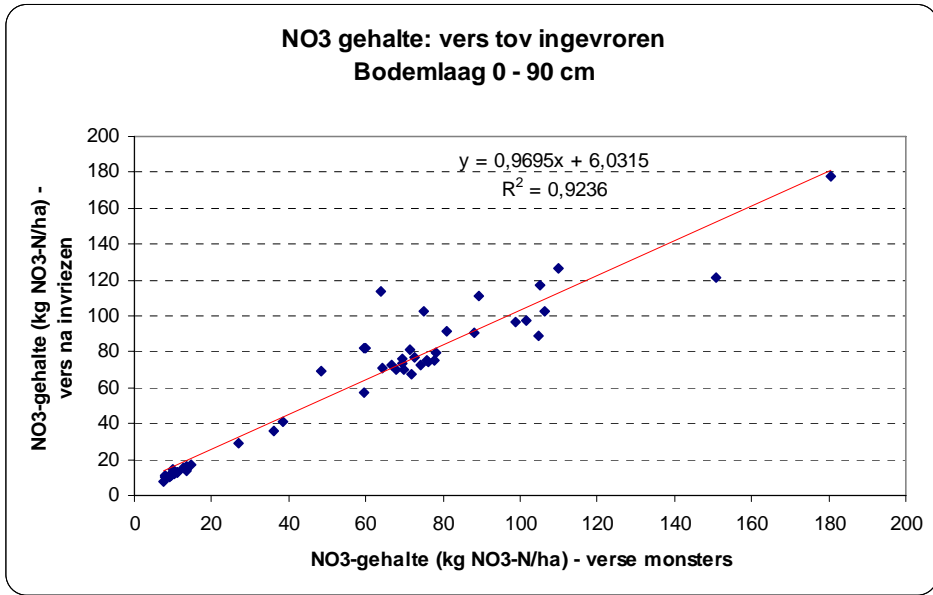
De gepaarde t-test (2-zijdig, 95% betrouwbaarheidsinterval) uitgevoerd op de vergelijkende resultaten toont aan dat deze significant verschillend zijn. Dit is te verklaren doordat na invriezen veelal een (lichte) verhoging van het nitraatgehalte wordt waargenomen.

Echter kan gesteld worden dat voor een groot deel van de geanalyseerde monstertypes er een zeer goede overeenstemming is tussen de analyseresultaten van de verse monsters en deze na invriezen. De grootste afwijkingen (verhoging na invriezen) worden vastgesteld bij de kleiachtige monsters (polders), zowel bij het akkerland als het weiland (zie bijlage 1).

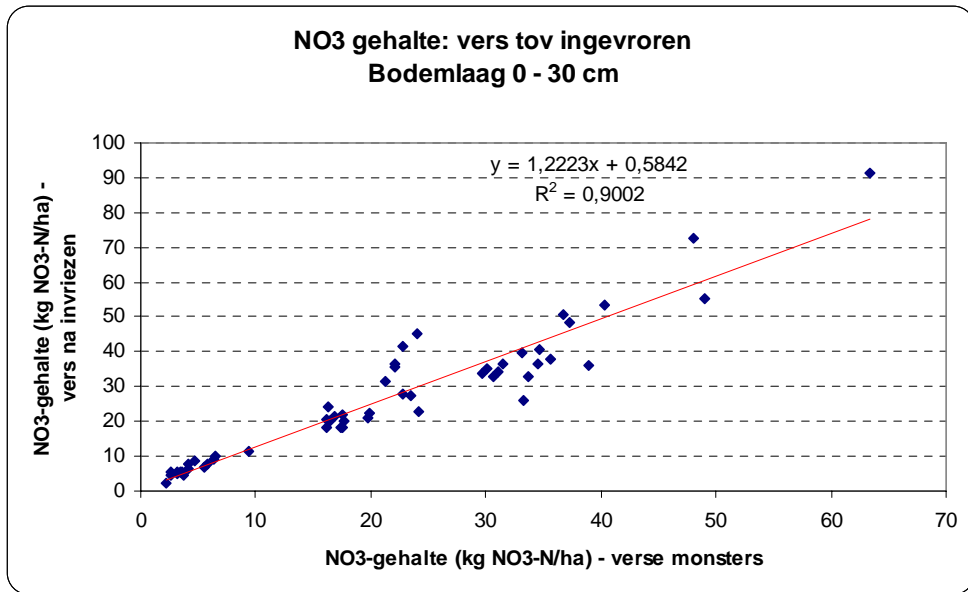
Bij vergelijking van de resultaten over het volledige diepteprofiel (0 – 90 cm) worden dezelfde bevindingen genoteerd. Bij de analyseresultaten van de bodems uit de laag 0 – 30 cm worden de grootste afwijkingen/varianties vastgesteld tussen de verse monsters en de monsters na invriezen. In deze bodemlaag zijn de aanwezige nutriënten het minste stabiel en kan er mineralisatie van de aanwezige N-verbindingen optreden.



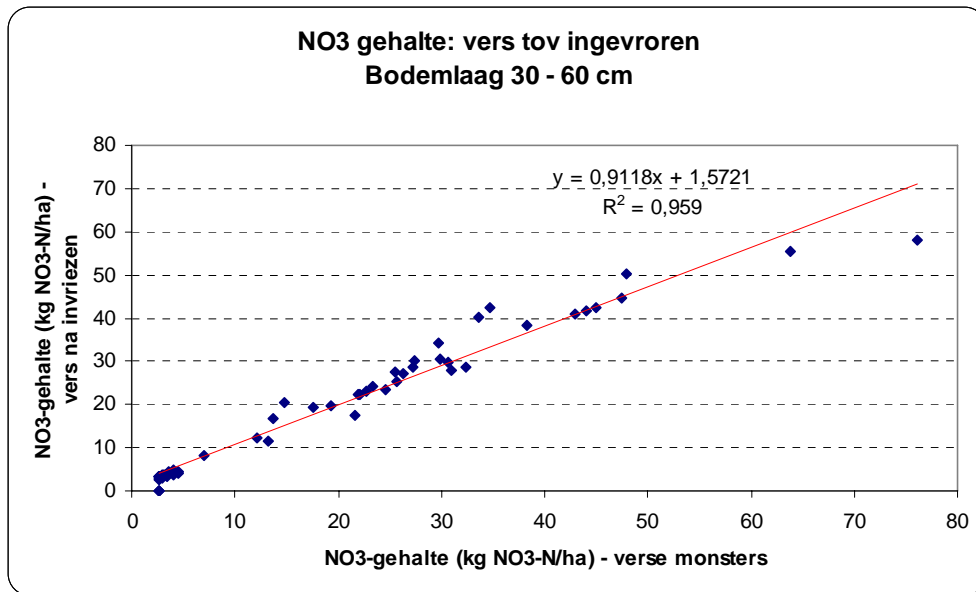
*Figuur 3: Vergelijking van alle individuele resultaten van verse monsters tov monsters na invriezen*



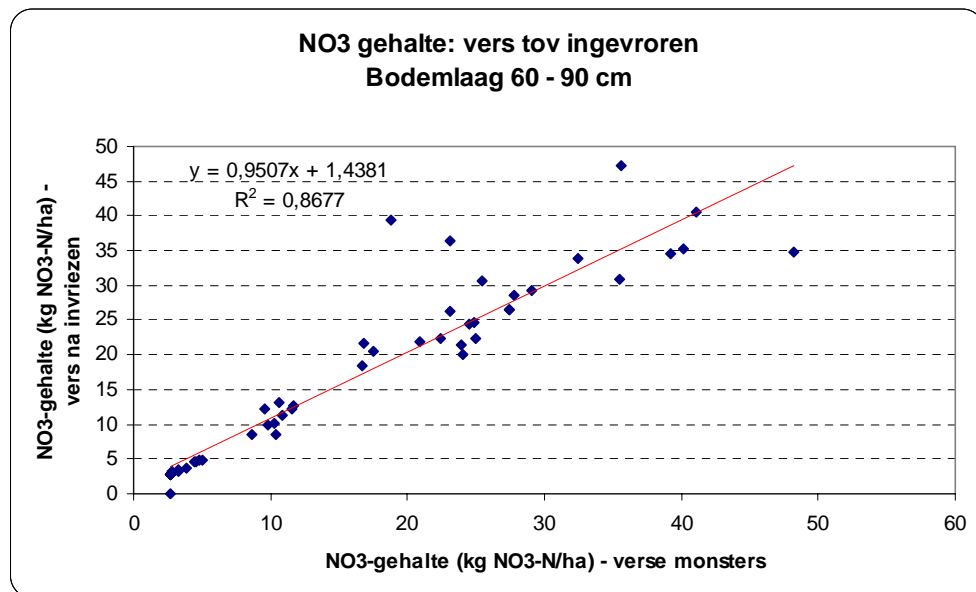
*Figuur 4: Vergelijking van de resultaten (diepte 0 – 90 cm) van verse monsters tov monsters na invriezen*



*Figuur 5: Vergelijking van de resultaten (diepte 0 – 30 cm) van verse monsters tov monsters na invriezen*



*Figuur 6: Vergelijking van de resultaten (diepte 30 – 60 cm) van verse monsters tov monsters na invriezen*



*Figuur 7: Vergelijking van de resultaten (diepte 60 – 90 cm) van verse monsters tov monsters na invriezen*

**Besluit:** Niettegenstaande verschillen in analyseresultaten worden vastgesteld tussen analyse van verse monsters en monsters na invriezen, kan gesteld worden dat voor de meeste monstertypes vergelijkbare resultaten worden bekomen. Specifieke aandacht dient besteed te worden aan kleiachtige monsters om deze zo snel mogelijk in bewerking te nemen en/of te conserveren om mogelijke mineralisatieprocessen te beperken.

### 3.3.3.2 *Vergelijkende nitraatgehalten van verse monsters en gedroogde monsters bij 40°C (gezeefd 2 mm)*

De nitraatgehalten van de verse monsters werden getoetst aan de gehalten van de gedroogde monsters (40°C, gezeefd 2 mm). Bij de analyse van de verse monsters werd de extractie uitgevoerd op 40g monster, terwijl bij de gedroogde monster 10g staal werd geëxtraheerd. De verhouding bodem: KCl werd steeds behouden (1:5).

Bij de vergelijking van de analyseresultaten werd de evaluatie steeds uitgevoerd voor:

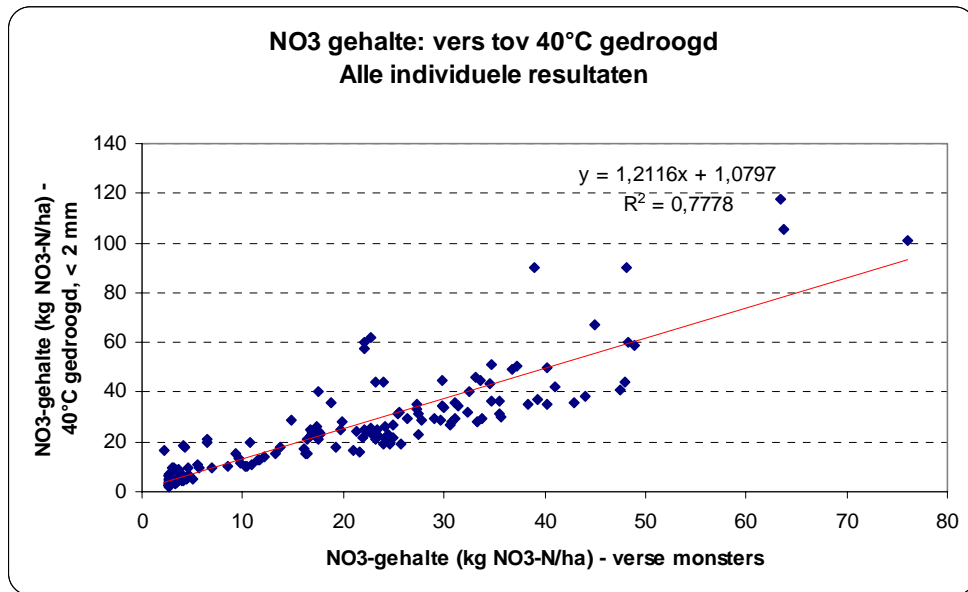
- alle individuele meetresultaten (160 metingen per voorbehandelingsmethode) (Figuur 8)
- de nitraat-N meetwaarden berekend over het totale diepteprofiel 0 – 90 cm (50 metingen per voorbehandelingsmethode) (Figuur 9)
- de nitraat-N meetwaarden bepaald in de bodemlaag 0 – 30 cm (50 metingen per voorbehandelingsmethode) (Figuur 10)
- de nitraat-N meetwaarden bepaald in de bodemlaag 30 – 60 cm (50 metingen per voorbehandelingsmethode) (Figuur 11)
- de nitraat-N meetwaarden bepaald in de bodemlaag 60 – 90 cm (50 metingen per voorbehandelingsmethode) (Figuur 12)

Willekeurig over de verschillende bodemlagen zijn bijkomend een aantal duplo analyses (in totaal 10).

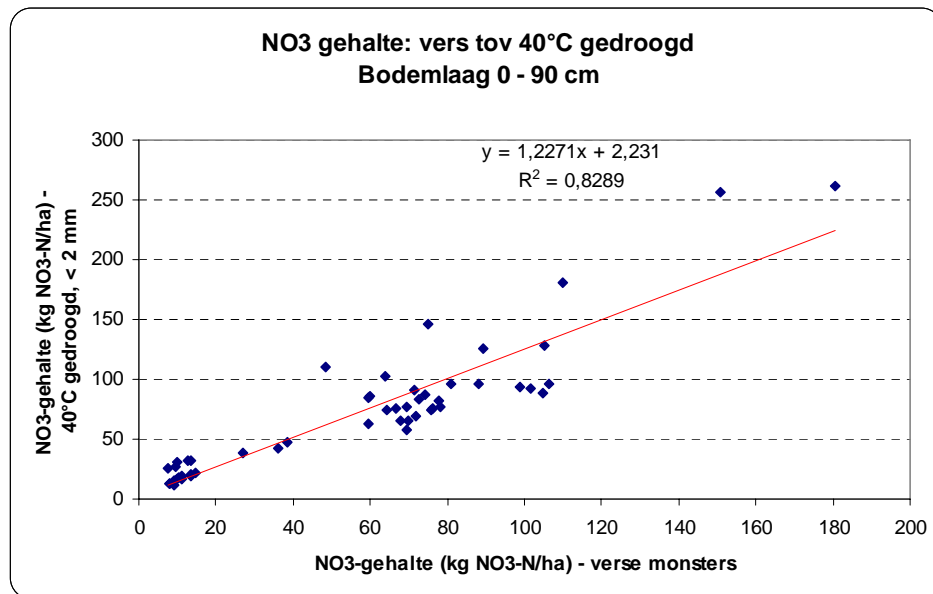
Bij vergelijking van de individuele resultaten op de verse monsters met de overeenkomstige resultaten van de gedroogde monsters (40°C) wordt een gemiddelde verhoging vastgesteld van 21% (helling 1.2116). Deze verhoging is het meest uitgesproken bij de kleiachtige bodems (polders). Bij het weiland in de polderstreek wordt zelfs een verdubbeling in nitraatgehalte vastgesteld na droging bij 40°C.

Bij evaluatie van de resultaten in functie van de profieldiepte, worden de grootste verschillen tussen de vergelijkende resultaten vastgesteld in de horizontlaag. Een gemiddelde stijging van 32% (helling 1.3238) met een regressiecoëfficiënt van 0.6906 wordt bij deze bodemlaag bekomen. Het feit dat de regressiecoëfficiënt laag is, leidt ertoe dat tussen de resultaten van de verse monsters en deze van de gedroogde monsters geen constante factor kan gedefinieerd worden. Het corrigeren van analyseresultaten met een welbepaald factor is bijgevolg geen optie om vergelijkbare waarden te bekomen tussen beide voorbehandelingsmethoden.

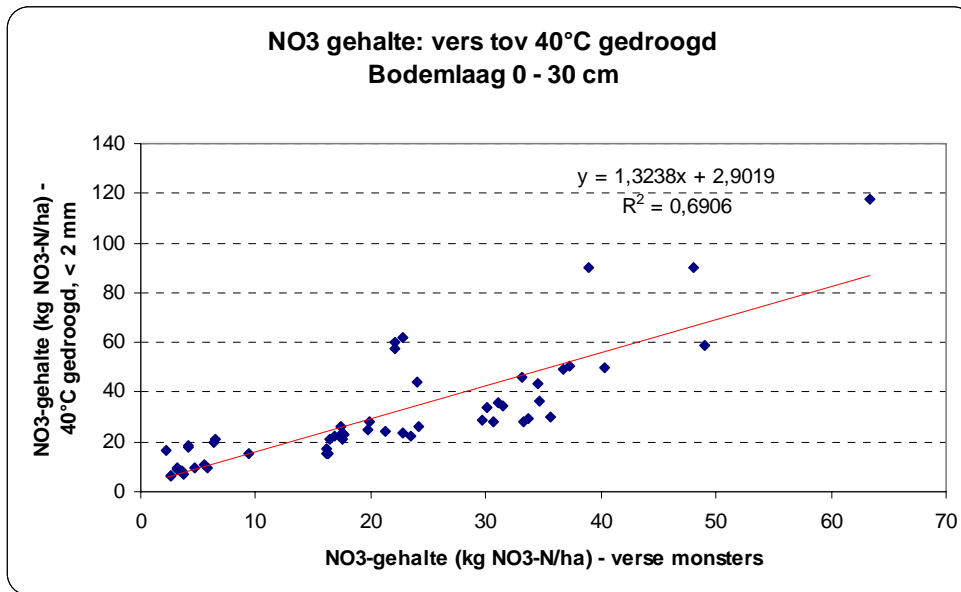
In functie van de diepte zijn de afwijkingen en de variabiliteit minder uitgesproken. Steeds dient aangekaart te worden dat de grootste verschillen worden vastgesteld bij de kleiachtige monsters.



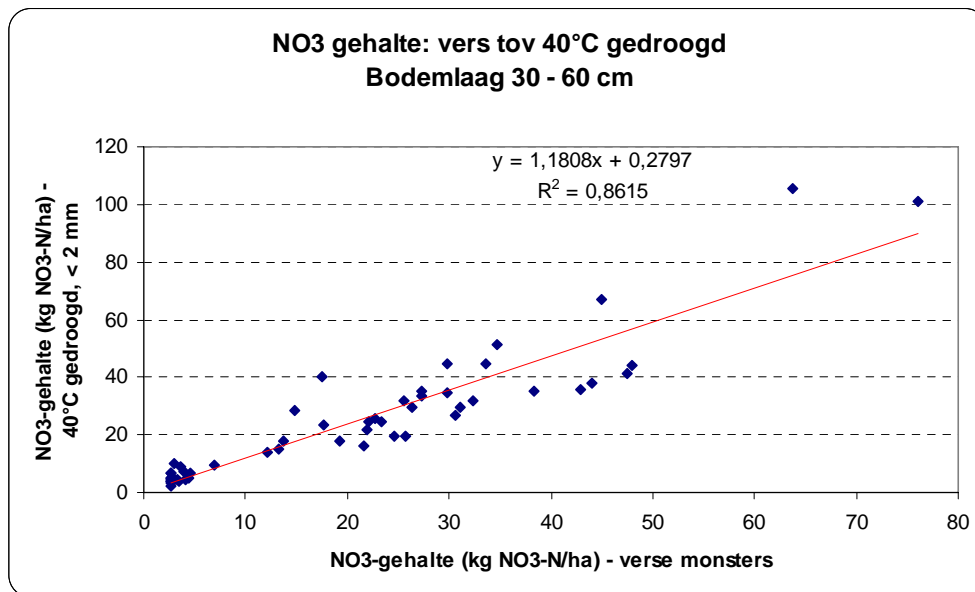
*Figuur 8: Vergelijking van alle individuele resultaten van verse monsters tov monsters gedroogd bij 40°C (gezeefd 2 mm)*



*Figuur 9: Vergelijking van de resultaten (diepte 0 – 90 cm) van verse monsters tov monsters gedroogd bij 40°C (gezeefd 2 mm)*

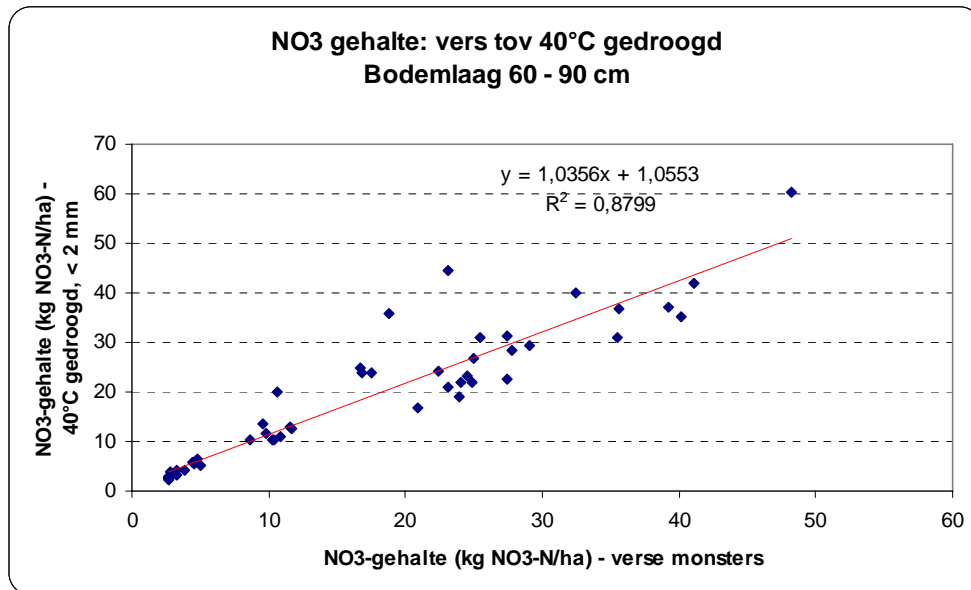


*Figuur 10: Vergelijking van de resultaten (diepte 0 – 30 cm) van verse monsters tov monsters gedroogd bij 40°C (gezeefd 2 mm)*



*Figuur 11: Vergelijking van de resultaten (diepte 30 – 60 cm) van verse monsters tov monsters gedroogd bij 40°C (gezeefd 2 mm)*





Figuur 12: Vergelijking van de resultaten (diepte 60 – 90 cm) van verse monsters tov monsters gedroogd bij 40°C (gezeefd 2 mm)

*Besluit:* De vergelijkende analysesresultaten tussen de verse monsters en de gedroogde monsters bij 40°C (gezeefd 2 mm) tonen significante verschillen aan, welke in de bodemlaag 0 – 30 cm zelfs kunnen resulteren in een gemiddelde verhoging van 32%. Bij de nitraatgehalten over het totale diepteprofiel (0 – 90 cm) wordt na drogen een gemiddelde stijging vastgesteld van 23%. De vastgestelde afwijking tussen beide methoden is monsterafhankelijk en bijgevolg geen constante.

### 3.3.3.3 Vergelijkende nitraatgehalten van monsters gedroogd bij 40°C en bij 105°C (gezeefd 2 mm)

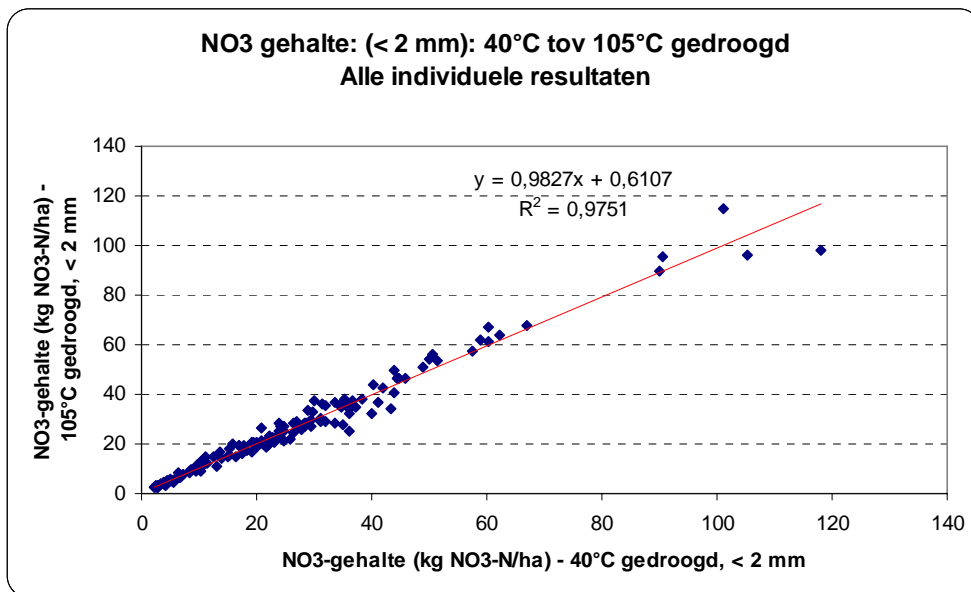
De nitraatgehalten van de gedroogde monsters bij 40°C werden getoetst aan de gehalten van de gedroogde monsters bij 105°C.

Bij de vergelijking van de analysesresultaten werd de evaluatie steeds uitgevoerd voor:

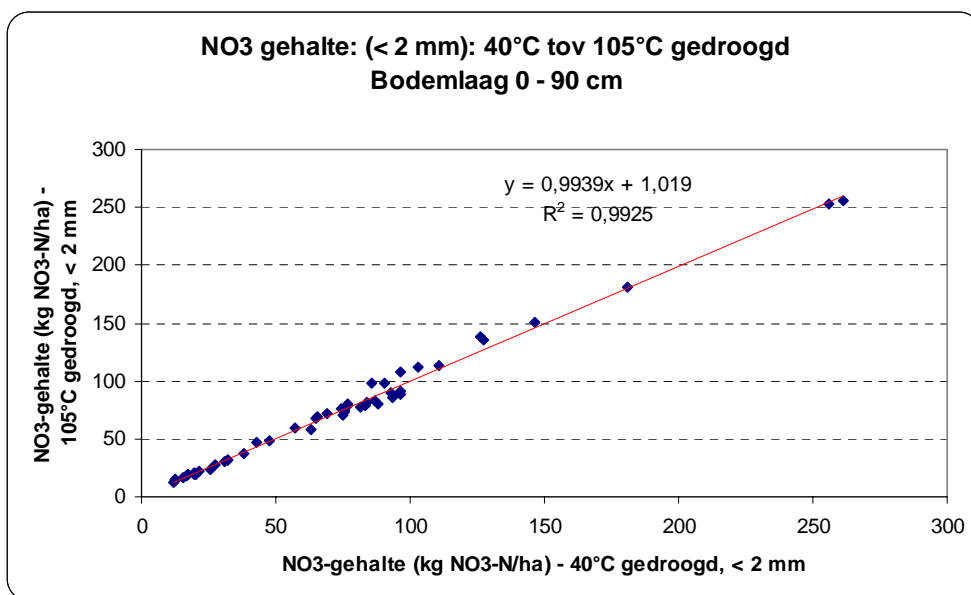
- alle individuele meetresultaten (160 metingen per voorbehandelingsmethode) (Figuur 13)
- de nitraat-N meetwaarden berekend over het totale diepteprofiel 0 – 90 cm (50 metingen per voorbehandelingsmethode) (Figuur 14)
- de nitraat-N meetwaarden bepaald in de bodemlaag 0 – 30 cm (50 metingen per voorbehandelingsmethode) (Figuur 15)
- de nitraat-N meetwaarden bepaald in de bodemlaag 30 – 60 cm (50 metingen per voorbehandelingsmethode) (Figuur 16)
- de nitraat-N meetwaarden bepaald in de bodemlaag 60 – 90 cm (50 metingen per voorbehandelingsmethode) (Figuur 17)

Voor de verschillende correlaties, onafhankelijk van het diepteprofiel of het monstertype, worden gelijkwaardige resultaten bekomen. Een gepaarde T-test (2-zijdig, 95%

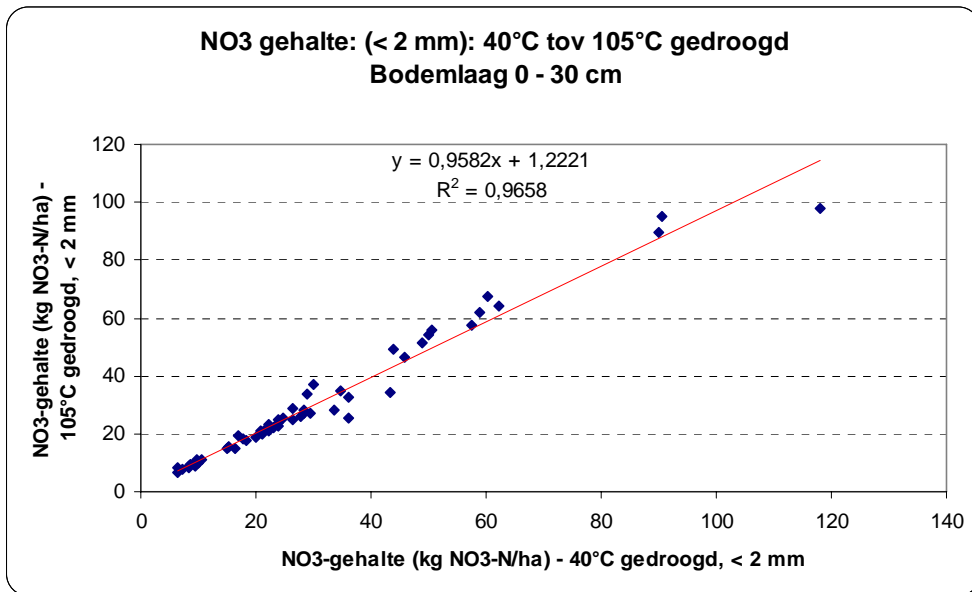
betrouwbaarheidsinterval) toont aan dat de vergelijkende nitraatresultaten niet significant verschillend zijn.



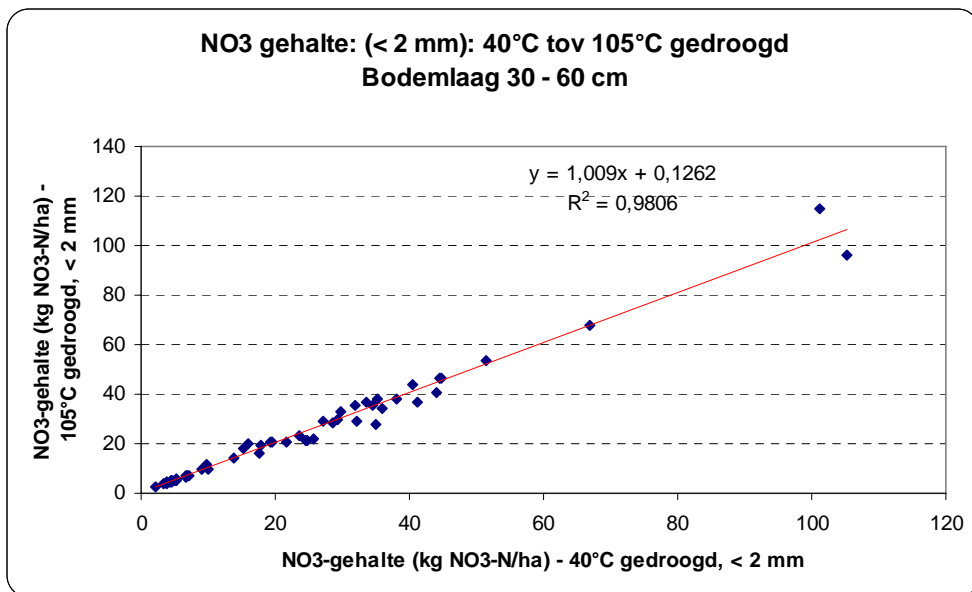
*Figuur 13: Vergelijking van alle individuele resultaten van monster gedroogd bij 40°C tov monsters gedroogd bij 105°C (gezeefd 2 mm)*



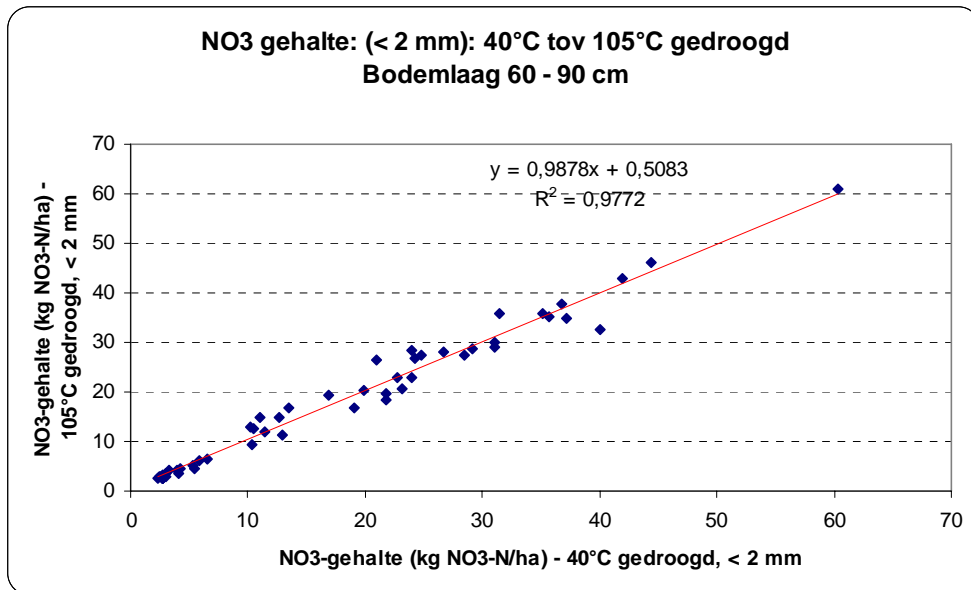
*Figuur 14: Vergelijking van de resultaten (diepte 0 – 90 cm) van monster gedroogd bij 40°C tov monsters gedroogd bij 105°C (gezeefd 2 mm)*



*Figuur 15: Vergelijking van de resultaten (diepte 0 – 30 cm) van monster gedroogd bij 40°C tov monsters gedroogd bij 105°C (gezeefd 2 mm)*



*Figuur 16: Vergelijking van de resultaten (diepte 30 – 60 cm) van monster gedroogd bij 40°C tov monsters gedroogd bij 105°C (gezeefd 2 mm)*



*Figuur 17: Vergelijking van de resultaten (diepte 60 – 90 cm) van monster gedroogd bij 40°C tov monsters gedroogd bij 105°C (gezeefd 2 mm)*

*Besluit:* De vergelijkende analysesresultaten tussen de gedroogde monsters bij 40°C en deze bij 105°C (beiden gezeefd 2 mm) zijn niet significant verschillend. In deze studie werd het drogen bij 105°C aansluitend aan het drogen bij 40°C uitgevoerd. De resultaten geven aan dat bij 40°C reeds omzettingen zijn opgetreden. Drogen bij 105°C vertrekkende vanuit het vers materiaal zal een beter beeld geven omtrent mogelijke omzettingen tijdens het droogproces bij 105°C.

### 3.3.3.4 Evaluatie van de bewaring van het verse monster bij 4°C

Van de gehomogeniseerde verse monsters werd na het nemen van de testportie voor de nitraatbepaling, het resterende deelmonster bewaard bij 4°C. Om te evalueren of een bewaring bij 4°C volstaat, werden de monsters na x tijd (tussen 3 en 8 weken) opnieuw geanalyseerd. Hierbij dient opgemerkt te worden dat de maximale bewaartijd van 3 dagen bij 4°C, zoals beschreven in ISO 14256, niet werd gerespecteerd. De monsters werden enkele weken bewaard bij 4°C om een worst case scenario te benaderen. De bekomen resultaten met vermelding van de datum van analyse zijn weergegeven in Tabel 5.

Deze resultaten tonen duidelijk aan dat bij bewaring van het monster bij 4°C over een langere periode het nitraatgehalte significant kan wijzigen t.o.v. de initiële waarde. De bekomen nitraatgehalten liggen zelfs significant hoger t.o.v. de nitraatgehalten bepaald op de monster gedroogd bij 40°C.

*Tabel 5: Nitraatresultaten na bewaring bij 4°C*

Monster	NO3 vers kg NO3-N/ ha	NO3 40 °C kg NO3-N/ ha	NO3 vers na bewaring 4°C mg N /kg ds	data vers gemeten	data na bewaring 4°C
1,10	31,4	34,7	55,7	16/10/2008	09/12/2008
2,13	19,9	28,3	71,3	21/10/2008	09/12/2008
3,01	49,0	58,8	73,5	23/10/2008	09/12/2008
3,02	33,6	44,5	46,5	23/10/2008	09/12/2008
3,07	37,3	50,7	70,9	23/10/2008	09/12/2008
3,10	40,3	49,9	67,4	23/10/2008	09/12/2008
3,13	24,0	43,8	60,5	23/10/2008	09/12/2008
4,01	22,7	62,1	105,7	04/11/2008	09/12/2008
4,05	76,0	101,2	146,6	04/11/2008	09/12/2008
4,07	48,1	90,0	150,5	04/11/2008	09/12/2008
4,08	45,0	67,0	84,8	04/11/2008	09/12/2008
4,13	38,9	90,4	109,2	04/11/2008	09/12/2008
5,07	6,5	21,0	32,2	06/11/2008	09/12/2008
6,08	47,4	41,1	47,0	13/11/2008	09/12/2008
7,14	25,7	19,3	26,0	19/11/2008	09/12/2008

### 3.3.3.5 *Beoordeling van de juistheid van de analyseresultaten i.f.v. de voorbehandelingsmethode*

Voor de bepaling van de juistheid van het analyseresultaat werden de individuele meetresultaten bekomen met één welbepaalde voorbehandelingsmethode getoetst aan de overeenkomstige meetresultaten van een andere voorbehandelingsmethode. Voor de statistische evaluatie werd de gepaarde t-test (2-zijdig, 95% betrouwbaarheidsinterval) toegepast.

Bijkomend werden de gemiddelde waarden berekend van alle individuele nitraatgehalten per monstervoorbehandeling. In Tabel 6 zijn de gemiddelde waarden weergegeven voor:

- Alle resultaten i.e. 160 individuele meetresultaten (15 meetresultaten per lokatie, 10 lokaties en 10 duplo analyses);
- Diepte 0-90 cm i.e. nitraatgehalten per profiel (5 per lokatie, 10 lokaties)
- Diepte 0-30 cm i.e. nitraatgehalten gemeten in de bodemlaag 0-30 cm (5 per lokatie, 10 lokaties)
- Diepte 30-60 cm i.e. nitraatgehalten gemeten in de bodemlaag 30-60 cm (5 per lokatie, 10 lokaties)

- Diepte 60-90 cm i.e. nitraatgehalten in de bodemlaag 60-90 cm (5 per lokatie, 10 lokaties)

Tabel 6: Gemiddeld nitraatgehalte(160 metingen) per monstervoorbehandeling

	<b>NO3 vers</b> kg NO3-N/ ha	<b>NO3 40 °C</b> kg NO3-N/ ha	<b>NO3 105 °C</b> kg NO3-N/ ha	<b>NO3</b> na bewaring -20°C kg NO3-N/ ha
Alle resultaten	19,0	24,1	24,3	20,5
Diepte 0-90 cm	57,2	72,5	73,0	61,5
Diepte 0-30 cm	21,1	30,8	30,7	26,3
Diepte 30-60 cm	20,2	24,2	24,5	21,3
Diepte 60-90 cm	15,7	17,3	17,6	17,7

Nota: inclusief duplo metingen

Van de overeenkomstige nitraatresultaten van elk monster (bepaald op verse monsters t.o.v. na diepvries/gedroogd bij 40°C/gedroogd bij 105°C) werd de individuele afwijking berekend  $[(X_1-X_2)/X_{gem}]$  alsook de gemiddelde afwijking van de overeenkomstigen analyseresultaten (n=160), het minimum, 25<sup>ste</sup> percentiel, mediaanwaarde, 75<sup>ste</sup> percentiel en het maximum. De berekeningen zijn weergegeven in Tabel 7.

Tabel 7: Afwijkingen tussen de vergelijkende resultaten i.f.v. de monstervoorbehandeling

	<b>Na diepvries</b> <b>toV</b> <b>Verse monster</b>	<b>Gedroogd 40°C</b> <b>toV</b> <b>Verse monsters</b>	<b>Gedroogd 105°C</b> <b>toV</b> <b>Verse monsters</b>
N=160			
Minimum	-38%	-31%	-36%
P25	0%	0%	0%
P50 (mediaan)	4.7%	19%	23%
P75	19%	40%	48%
Maximum	97%	152%	148%
Gemiddelde	9%	26%	28%

P: percentiel

Bij de beoordeling van de juistheid van het analyseresultaat wordt ervan uitgegaan dat de analyse uitgevoerd op het verse monster (analyse binnen 24 uur na staalname) de juiste concentratie aan nitraat-N het meest benadert<sup>7</sup>. Bijgevolg werd deze waarde als referentiewaarde weerhouden in de evaluatie van de bekomen resultaten.

Bij het uitvoeren van de gepaarde t-test (95% betrouwbaarheidsinterval) tussen de nitraatgehalten van de verse monsters met de gehalten bekomen met de andere voorbehandelingsmethoden (na invriezen, 40°C gedroogd en 105°C gedroogd) worden steeds significante verschillen bekomen. Deze bevindingen kunnen ook afgeleid worden uit de gemiddelde nitraatwaarden.

<sup>7</sup> *Methods of Soil Analysis – Part 3: Chemical Methods*, SSSA Book Series:5, Soil Society of America, America Society of Agronomy, Wisconsin USA, 1996.

Bij vergelijking van de gemiddelde nitraatwaarden van de verse monsters met deze van de monsters na invriezen wordt een gemiddelde stijging van  $\pm 9\%$  bij de individuele meetwaarden (160 metingen) van de ingevroren monsters vastgesteld (gehalte van 19.0 naar 20.5 kg NO<sub>3</sub>-N/ha). De vastgestelde stijging is het meest uitgesproken in de bovenste bodemlaag (stijging van  $\pm 25\%$ , van 21.1 naar 26.3 kg NO<sub>3</sub>-N/ha).

Bij vergelijking van de resultaten van de verse monsters en monsters na diepvries wordt vastgesteld dat 50% van de vergelijkende resultaten (range P25 – P75) een afwijking hebben tussen 0% en 19% met een mediaanwaarde bij 4.7%.

Bij vergelijking van de gemiddelde nitraatwaarden van de verse monsters met deze van de gedroogde monster bij 40°C en 105°C bedraagt de gemiddelde stijging van het nitraatgehalte zelfs  $\pm 27\%$ , waarbij in de bovenste bodemlaag deze stijging meer dan 50% bedraagt (van 21.1 naar 30.8 kg NO<sub>3</sub>-N/ha). Bij deze vergelijkende analyses wordt waargenomen dat 50% van de resultaten (range P25- P75) een afwijking hebben tussen 0% en 40 % (resp. 48%) met een mediaanwaarde van 19% (resp. 23%).

Bij toetsing van de nitraatgehalten bekomen op de 40°C gedroogde monsters met deze bekomen op de 105°C gedroogde monster worden geen significante verschillen vastgesteld. De gemiddelde waarden (160 metingen) tonen eveneens vergelijkbare waarden ongeacht de geanalyseerde bodemlaag. In deze studie werd het drogen bij 105°C aansluitend aan het drogen bij 40°C uitgevoerd. De resultaten geven aan dat bij 40°C reeds omzettingen zijn opgetreden. Drogen bij 105°C vertrekkende vanuit het vers materiaal zal een beter beeld geven omtrent mogelijke omzettingen tijdens het droogproces bij 105°C.

*Besluit:* Bij evaluatie van de juistheid van het analyseresultaat kan afgeleid worden dat geen enkele voorbehandelings/conserveringsmethode ertoe leidt dat gelijkwaardige resultaten worden bekomen met deze bepaald op de verse monsters. Echter kan gesteld worden dat de verandering in het nitraatgehalte beperkt is bij analyse van monsters na invriezen (mediaan waarde 4.7 % stijging), in vergelijking met deze bekomen bij monsters gedroogd bij 40°C of 105°C (mediaan waarde  $\pm 21\%$  stijging).

### 3.3.3.6 *Beoordeling van de precisie van de analyseresultaten i.f.v. de voorbehandelingsmethode*

Bij evaluatie van de precisie afgeleid uit de duplo analyses (n=10) van de nitraatgehalten bij eenzelfde monstervoorbehandeling wordt een precisie (95% B.I.) van 20 à 30% bekomen (zie paragraaf 3.3.2.2 op pagina 24). Er worden geen opmerkelijke verschillen vastgesteld tussen de duplo analyses van de diverse voorbehandelingen. Hierbij dient wel opgemerkt te worden dat de nitraatgehalten op een laag niveau gelegen zijn (grotendeels < 10 mg NO<sub>3</sub>-N/kg ds<sup>8</sup>).

---

<sup>8</sup> Rekening houden met een gemiddelde dichtheid van 1450 kg/m<sup>3</sup> benadert een concentratie van 20 mg N/kg gedroogd materiaal ongeveer de normwaarde van 90 kg NO<sub>3</sub>-N/ha.

Bij onafhankelijke duplo analyses van nitraatmetingen uitgevoerd in het kader van blinde controleanalyses<sup>9</sup> werd in het verleden een precisie lager dan 10% (95% B.I.) bekomen. De concentratieniveaus zijn wel een factor 2 à 3 hoger gelegen dan in deze studie.

De bekomen precisie van ringtestresultaten in het kader van de erkenningen en derdelijnscontrole die jaarlijks worden georganiseerd, is gesitueerd tussen 10 à 20% (95% B.I.) bij een concentratieniveau tussen 10 en 47 mg NO<sub>3</sub>-N/kg ds.

In deze studie werd uit de individuele nitraatgehalten van de bodemonsters, op verschillende manieren voorbehandeld, de variatiecoëfficiënten berekend tussen de vergelijkende analyseresultaten. De analyseresultaten bepaald op de verse monsters werden telkens getoetst met deze van de andere voorbehandelingsmethoden. Bij analyse van verse monsters en gedroogde monsters (bij 40°C en 105°C) kan de variatiecoëfficiënt (95% B.I.) oplopen tot resp. 62 en 65%.

*Tabel 8: Variatiecoëfficiënt (CV<sub>R</sub>) van vergelijkende analyseresultaten i.f.v. de monstervoorbehandeling*

Monstervoorbehandelingsmethode	Aantal analyses	CV <sub>R</sub> (%)
Verse monsters – gedroogd 40°C	160	62%
Verse monsters – gedroogd 105°C	160	65%
Verse monsters – na invriezen	160	30%

Nota: CV<sub>R</sub> berekend bij 95% betrouwbaarheidsinterval

De variatiecoëfficiënt (95% B.I.) berekend tussen de verse monsters en de monsters na invriezen bedraagt 30%, wat aansluit bij de precisie die wordt bekomen bij de duplo analyses binnen 1 voorbehandelingsmethode (i.e. 20 à 30% bij het gemeten concentratieniveau in deze studie).

*Besluit:* Bij evaluatie van de precisie afgeleid uit de duplo analyses (n=10) van de nitraatgehalten bij eenzelfde monstervoorbehandeling wordt een precisie (95% B.I.) van ongeveer 20% bekomen. De variatiecoëfficiënt (95% B.I.) berekend op de vergelijkende nitraatgehalten van verse monsters en monsters na invriezen (n=160) bedraagt 30%. De variatiecoëfficiënt bekomen tussen de verse monsters en gedroogde monsters ligt meer dan een factor 2 hoger.

### 3.4 Besluit – monstervoorbehandeling

In deze onderzoeksstudie werd geëvalueerd welke invloed de toegepaste voorbehandelingsmethode kan hebben op het uiteindelijke nitraatgehalte. Nitraat bepalingen werden uitgevoerd op verse monsters, op monsters na invriezen en op gedroogde monsters bij 40°C en 105°C (beiden gezeefd 2 mm). Uit de bekomen analyseresultaten werd zowel de juistheid als de precisie op het analyseresultaat bij toepassing van de verschillende voorbehandelingen berekend.

<sup>9</sup> C. Vanhoof, A. Cluyts, K. Duyssens en K. Tirez, *Blinde controles: bepaling van nitraat in bodem*, Vito rapport 2008/MIM/R/020.



Bij de beoordeling van de analyseresultaten werd ervan uitgegaan dat de analyse uitgevoerd op het verse monster (analyse binnen 24 uur na stalname) de juiste concentratie aan nitraat-N het meest benadert. Bijgevolg werd deze waarde als referentiewaarde weerhouden in de evaluatie van de bekomen resultaten.

Volgende bevindingen konden in deze studie worden vastgesteld:

- De vergelijkende analyseresultaten tussen de verse monsters en de gedroogde monsters bij 40°C (gezeefd 2 mm) tonen significante verschillen aan, welke in de bodemlaag 0 – 30 cm diepte zelfs kunnen resulteren in een gemiddelde verhoging van 32%. Bij de nitraatgehalten over het totale diepteprofiel (0 – 90 cm) wordt na drogen een gemiddelde stijging vastgesteld van 23%. De vastgestelde afwijking tussen beide methoden is monsterafhankelijk en bijgevolg geen constante.
- De analyseresultaten bekomen na drogen van de monsters bij 40°C en bij 105°C (beiden gezeefd 2 mm) zijn niet significant verschillend.
- Bij evaluatie van de juistheid van het analyseresultaat kan afgeleid worden dat geen enkele voorbehandelings/conserveringsmethode ertoe leidt dat gelijkwaardige resultaten worden bekomen met deze bepaald op de verse monsters (gepaarde t-test, 95% betrouwbaarheidsinterval). Echter kan gesteld worden dat de verandering in het nitraatgehalte beperkt is bij analyse van monsters na invriezen (4.7% stijging van de mediaanwaarde), in vergelijking met deze bekomen bij monsters gedroogd bij 40°C of 105°C ( $\pm 21\%$  stijging van de mediaanwaarde). In deze studie werden voornamelijk voor de kleiachtige bodems significante verhogingen vastgesteld (na drogen bij 40°C en 105°C significanter dan na invriezen).
- Bij evaluatie van de precisie afgeleid uit de duplo analyses (n=10) van de nitraatgehalten bij eenzelfde monstervoorbehandeling wordt een precisie (95% B.I.) van ongeveer 20% bekomen.

Voor de bepaling van nitraat in bodem wordt geadviseerd om de analyses uit te voeren op verse bodemmonsters omwille van de volgende redenen:

- Analyses uitgevoerd op verse bodemmonsters geven de meest correcte weergave van het aanwezige nitraatgehalte. Indien bodemmonsters worden gedroogd, kunnen mineralisatieprocessen optreden die resulteren in een significante verhoging van het nitraatgehalte.
- Bepaling van ammonium dient uitgevoerd te worden op verse monsters omdat bij droging vervluchtiging van ammonium kan optreden. Bij analyse van verse bodemmonsters voor de bepaling van ammonium en nitraat kunnen deze op hetzelfde extract worden uitgevoerd.
- Deze methodiek is beschreven in de Internationale normmethode ISO 14256 en de analyses kunnen uitgevoerd worden conform de beschreven richtlijnen:
  - o ISO 14256-1:2003 Soil quality – Determination of nitrate, nitrite and ammonium in field moist soils using potassium chloride solution as extractant – Part 1: Manual method
  - o ISO 14256-2:2005 Soil quality – Determination of nitrate, nitrite and ammonium in field moist soils using potassium chloride solution as extractant – Part 1: Automated method with segmented flow analysis

Voor de bewaring van de verse bodemmonsters kan het monster worden ingevroren bij  $\leq -20^{\circ}\text{C}$ .

In deze studie werd de duur van de bewaring bij 4°C en in de diepvries niet geëvalueerd. Hiervoor kunnen de richtlijnen voor monsterbehandeling en -bewaring zoals beschreven in ISO 14256 opgevolgd worden namelijk:

Tijdens de monstername dient opwarming van het monster vermeden te worden;

- Tijdens het transport naar het laboratorium mag het monster niet opwarmen. Het gebruik van een koelbox is aanbevolen, voornamelijk in de lente en zomer;
- Indien de monsters worden geanalyseerd binnen 3 dagen, kunnen deze bewaard worden bij 4°C. Indien niet, dienen deze bewaard te worden bij -20°C (ingevroren), waardoor de bewaartijd wordt verlengd tot enkele weken zonder significante wijzigingen in het gehalte aan minerale stikstof;
- Wanneer het gehalte aan minerale stikstof wordt bepaald op de ingevroren monsters, dient de temperatuur en de duur van het ontdooiproces onder gecontroleerde omstandigheden uitgevoerd te worden. De monsters kunnen worden ontdooid bij kamertemperatuur indien deze worden gehomogeniseerd en geëxtraheerd binnen 4 uur na aanvang van het ontdooien. Ontdooien bij 4°C is ook mogelijk, maar de duur van het ontdooien mag niet meer zijn dan 48 uur;
- De tijd nodig om het monster te ontdooien wordt sterk beïnvloed door de monstergrootte. Indien bodemmonsters niet kunnen worden geanalyseerd binnen de vereiste periode voor verse monsters, en daardoor dienen ingevroren te worden, is het aanbevolen om de bodemmonsters te homogeniseren vooraleer deze in te vriezen. Enkel de hoeveelheid nodig voor analyse wordt dan ingevroren.
- Het laboratoriummonster wordt aangemaakt door het originele of het ontdooide diepgevroren monster te homogeniseren. De homogenisatie kan worden uitgevoerd door het totale monster grondig te mengen ofwel met de handen of een mechanische mixer, waarbij de aggregaten worden verdeeld in deeltjes kleiner dan 5 mm in diameter.
- Na extractie met KCl dienen de relevante stikstof fracties onmiddellijk bepaald te worden, of ten laatste 1 dag na de extractie. Indien dit niet mogelijk is, kunnen de extracten bewaard worden in de koelkast bij temperaturen lager dan 4°C voor maximum 1 week.

Deze richtlijnen zijn bespreekbaar binnen de werkgroep.

## 4 INVLOED VAN DE BOORDIAMETER OP HET NITRAATGEHALTE IN BODEMSTALEN

### 4.1 Beschrijving statistische verwerking

In deze studie werd gebruik gemaakt van reële gronden wat wil zeggen dat de “werkelijke waarde” van het nitraat gehalte niet gekend is. Op basis van louter vergelijking van resultaten kan geen besluit genomen worden over de juistheid van resultaten. Wel kan de afwijking van resultaten ten opzichte van elkaar worden beoordeeld als maat voor een spreiding. De monsters genomen op een zelfde terrein, zelfde plaats en zelfde diepte kunnen als duplo’s worden beschouwd.

Om de resultaten van de verschillende boren en het aantal boringen te kunnen vergelijken is er vanuit een duplo benadering vertrokken. Naast duplo’s bij analyse werden ook duplo bemonsteringen uitgevoerd.

Voor de laag 0-30 cm werd met de 20 mm boor tweemaal nagenoeg op dezelfde plaats een tweede monster genomen, voor laag 30 tot 60 cm en laag 60 tot 90 cm werd dit ook uitgevoerd maar met een 13 mm boor. Beide monsters werden aan het laboratorium aangeboden en geanalyseerd. Verder werden monsters genomen met boren van 30 en 40 mm. Met de dunste boor (boor van 13 mm) werden ook 15 en 30 steken genomen.

Voor deze studie werd enkel gebruik gemaakt van de resultaten van de nitraat bepaling op verse monsters zodat bijkomende factoren die kunnen leiden tot spreiding van de resultaten al dan niet toewijsbaar aan de boordiameter, worden vermeden. De standaardafwijking (s) en de variatiecoëfficiënten (CV in %) werd als maat voor de spreiding gehanteerd. De formules vind je in onderstaande paragraaf.

Als voor het betreffende meetbereik de standaardafwijking onafhankelijk mag worden verondersteld van de waarde van de meetgrootte (homogeniteit van de varianties), dan mogen de n standaardafwijkingen uit duplo’s worden samengevoegd en kan s berekend worden als<sup>10</sup>:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_{i1} - x_{i2})^2}{2n}}$$

s = standaardafwijking, in eenheid analyseresultaat  
n = aantal monsters in duplo geanalyseerd, n ≥ 5  
x<sub>i1</sub> = eerste analyseresultaat van een duplo-analyse op monster i  
x<sub>i2</sub> = tweede analyseresultaat van een duplo-analyse op monster i

Als voor het betreffende meetbereik de variatiecoëfficiënt onafhankelijk mag worden verondersteld van de waarde van de meetgrootte, dan mogen de n variatiecoëfficiënten uit duplo’s worden samengevoegd en kan de variatiecoëfficiënt CV, worden berekend uit de genormaliseerde verschillen als<sup>10</sup>:

<sup>10</sup> ontwerp NEN 7777: 2001; AP 04 SG: 1998

$$CV = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n \left( \frac{x_{i1} - x_{i2}}{0.5(x_{i1} + x_{i2})} \right)^2}{2n}} \times 100(\%)$$

CV = variatiecoëfficiënt, in %  
n = aantal monsters in duplo geanalyseerd,  
n ≥ 5  
x<sub>i1</sub> = eerste analyseresultaat van een duplo-analyse op monster i  
x<sub>i2</sub> = tweede analyseresultaat van een duplo-analyse op monster i

Om de resultaten als duplo's te gebruiken werd er vanuit gegaan dat de boordiameter geen invloed heeft op de spreiding van de resultaten. Dit wil zeggen dat monsters genomen met andere boren op hetzelfde veld, dezelfde bemonsteringsplaats en dezelfde diepte ook als duplo's werden beschouwd. Er werden standaarddeviaties, varianties en variatiecoëfficiënten berekend gebruik makend van de resultaten van de verschillende boren.

De boor met diameter 20 mm werd als referentie beschouwd gezien deze oorspronkelijk was vooropgesteld in het BAM. De bekomen varianties ( $\sigma^2$  = variantie voor laag 0-30 cm met 20 mm boor en voor 30-60 cm en 60-90 cm met 13 mm boor) zijn te beschouwen als referentiewaarden.

Met de Chikwadraattoets kun je bepalen of er een verband bestaat tussen twee variabelen. Deze toets is gebaseerd op een vergelijking van de waargenomen waarden in een tabel met wat je zou kunnen verwachten als de twee verdelingen geheel onafhankelijk zouden zijn. Met andere woorden: je beoordeelt de kans dat de gegevens in een tabel door toeval kunnen voorkomen. Met een Chikwadraattoets wordt getest of het verschil tussen een steekproefvariantie  $s^2$  en een gespecificeerd waarde  $\sigma^2$  significant is. De nulhypothese  $H_0$  stelt dat er geen verschil is tussen  $s^2$  en  $\sigma^2$ . De varianties ( $\sigma^2$ ) worden vergeleken met de varianties ( $s^2$ ) bekomen uit de vergelijking van de 20 mm boor met een ander boor en/of ander aantal boorsteken als duplo te beschouwen.

## 4.2 Resultaten statistische evaluatie

Bij de statistische evaluatie van de resultaten werden volgende stappen ondernomen:

- (1) Berekening van de *standaardafwijking van de analyse (Tabel 9)*, berekend uit duplo resultaten van 10 willekeurige monsters (zie Tabel 1). Deze 10 monsters werden willekeurig (zonder rekening te houden met boordiameter of diepte) gekozen uit het aanbod (wel één per monsternameplaats). Deze standaardafwijking is gelijk aan 0.53. Het gaat hier wel over analyses op vers materiaal. De invloed van de monstervoorbereiding werd niet meegenomen in de evaluatie van de invloed van de boordiameter.
- (2) Berekening van de *standaardafwijking (Tabel 9) en variatiecoëfficiënt (Tabel 10) van de monstername voor de referentiewaarden*. Hiervoor werd gebruik gemaakt van de duplo analyseresultaten voor laag 0-30 cm met een 20 mm boor en voor 30-60 cm en 60-90 cm met een 13 mm boor. Dit resulteert in een standaardafwijking van respectievelijk 1.05, 2.60 en 1.70, en een variatiecoëfficiënt van respectievelijk 22.3%, 29.2% en 34.7%.

Tabel 9: Standaardafwijkingen duplo's (aantal 10) van analyse (onafhankelijk van monstername en dieptes) en monstername

Duplo analyse	0.53		
	Laag 0-30 cm Boren 20-20 mm Aantal steken 15 - 15	Laag 30-60 cm Boren 13- 13 mm Aantal steken 15 -15	Laag 60-90 cm Boren 13-13 mm Aantal steken 15 - 15
Duplo monstername	1.05	2.60	1.70

Tabel 10: Variatiecoëfficiënt(CV in %) van duplo's(10) van monstername

	Laag 0-30 cm Boren 20-20 mm Aantal steken 15 - 15	Laag 30-60 cm Boren 13- 13 mm Aantal steken 15 -15	Laag 60-90 cm Boren 13-13 mm Aantal steken 15 - 15
Duplo monstername	22.3	29.2	34.7

(3) Berekening van de *standaardafwijking* (Tabel 11) en *variatiecoëfficiënt* (Tabel 12) van de *monstername in functie van de boordiameter*.

Voor de bodemlaag 0 -30 cm werden de berekeningen gedaan op:

- o duplo analyses van één monster bekomen met een 20 mm boor (15 steken per terrein) en één monster bekomen met 13 mm boor (15 steken per terrein): standaardafwijking 2.49 en een variatiecoëfficiënt van 31.6%;
- o duplo analyses van één monster bekomen met 20 mm boor (15 steken per terrein) en één monster bekomen met 13 mm boor (30 steken per terrein): standaardafwijking 1.70 en een variatiecoëfficiënt van 26.9%
- o duplo analyses van één monster bekomen met 20 mm boor (15 steken per terrein) en één monster bekomen met 40 mm boor (15 steken per terrein): standaardafwijking 2.00 en een variatiecoëfficiënt van 23.9%

Voor de bodemlaag 30-60 cm werden de berekeningen gedaan op:

- o duplo analyses van één monster bekomen met 20 mm boor (15 steken per terrein) en één monster bekomen met 13 mm boor (15 steken per terrein): standaardafwijking 3.20 en een variatiecoëfficiënt van 44.7%
- o duplo analyses van één monster bekomen met 20 mm boor (15 steken per terrein) en één monster bekomen met 13 mm boor (30 steken per terrein): standaardafwijking 1.80 en een variatiecoëfficiënt van 30.9%
- o duplo analyses van één monster bekomen met 20 mm boor (15 steken per terrein) en één monster bekomen met 30 mm boor (15 steken per terrein): standaardafwijking 3.00 en een variatiecoëfficiënt van 38.9 %

Voor de bodemlaag 60-90 cm werden de berekeningen gedaan op:

- o duplo analyses van één monster bekomen met 20 mm boor (15 steken per terrein) en één monster bekomen met 13 mm boor (15 steken per terrein): standaardafwijking 2.00 en een variatiecoëfficiënt van 39.7%
- o duplo analyses van één monster bekomen met 20 mm boor (15 steken per terrein) en één monster bekomen met 13 mm boor (30 steken per terrein): standaardafwijking 0.70 en een variatiecoëfficiënt van 21.0%

Tabel 11: Standaardafwijkingen duplo's (aantal: 10, \*8, \*\*9) van monstername gebruik makend van verschillende boren

	Boren 20-13 mm Aantal steken 15 - 15	Boren 20- 13 mm Aantal steken 15 -30	Boren 20-40 mm Aantal steken 15 - 15
Laag 0-30 cm	2.49	1.70	2.00*
	Boren 20-13 mm Aantal steken 15 - 15	Boren 20- 13 mm Aantal steken 15 -30	Boren 20-30 mm Aantal steken 15 - 15
Laag 30-60 cm	3.20	1.80**	3.00*
	Boren 20-13 mm Aantal steken 15 - 15	Boren 20- 13 mm Aantal steken 15 -30	
Laag 60-90 cm	2.00*	0.70*	

Tabel 12: Variatiecoëfficiënten (CV in %) duplo's (aantal: 10, \*8, \*\*9) van monsternamen gebruik makend van verschillende boren

	Boren 20-13 mm Aantal steken 15 - 15	Boren 20- 13 mm Aantal steken 15 -30	Boren 20-40 mm Aantal steken 15 - 15
Laag 0-30 cm	31.6	26.9	23.9*
	Boren 20-13 mm Aantal steken 15 - 15	Boren 20- 13 mm Aantal steken 15 -30	Boren 20-30 mm Aantal steken 15 - 15
Laag 30-60 cm	44.7	30.9**	38.9*
	Boren 20-13 mm Aantal steken 15 - 15	Boren 20- 13 mm Aantal steken 15 -30	
Laag 60-90 cm	39.7*	21.0*	

- (4) Berekening van de *Chikwadraat waarde* (Tabel 13). De chikwadraat waarde wordt berekend door het aantal duplo's min één te vermenigvuldigen met de varianties ( $s^2$ ) en daarna te delen door  $\sigma^2$ . Deze waarde wordt vergeleken met een kritische waarde. Wanneer de waarde hoger is dan de 99% waarde of kleiner is dan de 1% waarde dat is het verschil significant. In praktijk is de chikwadraatwaarde voor de vergelijking tussen het resultaat met twee monsters met een 20 mm boor en één monster bekomen met een 20 mm boor en een monster met een 13 mm boor (telkens 15 steken per terrein) 50.61. Dit wordt vergeleken met de kritische waarde voor 10 resultaten (  $10-1=9$  vrijheidsgraden) met een betrouwbaarheid van 99%. Deze kritische waarden zijn: 2.09 (alle waarden kleiner dan deze waarde hebben statistisch een kans van 1%) en 21.67 (alle waarden groter dan deze waarde hebben statistisch een kans van 1%). Dus hier is de bekomen waarde van 50.61 duidelijk groter dan 21.67 en daarmee statistisch significant.

Voor de bodemlaag 0 -30 cm werd het verschil van de duplo analyses (2 monsters) van de 20 mm boor (15 steken per terrein) getoetst met:

- o het verschil van de duplo analyses van één monster bekomen met 20 mm boor (15 steken per terrein) en één monster bekomen met 13 mm boor (15 steken per terrein);
- o het verschil van de duplo analyses van één monster bekomen met 20 mm boor (15 steken per terrein) en één monster bekomen met 13 mm boor (30 steken per terrein);
- o het verschil van de duplo analyses van één monster bekomen met 20 mm boor (15 steken per terrein) en één monster bekomen met 40 mm boor (15 steken per terrein).

Voor de bodemlaag 30-60 cm werd het verschil van de duplo analyses (2 monsters) van de 13 mm boor (15 steken per terrein) getoetst met:

- het verschil van de duplo analyses van één monster bekomen met 20 mm boor (15 steken per terrein) en één monster bekomen met 13 mm boor (15 steken per terrein);
- het verschil van de duplo analyses van één monster bekomen met 20 mm boor (15 steken per terrein) en één monster bekomen met 13 mm boor (30 steken per terrein);
- het verschil van de duplo analyses van één monster bekomen met 20 mm boor (15 steken per terrein) en één monster bekomen met 30 mm boor (15 steken per terrein).

Voor de bodemlaag 60-90 cm werd het verschil van de duplo analyses (2 monsters) van de 13 mm boor (15 steken per terrein) getoetst met:

- het verschil van de duplo analyses van één monster bekomen met 20 mm boor (15 steken per terrein) en één monster bekomen met 13 mm boor (15 steken per terrein);
- het verschil van de duplo analyses van één monster bekomen met 20 mm boor (15 steken per terrein) en één monster bekomen met 13 mm boor (30 steken per terrein).

*Tabel 13: Chikwadraat waarden*

	Kritische waarde n = 9 (1%-99%)	Kritische waarde n = 9 (1%-99%)	Kritische waarde n = 7 (1%-99%)
	2.09 -21.67	2.09 – 21.67	1.24 – 18.48
	Boren 20-13 mm Aantal steken 15 - 15	Boor 20- 13 mm Aantal steken 15 -30	Boor 20-40 mm Aantal steken 15 - 15
Laag 0-30 cm Chikwadraat waarde	50.61	23.59	25.40
	Kritische waarde n = 9 (1%-99%)	Kritische waarde n = 8 (1%-99%)	Kritische waarde n = 7 (1%-99%)
	2.09 – 21.67	1.65 – 20.09	1.24 -18.48
	Boren 20-13 mm Aantal steken 15 - 15	Boor 20- 13 mm Aantal steken 15 -30	Boor 20-30 mm Aantal steken 15 - 15
Laag 30-60 cm Chikwadraat waarde	13.63	3.83	9.32
	Kritische waarde n = 7 (1%-99%)	Kritische waarde n = 7 (1%-99%)	
	1.24 – 18.48	1.24 – 18.48	
	Boren 20-13 mm Aantal steken 15 - 15	Boor 20- 13 mm Aantal steken 15 -30	
Laag 60-90 cm Chikwadraat waarde	9.69	1.19	

Uit de chikwadraat analyse blijkt duidelijk dat voor de bodemlaag 0 - 30 cm alle drie de bekomen waarden groter zijn dan de kritische waarde op het 99% betrouwbaarheidsniveau. Voor de bodemlaag 30 – 60 cm is statistisch geen enkele waarde significant verschillend. Bij de bodemlaag 60 - 90 cm is het resultaat van 15 steken met een 13 mm boor als

duplobepaling niet verschillend van de duplo van 20 mm en 13 mm eveneens 15 steken. Het resultaat bij 30 steken is wel significant verschillend maar is een randgeval. De kritische waarde is 1.24 en de bekomen waarde is 1.19. Gezien dit het enige resultaat is voor de lagen 30 - 60 en 60 - 90 cm dat een significant verschil aantoont, wensen we hier geen rekening mee te houden.

### 4.3 Besluit – boordiameter

Volgens de huidige procedure beschreven in het BAM dient voor bodemstaalnames een aangepaste boor gebruikt te worden. In voorgaande versies van BAM (vóór mei 2005) werd beschreven dat de buitendiameter van elke gebruikte boor (zowel enkele als set) minstens 20 mm bedraagt.

In de N-(eco)<sup>2</sup> studie werd als compromis vooropgesteld dat minimaal 15 boorsteken dienen te worden genomen om binnen een aanvaardbare precisie het nitraatstikstofresidu te bepalen en de ruimtelijke variabiliteit te ondervangen.<sup>11</sup> In het BAM werd verder een strikt bemonsteringspatroon en een maximale perceelsgrootte van 2.2 hectare als bijkomende restricties opgelegd.

Om de invloed van de boordiameter op het eindresultaat van een nitraatbepaling te evalueren werden in deze studie volgende boren gebruikt: 13 mm, 20 mm, 30 mm en 40 mm. Daarnaast werd ook met de dunste boor (13 mm) het aantal steken van 15 per 2.2 ha naar 30 verhoogd. Op 10 verschillende percelen, 5 graslanden en 5 akkerlanden, werden bemonsteringen uitgevoerd op drie verschillende dieptes van respectievelijk 30 cm, 60 cm en 90 cm.

De statistische verwerking van de bekomen nitraatresultaten is gebaseerd op duplo-analyses. Op basis van een Chi-kwadraat toets werd getest of het verschil tussen varianties significant is.

Uit de studie blijkt dat in de bovenste laag (0 - 30 cm) het gebruik van verschillende boren en een verschillend aantal steken aanleiding geeft tot statistisch verschillende varianties. Voor de twee volgende lagen (30 - 60 cm en 60 - 90 cm) wordt dit niet bevestigd.

We concluderen dat voor de bovenste bodemlaag (0 - 30 cm) bij het gebruik van eenzelfde boordiameter en eenzelfde aantal steken de meest vergelijkbare resultaten worden bekomen. In de N-(Eco)<sup>2</sup> studie en de daarin vermelde wetenschappelijke publicaties wordt vermeld dat boordiameters kleiner dan 2 cm moeten vermeden worden. Uitgaande van 15 steken per terrein wordt voorgesteld om de 20 mm boor (binnendiameter) als enige toegestane boor voor de bovenste laag op te nemen in het BAM. Voor de twee volgende lagen is de keuze van boordiameter voor het bekomen van vergelijkbare resultaten minder kritisch, maar wordt de selectie hiervan bepaald door de praktische uitvoering. Een boordiameter groter dan 20 mm is niet mogelijk, eenzelfde diameter kan mogelijk aanleiding geven tot contaminatie vanuit de bovenste laag. Bijgevolg is het gebruik van een boor met diameter 13 mm (mogelijk met een nuttige lengte van 60 cm zodat beide lagen in één beweging kunnen worden bemonsterd) het meest aangewezen.

---

<sup>11</sup> *Bepaling van de hoeveelheid minerale stikstof in de bodem als beleidsinstrument – N-(eco)<sup>2</sup>*, studie uitgevoerd door een consortium (BDB, KUL, RUG) in opdracht van VLM, 2000, referentie P/00/001.



## 5 ALGEMEEN BESLUIT

Voor de bepaling van nitraatstikstofresidues in bodem dienen de laboratoria de methoden zoals beschreven in het BAM (Bemonsterings- en analysemethodes voor mest, bodem en veevoeder in het kader van het mestdecreet) te volgen zowel voor de bemonstering als de analyse. Momenteel laten de beschreven procedures een aantal vrijheden toe die door de laboratoria zelf kunnen ingevuld worden. Om de variabiliteit op de nitraatresiduebepaling in kaart te brengen werd door VLM aan VITO gevraagd om de invloed van een aantal factoren (uitvoeringsmethoden) op het uiteindelijke analyseresultaat na te gaan:

3. Momenteel worden door de laboratoria stalen genomen met boren met verschillende diameters. Om na te gaan of de diameter van de gebruikte boor een invloed heeft op het eindresultaat van de nitraatanalyse werd door VLM aan VITO gevraagd hiervoor een onderzoek uit te werken.
4. Terzelfdertijd werd ook de vraag gesteld of de monstervoorbehandeling - meer bepaald het meten op vers staal, gedroogd staal bij 40°C (gezeefd < 2 mm) en gedroogd staal bij 105°C (gezeefd < 2 mm) – een invloed heeft op het eindresultaat.

In deze studie werd een onderzoek uitgewerkt dat tot doel had om op beide vragen een eenduidig antwoord te geven.

### Invloed van de boordiameter op het gemeten nitraatgehalte in bodemstalen

Volgens de huidige procedure beschreven in het BAM dient voor bodemstaalnames een *aangepaste boor* gebruikt te worden. In voorgaande versies van BAM (vóór mei 2005) werd beschreven dat de buitendiameter van elke gebruikte boor (zowel enkele als set) *minstens 20 mm* bedraagt.

In de N-(eco)<sup>2</sup> studie werd als compromis vooropgesteld dat minimaal 15 boorsteken dienen te worden genomen om binnen een aanvaardbare precisie het nitraatstikstofresidu te bepalen en de ruimtelijke variabiliteit te ondervangen. In het BAM werd verder een strikt bemonsteringspatroon en een maximale perceelsgrootte van 2.2 hectare als bijkomende restricties opgelegd.

Om de invloed van de boordiameter op het eindresultaat van een nitraatbepaling te evalueren werden in deze studie volgende boren gebruikt: 13 mm, 20 mm, 30 mm en 40 mm. Daarnaast werd ook met de dunste boor (13 mm) het aantal steken van 15 per 2.2 ha naar 30 verhoogd. Op 10 verschillende percelen, 5 graslanden en 5 akkerlanden, werden bemonsteringen uitgevoerd op drie verschillende dieptes van respectievelijk 30 cm, 60 cm en 90 cm. Het is niet de bedoeling om in deze studie de meest ideale boordiameter te bepalen, maar wel na te gaan of het gebruik van verschillende boordiameters tot verschillende resultaten leidt.

De statistische verwerking van de bekomen nitraatresultaten is gebaseerd op duplo-analyses. Op basis van een Chi-kwadraat toets werd getest of het verschil tussen varianties significant is.

Uit de studie blijkt dat in de bovenste laag (0-30 cm) het gebruik van verschillende boren en een verschillend aantal steken aanleiding geeft tot statistisch verschillende varianties. Voor de twee volgende lagen (30-60 cm en 60-90 cm) wordt dit niet bevestigd.

We concluderen dat voor de bovenste bodemlaag (0 - 30 cm) bij het gebruik van eenzelfde boordiameter en eenzelfde aantal steken de meest vergelijkbare resultaten worden bekomen. In de N-(Eco)<sup>2</sup> studie en de daarin vermelde wetenschappelijke publicaties wordt vermeld dat boordiameters kleiner dan 2 cm moeten vermeden worden. Uitgaande van 15 steken per terrein wordt voorgesteld om de 20 mm boor (binnendiameter) als enige toegestane boor voor de bovenste laag op te nemen in het BAM. Voor de twee volgende lagen is de keuze van boordiameter voor het bekomen van vergelijkbare resultaten minder kritisch, maar wordt de selectie hiervan bepaald door de praktische uitvoering. Een boordiameter groter dan 20 mm is niet mogelijk, eenzelfde diameter kan mogelijk aanleiding geven tot contaminatie vanuit de bovenste laag. Bijgevolg is het gebruik van een boor met diameter 13 mm (mogelijk met een nuttige lengte van 60 cm zodat beide lagen in één beweging kunnen worden bemonsterd) het meest aangewezen.

## Invloed van het voorbehandelingsproces op het nitraatgehalte in bodem

In deze onderzoeksstudie werd geëvalueerd welke invloed de toegepaste voorbehandelingsmethode kan hebben op het uiteindelijke nitraatgehalte. Nitraat bepalingen werden uitgevoerd op verse monsters, op monsters na invriezen en op gedroogde monsters bij 40°C en 105°C<sup>12</sup> (beiden gezeefd 2 mm). Uit de bekomen analyseresultaten werd zowel de juistheid als de precisie op het analyseresultaat bij toepassing van de verschillende voorbehandelingen berekend.

Bij de beoordeling van de resultaten werd ervan uitgegaan dat de analyse uitgevoerd op het verse monster (analyse binnen 24 uur na staalname) de juiste concentratie aan nitraat-N het meest benadert. Bijgevolg werd deze waarde als referentiewaarde weerhouden in de evaluatie van de bekomen resultaten.

Volgende bevindingen konden in deze studie worden vastgesteld:

- De vergelijkende analyseresultaten tussen de verse monsters en de gedroogde monsters bij 40°C (gezeefd 2 mm) tonen significante verschillen aan, welke in de bodemlaag 0 – 30 cm diepte zelfs kunnen resulteren in een gemiddelde verhoging van 32%. Bij de nitraatgehalten over het totale diepteprofiel (0 – 90 cm) wordt na drogen een gemiddelde stijging vastgesteld van 23%. De vastgestelde afwijking tussen beide methoden is monsterafhankelijk en bijgevolg geen constante.
- De analyseresultaten bekomen na drogen van de monsters bij 40°C en bij 105°C (beiden gezeefd 2 mm) zijn niet significant verschillend.
- Bij evaluatie van de juistheid van het analyseresultaat kan afgeleid worden dat geen enkele voorbehandelings/conserveringsmethode ertoe leidt dat gelijkwaardige resultaten worden bekomen met deze bepaald op de verse monsters (gepaarde T-test, 95% betrouwbaarheidsinterval). Echter kan gesteld worden dat de verandering in het nitraatgehalte beperkt is bij analyse van monsters na invriezen (mediaan waarde 4.7% stijging), in vergelijking met deze bekomen bij monsters gedroogd bij 40°C of 105°C (mediaan waarde ± 21% stijging). In deze studie werden voornamelijk voor de kleiachtige bodems significante verhogingen vastgesteld (na drogen bij 40°C en 105°C significanter dan na invriezen).

---

<sup>12</sup> In deze studie werd het drogen bij 105°C aansluitend aan het drogen bij 40°C uitgevoerd.

- Bij evaluatie van de precisie afgeleid uit de duplo analyses (n=10) van de nitraatgehalten bij eenzelfde monstervoorbehandeling wordt een precisie (95% B.I.) van ongeveer 20% bekomen.

Voor de bepaling van nitraat in bodem wordt geadviseerd om de analyses uit te voeren op verse bodemmonsters omwille van de volgende redenen:

- Analyses uitgevoerd op verse bodemmonsters geven de meest correcte weergave van het aanwezige nitraatgehalte. Indien bodemmonsters worden gedroogd, kunnen mineralisatieprocessen optreden die resulteren in een significante verhoging van het nitraatgehalte.
- Bepaling van ammonium dient uitgevoerd te worden op verse monsters omdat bij droging vervluchtiging van ammonium kan optreden. Bij analyse van verse bodemmonsters voor de bepaling van ammonium en nitraat kunnen deze op hetzelfde extract worden uitgevoerd.
- Deze methodiek is beschreven in de Internationale normmethode ISO 14256 en de analyses kunnen uitgevoerd worden conform de beschreven richtlijnen:
  - o ISO 14256-1:2003 Soil quality – Determination of nitrate, nitrite and ammonium in field moist soils using potassium chloride solution as extractant – Part 1: Manual method
  - o ISO 14256-2:2005 Soil quality – Determination of nitrate, nitrite and ammonium in field moist soils using potassium chloride solution as extractant – Part 1: Automated method with segmented flow analysis

Voor de bewaring van de verse bodemmonsters kan het monster worden ingevroren bij  $\leq -20^{\circ}\text{C}$ .

In deze studie werd de duur van de bewaring bij  $4^{\circ}\text{C}$  en in de diepvries niet geëvalueerd. Hiervoor kunnen de richtlijnen voor monsterbehandeling en -bewaring zoals beschreven in ISO 14256 opgevolgd worden namelijk:

- Tijdens de monsternamen dient opwarming van het monster vermeden te worden;
- Tijdens het transport naar het laboratorium mag het monster niet opwarmen. Het gebruik van een koelbox is aanbevolen, voornamelijk in de lente en zomer;
- Indien de monsters worden geanalyseerd binnen 3 dagen, kunnen deze bewaard worden bij  $4^{\circ}\text{C}$ . Indien niet, dienen deze bewaard te worden bij  $-20^{\circ}\text{C}$  (ingevroren), waardoor de bewaartijd wordt verlengd tot enkele weken zonder significante wijzigingen in het gehalte aan minerale stikstof;
- Wanneer het gehalte aan minerale stikstof wordt bepaald op de ingevroren monsters, dient de temperatuur en de duur van het ontdooiproces onder gecontroleerde omstandigheden uitgevoerd te worden. De monsters kunnen worden ontdooid bij kamertemperatuur indien deze worden gehomogeniseerd en geëxtraheerd binnen 4 uur na aanvang van het ontdooien. Ontdooien bij  $4^{\circ}\text{C}$  is ook mogelijk, maar de duur van het ontdooien mag niet meer zijn dan 48 uur;
- De tijd nodig om het monster te ontdooien wordt sterk beïnvloed door de monstergrootte. Indien bodemmonsters niet kunnen worden geanalyseerd binnen de vereiste periode voor verse monsters, en daardoor dienen ingevroren te worden, is het aanbevolen om de bodemmonsters te homogeniseren vooraleer deze in te vriezen. Enkel de hoeveelheid nodig voor analyse wordt dan ingevroren.

- Het laboratoriummonster wordt aangemaakt door het originele of het ontdooide diepgevroren monster te homogeniseren. De homogenisatie kan worden uitgevoerd door het totale monster grondig te mengen ofwel met de handen of een mechanische mixer, waarbij de aggregaten worden verdeeld in deeltjes kleiner dan 5 mm in diameter.
- Na extractie met KCl dienen de relevante stikstof fracties onmiddellijk bepaald te worden, of ten laatste 1 dag na de extractie. Indien dit niet mogelijk is, kunnen de extracten bewaard worden in de koelkast bij temperaturen lager dan 4°C voor maximum 1 week.

Deze richtlijnen zijn bespreekbaar binnen de werkgroep.

## Samenvatting

Samengevat stelt VITO voor om volgende methodieken te weerhouden voor opname in het compendium BAM:

- De monstername van de bovenste bodemlaag (0-30 cm) wordt uitgevoerd met een boor van 20 mm diameter;
- De monstername van de onderliggende bodemlagen (30-60 cm en 60-90 cm) wordt uitgevoerd met een boor van 13 mm diameter (mogelijk met een nuttige lengte van 60 cm zodat beide lagen in één beweging kunnen worden bemonsterd);
- De bepaling van het nitraatgehalte wordt uitgevoerd op de verse bodemmonsters, als conservering kunnen de bodemmonsters bewaard worden bij  $\leq -20^{\circ}\text{C}$ .

## BIJLAGE 1: NITRAAT-N RESULTATEN VAN DE VERSCHILLENDE LOKATIES EN MONSTERNAMES

Lokatie 1: Meise - akkerland (zandleemstreek)

Bemonstering: 15 oktober 2008

Methode beschrijving	Monster	Vocht %	NO3 vers kg NO3-N/ ha	NO3 40 °C kg NO3-N/ ha	NO3 105 °C kg NO3-N/ ha	NO3 na bewaring -20°C kg NO3-N/ ha	NO3 na bewaring 4°C kg NO3-N/ ha	Data analyse vers	Data analyse 40°C	Data analyse 105°C	Data analyse vers na invriezen
Met 1: dia 20 mm, 15, 0-30 cm	1,01	20,6	33,1	45,9	46,4	39,6		16/10/2008	22/10/2008	22/10/2008	28/01/2009
Met 1: dia 20 mm, 15, 30-60 cm	1,02	20,2	27,3	33,5	36,6	30,0		16/10/2008	22/10/2008	22/10/2008	28/01/2009
Met 1: dia 20 mm, 15, 60-90 cm	1,03	20,0	10,9	11,1	14,9	11,2		16/10/2008	22/10/2008	22/10/2008	28/01/2009
Met 1: diepte 0-90 cm	som		71,3	90,4	97,9	80,8					
Met 2: dia 13 mm, 15, 0-30 cm	1,04	21,3	31,1	36,0	32,4	34,4		16/10/2008	22/10/2008	22/10/2008	28/01/2009
Met 2: dia 13 mm, 15, 30-60 cm	1,05	20,9	29,9	34,4	35,3	30,4		16/10/2008	22/10/2008	22/10/2008	28/01/2009
Met 2: dia 13 mm, 15, 60-90 cm	1,06	20,8	11,6	12,9	11,2	12,2		16/10/2008	22/10/2008	22/10/2008	28/01/2009
Met 2: diepte 0-90 cm	som		72,5	83,3	78,9	77,0					
Met 3: dia 13 mm, 30, 0-30 cm	1,07	21,7	29,7	28,9	33,6	33,9		16/10/2008	22/10/2008	22/10/2008	28/01/2009
Met 3: dia 13 mm, 30, 30-60 cm	1,08	21,2	27,3	35,0	28,0	28,6		16/10/2008	22/10/2008	22/10/2008	28/01/2009
Met 3: dia 13 mm, 30, 60-90 cm	1,09	20,8	9,8	11,5	12,0	9,9		16/10/2008	22/10/2008	22/10/2008	28/01/2009
Met 3: diepte 0-90 cm	som		66,8	75,4	73,6	72,5					
Met 4: dia 20 mm, 15, 0-30 cm	1,10	22,0	31,4	34,7	34,9	36,5	55,7	16/10/2008	22/10/2008	22/10/2008	28/01/2009
Met 4: dia 13 mm, 15, 30-60 cm	1,11	20,8	26,3	29,4	29,4	27,1		16/10/2008	22/10/2008	22/10/2008	28/01/2009
Met 4: dia 13 mm, 15, 60-90 cm	1,12	20,8	11,6	12,6	14,8	12,7		16/10/2008	22/10/2008	22/10/2008	28/01/2009
Met 4: diepte 0-90 cm	som		69,4	76,7	79,1	76,3					
Met 5: dia 40 mm, 15, 0-30 cm	1,13	21,1	35,7	29,9	37,2	37,8		16/10/2008	22/10/2008	22/10/2008	28/01/2009
Met 5: dia 40 mm, 15, 30-60 cm	1,14	21,2	22,1	24,7	21,3	22,3		16/10/2008	22/10/2008	22/10/2008	28/01/2009
Met 5: dia 40 mm, 15, 60-90 cm	1,15	27,0	10,3	10,4	9,3	10,1		16/10/2008	22/10/2008	22/10/2008	28/01/2009
Met 5: diepte 0-90 cm	som		68,0	65,0	67,8	70,3					
Duplo = Met 1: dia 20 mm, 15, 0-30 cm	1,16	20,5	34,6	36,1	25,2	40,7		16/10/2008	22/10/2008	22/10/2008	28/01/2009

duplo monsters

Lokatie 2: Meise - weiland (zandleemstreek)

Bemonstering: 20 oktober 2008

Methode beschrijving	Monster	Vocht %	NO3 vers kg NO3-N/ ha	NO3 40 °C kg NO3-N/ ha	NO3 105 °C kg NO3-N/ ha	NO3 na bewaring -20°C kg NO3-N/ ha	NO3 na bewaring 4°C kg NO3-N/ ha	Data analyse vers	Data analyse 40°C	Data analyse 105°C	Data analyse vers na invriezen
Met 1: dia 20 mm, 15, 0-30 cm	2,01	23,4	24,1	26,4	28,6	22,7		21/10/2008	03/11/2008	03/11/2008	29/01/2009
Met 1: dia 20 mm, 15, 30-60 cm	2,02	20,6	7,0	9,7	11,8	8,3		21/10/2008	03/11/2008	03/11/2008	29/01/2009
Met 1: dia 20 mm, 15, 60-90 cm	2,03	20,3	4,8	6,5	6,4	4,9		21/10/2008	03/11/2008	03/11/2008	29/01/2009
Met 1: diepte 0-90 cm	som		35,9	42,6	46,8	35,9					
Met 2: dia 13 mm, 15, 0-30 cm	2,04	23,6	34,5	43,3	34,3	36,7		21/10/2008	03/11/2008	03/11/2008	29/01/2009
Met 2: dia 13 mm, 15, 30-60 cm	2,05	21,3	21,7	15,9	19,9	17,5		21/10/2008	03/11/2008	03/11/2008	29/01/2009
Met 2: dia 13 mm, 15, 60-90 cm	2,06	21,2	3,2	4,1	3,5	3,3		21/10/2008	03/11/2008	03/11/2008	29/01/2009
Met 2: diepte 0-90 cm	som		59,4	63,3	57,7	57,6					
Met 3: dia 13 mm, 30, 0-30 cm	2,07	23,1	17,7	23,0	22,1	20,1		21/10/2008	03/11/2008	03/11/2008	29/01/2009
Met 3: dia 13 mm, 30, 30-60 cm	2,08	20,0	12,2	13,9	14,0	12,5		21/10/2008	03/11/2008	03/11/2008	29/01/2009
Met 3: dia 13 mm, 30, 60-90 cm	2,09	21,0	8,6	10,5	12,6	8,5		21/10/2008	03/11/2008	03/11/2008	29/01/2009
Met 3: diepte 0-90 cm	som		38,5	47,4	48,7	41,1					
Met 4: dia 20 mm, 15, 0-30 cm	2,10	24,5	9,4	15,1	15,4	11,6		21/10/2008	03/11/2008	03/11/2008	29/01/2009
Met 4: dia 13 mm, 15, 30-60 cm	2,11	19,6	2,7	3,8	3,7	2,7		21/10/2008	03/11/2008	03/11/2008	29/01/2009
Met 4: dia 13 mm, 15, 60-90 cm	2,12	20,1	2,7	2,3	2,5	2,7		21/10/2008	03/11/2008	03/11/2008	29/01/2009
Met 4: diepte 0-90 cm	som		14,8	21,2	21,6	17,0					
Met 5: dia 40 mm, 15, 0-30 cm	2,13	22,7	19,9	28,3	26,9	22,5	71,3	21/10/2008	03/11/2008	03/11/2008	29/01/2009
Met 5: dia 30 mm, 15, 30-60 cm	2,14	20,1	4,5	6,7	7,3	4,2		21/10/2008	03/11/2008	03/11/2008	29/01/2009
Met 5: dia 20 mm, 15, 60-90 cm	2,15	20,4	2,7	3,0	3,0	2,7		21/10/2008	03/11/2008	03/11/2008	29/01/2009
Met 5: diepte 0-90 cm	som		27,1	37,9	37,2	29,4					
Duplo = Met 2: dia 13 mm, 15, 30-60 cm	2,16	21,3	13,7	17,6	16,0	16,7		21/10/2008	03/11/2008	03/11/2008	29/01/2009

duplo monsters

Opmerking: < x wordt gelijkgesteld aan x (schuin gedrukt)

Lokatie 3: Koksijde – akkerland (polders)

Bemonstering: 22 oktober 2008

Methode beschrijving	Monster	Vocht %	NO3 vers kg NO3-N/ ha	NO3 40 °C kg NO3-N/ ha	NO3 105 °C kg NO3-N/ ha	NO3 na bewaring -20°C kg NO3-N/ ha	NO3 na bewaring 4°C kg NO3-N/ ha	Data analyse vers	Data analyse 40°C	Data analyse 105°C	Data analyse vers na invriezen
Met 1: dia 20 mm, 15, 0-30 cm	3,01	32,3	49,0	58,8	61,9	55,2	73,5	23/10/2008	17/11/2008	18/11/2008	03/02/2009
Met 1: dia 20 mm, 15, 30-60 cm	3,02	28,3	33,6	44,5	46,7	40,1	46,5	23/10/2008	17/11/2008	18/11/2008	03/02/2009
Met 1: dia 20 mm, 15, 60-90 cm	3,03	28,1	22,5	24,3	26,9	22,2		23/10/2008	17/11/2008	18/11/2008	03/02/2009
Met 1: diepte 0-90 cm	som		105,0	127,6	135,5	117,5					
Met 2: dia 13 mm, 15, 0-30 cm	3,04	30,1	36,7	49,0	51,3	50,7		23/10/2008	17/11/2008	18/11/2008	03/02/2009
Met 2: dia 13 mm, 15, 30-60 cm	3,05	27,4	17,6	40,4	44,1	50,8		23/10/2008	17/11/2008	18/11/2008	03/02/2009
Met 2: dia 13 mm, 15, 60-90 cm	3,06	29,6	9,6	13,5	16,7	12,1		23/10/2008	17/11/2008	18/11/2008	03/02/2009
Met 2: diepte 0-90 cm	som		63,9	102,9	112,2	113,6					
Met 3: dia 13 mm, 30, 0-30 cm	3,07	29,5	37,3	50,7	56,0	48,3	70,9	23/10/2008	17/11/2008	18/11/2008	03/02/2009
Met 3: dia 13 mm, 30, 30-60 cm	3,08	27,5	34,7	51,3	53,8	42,4		23/10/2008	17/11/2008	18/11/2008	03/02/2009
Met 3: dia 13 mm, 30, 60-90 cm	3,09	27,6	17,5	24,0	28,3	20,5		23/10/2008	17/11/2008	18/11/2008	03/02/2009
Met 3: diepte 0-90 cm	som		89,5	126,0	138,2	111,2					
Met 4: dia 20 mm, 15, 0-30 cm	3,10	31,1	40,3	49,9	54,0	53,3	67,4	23/10/2008	17/11/2008	18/11/2008	03/02/2009
Met 4: dia 13 mm, 15, 30-60 cm	3,11	27,6	13,3	15,3	18,2	11,7		23/10/2008	17/11/2008	18/11/2008	03/02/2009
Met 4: dia 13 mm, 15, 60-90 cm	3,12	28,5	27,4	31,4	35,9	26,6		23/10/2008	17/11/2008	18/11/2008	03/02/2009
Met 4: diepte 0-90 cm	som		81,0	96,6	108,1	91,6					
Met 5: dia 40 mm, 15, 0-30 cm	3,13	30,6	24,0	43,8	49,5	45,4	60,5	23/10/2008	17/11/2008	18/11/2008	03/02/2009
Met 5: dia 30 mm, 15, 30-60 cm	3,14	27,8	25,6	31,9	35,4	27,7		23/10/2008	17/11/2008	18/11/2008	03/02/2009
Met 5: dia 20 mm, 15, 60-90 cm	3,15	26,1	10,4	10,2	12,8	8,6		23/10/2008	17/11/2008	18/11/2008	03/02/2009
Met 5: diepte 0-90 cm	som		59,9	85,9	97,7	81,6					
Duplo = Met 3: dia 13 mm, 30, 60-90 cm	3,16	27,3	16,7	24,8	27,3	18,4		23/10/2008	17/11/2008	18/11/2008	03/02/2009

duplo monsters

Lokatie 4: Koksijde – weiland (polders)

Bemonstering: 3 november 2008

Methode beschrijving	Monster	Vocht %	NO3 vers kg NO3-N/ ha	NO3 40 °C kg NO3-N/ ha	NO3 105 °C kg NO3-N/ ha	NO3 na bewaring -20°C kg NO3-N/ ha	NO3 na bewaring 4°C kg NO3-N/ ha	Data analyse vers	Data analyse 40°C	Data analyse 105°C	Data analyse vers na invriezen
Met 1: dia 20 mm, 15, 0-30 cm	4,01	36,4	22,7	62,1	64,1	35,9	105,7	04/11/2008	21/11/2008	24/11/2008	03/02/2009
Met 1: dia 20 mm, 15, 30-60 cm	4,02	27,4	14,8	28,7	28,5	20,5		04/11/2008	21/11/2008	24/11/2008	03/02/2009
Met 1: dia 20 mm, 15, 60-90 cm	4,03	27,5	10,7	19,9	20,5	13,1		04/11/2008	21/11/2008	24/11/2008	03/02/2009
Met 1: diepte 0-90 cm	som		48,2	110,7	113,0	69,6					
Met 2: dia 13 mm, 15, 0-30 cm	4,04	38,8	63,4	117,9	98,0	78,9		04/11/2008	21/11/2008	24/11/2008	03/02/2009
Met 2: dia 13 mm, 15, 30-60 cm	4,05	28,6	76,0	101,2	115,1	58,0	146,6	04/11/2008	21/11/2008	24/11/2008	03/02/2009
Met 2: dia 13 mm, 15, 60-90 cm	4,06	26,2	41,1	41,9	42,9	40,5		04/11/2008	21/11/2008	24/11/2008	03/02/2009
Met 2: diepte 0-90 cm	som		180,6	261,0	256,0	177,5					
Met 3: dia 13 mm, 30, 0-30 cm	4,07	37,6	48,1	90,0	89,8	62,7	150,5	04/11/2008	21/11/2008	24/11/2008	03/02/2009
Met 3: dia 13 mm, 30, 30-60 cm	4,08	27,4	45,0	67,0	67,9	42,3	84,8	04/11/2008	21/11/2008	24/11/2008	03/02/2009
Met 3: dia 13 mm, 30, 60-90 cm	4,09	26,0	16,8	24,0	23,0	21,7		04/11/2008	21/11/2008	24/11/2008	03/02/2009
Met 3: diepte 0-90 cm	som		109,9	181,0	180,8	126,8					
Met 4: dia 20 mm, 15, 0-30 cm	4,10	38,0	22,1	57,5	57,3	31,5		04/11/2008	21/11/2008	24/11/2008	03/02/2009
Met 4: dia 13 mm, 15, 30-60 cm	4,11	23,4	29,8	44,6	46,5	34,2		04/11/2008	21/11/2008	24/11/2008	03/02/2009
Met 4: dia 13 mm, 15, 60-90 cm	4,12	26,0	23,1	44,4	46,2	36,5		04/11/2008	21/11/2008	24/11/2008	03/02/2009
Met 4: diepte 0-90 cm	som		75,0	146,5	150,0	102,2					
Met 5: dia 40 mm, 15, 0-30 cm	4,13	36,0	38,9	90,4	95,2	31,3	109,2	04/11/2008	21/11/2008	24/11/2008	03/02/2009
Met 5: dia 30 mm, 15, 30-60 cm	4,14	25,5	63,8	105,4	96,5	55,3		04/11/2008	21/11/2008	24/11/2008	03/02/2009
Met 5: dia 20 mm, 15, 60-90 cm	4,15	25,8	48,2	60,4	61,1	34,8		04/11/2008	21/11/2008	24/11/2008	03/02/2009
Met 5: diepte 0-90 cm	som		151,0	256,1	252,7	121,4					
Duplo = Met 4: dia 20 mm, 15, 0-30 cm	4,16	40,3	22,1	60,2	67,3	30,8		04/11/2008	21/11/2008	24/11/2008	03/02/2009

duplo monsters



Lokatie 5: Bornem – weiland (Vlaamse zandstreek)

Bemonstering: 5 november 2008

Methode beschrijving	Monster	Vocht %	NO3 vers kg NO3-N/ ha	NO3 40 °C kg NO3-N/ ha	NO3 105 °C kg NO3-N/ ha	NO3 na bewaring -20°C kg NO3-N/ ha	NO3 na bewaring 4°C kg NO3-N/ ha	Data analyse vers	Data analyse 40°C	Data analyse 105°C	Data analyse vers na invriezen
Met 1: dia 20 mm, 15, 0-30 cm	5,01	29,8	4,1	18,4	17,7	6,8	32,2	06/11/2008	14/11/2008	14/11/2008	05/02/2009
Met 1: dia 20 mm, 15, 30-60 cm	5,02	25,2	3,1	9,9	9,8	3,5		06/11/2008	14/11/2008	14/11/2008	05/02/2009
Met 1: dia 20 mm, 15, 60-90 cm	5,03	21,6	2,7	2,4	3,0	2,7		06/11/2008	14/11/2008	14/11/2008	05/02/2009
Met 1: diepte 0-90 cm	som		9,9	30,7	30,5	13,1					
Met 2: dia 13 mm, 15, 0-30 cm	5,04	30,8	6,4	19,9	19,0	7,9		06/11/2008	14/11/2008	14/11/2008	05/02/2009
Met 2: dia 13 mm, 15, 30-60 cm	5,05	23,7	3,6	9,0	9,8	4,3		06/11/2008	14/11/2008	14/11/2008	05/02/2009
Met 2: dia 13 mm, 15, 60-90 cm	5,06	22,8	2,7	3,1	3,4	2,9		06/11/2008	14/11/2008	14/11/2008	05/02/2009
Met 2: diepte 0-90 cm	som		12,7	32,0	32,1	15,1					
Met 3: dia 13 mm, 30, 0-30 cm	5,07	29,5	6,5	21,0	19,7	8,5		06/11/2008	14/11/2008	14/11/2008	05/02/2009
Met 3: dia 13 mm, 30, 30-60 cm	5,08	23,8	4,0	7,1	7,4	4,7		06/11/2008	14/11/2008	14/11/2008	05/02/2009
Met 3: dia 13 mm, 30, 60-90 cm	5,09	21,4	2,9	4,0	4,3	3,1		06/11/2008	14/11/2008	14/11/2008	05/02/2009
Met 3: diepte 0-90 cm	som		13,3	32,1	31,4	16,4					
Met 4: dia 20 mm, 15, 0-30 cm	5,10	30,4	4,2	17,7	18,0	5,3		06/11/2008	14/11/2008	14/11/2008	05/02/2009
Met 4: dia 13 mm, 15, 30-60 cm	5,11	24,6	2,7	6,8	7,0	3,5		06/11/2008	14/11/2008	14/11/2008	05/02/2009
Met 4: dia 13 mm, 15, 60-90 cm	5,12	21,9	2,7	2,8	3,1	2,7		06/11/2008	14/11/2008	14/11/2008	05/02/2009
Met 4: diepte 0-90 cm	som		9,6	27,3	28,2	11,5					
Met 5: dia 40 mm, 15, 0-30 cm	5,13	27,8	2,3	16,4	14,9	2,3		06/11/2008	14/11/2008	14/11/2008	05/02/2009
Met 5: dia 30 mm, 15, 30-60 cm	5,14	23,8	2,7	6,6	6,5	2,7		06/11/2008	14/11/2008	14/11/2008	05/02/2009
Met 5: dia 20 mm, 15, 60-90 cm	5,15	21,6	2,7	2,7	2,7	2,7		06/11/2008	14/11/2008	14/11/2008	05/02/2009
Met 5: diepte 0-90 cm	som		7,7	25,7	24,1	7,7					
Duplo = Met 5: dia 30 mm, 15, 30-60 cm	5,16	24,3	2,7	5,2	5,3	2,7	06/11/2008	14/11/2008	14/11/2008	00/01/1900	

duplo monsters

Opmerking: < x wordt gelijkgesteld aan x (schuin gedrukt)

Lokatie 6: Bornem – akkerland (Vlaamse zandstreek)

Bemonstering: 12 november 2008

Methode beschrijving	Monster	Vocht %	NO3 vers kg NO3-N/ ha	NO3 40 °C kg NO3-N/ ha	NO3 105 °C kg NO3-N/ ha	NO3 na bewaring -20°C kg NO3-N/ ha	NO3 na bewaring 4°C kg NO3-N/ ha	Data analyse vers	Data analyse 40°C	Data analyse 105°C	Data analyse vers na invriezen
Met 1: dia 20 mm, 15, 0-30 cm	6,01	21,6	21,2	24,0	22,5	27,0		13/11/2008	26/11/2008	26/11/2008	04/02/2009
Met 1: dia 20 mm, 15, 30-60 cm	6,02	15,6	31,0	29,7	33,1	27,8		13/11/2008	26/11/2008	26/11/2008	04/02/2009
Met 1: dia 20 mm, 15, 60-90 cm	6,03	13,5	24,1	21,8	18,5	20,0		13/11/2008	26/11/2008	26/11/2008	04/02/2009
Met 1: diepte 0-90 cm	som		76,3	75,5	74,2	74,8					
Met 2: dia 13 mm, 15, 0-30 cm	6,04	20,8	33,7	29,4	27,3	28,4		13/11/2008	26/11/2008	26/11/2008	04/02/2009
Met 2: dia 13 mm, 15, 30-60 cm	6,05	15,8	48,0	44,0	40,9	50,2		13/11/2008	26/11/2008	26/11/2008	04/02/2009
Met 2: dia 13 mm, 15, 60-90 cm	6,06	13,2	24,5	23,2	20,6	24,4		13/11/2008	26/11/2008	26/11/2008	04/02/2009
Met 2: diepte 0-90 cm	som		106,2	96,5	88,7	103,0					
Met 3: dia 13 mm, 30, 0-30 cm	6,07	20,7	33,3	27,9	26,0	22,5		13/11/2008	26/11/2008	26/11/2008	04/02/2009
Met 3: dia 13 mm, 30, 30-60 cm	6,08	16,6	47,4	41,1	37,0	44,7	47,0	13/11/2008	26/11/2008	26/11/2008	04/02/2009
Met 3: dia 13 mm, 30, 60-90 cm	6,09	13,5	24,0	19,1	16,7	21,5		13/11/2008	26/11/2008	26/11/2008	04/02/2009
Met 3: diepte 0-90 cm	som		104,7	88,1	79,8	88,8					
Met 4: dia 20 mm, 15, 0-30 cm	6,10	21,5	30,0	33,6	28,4	30,2		13/11/2008	26/11/2008	26/11/2008	04/02/2009
Met 4: dia 13 mm, 15, 30-60 cm	6,11	16,1	44,0	38,2	37,8	41,7		13/11/2008	26/11/2008	26/11/2008	04/02/2009
Met 4: dia 13 mm, 15, 60-90 cm	6,12	12,7	24,9	21,8	19,6	24,6		13/11/2008	26/11/2008	26/11/2008	04/02/2009
Met 4: diepte 0-90 cm	som		98,9	93,6	85,8	96,6					
Met 5: dia 40 mm, 15, 0-30 cm	6,13	22,0	30,7	28,4	28,1	28,2		13/11/2008	26/11/2008	26/11/2008	04/02/2009
Met 5: dia 30 mm, 15, 30-60 cm	6,14	17,1	42,9	36,0	34,1	40,8		13/11/2008	26/11/2008	26/11/2008	04/02/2009
Met 5: dia 20 mm, 15, 60-90 cm	6,15	14,2	27,8	28,5	27,4	28,6		13/11/2008	26/11/2008	26/11/2008	04/02/2009
Met 5: diepte 0-90 cm	som		101,4	92,9	89,6	97,7					
Duplo = Met 1: dia 20 mm, 15, 60-90 cm	6,16	13,2	20,9	16,9	19,4	21,9		13/11/2008	26/11/2008	26/11/2008	04/02/2009

duplo monsters

Lokatie 7: Poppel – akkerland (Kempen)

Bemonstering: 18 november 2008

Methode beschrijving	Monster	Vocht %	NO3 vers kg NO3-N/ ha	NO3 40 °C kg NO3-N/ ha	NO3 105 °C kg NO3-N/ ha	NO3 na bewaring -20°C kg NO3-N/ ha	NO3 na bewaring 4°C kg NO3-N/ ha	Data analyse vers	Data analyse 40°C	Data analyse 105°C	Data analyse vers na invriezen
Met 1: dia 20 mm, 15, 0-30 cm	7,01	13,37	17,5	20,9	21,1	18,8		19/11/2008	28/11/2008	28/11/2008	04/02/2009
Met 1: dia 20 mm, 15, 30-60 cm	7,02	10,43	38,3	35,3	38,1	38,3		19/11/2008	28/11/2008	28/11/2008	04/02/2009
Met 1: dia 20 mm, 15, 60-90 cm	7,03	8,31	32,5	40,1	32,4	33,8		19/11/2008	28/11/2008	28/11/2008	04/02/2009
Met 1: diepte 0-90 cm	som		88,2	96,3	91,7	91,0					
Met 2: dia 13 mm, 15, 0-30 cm	7,04	13,18	22,7	23,9	23,9	24,2		19/11/2008	28/11/2008	28/11/2008	04/02/2009
Met 2: dia 13 mm, 15, 30-60 cm	7,05	9,78	32,3	32,1	29,2	28,6		19/11/2008	28/11/2008	28/11/2008	04/02/2009
Met 2: dia 13 mm, 15, 60-90 cm	7,06	8,50	23,1	20,9	26,5	26,3		19/11/2008	28/11/2008	28/11/2008	04/02/2009
Met 2: diepte 0-90 cm	som		78,2	76,9	79,6	79,1					
Met 3: dia 13 mm, 30, 0-30 cm	7,07	13,39	16,2	15,1	15,1	15,7		19/11/2008	28/11/2008	28/11/2008	04/02/2009
Met 3: dia 13 mm, 30, 30-60 cm	7,08	8,66	30,6	27,0	28,8	29,8		19/11/2008	28/11/2008	28/11/2008	04/02/2009
Met 3: dia 13 mm, 30, 60-90 cm	7,09	8,62	25,0	26,7	28,0	22,3		19/11/2008	28/11/2008	28/11/2008	04/02/2009
Met 3: diepte 0-90 cm	som		71,8	68,8	71,9	67,9					
Met 4: dia 20 mm, 15, 0-30 cm	7,10	13,33	16,1	17,0	19,3	17,6		19/11/2008	28/11/2008	28/11/2008	04/02/2009
Met 4: dia 13 mm, 15, 30-60 cm	7,11	7,91	24,5	19,4	20,9	23,4		19/11/2008	28/11/2008	28/11/2008	04/02/2009
Met 4: dia 13 mm, 15, 60-90 cm	7,12	8,34	29,0	29,2	28,8	29,3		19/11/2008	28/11/2008	28/11/2008	04/02/2009
Met 4: diepte 0-90 cm	som		69,7	65,6	68,9	70,3					
Met 5: dia 40 mm, 15, 0-30 cm	7,13	13,60	16,3	15,3	15,7	21,0		19/11/2008	28/11/2008	28/11/2008	04/02/2009
Met 5: dia 30 mm, 15, 30-60 cm	7,14	9,19	25,7	19,3	20,9	25,5	26,0	19/11/2008	28/11/2008	28/11/2008	04/02/2009
Met 5: dia 20 mm, 15, 60-90 cm	7,15	7,43	27,4	22,7	22,8	26,6		19/11/2008	28/11/2008	28/11/2008	04/02/2009
Met 5: diepte 0-90 cm	som		69,5	57,4	59,4	73,1					
Duplo = Met 2: dia 13 mm, 15, 0-30 cm	7,16	13,09	23,5	22,1	23,5	23,8		19/11/2008	28/11/2008	28/11/2008	04/02/2009

  duplo monsters

Lokatie 8: Poppel – weiland (Kempen)

Bemonstering: 19 november 2008

Methode beschrijving	Monster	Vocht %	NO3 vers kg NO3-N/ ha	NO3 40 °C kg NO3-N/ ha	NO3 105 °C kg NO3-N/ ha	NO3 na bewaring -20°C kg NO3-N/ ha	NO3 na bewaring 4°C kg NO3-N/ ha	Data analyse vers	Data analyse 40°C	Data analyse 105°C	Data analyse vers na invriezen
Met 1: dia 20 mm, 15, 0-30 cm	8,01	15,5	3,2	9,4	8,9	4,7		20/11/2008	01/12/2008	01/12/2008	06/02/2009
Met 1: dia 20 mm, 15, 30-60 cm	8,02	12,3	3,3	4,6	4,6	3,6		20/11/2008	01/12/2008	01/12/2008	06/02/2009
Met 1: dia 20 mm, 15, 60-90 cm	8,03	11,4	4,4	5,9	6,0	4,7		20/11/2008	01/12/2008	01/12/2008	06/02/2009
Met 1: diepte 0-90 cm	som		11,0	19,9	19,5	13,0					
Met 2: dia 13 mm, 15, 0-30 cm	8,04	15,0	5,8	9,9	10,1	6,5		20/11/2008	01/12/2008	01/12/2008	06/02/2009
Met 2: dia 13 mm, 15, 30-60 cm	8,05	12,4	2,9	4,6	4,9	3,1		20/11/2008	01/12/2008	01/12/2008	06/02/2009
Met 2: dia 13 mm, 15, 60-90 cm	8,06	9,9	5,0	5,2	5,2	4,9		20/11/2008	01/12/2008	01/12/2008	06/02/2009
Met 2: diepte 0-90 cm	som		13,7	19,7	20,1	14,6					
Met 3: dia 13 mm, 30, 0-30 cm	8,07	15,7	5,5	10,7	11,0	6,0		20/11/2008	01/12/2008	01/12/2008	06/02/2009
Met 3: dia 13 mm, 30, 30-60 cm	8,08	12,5	3,5	3,8	4,4	3,5		20/11/2008	01/12/2008	01/12/2008	06/02/2009
Met 3: dia 13 mm, 30, 60-90 cm	8,09	10,1	4,5	5,5	4,5	4,5		20/11/2008	01/12/2008	01/12/2008	06/02/2009
Met 3: diepte 0-90 cm	som		13,5	20,0	19,9	14,1					
Met 4: dia 20 mm, 15, 0-30 cm	8,10	15,1	3,5	8,3	8,8	4,9		20/11/2008	01/12/2008	01/12/2008	06/02/2009
Met 4: dia 13 mm, 15, 30-60 cm	8,11	11,9	4,5	5,1	5,8	4,5		20/11/2008	01/12/2008	01/12/2008	06/02/2009
Met 4: dia 13 mm, 15, 60-90 cm	8,12	10,4	3,3	3,3	4,1	3,5		20/11/2008	01/12/2008	01/12/2008	06/02/2009
Met 4: diepte 0-90 cm	som		11,3	16,8	18,6	12,9					
Met 5: dia 40 mm, 15, 0-30 cm	8,13	15,9	3,2	8,7	9,5	4,4		20/11/2008	01/12/2008	01/12/2008	06/02/2009
Met 5: dia 30 mm, 15, 30-60 cm	8,14	13,2	3,0	4,5	5,0	3,8		20/11/2008	01/12/2008	01/12/2008	06/02/2009
Met 5: dia 20 mm, 15, 60-90 cm	8,15	11,4	3,9	4,2	4,6	3,7		20/11/2008	01/12/2008	01/12/2008	06/02/2009
Met 5: diepte 0-90 cm	som		10,2	17,4	19,0	11,8					
Duplo = Met 3: dia 13 mm, 30, 30-60 cm	8,16	12,6	4,1	4,3	4,4	3,5		20/11/2008	01/12/2008	01/12/2008	06/02/2009

duplo monsters

Lokatie 9: Bierbeek – akkerland (Zandleem)

Bemonstering: 24 november 2008

Methode beschrijving	Monster	Vocht %	NO3 vers kg NO3-N/ ha	NO3 40 °C kg NO3-N/ ha	NO3 105 °C kg NO3-N/ ha	NO3 na bewaring -20°C kg NO3-N/ ha	NO3 na bewaring 4°C kg NO3-N/ ha	Data analyse vers	Data analyse 40°C	Data analyse 105°C	Data analyse vers na invriezen
Met 1: dia 20 mm, 15, 0-30 cm	9,01	24,9	17,4	26,3	24,7	18,2		25/11/2008	02/12/2008	04/12/2008	06/02/2009
Met 1: dia 20 mm, 15, 30-60 cm	9,02	23,5	17,6	23,6	23,3	19,4		25/11/2008	02/12/2008	04/12/2008	06/02/2009
Met 1: dia 20 mm, 15, 60-90 cm	9,03	22,4	39,3	37,1	34,9	34,6		25/11/2008	02/12/2008	04/12/2008	06/02/2009
Met 1: diepte 0-90 cm	som		74,3	87,1	83,0	72,3					
Met 2: dia 13 mm, 15, 0-30 cm	9,04	22,7	16,8	22,3	21,1	18,2		25/11/2008	02/12/2008	04/12/2008	06/02/2009
Met 2: dia 13 mm, 15, 30-60 cm	9,05	22,4	21,9	21,7	20,5	22,2		25/11/2008	02/12/2008	04/12/2008	06/02/2009
Met 2: dia 13 mm, 15, 60-90 cm	9,06	22,7	25,4	31,0	29,1	30,7		25/11/2008	02/12/2008	04/12/2008	06/02/2009
Met 2: diepte 0-90 cm	som		64,1	75,0	70,7	71,0					
Met 3: dia 13 mm, 30, 0-30 cm	9,07	22,6	19,7	24,7	25,3	21,0		25/11/2008	02/12/2008	04/12/2008	06/02/2009
Met 3: dia 13 mm, 30, 30-60 cm	9,08	21,3	22,7	25,8	21,9	23,0		25/11/2008	02/12/2008	04/12/2008	06/02/2009
Met 3: dia 13 mm, 30, 60-90 cm	9,09	20,6	35,5	31,0	30,0	30,8		25/11/2008	02/12/2008	04/12/2008	06/02/2009
Met 3: diepte 0-90 cm	som		77,9	81,5	77,3	74,8					
Met 4: dia 20 mm, 15, 0-30 cm	9,10	23,9	16,4	21,4	20,8	20,3		25/11/2008	02/12/2008	04/12/2008	06/02/2009
Met 4: dia 13 mm, 15, 30-60 cm	9,11	23,9	19,3	17,8	19,1	19,8		25/11/2008	02/12/2008	04/12/2008	06/02/2009
Met 4: dia 13 mm, 15, 60-90 cm	9,12	24,6	40,2	35,1	36,0	35,2		25/11/2008	02/12/2008	04/12/2008	06/02/2009
Met 4: diepte 0-90 cm	som		75,9	74,3	75,9	75,3					
Met 5: dia 40 mm, 15, 0-30 cm	9,13	22,6	17,6	23,8	25,0	18,2		25/11/2008	02/12/2008	04/12/2008	06/02/2009
Met 5: dia 30 mm, 15, 30-60 cm	9,14	22,0	23,3	24,6	21,0	24,2		25/11/2008	02/12/2008	04/12/2008	06/02/2009
Met 5: dia 20 mm, 15, 60-90 cm	9,15	20,8	18,8	35,7	35,1	39,4		25/11/2008	02/12/2008	04/12/2008	06/02/2009
Met 5: diepte 0-90 cm	som		59,7	84,2	81,1	81,8					
Duplo = Met 4: dia 13 mm, 15, 60-90 cm	9,16	24,6	35,5	36,7	37,6	47,2		25/11/2008	02/12/2008	04/12/2008	06/02/2009

duplo monsters

Lokatie 10: Bierbeek – weiland (Leem)

Bemonstering: 26 november 2008

Methode beschrijving	Monster	Vocht %	NO3 vers kg NO3-N/ ha	NO3 40 °C kg NO3-N/ ha	NO3 105 °C kg NO3-N/ ha	NO3 na bewaring -20°C kg NO3-N/ ha	NO3 na bewaring 4°C kg NO3-N/ ha	Data analyse vers	Data analyse 40°C	Data analyse 105°C	Data analyse vers na invriezen
Met 1: dia 20 mm, 15, 0-30 cm	10,01	22,9	4,6	9,6	11,3	8,5		27/11/2008	02/12/2008	04/12/2008	10/02/2009
Met 1: dia 20 mm, 15, 30-60 cm	10,02	21,9	2,7	5,0	5,3	3,5		27/11/2008	02/12/2008	04/12/2008	10/02/2009
Met 1: dia 20 mm, 15, 60-90 cm	10,03	22,1	2,7	2,6	2,8	2,7		27/11/2008	02/12/2008	04/12/2008	10/02/2009
Met 1: diepte 0-90 cm	som		10,0	17,2	19,5	14,7					
Met 2: dia 13 mm, 15, 0-30 cm	10,04	22,1	3,8	7,1	7,9	4,6		27/11/2008	02/12/2008	04/12/2008	10/02/2009
Met 2: dia 13 mm, 15, 30-60 cm	10,05	21,1	2,7	2,2	2,4	2,7		27/11/2008	02/12/2008	04/12/2008	10/02/2009
Met 2: dia 13 mm, 15, 60-90 cm	10,06	20,6	2,7	2,7	2,7	2,7		27/11/2008	02/12/2008	04/12/2008	10/02/2009
Met 2: diepte 0-90 cm	som		9,2	12,0	13,0	10,0					
Met 3: dia 13 mm, 30, 0-30 cm	10,07	20,6	3,6	8,5	8,1	5,4		27/11/2008	02/12/2008	04/12/2008	10/02/2009
Met 3: dia 13 mm, 30, 30-60 cm	10,08	23,6	2,7	4,4	5,4	3,4		27/11/2008	02/12/2008	04/12/2008	10/02/2009
Met 3: dia 13 mm, 30, 60-90 cm	10,09	21,3	2,7	2,7	2,7	2,7		27/11/2008	02/12/2008	04/12/2008	10/02/2009
Met 3: diepte 0-90 cm	som		9,0	15,6	16,2	11,5					
Met 4: dia 20 mm, 15, 0-30 cm	10,10	22,0	2,6	6,5	8,2	5,5		27/11/2008	02/12/2008	04/12/2008	10/02/2009
Met 4: dia 13 mm, 15, 30-60 cm	10,11	22,4	2,7	3,3	4,0	3,3		27/11/2008	02/12/2008	04/12/2008	10/02/2009
Met 4: dia 13 mm, 15, 60-90 cm	10,12	20,3	2,7	2,7	2,7	2,7		27/11/2008	02/12/2008	04/12/2008	10/02/2009
Met 4: diepte 0-90 cm	som		8,0	12,5	14,9	11,5					
Met 5: dia 40 mm, 15, 0-30 cm	10,13	22,3	2,6	6,2	6,8	4,4		27/11/2008	02/12/2008	04/12/2008	10/02/2009
Met 5: dia 30 mm, 15, 30-60 cm	10,14	24,2	2,7	3,8	4,3	2,9		27/11/2008	02/12/2008	04/12/2008	10/02/2009
Met 5: dia 20 mm, 15, 60-90 cm	10,15	22,0	2,7	2,7	2,7	2,7		27/11/2008	02/12/2008	04/12/2008	10/02/2009
Met 5: diepte 0-90 cm	som		8,0	12,7	13,7	10,0					
Duplo = Met 5: dia 40 mm, 15, 0-30 cm	10,16	22,3	2,6	6,7	7,0	4,0		27/11/2008	02/12/2008	04/12/2008	10/02/2009

duplo monsters

Opmerking: < x wordt gelijkgesteld aan x (schuin gedrukt)