Verspreiding: Algemeen

Eindrapport

# In situ analyse van vloeibare dierlijke mest voor de bepaling van ammonium-N als maat voor het totaal N gehalte

C. Vanhoof, S. Kreps, J. De Wit en K. Tirez

Studie uitgevoerd in opdracht van de Vlaamse Landmaatschappij (VLM)
2016/SCT/R/0459

Januari 2016

**VITO NV**
Boeretang 200 - 2400 MOL - BELGIE
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 375-1117354-90 ING
BE34 3751 1173 5490 - BBRUBEBB

# SAMENVATTING

Het gehalte aan totaal N is een essentiële parameter in drijfmest. Deze N waarde kan sterk fluctueren omdat de samenstelling van dierlijke mest variabel is afhankelijk van het type dier, de voeding, wateropname, afkomstig van bijvoorbeeld kraamzeugen of niet. Variaties komen voor tussen verschillende landbouwbedrijven, alsook zelfs tussen stallen onderling binnen één landbouwbedrijf. Afhankelijk van het type mest kunnen richtwaarden gehanteerd worden, maar het is opportuun om via een analysetechniek/ screeningsmethode *in situ* metingen uit te voeren, om een correctere waarde te genereren.

Voor de landbouwer is het een meerwaarde om bij het uitrijden van de mest on site het gehalte aan totaal N te verifiëren. Immers tussen het laden van de mest en het uitrijden zit onvoldoende tijd om de samenstelling van de mest door een laboratorium te bepalen. Diverse screeningsmethoden voor het bepalen van ammonium-N en/of totaal N in vloeibare mest zijn commercieel beschikbaar op de Europese markt. Deze technieken bepalen direct of indirect het nutriëntgehalte. Bij de indirecte bepaling dient steeds een kalibratie te worden uitgevoerd aan de hand van reële monsters. De performantie van deze metingen is dus sterk afhankelijk van de geselecteerde monsters voor het op punt stellen van de kalibratie. Veelal hebben de indirecte meetmethoden hun nut wanneer het nutriëntgehalte binnen een welbepaalde stroom dient ogevolgd/gecontroleerd dient te worden.

Bij de screeningstechnieken met een directe bepaling wordt doorgaans het ammonium-N gehalte bepaald. Enkel bij de kuvettentest is het ook mogelijk om het totaal N gehalte te bepalen. Hierbij dient een eenvoudige digestie te worden uitgevoerd, wat een limiterende factor (qua tijd) is. De Agros stikstofmeter toont het meeste potentieel als screeningstechniek om bij het uitrijden van de mest on site het gehalte aan totaal N te verifiëren, en dit omwille van volgende redenen: directe meting van het ammonium-N gehalte, eenvoudig in gebruik, beperkte kostprijs voor aanschaf toestel. Werkingskosten zijn de aankoop van de reagentia (vast oxidatiemiddel en natriumhydroxide).

Uit de inventarisatie van de screeningsmethoden komt naar voren dat de Agros N meter potentieel heeft om te velde te worden ingezet. In 2015 werden validatietesten uitgevoerd met de Agros stikstofmeter, enerzijds op synthetische monsters (van ammonium-N, ureum, …) en anderzijds op reële drijfmesten. Een meetprotocol werd uitgewerkt en aansluitend werd een opleiding aan monsternemers (VLM en/of erkend labo) gegeven.

Tijdens een veldstudie werden in varkensbedrijven *in situ* N metingen uitgevoerd met de Agros N-analyser. Van elk van deze monsters werd in een erkend laboratorium het gehalte aan ammonium-N, totaal stikstof, totaal fosfor, dichtheid en droge stof bepaald. De evaluatie en de verwerking van deze data werd uitgevoerd gebaseerd op 315 meetwaarden (dataset eind november 2015) die afkomstig waren van volgende types van varkensmestmonsters: drijfmest biggenopfok (1), drijfmestmengeling (27), varkensdrijfmest (175), zeugendrijfmest (112) en brijbakken (38). De bekomen resultaten tonen aan dat er een correlatie bestaat tussen het $NH_4$-N *in situ* gehalte en het totaal N gehalte. Uit de bekomen dataset werd berekend met welke factor het $NH_4$-N *in situ* gehalte dient vermenigvuldigd te worden om het uiteindelijke totaal N gehalte te kennen. De gemiddelde waarde van deze factor bedraagt 1.64 ± 0.31 en kan als representatief beschouwd worden voor de verschillende mesttypes. Er is slechts een beperkte differentiatie tussen de verschillende mesttypes. Afhankelijk van de grootte van de spreiding die meegenomen wordt in deze factor (geen, 1 x standaard deviatie (68% B.I.) of 2 x standaard deviatie (95% B.I.) heeft dit een invloed op het uiteindelijke totaal N resultaat en op het aantal vals positieve en aantal vals

negatieve resultaten. In Tabel 27 op pagina 62 zijn een aantal scenario's uitgewerkt. Afhankelijk van de gewenste nauwkeurigheid kunnen alternatieve scenario's worden uitgewerkt.

In december 2015 werden additionele meetgegevens toegevoegd aan de databank, alsook metingen uitgevoerd door VLM Dienst Handhaving, resulterend in een dataset van 420 metingen. Om de correlatiefactor berekend uit de 315 metingen van $NH_4$-N *in situ* en totaal N metingen te verifiëren, werd de correlatiefactor eveneens berekend voor deze volledige dataset van 420 metingen. De resultaten bekomen op een dataset van 420 metingen resulteren in een gemiddelde factor van 1.67 ± 0.33 en bevestigen de factor berekend uit 315 metingen.

Op basis van de beschikbare gegevens kan besloten worden dat het geen meerwaarde heeft om een gemiddelde factor per landbouwbedrijf op te stellen.

# INHOUD

**Samenvatting** I

**Inhoud** III

**Lijst van tabellen** V

**Lijst van figuren** VI

**HOOFDSTUK 1. Inleiding** 1

**HOOFDSTUK 2. Marktstudie analysetechnieken** 3

*2.1. Ionselectieve electrode* 3

*2.2. Reflectometer (strippentest)* 4

*2.3. Kuvettentest (test kits)* 5

*2.4. Agros stikstofmeter* 7

*2.5. Quantofix N-Volumeter* 9

*2.6. Hydrometer/densiteitsmeter* 10

*2.7. Geleidbaarheidsmeter* 11

*2.8. Nabij infrarood spectrometer (NIR)* 11

*2.9. Toepassingen beschreven in literatuur* 13

*2.10. Samenvatting sneltesten* 19

**HOOFDSTUK 3. Inventarisatie N-stromen** 21

*3.1. Situering* 21

*3.2. Algemene informatie* 21

Invloedsfactoren op de samenstelling van drijfmest specifiek van varkens 21

*3.3. Mestsamenstelling van de verschillende meststromen* 22

*3.4. Emissiearme stalsystemen: ammoniakemissiereductie en invloed op de mestsamenstelling* 25

*3.5. Richtwaarden versus meetwaarden* 26

*3.6. Besluit* 27

**HOOFDSTUK 4. Validatie van de Agros N-analyser** 28

*4.1. Inleiding* 28

*4.2. Meetprotocol van de N analyser* 28

*4.3. Opleiding* 31

*4.4. Validatie van de N-analyser* 31

4.4.1. Controle volume van de staalnamerecipiënten 32

4.4.2. Analyse van synthetische controle-oplossingen 32

4.4.3. Analyse van vloeibare dierlijke mest 35
4.4.4. Besluit 38

**HOOFDSTUK 5. Analyseresultaten van de veldstudie 39**

*5.1. Inleiding 39*

*5.2. Verwerking volledige dataset 40*
5.2.1. Weergave resultaten volledige dataset (n=315) 40
5.2.2. Berekening correlatiefactor tussen analyseresultaat totaal N en $NH_4$-N *in situ* (n=315) 44

*5.3. Verwerking dataset drijfmestmengeling 45*
5.3.1. Weergave resultaten dataset drijfmestmengeling (n=27) 45
5.3.2. Berekening correlatiefactor tussen analyseresultaat totaal N en $NH_4$-N *in situ* (n=27, drijfmestmengeling) 47

*5.4. Verwerking dataset varkensdrijfmest 48*
5.4.1. Weergave resultaten dataset varkensdrijfmest (n=175) 48
5.4.2. Berekening correlatiefactor tussen analyseresultaat totaal N en $NH_4$-N *in situ* (n=175, varkensdrijfmest) 52

*5.5. Verwerking dataset zeugendrijfmest 53*
5.5.1. Weergave resultaten dataset zeugendrijfmest (n=112) 53
5.5.2. Berekening correlatiefactor tussen analyseresultaat totaal N en $NH_4$-N *in situ* (n=112, zeugendrijfmest) 57

*5.6. Verwerking dataset brijbakken 58*
5.6.1. Weergave resultaten dataset brijbakken (n=38) 58
5.6.2. Berekening correlatiefactor tussen analyseresultaat totaal N en $NH_4$-N *in situ* (n=38, brijbakken) 59

*5.7. Samenvatting correlatiefactoren tussen analyseresultaat totaal N en $NH_4$-N in situ 61*
5.7.1. Dataset 1 (n=315) 61
5.7.2. Dataset 2 (n=380) 64
5.7.3. Dataset 3 (n=420) 64
5.7.4. Dataset per landbouwer 65

**HOOFDSTUK 6. Besluit 66**

**Literatuurlijst 68**

## LIJST VAN TABELLEN

Tabel 1 Parameters en statistiek van de regressievergelijkingen: sneltestanalysen bij monsters met DS ≤ 12% en de overeenkomstig traditionele laboratoriumtesten 14
Tabel 2 Overzicht van correlaties tussen diverse sneltesten en de standaard Kj-N digestiemethode voor de bepaling van ammonium-N (TAN) en totaal N in melkvee drijfmest (n=99) 15
Tabel 3 Evaluatie van de 3 sneltesten in vergelijking met de conventionele laboratoriumtesten 15
Tabel 4 Afwijking snelmeterresultaat t.o.v. laboratoriumresultaat[17] 19
Tabel 5 Vergelijking $NH_3$-N gehalte met sneltest Eijkelkamp en Quantofix van varkensdrijfmestmonsters[17] 19
Tabel 6 Overzichttabel sneltesten met voor- en nadelen 20
Tabel 7 Gemiddelde samenstelling van varkens- en rundveemest in België 22
Tabel 8: Gemiddelde samenstelling van organische meststoffen in Nederland 23
Tabel 9: Recente richtwaarden van de samenstelling van niet-pluimveemest (>2010) in Vlaanderen 24
Tabel 10: Richtwaarden van de samenstelling van mest (<2010) in Vlaanderen 24
Tabel 11 Volumebepaling staalnamerecipiënten 32
Tabel 12 Analyseresultaten van ammoniumchloride met de N-analyser 33
Tabel 13 Analyseresultaten van ureum met de N-analyser 33
Tabel 14 Analyseresultaten van aminozuurmengsel met de N-analyser 34
Tabel 15 Analyseresultaten van mix ammoniumchloride/ureum met de N-analyser 34
Tabel 16 $NH_4$-N resultaten met N-analyser gemeten onder verschillende condities 35
Tabel 17 $NH_4$-N resultaten met N-analyser, gemeten bij kamertemperatuur 36
Tabel 18 $NH_4$-N resultaten met N-analyser, gemeten bij 4°C 36
Tabel 19 Invloed van de meettemperatuur bij de N-analyser 37
Tabel 20 Evaluatie in situ $NH_4$-N resultaten tov $NH_4$-N resultaten flow analyser en totaal N 38
Tabel 21 Berekening correlatiefactor totaal N vs $NH_4$-N in situ en de bijhorende 2s grenzen (n=315) 44
Tabel 22 Berekening correlatiefactor totaal N vs $NH_4$-N in situ en de bijhorende 2s grenzen (n=27, drijfmestmengeling) 47
Tabel 23 Berekening correlatiefactor totaal N vs $NH_4$-N in situ en de bijhorende 2s grenzen (n=175, varkensdrijfmest) 52
Tabel 24 Berekening correlatiefactor totaal N vs $NH_4$-N in situ en de bijhorende 2s grenzen (n=112, zeugendrijfmest) 57
Tabel 25 Berekening correlatiefactor totaal N vs $NH_4$-N in situ en de bijhorende 2s grenzen (n=38, brijbakken) 60
Tabel 26 Samenvatting correlatiefactoren totaal N vs $NH_4$-N in situ en de bijhorende 2s grenzen ifv het mesttype 61
Tabel 27 Evaluatie correlatiefactoren totaal N vs $NH_4$-N in situ in combinatie met de onzekerheid en ifv het mesttype 62
Tabel 28 Evaluatie correlatiefactoren totaal N vs $NH_4$-N in situ in combinatie met de onzekerheid voor dataset 2 (n=380) 64
Tabel 29 Evaluatie correlatiefactoren totaal N vs $NH_4$-N in situ in combinatie met de onzekerheid voor dataset 3 (n=420) 64
Tabel 30 Correlatiefactoren totaal N vs $NH_4$-N in functie van landbouwer 65

## LIJST VAN FIGUREN

Figuur 1 Ion-selectieve electrode sensor voor de bepaling van ammonium en nitraat (Bron: Hach-Lange) 3
Figuur 2 ISE sensor voor in-situ meting van ammonium en nitraat 4
Figuur 3 Reflectometer met analysestrips (Bron: Eijkelkamp en Merck) 5
Figuur 4 Draagbare fotometer met 2 types digestieblokken (Bron: Hach Lange) 6
Figuur 5 Draagbare fotometer met digestieblok voor totaal N (Bron: Hanna Instruments) 7
Figuur 6 Sneltestkit Agros Nova Mk3 Stikstof meter (Bron: Agros) 8
Figuur 7 Schematische beschrijving van de sneltest Agros Nova 8
Figuur 8 Sneltester Quantofix N-Volumeter 9
Figuur 9 Hydrometer 10
Figuur 10 Toestel met FertiData programma, handsonde en sonde voor drijfmesttanks (Bron: FTM) 11
Figuur 11 Spectra van monsters, die variëren in vochtgehalte[6] 12
Figuur 12 Links: Schematische weergave NIRS (1: lamp, 2: sensor, 3: drijfmest stroom, Midden: in-line gemonteerd, Rechts: onderzijde sensor[6] 12
Figuur 13 Prototype toestel met handheld (L) en tanker (R) sensor 16
Figuur 14 Correlatie tussen de geleidbaarheid (EC) en totaal Kjeldahl-N (TKN) en $NH_4$-N (AN) gehalte van kraamzeugen 16
Figuur 15 Vergelijkende $NH_4$-N resultaten bekomen met Agros N-meter vs lab resultaten 17
Figuur 16 Vergelijkende $NH_4$-N resultaten bekomen metQuantofix N-Volumeter vs lab resultaten 17
Figuur 17 Resultaat sneltest Eijkelkamp vs labometing voor totaal N (diagonaal is 1:1 verhouding)[17] 18
Figuur 18 Agros Nova MK3 N-analyser 28
Figuur 19 In situ meting met de Agros N-analyser 31
Figuur 20 Correlatie van de in situ $NH_4$-N resultaten vs labo resultaten voor $NH_4$-N (n=315) 40
Figuur 21 Correlatie van de in situ $NH_4$-N resultaten vs labo resultaten voor totaal N (n=315) 40
Figuur 22 Resultaten voor $NH_4$-N in situ, $NH_4$-N in labo, totaal N, droge stof en organische stof (n=315) 42
Figuur 23 Correlatie van de in situ $NH_4$-N (L) en totaal N (R) resultaten ifv de droge stof resultaten (n=315) 43
Figuur 24 Ratio $NH_4$-N in situ/totaal N en ratio $NH_4$-N in labo/totaal N (n=315) 43
Figuur 25 Histogram van factor Totaal N/$NH_4$-N (alle data) 44
Figuur 26 Bekomen factoren in relatie met het $NH_4$-N gehalte in situ gemeten (n=315) 45
Figuur 27 Bekomen factoren in relatie met het totaal N gehalte (n=315) 45
Figuur 28 Resultaten voor $NH_4$-N in situ, $NH_4$-N in labo, totaal N, droge stof en organische stof (n=27, drijfmestmengeling) 46
Figuur 29 Ratio $NH_4$-N in situ/totaal N en ratio $NH_4$-N in labo/totaal N (n=27, drijfmestmengeling) 46
Figuur 30 Bekomen factoren in relatie met het $NH_4$-N gehalte in situ gemeten (n=27, drijfmestmengeling) 47
Figuur 31 Bekomen factoren in relatie met het totaal N gehalte (n=27, drijfmestmengeling) 48
Figuur 32 Correlatie van de in situ $NH_4$-N resultaten vs labo resultaten voor $NH_4$-N (n=175, varkensdrijfmest) 48
Figuur 33 Correlatie van de in situ $NH_4$-N resultaten vs labo resultaten voor totaal N (n=175, varkensdrijfmest) 49
Figuur 34 Resultaten voor $NH_4$-N in situ, $NH_4$-N in labo, totaal N, droge stof en organische stof (n=175, varkensdrijfmest) 50
Figuur 35 Ratio $NH_4$-N in situ/totaal N en ratio $NH_4$-N in labo/totaal N (n=175, varkensdrijfmest) 51

Figuur 36 Bekomen factoren in relatie met het $NH_4$-N gehalte in situ gemeten (n=175, varkensdrijfmest) 52
Figuur 37 Bekomen factoren in relatie methet totaal N gehalte (n=175, varkensdrijfmest) 53
Figuur 38 Correlatie van de in situ $NH_4$-N resultaten vs labo resultaten voor $NH_4$-N (n=112, zeugendrijfmest) 53
Figuur 39 Correlatie van de in situ $NH_4$-N resultaten vs labo resultaten voor totaal N (n=112, zeugendrijfmest) 54
Figuur 40 Resultaten voor $NH_4$-N in situ, $NH_4$-N in labo, totaal N, droge stof en organische stof (n=112, zeugendrijfmest) 55
Figuur 41 Ratio $NH_4$-N in situ/totaal N en ratio $NH_4$-N in labo/totaal N (n=112, zeugendrijfmest) 56
Figuur 42 Bekomen factoren in relatie met het $NH_4$-N gehalte in situ gemeten (n=112, zeugendrijfmest) 57
Figuur 43 Bekomen factoren in relatie met het totaal N gehalte (n=112, zeugendrijfmest) 58
Figuur 44 Resultaten voor $NH_4$-N in situ, $NH_4$-N in labo, totaal N, droge stof en organische stof (n=38, brijbakken) 59
Figuur 45 Ratio NH4-N in situ/totaal N en ratio NH4-N in labo/totaal N (n=38, brijbakken) 59
Figuur 46 Bekomen factoren in relatie met het $NH_4$-N gehalte in situ gemeten (n=38, brijbakken) 60
Figuur 47 Bekomen factoren in relatie met het totaal N gehalte (n=38, brijbakken) 60
Figuur 48 Lineaire correlatie van totaal N met droge stof gehalte en relatie met correlatiefactor totaal N/$NH_4$-N in situ 63
Figuur 49 Lineaire correlatie van $NH_4$-N in situ met droge stof gehalte en relatie met correlatiefactor totaal N/$NH_4$-N in situ 63

# HOOFDSTUK 1. INLEIDING

Een belangrijke parameter in drijfmest is het gehalte aan totaal N. Echter deze waarde kan sterk fluctueren omdat de samenstelling van dierlijke mest variabel is en kan veranderen afhankelijk van allerlei factoren, met name gewicht van het dier, voeding, wateropname, afkomstig van kraamzeugen of niet. Daarom is het van belang om meststalen te analyseren in het laboratorium. De huidige laboratoriumanalyses zijn uitstekend geschikt om de meststofwaarde van drijfmest te bepalen. Maar ze vertegenwoordigen zelden de real-time nutriënt bijdrage als gevolg van de vertraging van de resultaten en het zeer variabel karakter van deze organische reststoffen.

Voor de landbouwer is het een meerwaarde om bij het uitrijden van de mest on site het gehalte aan totaal N te verifiëren. Immers tussen het laden van de mest en het uitrijden zit onvoldoende tijd om de samenstelling van de mest door een laboratorium te bepalen. Gedurende de laatste jaren zijn er instrumenten (sneltesten) ontwikkeld die een aanvulling kunnen zijn op de laboratorium analyses. Sneltests zijn eenvoudig te gebruiken technieken die ter plaatse met een acceptabele betrouwbaarheid en binnen een korte tijdsperiode kwalitatieve en/of kwantitatieve parameters kunnen bepalen. Bij het gebruik van on site screeningsmethoden is de informatie direct beschikbaar en de dosering kan eventueel aangepast worden, zodat er bemest kan worden naar behoefte en eenvoudiger aan de wettelijke gestelde normen voldaan kan worden.

Om na te gaan welke toestellen momenteel commercieel beschikbaar zijn om op een snelle en eenvoudige manier totaal/ammonium-N *in situ* te bepalen in vloeibare mestmonsters, werd een marktstudie uitgevoerd. Van de verschillende beschikbare technieken werd een beschrijving gegeven en de voor- en nadelen werden in kaart gebracht. Op basis van literatuurgegevens werd een overzicht gegeven van de performantie van de verschillende systemen.

Bijkomend werd een inventarisatie opgemaakt van de verschillende stromen (zowel van klassieke stallen als emissiearme stallen) en hun samenstelling (N-vorm en concentratie range). Bij de sneltest toestellen wordt veelal het ammonium-N gehalte bepaald i.p.v. het totaal N gehalte. Bijgevolg is het belangrijk om een beeld te krijgen van de bijdrage van de ammonium-N fractie aan het totaal N gehalte en dit in functie van de herkomst van de drijfmest. Zo kan de samenstelling van drijfmest afkomstig van gespeende biggen, drachtige zeugen, kraamzeugen, varkens, rundvee, mogelijks verschillen. Op basis van de inventarisatiestudie werd een beeld gevormd van de inzetbaarheid van de sneltesten.

Uit de inventarisatie studie (2014) komt naar voren dat bij de screeningstechnieken met een directe bepaling doorgaans het ammonium-N gehalte wordt bepaald. Enkel bij de kuvettentest is het ook mogelijk om het totaal N gehalte te bepalen. Hierbij dient een eenvoudige digestie te worden uitgevoerd, wat een limiterende factor (qua tijd) is. De Agros stikstofmeter toont het meeste potentieel als screeningstechniek om bij het uitrijden van de mest on site het gehalte aan totaal N te verifiëren, en dit omwille van volgende redenen: directe meting van het ammonium-N gehalte, eenvoudig in gebruik, beperkte kostprijs voor aanschaf toestel. Werkingskosten zijn de aankoop van de reagentia (vast oxidatiemiddel en natriumhydroxide).

Uit de inventarisatie van de screeningsmethoden komt naar voren dat de Agros N meter potentieel heeft om te velde te worden ingezet. In het tweede deel van deze studie (2015) werden

validatietesten uitgevoerd met een Agros stikstofmeter, enerzijds op synthetische monsters (van ammonium-N, ureum, …) en anderzijds op reële drijfmeststalen. Een meetprotocol werd uitgewerkt en aansluitend werd een opleiding aan de monsternemers (VLM en erkend labo) gegeven. Deze monsternemers voerden tijdens de bemonsteringen in het kader van de studie 'bedrijfsforfait' bijkomend te velde N-metingen ($NH_4$-N) met het on-site systeem van Agros Nova. Deze monsters werden tevens geanalyseerd door het erkend laboratoria voor de bepaling van diverse parameters i.e. het ammonium-N, totaal N, droge stof, organische stof, dichtheid en het gehalte $P_2O_5$. Uit de vergelijkende analyseresultaten werd een evaluatie van de sneltest in praktijk uitgevoerd.

# HOOFDSTUK 2. MARKTSTUDIE ANALYSETECHNIEKEN

Op de Europese markt zijn verschillende toestellen beschikbaar om stikstofgehalten on-site te meten. On-site analysetechnieken zijn analyses die uitgevoerd kunnen worden op de locatie waar de mest is ofwel in het veld ofwel bij de mestopslag. Er zijn reeds verschillende technieken in ontwikkeling of in gebruik die de samenstelling direct of indirect kunnen analyseren, of de samenstelling na monstername kunnen bepalen[1].

In onderstaande tekst wordt een overzicht gegeven van mogelijke analysetechnieken met een korte beschrijving van de methodiek, de mogelijkheden en beperkingen, met een indicatie van de kostprijs. Aansluitend wordt een overzicht gegeven van literatuurgegevens die in praktijk deze technieken toepassen.

## 2.1. IONSELECTIEVE ELECTRODE

Deze methode laat toe om zowel ammonium als nitraat te meten. Deze combinatie sensor met ISE (Ion Selective Electrode) technologie is ontwikkeld om op één locatie gelijktijdig ammonium ($NH_4$) en nitraat ($NO_3$) te meten. Voor de storende componenten, kalium (K) en chloride (Cl) wordt actief gecompenseerd door de geïntegreerde ISE-elektrodes. De compacte CARTRICAL cartridge bestaat uit vier elektrodes die onderling gekalibreerd zijn in de fabriek. De electroden hebben een meetbereik van 0 tot 1000 mg/l voor zowel $NH_4$-N als $NO_3$-N. Deze electrode wordt vaak ingezet bij procescontrole.
Voor de bepaling van ammonium en nitraat in vloeibare mestmonsters, is de inzetbaarheid van de electroden moeilijk wegens de zware belading van de mestmonsters (organische matrix).

In Figuur 1 is een ISE sonde weergegeven die ontworpen is voor onderdompeling in een bekken met een dompeldiepte van de sensor gaande van 0.3 m tot 3.0 m. De prijs van de sonde is in de grootte-orde van 15.000 euro.

*Figuur 1 Ion-selectieve electrode sensor voor de bepaling van ammonium en nitraat (Bron: Hach-Lange)*

Daarnaaste zijn er electroden beschikbaar welke in een sensor worden gebracht die vervolgens in de vloeistof kan worden gehouden (Figuur 2) . Deze electrode is kalibratievrij en gedurende een lange tijd stabiel. De ammonium en nitraat ISE zijn voorzien van een online compensatie voor de kalium interferentie door integratie van een kalium ISE. Bij de aflezing wordt de gecompenseerde waarde automatisch weergegeven. De kalium meetwaarde kan optioneel worden afgelezen. Deze electroden hebben eveneens een meetbereik van 0 tot 1000 mg/l voor zowel $NH_4$-N als $NO_3$-N.

*Figuur 2 ISE sensor voor in-situ meting van ammonium en nitraat*

Momenteel zijn electroden beschikbaar die hoge ammonium waarden (≤ 2.000 mg/l $NH_4$-N) met de sensor direct in het medium kunnen meten. Deze ISE wordt oa. ingezet voor de analyse van centraat water dat ontstaat bij slibontwatering. Dit water wordt niet afgevoerd, maar weer toegevoegd aan de afvalwatercyclus of het ammonium wordt rechtstreeks gedegradeerd tot elementaire stikstof (deammonification). In beide gevallen is het bepalen van de ammonium concentratie zeer belangrijk om een optimaal proces te waarborgen.

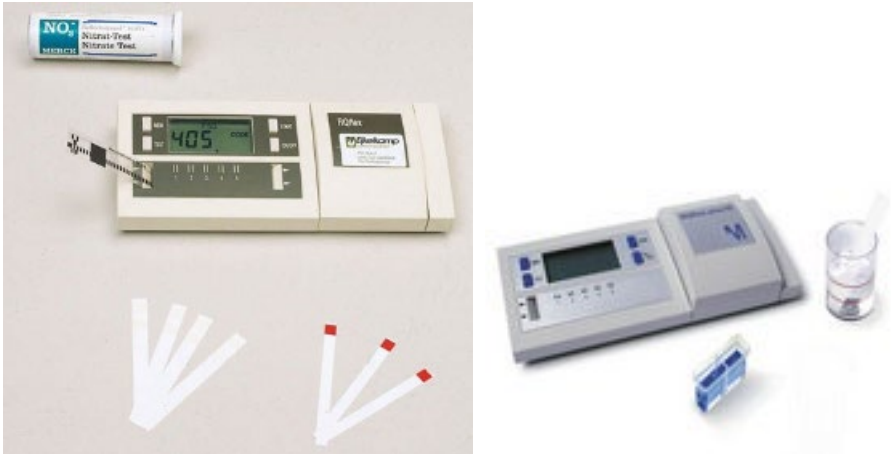
In praktijk zal het moeilijk uitvoerbaar zijn om deze electroden in te zetten voor *in situ* metingen van het stikstofgehalte in vloeibare mestmonsters.

### 2.2. REFLECTOMETER (STRIPPENTEST)

Met de draagbare reflectometer - RQ-flex (Eijkelkamp) en Reflectoquant® system (Merck Millipore) - worden diverse anionen en kationen in waterige extracten gemeten. Het meetsysteem bestaat uit diverse analysestrips voor verschillende parameters en de reflectometer met voeding uit batterijen. Elke buis met analysestrips wordt geleverd met een streepjescode. Voor gebruik van de strips wordt de streepjescode door de meter gehaald voor afstelling en regeling.

Het instrument heeft een gebruikersvriendelijke, menu-gestuurde bediening. Vanwege de dubbele optica, de golflengtecorrectie en de ladingsspecifieke afstelling kunnen met de reflectometer nauwkeurige metingen worden uitgevoerd. De reflectometer heeft een intern geheugen voor maximaal 50 metingen voor 10 parameters. De analysestrips zijn verkrijgbaar voor een groot aantal parameters zoals ammonium, nitraat, fosfaat, kalium, pH, etc.

Via de streepjescode wordt alle benodigde informatie ingelezen: analysemethode, ladingsnummer, golflengtecorrectiefactor, ladingsspecifieke afstelling en responstijd. De dubbele optica en de ladingsspecifieke informatie van de streepjescode zorgen voor een naar verhouding uitstekende nauwkeurigheid.



*Figuur 3 Reflectometer met analysestrips (Bron: Eijkelkamp en Merck)*

De nauwkeurigheid en de betrouwbaarheid van het meetresultaat is niet alleen afhankelijk van het instrument, maar ook van de behandeling van de teststrips en de voorbereiding van de monsters. Voor een maximale betrouwbaarheid wordt bij voorkeur elk monster in 3-voud geanalyseerd en het gemiddelde wordt gerapporteerd. Een betere nauwkeurigheid wordt bekomen door een geringe hoeveelheid (± 10 µl) van het te onderzoeken monster op de teststrip aan te brengen i.p.v. de teststrip te dompelen in de vloeistof en af te slaan.

Voor de bepaling van nitraat kan het monster direct op de teststrip gebracht worden en vervolgens kan de strip gemeten worden in de reflectometer. Bij de nitraat test worden de nitraat ionen gereduceerd naar nitriet door een reducerend agens. In aanwezigheid van een zure buffer reageren deze nitriet ionen met een aromatisch amine ter vorming van een diazonium zout, welke op zijn buurt reageert met N-(1-naphthyl)-ehtyleen-diamine ter vorming van een rood-violet azo kleur die reflectrometrisch wordt bepaald. Deze test heeft een meetbereik van 5 tot 225 mg/l nitraat of 3 tot 90 ml nitraat.

Voor de bepaling van ammonium dient het monster gemengd te worden met een reagens om vervolgens op de strip aan te brengen. Bij de ammonium bepaling reageren de ammonium ionen met het Nessler reagens ter vorming van een geel-bruine stof die wordt gemeten met de reflectometer. In een applicatie nota van Merck[2] is de bepaling van ammonium in vloeibare mest beschreven. Hierbij wordt het monster een factor 100 verdund en wordt het ammonium gehalte in het supernatans bepaald. Het monster wordt in de testbuis tot aan de 5 ml markering gebracht en 10 druppels reagens worden toegevoegd, en vervolgens geschud. De strip wordt in de oplossing gebracht of een druppel wordt op de strip gelegd en vervolgens gemeten met de reflectometer. Deze test heeft een meetbereik van 20 tot 180 mg/l ammonium.

Deze techniek is eenvoudig in gebruik en kan *in situ* worden uitgevoerd. Echter voor de bepaling van ammonium dienen de monsters voorafgaandelijk verdund te worden om binnen het meetbereik te liggen. Bovendien dient gewerkt te worden met het toxische Nessler reagens, wat niet tot aanbeveling strekt.

### 2.3. KUVETTENTEST (TEST KITS)

Voor het screenen/monitoringen van welbepaalde parameter, eventueel te velde, kunnen testkits ingezet worden. Deze testkitsystemen hebben als voordeel dat ze eenvoudig zijn in gebruik en snel

analyseresultaten opleveren. Diverse type van testkits zijn op de markt gaande van zeer eenvoudige visuele testen tot de fotometrische testen. Voor vergelijkbaarheid met de laboratoriumsystemen en analysen met hogere kwaliteitseisen komen voornamelijk de kuvettentesten voor fotometrische analysen in aanmerking. Het principe van de kuvettentesten is grotendeels gebaseerd op dezelfde kleurreacties als deze beschreven in Internationale normmethoden. Een UV-VIS spectrometer voorzien van software met voorgeprogrammeerde kalibratieprogramma's voor de te analyseren parameters wordt hiervoor doorgaans gebruikt. De spectrofotometer heeft een eenvoudige configuratie zonder specifieke modules voor het ondervangen van mogelijk aanwezige deeltjes of van interferenten. Gekleurde en troebele oplossingen kunnen bijgevolg resulteren in afwijkende waarden t.o.v. de werkelijke waarde van de te analyseren parameter.

De reactiebuisjes van de kuvettentest (oa. Hach LANGE/Hanna Instruments) zijn voorzien van voorgedoseerde en direct bruikbare reagentia. Na toevoegen van het analysemonster (en eventueel na destructie) kan de te bepalen component spectrofotometrisch bepaald worden. Voor deze metingen dienen geen kalibratiecurven opgesteld te worden. De kuvetten zijn voorzien van een barcode waardoor de fotometer in staat is om het geschikte voorgeprogrammeerde kalibratieprogramma te selecteren voor het bepalen van de component. Op basis van een controlemonster (QC) kan de kalibratie gecontroleerd worden.

Voor de bepaling van ammonium en nitraat zijn testkits ter beschikking met diverse meetbereiken (tot max. 100 à 150 mg/l). Bij beide testkits is het principe gebaseerd op een reactie met een kleurreagens en meting met de spectrofotometer.
Voor de bepaling van totaal N is er een testkit beschikbaar met de nodige reagentia (meetbereik tot 100 à 150 mg/l). Het monster wordt toegevoegd in de testkit en vervolgens dient een digestie te worden uitgevoerd bij 100°C gedurende een welbepaalde tijd. Standaard wordt een digestie uitgevoerd gedurende 2 uur, maar voor screening kan mogelijks deze tijd ingekort worden tot ± 15 minuten bij vloeibare meststalen. Voorbeelden van digestieblokken zijn gegeven in Figuur 4 en Figuur 5.

Op de markt zijn compacte, draagbare fotometers beschikbaar die speciaal ontworpen zijn om snel en efficiënt deze analysen uit te voeren op locatie. Deze fotometers bevatten voorgeprogrammeerde methoden die snel en eenvoudig resultaten leveren en voorzien zijn van een batterijvoeding. De meetgegevens kunnen nadien getransfereerd worden naar de PC. Voorbeelden van draagbare fotometers zijn weergegeven in Figuur 4 en Figuur 5.

*Figuur 4 Draagbare fotometer met 2 types digestieblokken (Bron: Hach Lange)*

*Figuur 5 Draagbare fotometer met digestieblok voor totaal N (Bron: Hanna Instruments)*

De kostprijs van de fotometer ligt in de range tussen 700 en 2000 euro. De digestieblok varieert tussen 600 en 1300 euro. De aanschaf van een draagbare fotometer met digestieblok varieert bijgevolg tussen 1300 en 3300 euro.

De inzetbaarheid van de testkits voor *in situ* metingen biedt mogelijkheden, maar heeft ook zijn beperkingen. Deze methodiek is de enige methode die toelaat om een beeld te krijgen van het totaal N gehalte. Hierbij is het wel noodzakelijk om een digestie uit te voeren bij verhoogde temperatuur (100°C). Standaard wordt een digestieduur van 120 minuten gehanteerd, echter voor screenen kan mogelijks deze tijd ingekort worden tot 15 à 30 minuten vermits mest hoofdzakleijk bestaat uit gemakkelijk afbreekbare stikstof. Indien relevant, dient dit verder bekeken te worden. De beperkende factor bij deze metingen is de noodzaak voor het uitvoeren van een digestie, wat nadeling is voor de snelheid en eenvoud van deze analyse.

## 2.4. AGROS STIKSTOFMETER

Met de sneltester Agros Nova wordt enkel het gehalte aan ammoniak in de mest bepaald[3]. Het is een snelle, on-site test die de hoeveelheid ammoniak in de mest bepaalt. De resultaten zijn beschikbaar in een paar minuten. De Agros meter werkt door reactie van ammoniak in de mest met calcium hypochloriet (gechloreerde kalk) waardoor stikstofgas wordt gevormd. De druk die ontstaat tijdens het vrijkomen van het gas in een luchtdichte container, wordt gemeten. De gemeten waarde wordt uitgedrukt in kg ammoniak per kubieke meter mest.

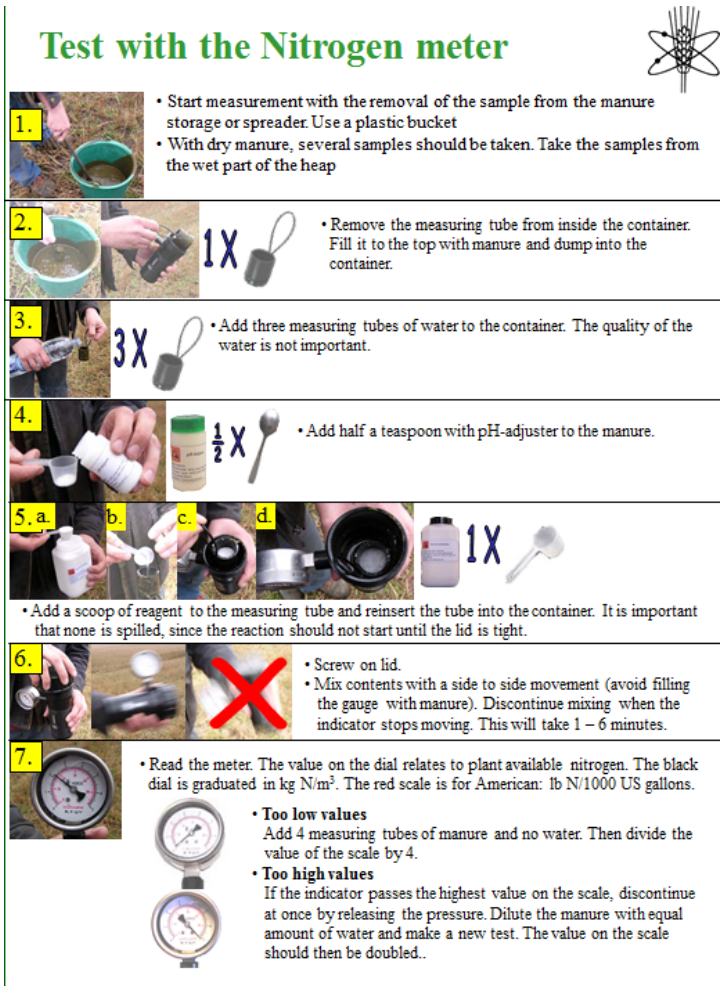
Hoewel de Agros tester ammoniak bepaalt i.p.v. totale stikstof, kan deze test toch nuttig zijn. Ammoniak is het gedeelte van de totale stikstof dat onmiddellijk beschikbaar is voor de groei van gewassen, terwijl de rest beschikbaar komt als de organische stof degradeert in de bodem. Het stikstofgehalte kan worden voorspeld met redelijke nauwkeurigheid vertrekkende vanuit het ammoniak gehalte. In varkensmest bestaat gemiddeld 75% van de totale stikstof uit ammoniak. Dit percentage varieert enigszins afhankelijk van het vochtgehalte en de duur van de opslag van de mest. Bij langdurige opslag, wordt meer organische stikstof omgezet in ammoniak. Ook mest met een lagere vaste stof gehalte heeft algemeen een hoger percentage ammoniak.

De tester is eenvoudig in gebruik. Het bestaat uit een 8.5 cm vierkante roestvrijstalen reactiekamer met nauwsluitend deksel, een maatbeker voor de mest, reagens en een maatlepel voor het reagens. Het duurt ongeveer 5 minuten om de test te voltooien. Een goed gemengd mestmonster wordt afgemeten in de kleine beker, en vervolgens uitgegoten in het reactievat. Eenzelfde hoeveelheid water wordt vervolgens aan de mest toegevoegd. De geschikte hoeveelheid reagens wordt toegevoegd in het reactievat en het deksel wordt goed gesloten. Met een zijwaartse beweging wordt het reagens gemengd met de mest en de reactie begint. Wanneer de drukmeting

stabiliseert, wordt de meetwaarde afgelezen en uitgedrukt in kg ammoniak per $m^3$ mest. De kostprijs bedraagt ongeveer 250 euro per eenheid.

*Figuur 6 Sneltestkit Agros Nova Mk3 Stikstof meter (Bron: Agros)*

In Figuur 7 is schematisch het analyseproces van de Agros Nova sneltester weergegeven.



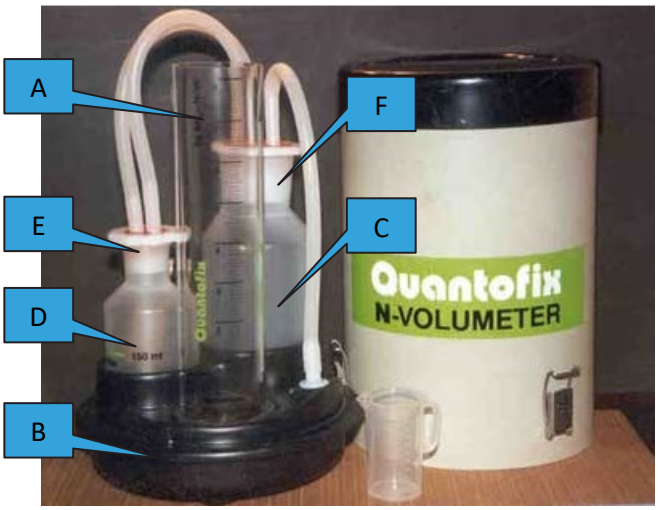

*Figuur 7 Schematische beschrijving van de sneltest Agros Nova*

De inzetbaarheid van de Agros Nova sneltester biedt mogelijkheden om ingezet te worden voor *in situ* analysen van vloeibare mestmonster. Het is eenvoudig in gebruik met een lage kostprijs wat betreft aankoop van het toestel. Wel dient de nodige aandacht besteed te worden aan de werkinstructies (veiligheid) gezien hypochloriet als reagentia wordt toegevoegd. Deze sneltest heeft als nadeel dat enkel de ammoniak fractie wordt bepaald en niet het totaal N gehalte. Bijgevolg is het noodzakelijk om een beeld te krijgen van de bijdrage van ammoniak ten aanzien van het totale N gehalte. Indien deze bijdrage binnen een welbepaalde range constant blijft, kan het ammoniak gehalte gehanteerd worden als maat voor het totale N gehalte.

## 2.5. QUANTOFIX N-VOLUMETER

Met de sneltester Quantofix wordt het gehalte aan ammoniak in de mest bepaald. Het principe van de Quantofix berust op een chemische reactie van de ammoniak in de drijfmest met een oxidatiemiddel. Bij deze reactie komt stikstofgas vrij. De hoeveelheid stikstofgas wordt gemeten en is een maat voor de hoeveelheid ammoniak in de drijfmest.

De Quantofix is weergegeven in Figuur 8. De werking van dit systeem is als volgt: De basis van het instrument wordt gevuld met water via de gekalibreerde maatcylinder (A) tot het de zwarte markeerstreep bereikt (= zero waarde). In het mestreactievat (C) wordt 100 ml drijfmest gebracht en vervolgens nog 200 ml water toe. De afsluitdop (F) wordt op het vat geplaatst en luchtdicht afgesloten. Voeg 150 ml oxidatiemiddel (mengsel van natriumhypochloriet en natriumhydroxide) toe in het kleinere vat (D), plaats de afsluitdop (E) zodat alles luchtdicht is. Draai het kleinere vat ondersteboven zodat het oxidatiemiddel in het mestreactievat dat de drijfmest en het water bevat, loopt. Vervolgens enkele malen schudden tot de reactie na 2 à 3 minuten volledig is. De hoeveelheid stikstof kan afgelezen worden in de gekalibreerde maatcylinder. Het gehalte aan stikstof wordt uitgedrukt in kg $NH_4$-N /$m^3$.




*Figuur 8 Sneltester Quantofix N-Volumeter*

Legende: A. Gekalibreerde maatcylinder, B. Base Water reservoir, C. Reactievat met drijfmest, D. Vat met oxidatiemiddel, E. Afsluitdop oxidatiemiddelvat, F. Afsluitdop mestreactievat.

De Quantofix werd ontwikkeld aan het Instituut voor Landbouw van de Universiteit Bonn. Het bestaat uit stabiele, eenvoudige kunststoffen onderdelen die gemakkelijk te reinigen zijn, zonder kranen of kleppen. De Quantofix wordt gekenmerkt door zijn eenvoudig gebruik. Wanneer het

toestel niet in werking is, kan het geheel afgedekt worden met een stevig deksel. De kostprijs bedraagt ongeveer 300 euro per eenheid.

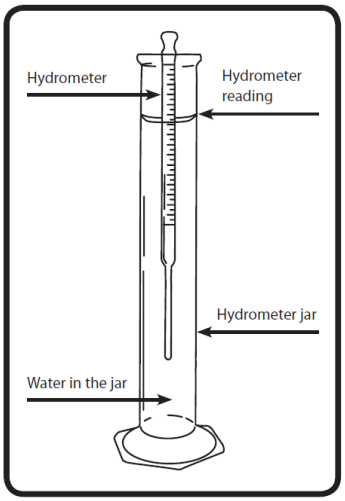
De Quantofix biedt eveneens potentieel als sneltester en sluit sterk aan bij de Agros Nova sneltester. Beiden laten het monster reageren met een oxidatiemiddel en vervolgens de hoeveelheid stikstof te meten. Het bekomen resultaat is een maat voor het aanwezige ammoniak gehalte in het monster. In Wageningen werd deze sneltester geëvalueerd en werden toch een aantal beperkingen vastgesteld bij deze metingen zoals onderschatting meetresultaat, beperkte houdbaarheid reagens na aanmaak. Bovendien wordt het oxidatiemiddel hier als vloeistof toegevoegd (bij Agros meter als vaste stof) wat minder gebruiksvriendelijk en veilig is. Meer informatie omtrent deze studie is beschreven in paragraaf 2.9.

## 2.6. HYDROMETER/DENSITEITSMETER

De hydrometer is een eenvoudig toepasbare en snelle analysemethode om de dichtheid van drijfmest te bepalen (Figuur 9)[4]. Laboratoriumproeven hebben aangetoond dat er een correlatie bestaat tussen het gehalte aan totale nutriënten (N, P, K) en de dichtheid van de slurrie. Op het landbouwbedrijf kan de dichtheid bepaald worden met de hydrometer en onmiddellijk kan het resultaat gecorreleerd worden met de totale concentratie aan nutriënten.

Een geroerd suspensiemonster wordt in een 1000 ml gegradueerde cylinder gebracht. De suspensie wordt gemengd in de cylinder met een zuiger en de hydrometer wordt in de slurrie gebracht. De dichtheid wordt 15 seconden later gemeten.
Voor nauwkeurige metingen moet de hydrometer worden gelezen terwijl deze vrij beweegt in de slurrie. Als een slurrie te viskeus is, moet de slurrie verdund worden met water voor het bekomen van een nauwkeurige meting.

Volgende apparatuur is nodig voor het uitvoeren van deze proef: 1) een hydrometer, 2) een 1000 ml maatcilinder, en 3) een zuiger voor menging in cylinder. Het toestel kost ongeveer 30 euro.




*Figuur 9 Hydrometer*

De bepaling van het nutriëntgehalte betreft een indirecte meting via de dichtheid. De toepassing van deze methode is enkel mogelijk indien de meststroom steeds van dezelfde origine is zodat een

correlatie gelegd kan worden tussen de dichtheid en het nutriëntgehalte. De bekomen nutriënt waarden zullen enkel nauwkeurig zijn als elk individueel landbouwbedrijf per meststroom zijn eigen database aanlegt met een relatie tussen de nutriënten en de dichtheid gebaseerd op laboratoriumanalyses. Deze landbouw-specifieke relaties kunnen dan aangewend worden voor de berekening van het nutriëntgehalte van de drijfmest. In praktijk lijkt de inzetbaarheid van dit systeem beperkt.

## 2.7. GELEIDBAARHEIDSMETER

Door middel van een sonde wordt de elektrische geleiding van de mest gemeten en aan de hand daarvan wordt de correlatie gelegd met de gehalten aan N, P en K (Fertimeter). Het systeem kan uitgerust worden met een handsonde die in de mest gehouden wordt of met een sonde die vast op de tank wordt gemonteerd. Belangrijk hierbij is dat voor elk mesttype dient gekalibreerd te worden. Na kalibratie kan het gehalte aan totaal stikstof, ammonium en fosfor door middel van elektrische geleidbaarheid bepaald worden. De nauwkeurigheid van de methode wordt bijgevolg bepaald door de kalibratie en dient bij elke mestsoort en bedrijf te worden uitgevoerd. Het toestel kost ongeveer 2200 euro.

*Figuur 10 Toestel met FertiData programma, handsonde en sonde voor drijfmesttanks (Bron: FTM)*

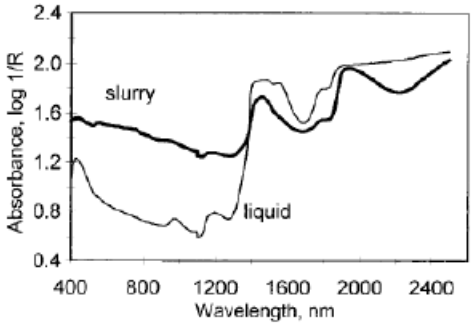
De bepaling van het nutriëntgehalte betreft een indirecte meting via de geleidbaarheid. Door de leverancier werd aangegeven dat het toestel dient gekalibreerd te worden aan de hand van minstens 15 à 20 metingen. Meer metingen resulteren in een meer precisie kalibratie.

## 2.8. NABIJ INFRAROOD SPECTROMETER (NIR)

Een meer complexe techniek voor het meten van nutriënten in mestmonsters is gebaseerd op nabije infrarood spectrometrie (NIRS). Door middel van NIRS kunnen stikstof- en fosfaatgehalten in mest direct op het transportvoertuig worden gemeten[5]. Met deze nieuwe techniek kan ingespeeld worden op de wensen van de klanten door sneller en preciezer te analyseren. Ook is het mogelijk om de inhoud van mest te meten op de bemester. Zo kan er plaatsspecifiek de juiste hoeveelheid mest geïnjecteerd worden. Natuurlijk is dit ook een voordeel voor de landbouwer.

Near Infrared (NIR) spectroscopie[6] betreft de spectroscopie die gebruik maakt van het nabij infrarood gedeelte van het elektromagnetische spectrum. Dit betreft de golflengtes tussen 800 en 2500 nm. Elke molecuul heeft een specifieke frequentie, waarmee ze draait of vibreert. Deze

verschillende resonantiefrequenties hangen af van de moleculaire structuur en de atoommassa. Het NIR spectrum van een stof kan bepaald worden door alle golflengten uit het spectrum via een lichtstraal naar de stof te sturen, en dan registreren welke golflengten teruggekaatst worden. In Figuur 11 is een voorbeeld weergegeven van het weerkaatste spectrum van een bepaald monster. De absorptie kan bepaald worden door te kijken naar de golflengten die niet teruggekaatst worden. Het NIR-spectrum dat door een bepaalde stof geabsorbeerd word, is kenmerkend voor de gemeten stof. Water is een van de grootste absorbeerders in het NIR-spectrum en absorbeert vooral NIR straling met een golflengte bij 1400 nm en 1900 nm. Dit is ook in Figuur 11 terug te zien, in beide monsters wordt opvallend veel straling geabsorbeerd bij deze twee golflengten, waarbij het monster met het hoogste vochtgehalte (liquid) hier de grootste pieken vertoont. Het monster 'slurrie' bevat ook een grotere hoeveelheid vaste delen, wat resulteert in een hogere absorptie tussen 400 en 700 nm. Voor betrouwbare metingen is een absorptie van minder dan 2,0 gewenst, hierdoor is het gebied >1900 nm niet bruikbaar. Een groot voordeel van NIR is, dat het veel dieper in het te meten product doordringt dan bijvoorbeeld midden infrarode straling. Hierdoor wordt de stroom niet alleen aan het oppervlakte gemeten, maar vooral dieper. Dit levert een grotere betrouwbaarheid van de metingen op, omdat dit een representatiever beeld geeft van de te meten stroom. De concentratie aan bepaalde stoffen die aanwezig is in het gemeten monster, kan door middel van kalibratiemethoden berekend worden uit de hoogte van de pieken.




*Figuur 11 Spectra van monsters, die variëren in vochtgehalte*[6]

NIR-technologie werd 30 jaar geleden voor het eerst gebruikt in de agrarische sector bij het meten van vochtgehalte in graan. Sindsdien is deze technologie ontwikkeld en verder verfijnd en is daarom ook aanvaard als vervanging van chemische methodes om een nauwkeurige, betrouwbare analyse van granen uit te voeren.

*Figuur 12 Links: Schematische weergave NIRS (1: lamp, 2: sensor, 3: drijfmest stroom, Midden: in-line gemonteerd, Rechts: onderzijde sensor*[6]

Een NIRS sensor kan in principe op elke leiding waar mest doorheen gevoerd wordt gemonteerd worden. De sensor staat in een hoek op de leiding waar mest doorheen stroomt. Door specifieke

bandbreedtes te meten wordt er bekend hoeveel N en $P_2O_5$ er in de mest zit. Er worden zo'n 50 metingen per seconde uitgevoerd.
De afwijkingen van de NIRS sensoren worden door de juiste ijklijnen steeds kleiner gemaakt. Door het verder uitbreiden van het ijkmodel proberen fabrikanten de afwijking van hun NIRS sensortechniek steeds verder te verfijnen. Het NIRS systeem kan, afhankelijk van de mestsoort, al meten met een afwijking van 3 tot 4%. Voornamelijk de gangbare mestsoorten als varkens- en rundveedrijfmest kunnen erg nauwkeurig gemeten worden. Bij mestsoorten die nog niet zo nauwkeurig gemeten kunnen worden, ontbreekt het vaak nog aan voldoende metingen voor het ijkmodel. Door veel metingen te doen en deze metingen te verwerken in het ijkmodel zullen fabrikanten zorgen voor steeds nauwkeurigere meetgegevens.

Voordelen: Om snel en veel resultaten te verkrijgen is NIR een geschikte optie. Tevens is de betrouwbaarheid om nutriënten te meten goed tot zeer goed. Het systeem is tevens toepasbaar voor droge mest als voor de natte fractie. Ook meet het systeem fosfaten, pH, droge stof en C/N ratio.
Nadelen: Het systeem is kostbaar (20.000 – 40.000 euro) en er is laboratoriumkennis noodzakelijk om de analyse uit te voeren.

## 2.9. TOEPASSINGEN BESCHREVEN IN LITERATUUR

In een publicatie van Fleming *et al.*[7] werd het gebruik van stikstof testkits en metingen van de elektische geleidbaarheid geëvalueerd om het $NH_4$-N gehalte in drijfmest in te schatten. Mestmonsters (106) werden gecollecteerd in varkens-, runds-, melkvee- en pluimvee landbouwbedrijven. Metingen werden uitgevoerd met de Agros N-meter (§2.4) en de geleidbaarheidsmeter (§ 2.7). Standard laboratorium analysen werden uitgevoerd en gebruikt als referentie voor de evaluatie. De geselecteerde monsters van varkens-, runds- en pluimveemest bestonden allemaal voor 77% van hun totale N-gehalte uit $NH_4$-N. Bij de melkveemest was dit voor 60%. Indien alle type mestmonsters werden in rekening gebracht, werd met de N-meter een $R^2$ van de regressielijn van 0.71 bekomen, terwijl bij de geleidbaarheidsmetingen een $R^2$ van 0.83 werd bekomen. De N-meter was het nauwkeurigst in het inschatten van de $NH_4$-N concentratie van melkveemest ($R^2$ = 0.95), terwijl de laagste lineaire fit werd bekomen voor pluimveemest ($R^2$ van 0.33). De verhouding tussen de geleidbaarheid en de $NH_4$-N is lineair met een $R^2$ waarde van 0.83.

Van Kessel *et al.*[8] geeft een overzicht van de beschikbare literatuur van snelle on-site analysetesten voor de bepaling van nutriënten in drijfmest, en meer specifiek de accuraatheid van de sneltesten en de geschikheid om deze on-site in te zetten bij landbouwbedrijven. De beschreven testen zijn: hydrometer (§2.6), elektrische geleidbaarheid (§2.7), ammonium elektrode (§2.1), reflectometer (§2.2), de Agros N meter (§ 2.4) en de Quantofix N-Volumeter (§ 2.5). De ammonia elektrode resulteert in een directe accurate meting van het ammonium gehalte in drijfmest, echter de moeilijkste techniek om on-site uit te voeren (kalibratie, storing van luchtbellen,…). De hydrometer meet indirect het totaal N gehalte, gebaseerd op de lineaire relatie met het droge stof gehalte en de dichtheid. De resultaten zijn sterk afhankelijk van het type mestmonster. De elektrische geleidbaarheid is een indirecte meting voor ammonium-N en resulteert in goede resultaten. De Agros N-meter en de Quantofix N-Volumeter meten beiden direct $NH_4$-N en mogelijk een deel organische N. Voor beide methoden is er een zeer goede overeenkomst met de laboratorium analysen van ammonium-N. De variatie kan nog gereduceerd worden voor diverse sneltesten door kalibraties specifiek per mesttype en bedrijf te gebruiken.

Aansluitend op voorgaande publicatie werden door Van Kessel *et al.*[9] 6 sneltesten in praktijk geëvalueerd voor de bepaling van totaal N/ $NH_4$-N in mest. De sneltesten omvatte de hydrometer,

elektrische geleidbaarheidsmeting, de reflectometer, de Agros N Meter en Quantofix N-volumemeter. Monsters (107), verzameld bij melkveebedrijven, werden geanalyseerd op totale N en $NH_4$-N met de traditionele laboratoriummethoden en met elk van de sneltesten. De samenstelling van de mesten varieerden van 1,4 tot 38,6% droge stof, 0,9 tot 9,5 kg/m$^3$ totale N en 0,3 tot 4,7 kg/m$^3$ $NH_4$-N. De hydrometer geeft geen accurate schatting van het totale N gehalte. De sterkste correlatie voor de schatting van $NH_4$-N was met de Quantofix N-Volumeter gevolgd door Agros N Meter, de reflectometer en de elektrische geleidbaarheidsmeter. Wanneer de monsters werden gesplitst in hoge (> 12%) en lage (≤12%) droge stof groepen, was in alle gevallen $R^2$ voor de regressievergelijking hoger voor de lage droge stof groep dan voor de hoge droge stof groep. Deze resultaten gaven aan dat deze sneltesten voornamelijk voor drijfmesten geschikt zijn. In Tabel 1 zijn voor deze groep monsters de resultaten weergegeven.

*Tabel 1 Parameters en statistiek van de regressievergelijkingen: sneltestanalysen bij monsters met DS ≤ 12% en de overeenkomstig traditionele laboratoriumtesten*

| Quick test | Nutrient | n[2] | Intercept[3] | $SE_{intercept}$ | Slope[4] | $SE_{slope}$ | $r^2$ |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Hydrometer | Total N | 64 | 1.28*** | 0.34 | 0.58*** | 0.09 | 0.39 |
| Quantofix-N-volumeter | $NH_4^+$-N | 62 | –0.16*** | 0.04 | 1.08** | 0.03 | 0.97 |
| Agros N meter | $NH_4^+$-N | 60 | 0.07 | 0.06 | 1.02 | 0.04 | 0.92 |
| Reflectometer | $NH_4^+$-N | 61 | 0.18** | 0.05 | 0.93† | 0.03 | 0.92 |
| Conductivity meter | $NH_4^+$-N | 61 | 0.16* | 0.07 | 0.89* | 0.04 | 0.89 |
| Conductivity pen | $NH_4^+$-N | 61 | 0.17* | 0.07 | 0.89*** | 0.04 | 0.88 |

[1]All regressions were significant ($P < 0.001$).
[2]The initial sample set contained 64 samples. Outliers were removed based on residual plots.
[3]Superscripts indicate if intercepts were different from 0.
[4]Superscripts indicate if slopes were different from 1.
†$P < 0.10$.
*$P < 0.05$.
**$P < 0.01$.
***$P < 0.001$.

In 2007 werd door J.B. Reeves[10] de laatste stand van zaken doorgegeven betreffende de beschikbaarheid van de sneltesten voor on-site analysen. De auteur geeft aan dat verschillende sneltesten beschikbaar zijn voor de bepaling van totaal ammonium-N gehalte met een goede accuraatheid ($R^2$ = 0.9 of beter versus de laboratorium metingen) die bovendien snel en redelijk goedkoop zijn, terwijl deze methoden niet bestaan voor de bepaling van organische N in dezelfde monsters. In Tabel 2 is een overzicht gegeven van de correlaties tussen diverse sneltesten en de standaard Kj-N digestiemethode voor de bepaling van ammonium-N (TAN) en totaal N in melkvee drijfmest (n=99). In deze publicatie wordt ook aangegeven dat spectroscopische methoden zoals nabije (NIRS) en midden-infrarood spectroscopie meer en meer worden ingezet voor de snelle analyse van een brede waaier van producten zoals mest, en deze bieden ook mogelijkheden voor on-site metingen. Draagbare veldsystemen zijn bovendien in opmars. NIRS heeft als voordeel dat naast het gehalte aan organische N er ook andere parameters worden bepaald. Zowel bij nabije als midden IR spectroscopie is het noodzakelijk om een kalibratie op te stellen in functie van de monstersamenstelling. Deze kalibraties kunnen zelfs veranderen door jaarlijkse wijzigingen van de samenstelling van het mestmonster. Bijgevolg dienen ze regelmatig gecontroleerd te worden.

*Tabel 2 Overzicht van correlaties tussen diverse sneltesten en de standaard Kj-N digestiemethode voor de bepaling van ammonium-N (TAN) en totaal N in melkvee drijfmest (n=99)*

| Quick Test | TAN | | Total N | |
|---|---|---|---|---|
| | $R^2$ | RMSD [1] | $R^2$ | RMSD |
| Agrose meter | .785 | .034 | .779 | .068 |
| Hydrometer | .175 | .066 | .395 | .11 |
| Conductivity meter | .856 | .028 | .699 | .079 |
| Conductivity pen | .840 | .029 | .697 | .080 |
| Quantofix | .939 | .018 | .581 | .093 |
| Reflectometer | .900 | .023 | .688 | .081 |

[1] RMSD=Root Mean Squared Deviations, (Sum squared residuals/ 99)$^{1/2}$.

Salazar *et al.*[11] evalueerde 3 sneltesten voor de bepaling van het totale gehalte aan N, P, K en ammonium-N in drijfmest van melkvee in Chili, om alzo real-time de nutriëntenbijdrage van drijfmest te bepalen. Volgende sneltesten werden getest: Agros Nova Meter, Quantofix N-Volumeter en een hydrometer. Terwijl Agros Nova en Quantofix meter het $NH_4$-N-gehalte direct meten, schat de hydrometer indirect het totale gehalte aan N, P en K op basis van lineaire relatie met de droge stof van de drijfmest. Monsters (73) werden verzameld van melkveebedrijven uit Chili. Analyses werden uitgevoerd in het laboratorium met behulp van conventionele technieken en met elk van de snelle testen. Agros en Quantofix-N ammonium metingen waren nauwkeurig (P <0,01; $R^2$ van 0,82 en 0.88, respectievelijk). De schattingen van de totaal gehalten aan N, P en K met de hydrometer waren ook betrouwbaar (P <0.01). De beste resultaten werden verkregen voor de totaal gehalten aan P ($R^2$ = 0,87) en N ($R^2$ = 0,79). Geen enkel van de 3 sneltesten nam meer dan 10 minuten in beslag voor een analyse en bovendien waren zij zeer eenvoudig in gebruik. In Tabel 3 is de statische evaluatie weergegeven van de uitgevoerde testen.

*Tabel 3 Evaluatie van de 3 sneltesten in vergelijking met de conventionele laboratoriumtesten*

**Table 2. Descriptive statistics of dry matter and total contents of nitrogen (TN), phosphorus (TP), potassium (TK) and ammonium-N (N-$NH_4^+$) obtained from conventional laboratory analyses and utilizing each quick test (fresh weight basis) (n = 73).**

| | DM | | TN | | TP | | TK | | N-$NH_4^+$ | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Quick test | Lab | Hydr | Lab | Hydr | Lab | Hydr | Lab | Hydr | Lab | Agros | Qtfx |
| | % | | kg m$^{-3}$ | | kg m$^{-3}$ | | kg m$^{-3}$ | | kg m$^{-3}$ | | |
| Mean | 1.99 | 2.24 | 0.85 | 1.14 | 0.35 | 0.40 | 0.80 | 0.92 | 0.40 | 0.46 | 0.37 |
| SD | 1.97 | 2.03 | 0.61 | 0.61 | 0.31 | 0.31 | 0.55 | 0.40 | 0.27 | 0.30 | 0.30 |
| Min | 0.17 | 0.10 | 0.16 | 0.49 | 0.03 | 0.07 | 0.07 | 0.50 | 0.02 | 0.06 | 0.00 |
| Max | 7.70 | 9.20 | 2.53 | 3.24 | 1.41 | 1.48 | 2.26 | 2.29 | 1.23 | 1.33 | 1.46 |

Lab: Results from conventional laboratory analyses; Hydr: Results with the hydrometer; Agros: Results with the Agros Nova Meter; Qtfx: Results with the Quantofix N Volumeter.

**Table 3. Parameters and statistics of straight-line regression equations describing relationships between quick tests estimations and conventional laboratory results (n = 73).**

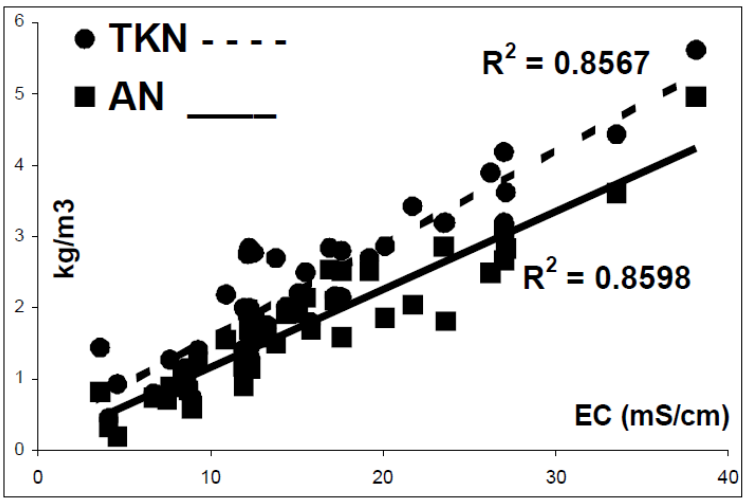
| Quick test | Model | Intercept | $SE_{intere}$ | Slope | $SE_{slope}$ | $r^2$ |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Hydrometer | $DM_{Hid} = a + b\ DM_{Lab}$ | 0.28** | 0.07 | 1.01** | 0.03 | 0.96 |
| | $TN_{Hid} = a + b\ TN_{Lab}$ | 0.39** | 0.06 | 0.83** | 0.05 | 0.79 |
| | $TP_{Hid} = a + b\ TP_{Lab}$ | 0.07** | 0.02 | 0.95** | 0.04 | 0.87 |
| | $TK_{Hid} = a + b\ TK_{Lab}$ | 0.60** | 0.07 | 0.40** | 0.07 | 0.29 |
| Agros | $N\text{-}NH_4^+{}_{Agros} = a + b\ N\text{-}NH_4^+{}_{Lab}$ | 0.06** | 0.03 | 0.99** | 0.06 | 0.82 |
| Quantofix | $N\text{-}NH_4^+{}_{Quantofix} = a + b\ N\text{-}NH_4^+{}_{Lab}$ | -0.05** | 0.02 | 1.04** | 0.05 | 0.88 |

TN: total nitrogen, TP: total phosphorus, TK: total potassium, SE: standard error of the mean.

Een veldtoestel voor de indirecte meting van het nutriënten gehalte (via geleidbaarheid) in drijfmest werd ontwikkeld en geëvalueerd door Provolo *et al.*[12,13] Het toestel verwerkt het elektrische signaal van een sonde dat in de slurrie wordt gebracht om indirect het nutriënten gehalte van mest te bepalen. De Fertimeter NPK (Figuur 13) is samengesteld uit (1) een schakelbord dat de electronische componenten bevat en de correlatiecurve tussen de

geleidbaarheid en het nutriënten gehalte weergeeft, (2) sensor bestaande uit 2 electroden. Wanneer de electrode in de drijfmest wordt geplaatst, daalt de elektrische weerstand tussen de 2 electroden (i.e. de electrische geleidbaarheid stijgt). Het schakelbord kan de geleidbaarheid lezen en onmiddellijk omzetten naar het nutrïentgehalte (totaal N, $NH_4$-N, $P_2O_5$ en $K_2O$). Het is mogelijk om de sensor manueel te gebruiken of direct geïnstalleerd in een drijfmest tank. In totaal werden 140 monsters gecollecteerd (drijfmest van rundvee en varkens). Het $NH_4$-N gehalte bedroeg voor varkensmest ± 70% van het totale Kjeldahl-N gehalte, deze ratio was 40 % in drijfmest van melkkoeien en bijna 90% in drijfmest van kalveren. Goede correlaties ($R^2$ van 0.73 tot 0.95) werden bekomen tussen de geleidbaarheid en totaal Kjeldahl-N / $NH_4$-N gehalte voor alle veetypes (voorbeeld in Figuur 14 voor kraamzeugen). De gemiddelde fout bekomen met het veldtoestel was altijd lager of gelijk aan 10 %, terwijl de standaardafwijkingen 12 à 13 % waren voor drijfmest van varkens en kalveren, en 20 à 21 % voor drijfmest van melkkoeien.

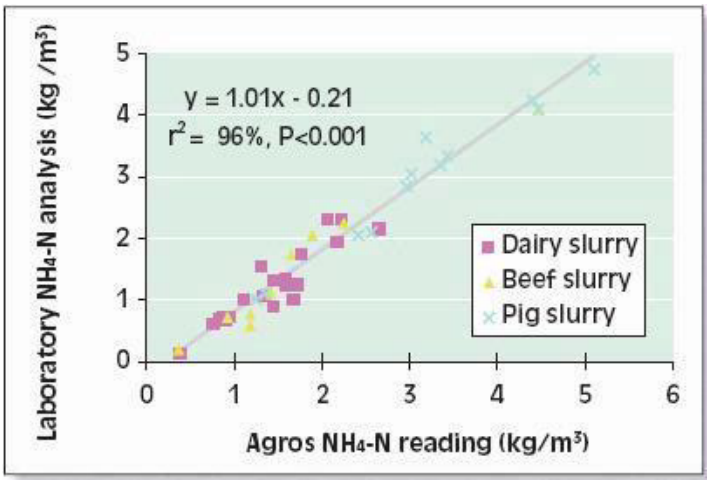
*Figuur 13 Prototype toestel met handheld (L) en tanker (R) sensor*



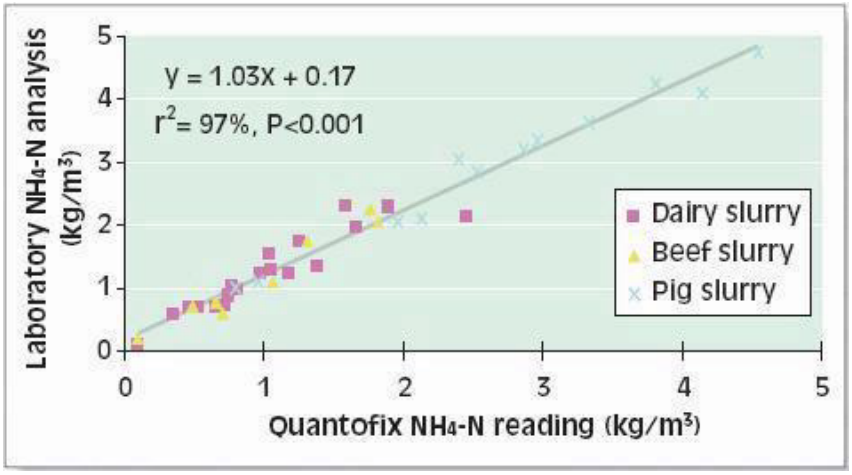

*Figuur 14 Correlatie tussen de geleidbaarheid (EC) en totaal Kjeldahl-N (TKN) en $NH_4$-N (AN) gehalte van kraamzeugen*

In een publicatie van Bicudo *et al.*[14] werden kalibratiecurven ontwikkeld voor verschilende sneltesten om een inschatting te verkrijgen van het nutriënt gehalte in drijfmest. De auteurs geven aan dat de precisie van de methode kan verbeterd worden indien kalibratielijnen wordt opgesteld voor de individuele landbouwbedrijven. Voor volgende sneltesten zijn kalibratiecurven ter beschikking: hydrometer, elektrische geleidbaarheidsmeter en de Agros N-meter.

Chadwicki *et al.*[15] beschrijft enkele studies over de juistheid en betrouwbaarheid van snelle on-site technieken. In een vergelijkende studie van on-site ammonium-N testen, werd de nauwkeurigheid van 5 verschillende technieken geëvalueerd: de Agros en Quantofix N meter, reflectometer, geleidbaarheid en selectieve ammonium elektrode. De technieken werden getest onder laboratorium omstandigheden op 40 drijfmest-, 25 stalmest- en 20 pluimveemestmonsters. De per methode verkregen resultaten werden vergeleken met die van standaard laboratorium analysetechnieken voor het meten van $NH_4$-N concentratie. De bekomen resultaten met de Agro meter zijn weergegeven in Figuur 15, deze met de Quantofix meter in Figuur 16. Beide tonen goede vergelijkende resultaten voor ammonium-N.




*Figuur 15 Vergelijkende $NH_4$-N resultaten bekomen met Agros N-meter vs lab resultaten*



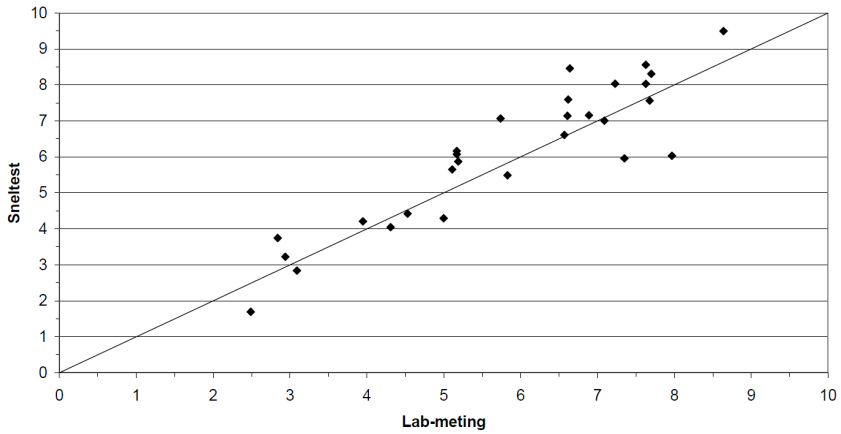

*Figuur 16 Vergelijkende $NH_4$-N resultaten bekomen metQuantofix N-Volumeter vs lab resultaten*

De geleidbaarheid elektrode en reflectometer gaven algemeen gezien een goede overeenkomst met de laboratoriumresultaten van $NH_4$-N, maar de sterkte van de relatie varieerde volgens drijfmesttype ($R^2$ > 80% voor varkensdrijfmest; $R^2$ > 60% voor rundveedrijfmest). De relatie tussen de specifieke ion elektrode en laboratoriumanalyse van $NH_4$-N was niet lineair maar exponentieel, waardoor er problemen optreden bij de bepaling van $NH_4$-N met hoge concentraties.

Voor het uitvoeren van on-site metingen werd de reflectometer beoordeeld als 'onpraktisch'. De robuuste constructie, eenvoudige bediening en nauwkeurigheid van de N meters daarentegen maakt deze technieken wel geschikt voor on-site gebruik.

Xing *et al.*[16] bepaalde de nutriënt concentratie in suspensies van kippenmest op basis van de densiteit (soortelijk gewicht) en de geleidbaarheid. De densiteit werd bepaald met de hydrometer en de geleidbaarheid met een digitale geleidbaarheidsmeter met automatische temperatuurscompensatie. Voor de bepaling van de densiteit dienden sommige monsters verdund te worden opdat de hydrometer vrij kon drijven. De resultaten bekomen uit 105 diverse monsters, toonden een sterke lineaire relatie tussen de densiteit en het totaal N gehalte ($R^2$ = 0.9) en het totaal P gehalte ($R^2$ = 0.8). De relatie van de geleidbaarheid met het $NH_4$-N gehalte waren significant met een $R^2$ waarde van 0.85.

In 2004 werd een studie uitgevoerd door Van Geel *et al.*[17] (Wageningen) omtrent de evaluatie van snelmeters voor dierlijke mest. In deze studie werden 2 snelmeters geëvalueerd: veldtest of sneltest van Eijkelkamp (meting van totaal N, ammonium-N en fosfaat ($P_2O_5$)) en de Quantofix (ammoniak meting). De veldtesten van Eijkelkamp worden niet meer door deze leverancier verdeeld, maar zijn vergelijkbaar met de testkits zoals beschreven in paragraaf 2.3 op pagina 5. Enkel de digestie voor de bepaling van totaal N werd volgens een andere methodiek uitgevoerd: in een mestpot werd aan 2 ml mestmonster 2 x 5 ml zwavelzuur en 2 x 4 ml waterstofperoxide en 1 ml katalystor toegevoegd, 10 minuten laten staan en af en toe zwenken, aanlengen met 500 ml water. Vanuit deze digestie werd 0.2 ml monster in de meetkuvet gebracht voor de bepaling van het totaal N gehalte. De meting met de Quantofix werd uitgevoerd zoals beschreven in paragraaf 2.5 op pagina 9. Wel werd door de onderzoekers opgemerkt dat voorzichtig dient te worden omgegaan met de reactievloeistof (bijtend product).
Op een 24-tal mestmonsters (uiteenlopende origine) werden vergelijkende testen uitgevoerd. De bekomen resultaten voor de sneltest Eijkelkamp is weergegeven in Figuur 17. In ruim de helft van de gevallen bedroeg het verschil tussen beide methoden ≤ 10% (zie Tabel 4). Af en toe werden forse verschillen vastgesteld tot ca. 35%.




*Figuur 17 Resultaat sneltest Eijkelkamp vs labometing voor totaal N (diagonaal is 1:1 verhouding)*[17]

Bij de metingen met de Quantofix werd een systematische afwijking naar beneden van gemiddeld 10% bekomen. Na correctie (verhoging met 10%) was het verschil van de Quantofix met het laboresultatat in bijna 75% van de gevallen ≤ 10% (zie Tabel 4). Afwijkingen van > 25% kwamen niet voor.

*Tabel 4 Afwijking snelmeterresultaat t.o.v. laboratoriumresultaat*[17]

| Afwijking | Percentage van de metingen | | |
|---|---|---|---|
| | Sneltest Eijkelkamp | | Quantofix |
| | N-totaal | $P_2O_5$-totaal | N-$NH_3$ na correctie |
| ≤ 10% | 51% | 52% | 73% |
| > 10% en ≤ 20% | 29% | 40% | 22% |
| > 20% en ≤ 30% | 10% | 4% | 5% |
| > 30% en ≤ 35% | 10% | 4% | 0% |

Voor een aantal varkensdrijfmestmonsters werden vergelijkende testen voor ammoniak-N uitgevoerd met de sneltest Eijkelkamp en met de Quantofix. De bekomen resultaten zijn weergegeven in Tabel 5, waarbij de minste afwijking t.o.v. laboresultaat werd vastgesteld met de sneltest Eijkelkamp.

*Tabel 5 Vergelijking $NH_3$-N gehalte met sneltest Eijkelkamp en Quantofix van varkensdrijfmestmonsters*[17]

| | labanalyse | Sneltest Eijkelkamp | | Quantofix | |
|---|---|---|---|---|---|
| | | uitslag | afw. t.o.v. lab | uitslag | afw. t.o.v. lab |
| | 2,2 | 2,4 | 9% | 2,3 | 5% |
| | 1,9 | 2,0 | 5% | 1,7 | -11% |
| | 5,1 | 5,0 | -2% | 4,3 | -16% |
| | 5,0 | 5,2 | 4% | 4,7 | -6% |
| | 2,6 | 2,6 | 0% | 2,7 | 4% |
| | 1,9 | 1,8 | -5% | 2,0 | 5% |
| | 1,9 | 2,1 | 11% | 2,0 | 5% |
| gemiddeld | | | 3% | | -2% |
| standaardafwijking | | | 6% | | 9% |

## 2.10. SAMENVATTING SNELTESTEN

Voor de landbouwer is het een meerwaarde om bij het uitrijden van de mest on site het gehalte aan totaal N te verifiëren. Bij het gebruik van on site screeningsmethoden is de informatie direct beschikbaar (in tegenstelling met laboratorium analysen) en kan de dosering eventueel aangepast worden, zodat er bemest kan worden naar behoefte en eenvoudiger aan de wettelijke gestelde normen voldaan kan worden.

Diverse screeningsmethoden voor het bepalen van ammonium-N en/of totaal N in vloeibare mest zijn commercieel beschikbaar op de Europese markt. Deze technieken bepalen direct of indirect het nutriëntgehalte. Bij de indirecte bepaling dient steeds een kalibratie te worden uitgevoerd aan de hand van reële monsters. De performantie van deze metingen is dus sterk afhankelijk van de geselecteerde monsters voor het op punt stellen van de kalibratie. Veelal hebben de indirecte meetmethoden hun nut wanneer het nutriëntgehalte binnen een welbepaalde stroom dient ogevolgd/gecontroleerd dient te worden.

Bij de screeningstechnieken met een directe bepaling wordt het ammonium-N gehalte bepaald. Enkel bij de kuvettentest is het ook mogelijk om het totaal N gehalte te bepalen. Hierbij dient een eenvoudige digestie te worden uitgevoerd, wat een limiterende factor (qua tijd) is. De Agros stikstofmeter toont het meeste potentieel als screeningstechniek omwille van volgende redenen: directe meting van het ammonium-N gehalte, eenvoudig in gebruik, beperkte kostprijs voor

aanschaf toestel. Werkingskosten zijn de aankoop van de reagentia (vast oxidatiemiddel en natriumhydroxide).

In Tabel 6 is een overzicht gegeven met aanduiding van de belangrijkste voor- en nadelen.

*Tabel 6 Overzichttabel sneltesten met voor- en nadelen*

| Techniek | Type meting | Nutrïent | Opmerking |
|---|---|---|---|
| Ionselectieve electrode | Electrode | Opgelost $NH_4$-N | Moeilijk inzetbaar wegens te zware belading van het staal.<br>Moeilijk om on-site in te zetten. |
| Reflectometer | Colorimetrie | $NH_4$-N | Eenvoudig in gebruik.<br>Nadeel: gebruik van Nessler reagens |
| Kuvettentest | Spectrofotometrie | Totaal N/ $NH_4$-N | Enige techniek die een totaal bepaling van N toelaat.<br>Diverse testkits zijn beschikbaar ($NH_4$-N; $NO_3$-N; totaal P, totaal N,…)<br>Nadeel totaal N/P: digestie noodzakelijk |
| Agros N-meter | Drukmeting | $NH_4$-N | Eenvoudige techniek, toepasbaar te velde, beperkte kostprijs. |
| Quantofix N-Volumeter | Volumemeting | $NH_4$-N | Eenvoudige techniek, toepasbaar in mobiel labo.<br>Nadeel: oxidatiestof is vloeistof, minder veilig en gebruiksvriendelijk. |
| Hydrometer | Densiteitsmeting | Totaal N/ Totaal P | Indirecte meting<br>Kalibratie a.h.v. reële monsters noodzakelijk. Enkel geschikt indien de stroom duidelijk afgebakend is. |
| Geleidbaarheidsmeter | Geleidbaarheid | $NH_4$-N/ totaal N/ totaal P | Indirecte meting<br>Kalibratie a.h.v. reële monsters noodzakelijk. Enkel geschikt indien de stroom duidelijk afgebakend is. |
| NIRS | Spectroscopie | $NH_4$-N/ totaal N/ totaal P | Indirecte meting<br>Hoge kostprijs (aankoop).<br>Verschillende parameters kunnen simultaan geanalyseerd worden.<br>Complexere techniek, laboratoriumkennis is vereist. |

# HOOFDSTUK 3. INVENTARISATIE N-STROMEN

## 3.1. SITUERING

Het doel van dit hoofdstuk is een inventarisatie te geven van de verschillende meststromen (zowel van klassieke stallen als emissiearme stallen) en hun samenstelling (N-vorm en concentratie range). Bij de sneltest toestellen wordt veelal het ammonium-N gehalte bepaald i.p.v. het totaal N gehalte. Bijgevolg is het belangrijk om een beeld te krijgen van de bijdrage van de ammonium-N fractie aan het totaal N gehalte en dit in functie van de herkomst van de drijfmest.

## 3.2. ALGEMENE INFORMATIE

Stikstof in drijfmest bestaat uit een organische (Norg) en een minerale fractie (Nmin). De totale N-werking van de drijfmest wordt bepaald door de N-werking van de minerale fractie en die van de organische fractie. De stikstof in drijfmest kan worden ingedeeld in drie fracties; de minerale-N (ammonium-N, nitraat-N), welke gelijk beschikbaar is, de organische-N (ureum,…), welke vrijkomt gedurende het eerste jaar en de organische-N, welke relatief resistent is tegen afbraak en die daardoor langzaam vrijkomt na het eerste jaar. De minerale-N is meestal 40 à 50% van de totale N in drijfmest.

De minerale stikstof in drijfmest bestaat meestal uit ammonium; de hoeveelheid nitraat is in de meeste drijfmest verwaarloosbaar klein. Minerale N kan direct door het gewas worden opgenomen. De organische N uit drijfmest komt pas na mineralisatie beschikbaar voor het gewas. Mineralisatie is het proces waarbij micro-organismen in de bodem aanwezige organische verbindingen voor de eigen energievoorziening afbreken. Bij deze afbraak komen de mineralen (stikstof, fosfaat en zwavel) uit het organische materiaal vrij.

### INVLOEDSFACTOREN OP DE SAMENSTELLING VAN DRIJFMEST SPECIFIEK VAN VARKENS [18]

De samenstelling van organische mest wordt bepaald door een hele reeks factoren waardoor de samenstelling van bedrijf tot bedrijf sterk kan afwijken, maar ook binnen eenzelfde varkensbedrijf kan de samenstelling van de mest erg verschillen. Een gemiddelde of forfaitaire mestsamenstelling is dus in wezen speculatief.
Factoren die de mestsamenstelling bepalen zijn oa.

- Het rantsoen
- Het staltype, de opslagduur en gebruik van strooisel
- Mors-, spoel- en reinigingswater geven een bijmenging van water.
- Ontmenging, vervluchtiging

Van een “gemiddelde” samenstelling kan nauwelijks sprake zijn: dit kan een sterk vertekend beeld geven t.o.v. de werkelijke samenstelling van de mest. Daarom is een mestanalyse aangewezen telkens een belangrijke invloedsfactor op het bedrijf wijzigt.
Naast de drijfmest van varkens, zeugen en biggenopfok is er ook de dunne fractie en de effluenten na mestverwerking die kunnen toegepast worden maar die een andere karakteristieke NPK-verhouding hebben. De dunne fractie van varkensdrijfmest, bekomen na fysische scheiding, heeft een stikstofgehalte van ongeveer 70 tot 80% van het oorspronkelijk gehalte in de drijfmest en een

fosforgehalte van 20 tot 25% t.o.v. het oorspronkelijke fosforgehalte. Door mestscheiding wordt dus het fosforgehalte in de dunne fractie sterk verlaagd, maar dit geldt ook voor het gehalte aan magnesium en calcium. Dit zijn immers de drie elementen die ook van natuur samen bezinken in een mestkelder. De elementen die als wateroplosbare zouten in de varkensdrijfmest aanwezig zijn, blijven grotendeels in de dunne fractie achter. Dit is het geval voor kalium, natrium en chloor.
Het effluent na biologie ontstaat indien de dunne fractie verder wordt verwerkt in een biologie-installatie, waar de nog aanwezige stikstof in de dunne fractie sterk gereduceerd wordt door bacteriën. Tijdens de verschillende bezinkingsmomenten in het systeem wordt ook het fosfaatgehalte bijkomend verlaagd. Het effluent na biologie bevat bijgevolg doorgaans minder dan 10% van de stikstof aanwezig in de ruwe mest en ongeveer 10 à 20% van de fosfaat in de ruwe mest. Het kalium- en natriumgehalte echter is quasi even hoog als in de ruwe mest. Een effluent na biologie kan dan ook in de eerste plaats gezien worden als een kalimeststof.

### 3.3. MESTSAMENSTELLING VAN DE VERSCHILLENDE MESTSTROMEN[19]

Verschillende factoren beïnvloeden de samenstelling van stalmest, zoals de diersoort, staltype, aard en hoeveelheid van het strooisel en eventuele andere toevoegingen. Tevens is de voeding van het vee wat betreft aard, samenstelling en kwaliteit van het voeder sterk bepalend voor de kwaliteit en de gehaltes in de mestsoort. Grofweg is een indeling in twee groepen dieren mogelijk op basis van de aard van het voeder. De herkauwers zoals koeien, schapen en geiten maken van relatief structuur en celluloserijk voer door middel van hun unieke verteringsproces in de pens naast melk en vlees, rijke en voor de plantengroei evenwichtige mest. De samenstelling en de onderlinge verhouding aan mineralen is verwant aan de onttrekking aan mineralen van de meeste landbouwgewassen. Ook herkauwers kunnen met krachtvoer worden gevoerd waardoor het gehalte aan stikstof in de mest toeneemt en bij uitrijden of composteren vaak weer snel verloren gaat. De niet herkauwers als pluimvee en varkens maken van relatief rijk voer dat hoofdzakelijk uit granen bestaat naast vlees en eieren, mest die hoog aan minerale gehaltes is en voor de plantengroei een eenzijdige werking heeft.
De bodemvruchtbaarheid is van invloed op de samenstelling van het voedsel, hierdoor wordt de samenstelling van mest en urine beïnvloed. Kaligehalten van mest en gier kunnen hoger zijn op kalkrijke gronden dan kalk arme. Voor fosfaat ($P_2O_5$) geldt hetzelfde. De stikstofwerking van stalmest wordt beïnvloed door: ouderdom van de mest, tijdstip en wijze van toediening duur van de gespreide ligging van de mest.
Dieren gebruiken voeder en scheiden via de mest het grootste deel van de nutriënten terug uit. Deze nutriënten kunnen via verdamping in de lucht terechtkomen (b.v. $NH_3$, $N_2O$, $CH_4$), of via de bodem in het grond- of oppervlaktewater terechtkomen.

De gemiddelde samenstelling van varkens- en rundveemest (periode 1992-2007) is weergegeven in Tabel 7. De verhouding van de minerale-N (als maat voor het ammonium-N gehalte) t.o.v. de totale N varieert tussen 53% en 80% voor vloeibare mest en is afhankelijk van het type vloeibare mest.

*Tabel 7 Gemiddelde samenstelling van varkens- en rundveemest in België*

| Type mest | Eenheid | pH | Droge stof | Org. Stof | Ntot | Nmin | Ratio Nmin/Ntot |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **VARKENS** | | | | | | | |
| Varkensgier | kg/1000 l | 7.8 | 9.7 | 4.5 | 1.5 | 0.8 | 53% |
| Varkensdrijfmest geen brijbakken | kg/1000 l | 8.0 | 82.6 | 55.8 | 8.6 | 5.5 | 64% |

| Type mest | Eenheid | pH | Droge stof | Org. Stof | Ntot | Nmin | Ratio Nmin/Ntot |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Varkensdrijfmest brijbakken | kg/1000 l | 8.0 | 84.2 | 64.1 | 9.9 | 6.3 | 64% |
| Zeugendrijfmest | kg/1000 l | 7.9 | 51.8 | 34.3 | 5 | 3.2 | 64% |
| Biggendrijfmest (biggenopfok) | kg/1000 l | 7.7 | 63.3 | 42.7 | 6.1 | 3.5 | 57% |
| Dunne fractie varkensdrijfmest | kg/1000 l | 8.2 | 27.2 | 15.0 | 5.8 | 4.5 | 78% |
| Effluent na biologie | kg/1000 l | 8.2 | 12.5 | 3.6 | 0.5 | 0.4 | 80% |
| Varkensstalmest | kg/1000 kg | 7.5 | 229 | 230 | 10.7 | 3.6 | 34% |
| **RUNDVEE** | | | | | | | |
| Runderdrijfmest | kg/1000 l | 7.4 | 85.7 | 63.7 | 5.2 | 2.9 | 56% |
| Ru nderstalmest | kg/1000 kg | 8.5 | 242 | 184 | 8.5 | 2.7 | 32% |

Bron: De mestwegwijzer, Bodemkundige Dienst van België[19]

Tabel 8 [20] geeft een overzicht van de gemiddelde samenstelling van organische meststoffen in Nederland. Hier ook wordt gemeld dat tussen partijen aanmerkelijke verschillen kunnen optreden in gehaltes. Het gehalte aan totaal N is gesitueerd tussen 3 en 10 kg/ton. De verhouding van de minerale-N t.o.v. de totale N varieert tussen 50% en 95% voor de vloeibare mest.

*Tabel 8: Gemiddelde samenstelling van organische meststoffen in Nederland*

| Mestsoort | Dichtheid kg/l | DS % | OS % | Ntot kg/ton | Nmin kg/ton | Norg kg/ton | Ratio Nmin/Ntot |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **Vloeibare mest** | | | | | | | |
| Rundveedrijfmest | 1.005 | 8.6 | 6.4 | 4,4 | 2,20 | 2,2 | 50% |
| Vleeskalverendrijfmest | 1.000 | 2.0 | 1.5 | 3,0 | 2,40 | 0,6 | 80% |
| Vleesvarkensdrijfmest | 1.040 | 9.0 | 6.0 | 7,2 | 4,20 | 3 | 58% |
| Zeugendrijfmest | 1.000 | 5.5 | 3.5 | 4,2 | 2,50 | 1,7 | 60% |
| Kippendrijfmest | 1.020 | 14.5 | 9.3 | 10,2 | 5,80 | 4,4 | 57% |
| Rundveegier | 1.030 | 2.5 | 1.0 | 4,0 | 3,80 | 0,2 | 95% |
| Varkensgier | 1.010 | 2.0 | 0.5 | 6,5 | 6,10 | 0,4 | 94% |
| Zeugengier | 1.020 | 1.0 | 1.0 | 2,0 | 1,90 | 0,1 | 95% |
| **Vaste mest** | | | | | | | |
| Vaste rundveemest | 0.900 | 24.8 | 15.0 | 6,4 | 1,20 | 5,2 | 19% |
| Vaste varkensmest | 0.800 | 23.0 | 16.1 | 7,5 | 1,50 | 6 | 20% |
| Droge hennenmest | 0.600 | 51.5 | 37.6 | 24,1 | 2,40 | 21,7 | 10% |
| Kippenstrooiselmest | 0.600 | 64.0 | 42.2 | 19,1 | 8,60 | 10,5 | 45% |
| Vleeskuikenmest | 0.600 | 60.5 | 50.8 | 30,5 | 5,50 | 25 | 18% |
| Kalkoenenmest | 0.530 | 56.5 | 46.3 | 24,7 | 6,40 | 18,3 | 26% |
| Eendenmest | 0.900 | 26.5 | 20.9 | 8,3 | 1,70 | 6,6 | 20% |
| Konijnenmest | 0.600 | 45.1 | 36.7 | 13,6 | 3,30 | 10,3 | 24% |
| Paardenmest | 0.700 | 31.0 | 25.1 | 5,0 | 1,00 | 4 | 20% |
| Schapenmest | 0.700 | 29.0 | 20.6 | 8,6 | 2,00 | 6,6 | 23% |
| Nertsenmest | 0.700 | 28.5 | 18.5 | 17,7 | 10,10 | 7,6 | 57% |

| Mestsoort | Dichtheid kg/l | DS % | OS % | Ntot kg/ton | Nmin kg/ton | Norg kg/ton | Ratio Nmin/Ntot |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Vossenmest | 0.700 | 28.5 | 18.5 | 17,7 | 10,10 | 7,6 | 57% |
| Vaste geitenmest | 0.900 | 26.5 | 18.3 | 8,5 | 2,60 | 5,9 | 31% |
| Champost | 0.550 | 35.0 | 22.0 | 5,8 | 0,30 | 5,5 | 5% |
| GFT-compost | 0.800 | 65.0 | 19.0 | 8,5 | 0,80 | 7,7 | 9% |

Bron: www.bodemacademie.nl

Ter vergelijking zijn de waarden in Vlaanderen weergeven. In Tabel 9 zijn de recente richtwaarden van niet-pluimveemest (> 2010) weergegeven, terwijl in Tabel 10 de al bestaande richtwaarden van de mestsamenstelling (< 2010) zijn getoond. Wanneer waarden worden vergeleken in Nederland en Vlaanderen (mestsamenstellingen voor en na 2010) zijn specifiek de samenstelling van mest voor runderen en varkens in grootteorde vergelijkbaar. Nochtans zou er verwacht worden dat voor runderen de waarden eerder zouden verschillen. De reden hiervoor is dat runderen in Nederland als rantsoen enkel gras krijgen, in Vlaanderen worden runderen gevoed met gras en maïs, en dus wordt verwacht dat dit repercuties zou hebben op de mestsamenstelling.

Hoe dan ook wordt de mestsamenstelling beïnvloed door zo vele factoren dat analyses steeds nodig zijn en relevanter zijn dan enkel te vertrouwen op bestaande richtwaarden, waarvan de grootteordes natuurlijk wel aannemelijk zijn.

*Tabel 9: Recente richtwaarden van de samenstelling van niet-pluimveemest (>2010) in Vlaanderen*

| Mestsoort | Vorm | DS kg/ton | N tot kg/ton | P2O5 kg/ton |
|---|---|---|---|---|
| Runderen | G | 16.3 | 2.0 | 0.2 |
| Mestkalveren | M | 28.4 | 3.5 | 1.9 |
| Varkens | G | 9.7 | 1.5 | 0.3 |
| Zeugen en biggen | M | 48 | 4.9 | 2.9 |
| Biggen 7-20kg | M | 58.1 | 6 | 2.9 |
| Paarden | V | 397.4 | 6.1 | 2.3 |
| Konijnen | M | 75.1 | 4.1 | 2.3 |
| Konijnen | V | 365 | 12.5 | 10.3 |

*Tabel 10: Richtwaarden van de samenstelling van mest (<2010) in Vlaanderen*

| Mestsoort | Vorm | Dichtheid ton/m³ | N tot kg/ton | P2O5 kg/ton |
|---|---|---|---|---|
| **Runderen** | | | | |
| Runderen | G | 1 | 4 | 0.2 |
| Runderen | M | 1 | 4.8 | 1.4 |
| Runderen | V | 0.8 | 7.1 | 2.9 |
| Mestkalveren | M | 1 | 3 | 1.3 |
| **Varkens** | | | | |
| Zeugen, incl biggen | G | 1 | 2 | 0.9 |
| Zeugen, incl biggen | M | 1 | 4.4 | 2.9 |
| Zeugen, incl biggen | V | 0.8 | 7.5 | 9 |
| Mestvarkens | G | 1 | 5.8 | 0.9 |

| Mestsoort | Vorm | Dichtheid ton/m³ | N tot kg/ton | P2O5 kg/ton |
|---|---|---|---|---|
| Mestvarkens | M | 1 | 8.1 | 5 |
| Mestvarkens | V | 0.8 | 7.5 | 9 |
| Mestvarkens brijbakken | M | 1 | 9.2 | 4.9 |
| Biggen | M | 1 | 6.7 | 4 |
| Mestvarkens laagfosforvoeder | M | 1 | 8.1 | 4.5 |
| **Pluimvee** | | | | |
| Leghennen | M | 1.0 | 9.0 | 8.3 |
| Leghennen | VD | 0.6 | 29.8 | 26.2 |
| Leghennen | VV | 0.8 | 20.1 | 15.6 |
| Legkippen, incl ouderdieren | V | 0.5 | 28.5 | 18.5 |
| Slachtkuikens | V | 0.5 | 29.5 | 18.3 |
| Opfokpoeljen | VD | 0.6 | 29.8 | 26.2 |
| Opfokpoeljen | VV | 0.8 | 20.1 | 15.6 |
| Opfokpoeljen | V | 0.5 | 28.5 | 18.5 |
| Ander pluimvee | V | 0.5 | 17.4 | 19.3 |
| Eenden | V | 0.8 | 11.0 | 14.0 |
| **Andere diersoorten** | | | | |
| Schapen | V | 0.8 | 8.3 | 3.5 |
| Paarden | G | 1 | 4 | 0.2 |
| Paarden | V | 0.7 | 5 | 3 |
| Geiten | V | 0.8 | 6.6 | 3.5 |
| Nertsen | V | 0.8 | 9.5 | 33.0 |
| Nertsen | G | 1 | 2 | 0.2 |
| Konijnen | G | 1 | | 0.0 |
| Konijnen | M | 1.0 | 8.5 | 13.5 |
| Konijnen | V | 0.8 | 16.9 | 13.8 |
| Konijnen in deeppitstal | V | 0.7 | 13.4 | 12.7 |
| | | | | |
| *Vorm:* | | | | |
| *M: mengmest - G: gier - V: vaste mest, niet afkomstig van leghennen* | | | | |
| *VV: vochtige, vaste mest afkomstig van leghennen* | | | | |
| *VD: voorgedroogde mest afkomstig van leghennen* | | | | |

### 3.4. EMISSIEARME STALSYSTEMEN: AMMONIAKEMISSIEREDUCTIE EN INVLOED OP DE MESTSAMENSTELLING[21,22]

Alle ammoniak in ons milieu is voor 90 procent afkomstig uit de landbouw. Het overgrote deel van de ammoniak in de landbouw is afkomstig van dierlijke mest en urine. Deze dierlijke uitscheidingen bevatten veel organisch gebonden stikstof (o.a. ureum) welke via microbiële processen wordt omgezet tot minerale stikstof, en dit hoofdzakelijk onder de vorm van ammoniumionen ($NH_4$+). Deze ammoniumionen zijn nagenoeg volledig oplosbaar in waterige suspensies zoals dierlijke mest. Dierlijke mest is echter een basische omgeving waardoor de ammoniumionen in oplossing zullen overgaan naar gasvormige ammoniak die kunnen ontsnappen uit de mest. De ammoniak-concentratie van de stallucht zal dus gestaag toenemen.
Afhankelijk van de mate van blootstelling (d.i. functie van de concentratie en de tijdsduur), kunnen

ammoniakdampen in de stal schadelijk zijn voor de gezondheid van zowel mens als dier. In stallen wordt de ammoniakconcentratie dus best beneden 10 ppm gehouden (ppm of mg/m$^3$ lucht). In de mestkelders kunnen zeer hoge concentraties aan $NH_3$ (> 100 ppm) voorkomen waardoor er bij het betreden ervan gevaar voor bedwelming bestaat. Een goede stalventilatie voorkomt dat deze concentraties tot alarmerende grenzen komen.

In de stal komen mest en urine veelal op dezelfde plaats terecht waardoor de kans op ammoniakvorming (afbraak van ureum in de urine door het enzym urease in mest) geïnduceerd wordt. Ammoniakemissie beperkende maatregelen op stalniveau zijn b.v. het beperken van het contact en de reactietijd tussen mest en urine, en een snelle afvoer van de mest.
De Vlaamse stalsystemen emitteren dus in veel gevallen een aanzienlijke hoeveelheid ammoniak naar de lucht. Om deze emissie te beperken worden ammoniakemissiearme (AEA-) stalsystemen toegepast. Hierbij is een goede bedrijfsvoering onontbeerlijk. Het emissiearme karakter van stallen wordt bepaald door ondermeer:

- snelle verwijdering van mest;
- beperking van het emitterend mestoppervlak;
- mestdroging;
- mestbehandeling (b.v. beluchting, koeling);
- mechanische ventilatie;
- gemakkelijk te reinigen materialen.

In specifieke gevallen (b.v. voldoende luchtdebiet, aanwezigheid van mestbewerking- en/of -verwerking) kan de emissie van ammoniak naar de lucht en geurhinder beperkt worden door het inzetten van luchtbehandelingstechnieken.
Verbouwde of nieuw ontwikkelde emissiearme stallen[23] worden mogelijks voorzien van een gedeeltelijk luchtevacuatie onder de vloer alsook een interne scheiding van feces en urine. De luchtafvoer onder de vloer is zeer efficiënt in het verminderen van ammoniakconcentratie in de kamer en een verbetering van de luchtkwaliteit en de werkomgeving aanzienlijk. De ammoniak concentraties in de kamer worden zo laag gehouden in vergelijking met de omgevingslucht onder de roosters door een zeer efficiënte afvoer. Gemiddeld wordt er gestreefd naar een ammoniakconcentratie lager dan 1 ppm in de kamer en meer dan een factor 10 keer zo laag als de concentratie in de ondervloer. Ammoniakemissiereductie zorgen voor een vermindering van de ammoniakemissie uit de stal met 40 à 50%. De geurconcentratie is ook hoger in de lucht onder de roosters ten opzichte van de concentratie in de kamer. Geuremissie worden dus sterk gereduceerd door de luchtevacuaties. Daarnaast verzorgen nieuwe mestafvoersystemen ervoor dat op deze locaties de ammoniakemmissie ook beheerst worden.

De meest geavanceerde emissie arme meststallen zijn zo gestructureerd dat ammoniak vanuit de mest veel minder kan verdampen wat resulteert in 40-50% minder emissie. Het eindresultaat is een verhoogde ammoniumconcentratie en een verhoogde totale N in de mest [24]. Maar de impact hiervan op de samenstelling van de mest is beperkt tegenover alle variaties die te wijten zijn aan een hele reeks parameters zoals het type dier, het rantsoen, wateropname, staltype enz.

### 3.5. RICHTWAARDEN VERSUS MEETWAARDEN

Richtwaarden zijn zo veralgemenend, dat ze wel kunnen dienen voor het meegeven van algemene kennis over meststoffen, omdat ze algemene verschillen aangeven tussen verschillende mestsoorten, maar beperkte waarde hebben voor specifieke bemesting.

Sinds de invoering van het Mestdecreet krijgt het gebruik van dierlijke mest meer belangstelling. Maar heel wat berekeningen maken gebruik van de forfaitaire samenstelling van dierlijke mest en dit kan een sterk vertekend beeld geven ten opzichte van de werkelijke samenstelling van de mest. Belangrijk is om de werkelijke samenstelling van de gebruikte dierlijke mest te kennen.
Rekenen met een gemiddelde mestsamenstelling is speculatief. Een hele reeks factoren bepaalt namelijk de samenstelling van de organische mest en die kan van bedrijf tot bedrijf sterk verschillen.
Bovendien blijkt de samenstelling soms ook binnen eenzelfde bedrijf erg veranderlijk. Van een gemiddelde samenstelling kan met andere woorden alleen maar sprake zijn in tabellen. Om met kennis van zaken te bemesten, is een analyse nodig. De inzetbaarheid van snelle screeningstechnieken voor de bepaling van het nutriëntgehalte in de vloeibare dierlijke mest kan mogelijks een antwoord bieden op deze problematiek.

## 3.6. BESLUIT

De samenstelling van het nutriëntgehalte van vloeibare mest kan sterk verschillend zijn. Bovendien varieert ook de ratio tussen de minerale-N en de totale stikstof, gaande van 50 tot 95% (afhankelijk van het mesttype). Zoals reeds aangehaald kan de stikstof in drijfmest ingedeeld worden in drie fracties: de minerale-N die in drijfmest meestal bestaat uit ammonium (de hoeveelheid nitraat is verwaarloosbaar klein) en onmiddellijk beschikbaar is; de organische-N (ureum,…), welke vrijkomt gedurende het eerste jaar en de organische-N, welke relatief resistent is tegen afbraak en die daardoor langzaam vrijkomt na het eerste jaar.

Bij de evaluatie van de screeningstechnieken toonde de Agros stikstofmeter het meeste potentieel. Met deze techniek wordt het ammonium-N gehalte bepaald. Literatuurgegevens geven bovendien ook aan dat naast de aanwezige ammonium-N ook ureum mee wordt bepaald met dit toestel.

Baserend op de beschikbare info is het zinvol om validatietesten uit te voeren met de Agros stikstofmeter, enerzijds op synthetische monsters (van ammonium-N, ureum, …) en anderzijds op een ruime set van reële drijfmeststalen. De vergelijkende stikstof analyseresultaten (on site versus labo) zullen toelaten om een beeld te krijgen van de werkelijke ratio tussen de on site N metingen en labometingen.

# HOOFDSTUK 4. VALIDATIE VAN DE AGROS N-ANALYSER

## 4.1. INLEIDING

Door VITO werden 5 toestellen van de Agros Nova Mk3 N-analyser (Figuur 18) aangekocht waarvan 4 toestellen ter beschikking werden gesteld aan VLM. De analysekit (met koffer) bevat, naast de container met manometer, een staalnamerecipiënt alsook de reagentia voor pH correctie (natriumhydroxide) als het oxidans (calciumhypochloriet).

Binnen het VITO laboratorium werd een meetprotocol opgesteld voor het uitvoeren van deze analysen. De praktische uitvoering van deze proef werd toegelicht en gedemonstreerd aan VLM medewerkers en een erkend laboratorium tijdens een opleidingsdag. Binnen het VITO laboratorium werd het systeem gevalideerd en de mogelijke invloedsparameters geverifiëerd.

*Figuur 18 Agros Nova MK3 N-analyser*

## 4.2. MEETPROTOCOL VAN DE N ANALYSER

Voor het uitvoeren van de analysen werd onderstaand meetprotocol opgesteld.

1. <u>Benodigdheden:</u>
   Stikstofmeter
   - 1 = container met manometer
   - 2 = staalnamerecipiënt
   - 3 = schroefkop

   Doseerlepeltje
   Reagens (calciumhypochloriet)
   pH-adjuster (natriumhydroxide)

   Zuiver water

Reinigingspapier
Emmer voor staalname
Roerspatel
Chronometer

2. Staalname
Neem met een emmer een hoeveelheid vloeibaar mest. Roer en vul het staalnamerecipiënt volledig. Reinig de buitenkant en breng de inhoud volledig over in de container voorzien van de manometer.
Spoel het staalnamerecipiënt 3x met water en breng dit telkens in de container.

3. Meting
Breng 1 lepel reagens (calciumhypochloriet) en een gevulde bodem van de doseerlepel met pH-adjuster (natriumhydroxide poeder) in het staalnamerecipiënt. Voor een goede meting moet het staal sterk alkalisch zijn.
Plaats het staalnamerecipiënt voorzichtig in de container ervoor zorgend dat GEEN poeder in contact komt met het vloeibaar mest.
Sluit de container goed af en houd de tester zo vast dat de manometer naar boven gericht is. Meng alles door minstens 1 minuut horizontaal heen-en-weer te schudden. Zorg ervoor dat de aansluiting met de manometer niet verontreinigd wordt.
Lees elke 30 seconden de druk af en stop het schudden bij een constante drukaflezing (Pmax). Dit duurt ongeveer 2 tot maximaal 6 minuten. Noteer de aflezing en reinig de stikstofmeter met zuiver water. Wees voorzichtig bij het openen (overdruk, **kan aanleiding geven tot spatten**).

**De zwarte schaal geeft het gehalte in kg N/m³ weer afkomstig van de aanwezige ammoniak.**

**Opmerking: Het toestel is in staat om de beschikbare N te meten dwz de aanwezige oplosbare $NH_4$-N en gemakkelijk vrijzetbare N verbindingen zoals ureum.**

4. Te hoge of te lage meetwaarden
Te hoog:
Als de druk te hoog oploopt (nabij de hoogste meetwaarde) dan moet de container dadelijk geopend worden **(let op: container is in overdruk. Dit kan aanleiding geven tot spatten**).
Reinig de stikstofmeter.
Verdun het staal in de emmer met een gelijke hoeveelheid water, roer goed op en voer een nieuwe meting uit.
**Het eindresultaat is de waarde van de aflezing vermenigvuldigd met 2.**

Te laag:
Neem 4x een portie staal. Er wordt dan geen water meer toegevoegd. Voer een nieuwe meting uit. Reinig de stikstofmeter.
**Het eindresultaat is de waarde van de aflezing gedeeld door 4.**

5. Onderhoud
Smeer de schroefkop als de container moeilijk afsluit.
Als de uitlezing van de manometer traag reageert, dan is de zijaansluiting mogelijk verstopt.
Verwijder de verstopping met een draadje of spoel met zuiver water.
Reinig de stikstofmeter grondig na elke meting.

6. <u>Controle van de goede werking van het toestel (optioneel)</u>
   Maak een stockoplossing van 11,455 g $NH_4Cl$/L. Vul de container van de meter met 40 ml van deze stockoplossing en 120 ml water. Voer een analyse uit zoals beschreven in §3 (rechtstreekse meting). De afgelezen waarde moet 3,0 kg N/m³ zijn.

7. <u>Veiligheid</u>
   De gebruikte reagentia zijn heel agressief. Gebruik de nodige beschermingsmiddelen (wegwerphandschoenen, veiligheidsbril).
   Spoel voldoende met water bij morsen.
   Container kan in overdruk zijn, en dit kan aanleiding geven tot spatten.

calciumhypochloriet

Productnummer: 10809

BIG Kaleidos > Productoverzicht

Signaalwoord

Gevaar

Gevarenaanduidingen

H272: Kan brand bevorderen; oxiderend.
H302: Schadelijk bij inslikken.
H314: Veroorzaakt ernstige brandwonden en oogletsel.
H400: Zeer giftig voor in het water levende organismen.

ammoniumchloride

Productnummer: 11143

BIG Kaleidos > Productoverzicht

22: Stof niet inademen

natriumhydroxide

Productnummer: 10037

BIG Kaleidos > Productoverzicht

Signaalwoord

Gevaar

Gevarenaanduidingen

H290: Kan bijtend zijn voor metalen.
H314: Veroorzaakt ernstige brandwonden en oogletsel.

Etikettering volgens Verc

Indeling en etikettering volgens Verorde

Signaalwoord

Waarschuwing

Gevarenaanduidingen

H302: Schadelijk bij inslikken.
H319: Veroorzaakt ernstige oogirritatie.

### 4.3. OPLEIDING

Op 28 januari 2015 werd aan VLM medewerkers en een erkend laboratorium opleiding gegeven aangaande het gebruik van de N-analyser. Deze opleiding had plaats bij een mestverwerker in Merchtem.

In Figuur 19 zijn enkele foto's weergegeven van *in situ* metingen met de Agros N analyser, uitgevoerd door VLM.

*Figuur 19 In situ meting met de Agros N-analyser*

### 4.4. VALIDATIE VAN DE N-ANALYSER

Voor het uitvoeren van de analysen wordt met het staalnamerecipiënt ongeveer 40 ml monster genomen en in de monstercontainer gebracht. Het recipiënt wordt 3x nagespoeld met telkens ongeveer 40 ml water.

Het meetbereik van de N-analyser ligt tussen 0.8 en 7 kg N/m$^3$. Uitgaande van een dichtheid van 1 kg/l komt dit neer op een meetbereik van 0.8 tot 7 kg N /ton. Bij te hoge concentraties kan het monster eventueel verdund worden met water.

Voor de validatie van N-analyser werden volgende testen doorlopen:

- Controle van het volume van de staalnamerecipiënten
- Analyse van synthetische controle-oplossingen bij verschillende concentratieniveau's:
    - Ammoniumchloride
    - Ureum
    - Aminozuurmengsel bestaande uit glycine en lysine
    - Mix van ammoniumchloride en ureum
- Analyse van vloeibare dierlijke mest

Volgende procesparameters werden opgevolgd/gecontroleerd: pH op het einde van de meting, invloed van de meettijd (duur), invloed van de analysetemperatuur (4°C vs kamertemperatuur), dichtheid van de reële monsters. Bij de reële monsters werd de gemeten waarde getoetst met resultaten bekomen met andere meetsystemen.

#### 4.4.1. CONTROLE VOLUME VAN DE STAALNAMERECIPIËNTEN

Van de 5 verschillende toestellen werd het volume van het staalnamerecipiënt gecontroleerd. Hiervoor werd elk recipiënt gevuld met een hoeveelheid water en gravimetrisch gewogen. Rekening houdend met een dichtheid van 1 kg/l varieert voor de verschillende toestellen de intake hoeveelheid tussen 38.7 en 39.5 ml.

*Tabel 11 Volumebepaling staalnamerecipiënten*

| | $V_{Set\ 1}$ (ml) | $V_{Set\ 2}$ (ml) | $V_{Set\ 3}$ (ml) | $V_{Set\ 4}$ (ml) | $V_{Set\ 5}$ (ml) |
|---|---|---|---|---|---|
| | 39.5 | 38.9 | 38.6 | 39.6 | 39.5 |
| | 39.6 | 38.8 | 38.7 | 39.5 | 39.5 |
| | 39.4 | 38.7 | 38.8 | 39.5 | 39.5 |
| | 39.5 | 38.9 | 38.7 | 39.4 | 39.6 |
| **Gemiddelde** | **39.5** | **38.8** | **38.7** | **39.5** | **39.5** |

#### 4.4.2. ANALYSE VAN SYNTHETISCHE CONTROLE-OPLOSSINGEN

Van diverse producten werden synthetische controleoplossingen aangemaakt en dit op verschillende concentratieniveau's:

- Ammoniumchloride
- Ureum
- Aminozuurmengsel bestaande uit glycine en lysine mono hydrochloride 1/1
- Mix van ammoniumchloride en ureum

<u>Meting van ammoniumchloride</u>

Volgende concentraties van ammoniumchloride oplossingen werden aangemaakt:

- Controle 1: 0.20 kg N /ton
- Controle 2: 1.00 kg N /ton
- Controle 3: 3.30 kg N /ton
- Controle 4: 6.60 kg N /ton

Alle analysen werden in 3-voud uitgevoerd. Bij lage concentraties werd 160 ml monster ipv 40 ml monster geanalyseerd. De bekomen meetwaarde dient bijgevolg gecorrigeerd te worden hiervoor (delen door factor 4) om het uiteindelijke resultaat te bekomen.

Bij de rapportering van de resultaten werd steeds uitgegaaan van een dichtheid van 1 kg/l.

De bekomen resultaten zijn weergegeven in Tabel 12. Bij de analyseresultaten wordt vastgesteld dat enkel op zeer laag niveau (rond 1.1 kg N/m$^3$) een hogere afwijking t.o.v. de referentiewaarde waargenomen wordt. Concentratieniveau's op 3 tot 7 kg N/m$^3$ worden gemeten binnen een % afwijking van 5% t.o.v. de referentiewaarde.

*Tabel 12 Analyseresultaten van ammoniumchloride met de N-analyser*

| Monster | | Intake hoeveelheid ml | Aflezing toestel kg N/m³ | Resultaat kg N/ton | % afw tov ref. waarde |
|---|---|---|---|---|---|
| **Controle 1** | meting 1 | 160 | 1.1 | 0.275 | 38 |
| | meting 2 | 160 | 1.0 | 0.250 | 25 |
| | meting 3 | 160 | 1.1 | 0.275 | 38 |
| **Controle 2** | meting 1 | 160 | 4.2 | 1.05 | 5.0 |
| | meting 2 | 160 | 4.2 | 1.05 | 5.0 |
| | meting 3 | 160 | 4.0 | 1.00 | 0.0 |
| **Controle 2** | meting 1 | 40 | 1.1 | 1.1 | 10 |
| | meting 2 | 40 | 1.1 | 1.1 | 10 |
| | meting 3 | 40 | 1.1 | 1.1 | 10 |
| **Controle 3** | meting 1 | 40 | 3.3 | 3.3 | 0.0 |
| | meting 2 | 40 | 3.2 | 3.2 | -3.0 |
| | meting 3 | 40 | 3.3 | 3.3 | 0.0 |
| **Controle 4** | meting 1 | 40 | 6.4 | 6.4 | -3.0 |
| | meting 2 | 40 | 6.6 | 6.6 | 0.0 |
| | meting 3 | 40 | 6.6 | 6.6 | 0.0 |

<u>Meting van ureum</u>

Volgende concentraties van ureum oplossingen werden aangemaakt:

- Controle 1: 0.50 kg N/ton
- Controle 2: 3.01 kg N/ton

Alle analysen werden in 3-voud uitgevoerd. Bij de laagste concentratie werd 160 ml monster ipv 40 ml monster geanalyseerd. De bekomen meetwaarde dient bijgevolg gecorrigeerd te worden hiervoor (delen door factor 4) om het uiteindelijke resultaat te bekomen.

Bij de rapportering van de resultaten werd steeds uitgegaaan van een dichtheid van 1 kg/l.

De bekomen resultaten zijn weergegeven in Tabel 13. Bij de analyseresultaten van ureum worden afwijkingen tot +15% t.o.v. de referentiewaarde vastgesteld op een concentratieniveau tussen 2 en 3.5 kg/m³.

*Tabel 13 Analyseresultaten van ureum met de N-analyser*

| Monster | | Intake hoeveelheid ml | Aflezing toestel kg N/m³ | Resultaat kg N/ton | % afw tov ref. waarde |
|---|---|---|---|---|---|
| **Controle 1** | meting 1 | 160 | 2.3 | 0.58 | 15 |
| | meting 2 | 160 | 2.3 | 0.58 | 15 |
| | meting 3 | 160 | 2.2 | 0.55 | 10 |
| **Controle 2** | meting 1 | 40 | 3.4 | 3.4 | 13 |
| | meting 2 | 40 | 3.5 | 3.5 | 16 |
| | meting 3 | 40 | 3.4 | 3.4 | 13 |

Meting van aminozuurmengsel

Het aminozuurmengsel bestaat uit glycine en lysine mono hydrochloride in een verhouding 1/1. Volgende concentraties van deze oplossing werden aangemaakt:

- Controle 1: 0.50 kg N/ton
- Controle 2: 3.01 kg N/ton

Alle analysen werden in duplo uitgevoerd. Bij de laagste concentratie werd 160 ml monster ipv 40 ml monster geanalyseerd. De bekomen meetwaarde dient bijgevolg gecorrigeerd te worden hiervoor (delen door factor 4) om het uiteindelijke resultaat te bekomen.

Bij de rapportering van de resultaten werd steeds uitgegaaan van een dichtheid van 1 kg/l.

De bekomen resultaten zijn weergegeven in Tabel 14. Bij het uitvoeren van de N metingen wordt standaard na 2 à 3 minuten een stabiel signaal bekomen. Bij de analyse van deze oplossingen blijft de druk langzaam oplopen en wordt zelfs na 6 minuten geen stabiel signaal bekomen. De gerapporteerde waarden zijn afgelezen na 6 minuten. De bekomen resultaten zijn significant lager dan de referentiewaarde.

Voor dit type van monsters is de N-analyser niet geschikt.

*Tabel 14 Analyseresultaten van aminozuurmengsel met de N-analyser*

| Monster | | Intake hoeveelheid ml | Aflezing toestel kg N/m$^3$ | Resultaat kg N/ton | % afw tov ref. waarde |
|---|---|---|---|---|---|
| **Controle 1** | meting 1 | 160 | 0.7 | 0.18 | -65.0 |
| | meting 2 | 160 | 0.8 | 0.20 | -60.0 |
| **Controle 2** | meting 1 | 40 | 0.7 | 0.70 | -76.7 |
| | meting 2 | 40 | 0.9 | 0.90 | -70.1 |

Meting van mix ammoniumchloride/ureum

Volgende concentraties van ammoniumchloride/ureum oplossingen werden aangemaakt:

- Controle 1: 0.503 kg N/ton (75% $NH_4$-N + 25% ureum-N)
- Controle 2: 0.504 kg N/ton (50% $NH_4$-N + 50% ureum-N)
- Controle 3: 3.024 kg N/ton (75% $NH_4$-N + 25% ureum-N)
- Controle 4: 3.023 kg N/ton (50% $NH_4$-N + 50% ureum-N)

Alle analysen werden in 3-voud uitgevoerd. Bij lage concentraties werd 160 ml monster ipv 40 ml monster geanalyseerd. De bekomen meetwaarde dient bijgevolg gecorrigeerd te worden hiervoor (delen door factor 4) om het uiteindelijke resultaat te bekomen.

Bij de rapportering van de resultaten werd steeds uitgegaaan van een dichtheid van 1 kg/l.

De bekomen resultaten zijn weergegeven in Tabel 15. Bij de analyseresultaten van deze mengstandaarden worden afwijkingen tot +15% t.o.v. de referentiewaarde vastgesteld op een concentratieniveau tussen 2 en 3.5 kg N/m$^3$.

*Tabel 15 Analyseresultaten van mix ammoniumchloride/ureum met de N-analyser*

| Monster | | Intake hoeveelheid ml | Aflezing toestel kg N/m$^3$ | Resultaat kg N/ton | % afw tov ref. waarde |
|---|---|---|---|---|---|
| **Controle 1** | meting 1 | 160 | 2.25 | 0.56 | 12 |

| Monster | | Intake hoeveelheid ml | Aflezing toestel kg N/m³ | Resultaat kg N/ton | % afw tov ref. waarde |
|---|---|---|---|---|---|
| | meting 2 | 160 | 2.2 | 0.55 | 9.3 |
| | meting 3 | 160 | 2.2 | 0.55 | 9.3 |
| **Controle 2** | meting 1 | 160 | 2.2 | 0.55 | 9.1 |
| | meting 2 | 160 | 2.2 | 0.55 | 9.1 |
| | meting 3 | 160 | 2.3 | 0.58 | 14 |
| **Controle 3** | meting 1 | 40 | 3.3 | 3.30 | 9.1 |
| | meting 2 | 40 | 3.2 | 3.20 | 5.8 |
| | meting 3 | 40 | 3.1 | 3.10 | 2.5 |
| **Controle 4** | meting 1 | 40 | 3.2 | 3.20 | 5.9 |
| | meting 2 | 40 | 3.4 | 3.40 | 13 |
| | meting 3 | 40 | 3.2 | 3.20 | 5.9 |

#### 4.4.3. ANALYSE VAN VLOEIBARE DIERLIJKE MEST

Analyse van ringtestmonster

Voor de evaluatie van de N-analyser werd het referentiemonster van de COALLA ringtest 2015 (Distributie 25/02/2015 – monstername MEST) eveneens geanalyseerd met de N-analyser onder verschillende meetcondities. In Tabel 16 zijn de N resultaten weergegeven bekomen met de N-analyser onder verschillende meetcondities.

*Tabel 16 $NH_4$-N resultaten met N-analyser gemeten onder verschillende condities*

| Meting 1 | Meting 2 | Meting 3 |
|---|---|---|
| 1.2 kg N/m³ | 1.3 kg N/m³ | 1.1 kg N/m³ |
| Stabiele uitlezing na 2 min | Stabiele uitlezing na 2.5 min | Stabiele uitlezing na 3 min |
| Gemeten bij KT° | Gemeten bij KT° | Gemeten bij 4°C (verdunningswater van 8°C) |
| Eind pH = 12 | Extra 10 min op schudbank Resultaat: 1.4 kg/m³ | |
| | Eind pH = 12 | |

De 1ste meting is gemeten onder standaardcondities bij kamertemperatuur. Na 2 min. werd een stabiele uitlezing bekomen resulterend in een meetresultaat van 1.2 kg/m³. De oplossing heeft een eind pH van 12.
Bij de 2de meting, uitgevoerd bij kamertemperatuur, werd na 2.5 min. een stabiele meetwaarde van 1.3 kg/m³ bekomen. De N-analyser werd vervolgens gedurende 10 min. op de schudbank geplaatst om te controleren of de meetwaarde stabiel blijft. Er werd een meetwaarde van 1.4 kg/m³ bekomen, dus er treedt nog verloop in het resultaat op.
Bij de 3de meting werd de invloed van de meettemperatuur bestudeerd. De meting werd uitgevoerd bij 4°C (gebruikmakend van verdunningswater met een temperatuur van 8°C). Na 3 min. werd een stabiele uitlezing bekomen van 1.1 kg/m³.
De bekomen resultaten tonen aan dat de temperatuur een beperkte invloed heeft op het uiteindelijke resultaat. Bij een lagere temperatuur wordt een iets lagere meetwaarde bekomen. Indien extra wordt geschud en langer wordt gewacht met de uitlezing wordt een hogere meetwaarde bekomen. Mogelijks is er een lichte stijging van de temperatuur (door de reactie in de

container) waardoor de meetwaarde licht verhoogt. Bij dit monster werd een meetwaarde bekomen in de range van 1.1 tot 1.4 kg/m$^3$. Het gemiddelde resultaat van de ringtest bedroeg 1.58 kg/ton ± 5%.

Meting van vloeibare dierlijke mest

Door VLM werden 6 vloeibare dierlijke mestmonsters aangeleverd. Deze werden naar analogie van bovenstaand monster gemeten onder verschillende meetcondities. Volgende parameters werden geëvalueerd:

- Invloed van de hoeveelheid NaOH
- Invloed van de reactietijd (duur) van de meting
- Invloed van de meettemperatuur

De NH4-N resultaten bekomen bij kamertemperatuur zijn weergegeven in Tabel 17; de resultaten bekomen bij 4°C in Tabel 18.

*Tabel 17 $NH_4$-N resultaten met N-analyser, gemeten bij kamertemperatuur*

| Soort mest | Vitocode | Meting 1 kg/m³ | Meting 1bis kg/m³ | pH | Meting 2 kg/m³ | Meting 2bis kg/m³ | pH |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Rund (dikke brij) | 150427-0012 | 1,9 | 2,05 | 11 | 2,0 | 2,1 | 12 |
| Rund (iets vloeibaarder) | 150427-0013 | 1,4 | 1,5 | 11 | 1,8 | 2,1 | 11 |
| Varken (waterig) | 150427-0014 | 2,0 | 2,0 | 11 | 1,9 | 2,0 | 12 |
| Varken (waterig) | 150427-0015 | 3,1 | 3,35 | 11 | 3,05 | 3,2 | 12 |
| Varken (waterig) | 150427-0016 | 2,9 | 3,25 | 11 | 2,9 | 3,2 | 12 |
| Digestaat (waterig) | 150427-0017 | 4,5* | 5,0 | 11 | 4,6* | 5,1 | 11 |

(1) Meting 1: bodem van reagentialepel gevuld met NaOH
(2) Meting 2: regentialepel met 1/3 gevuld met NaOH
(3) Meting *bis: meting na 10 min. extra schudden op de schudbank
*Bij dit monster loopt de meetwaarde eerst op tot 5.5 à 6 kg/m$^3$ om nadien terug te dalen tot een waarde van 4.5-4.6 kg/m$^3$.

*Tabel 18 $NH_4$-N resultaten met N-analyser, gemeten bij 4°C*

| Soort mest | Vitocode | Meting 1 kg/m³ | Meting 1bis kg/m³ | pH | Meting 2 kg/m³ | Meting 2bis kg/m³ | pH |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Rund (dikke brij) | 150427-0012 | 1,7 | 1,8 | 10 | 1,4 | 1,5 | 12 |
| Rund (iets vloeibaarder) | 150427-0013 | 0,95 | 1,0 | 12 | 1,0 | 1,0 | 13 |
| Varken (waterig) | 150427-0014 | 1,5 | 1,55 | 12 | 1,55 | 1,6 | 12 |
| Varken (waterig) | 150427-0015 | 2,35 | 2,45 | 12 | 2,35 | 2,4 | 13 |
| Varken (waterig) | 150427-0016 | 2,1 | 2,2 | 12 | 2,0 | 2,1 | 13 |
| Digestaat (waterig) | 150427-0017 | 3,3 | 3,45 | 12 | 3,0 | 3,0 | 13 |

(1) Meting 1: bodem van reagentialepel gevuld met NaOH
(2) Meting 2: reagentialepel met 1/3 gevuld met NaOH
(3) Meting *bis: meting na 10 min. extra schudden op de schudbank

*Invloed van de hoeveelheid NaOH.*
In de procedure voorgeschreven door de leverancier dient de reagentialepel voor 1/3 tot 1/2 gevuld te zijn met NaOH. Bij deze testen werd geëvalueerd of de hoeveelheid kan beperkt blijven tot slechts een bodem van de reagentielepel gevuld met NaOH. Belangrijk hierbij is dat de reactie plaatsvindt bij een hoge pH waarde om maximale efficiëntie te bekomen. Bij vergelijking van meting 1 en meting 2 stellen we vast dat (met uitzondering het 2$^{de}$ monster bij meting bij kamertemperatuur) vergelijkbare resultaten worden bekomen met beide hoeveelheden aan NaOH. De hoeveelheid NaOH kan bijgevolg beperkt blijven en resulteert nog steeds in een hoge eind pH waarde van minstens 10.

*Invloed van de reactietijd (duur) van de meting.*
Bij de verschillende monsters wordt een stabiele uitlezing bekomen na 2 à 3 minuten. Vervolgens werden de monsters 10 min. extra geschud op de schudtafel. De bekomen resultaten tonen voor de meeste monster een beperkte verhoging tot maximaal 10% van de initiële meetwaarde. Algemeen kan gesteld werden dat na 2 à 3 minuten een representatief resultaat kan bekomen worden.

*Invloed van de meettemperatuur.*
Alle experimenten werden uitgevoerd zowel bij kamertemperatuur als bij 4°C (incl. verdunningswater). De invloed van de meettemperatuur op het analyseresultaat is samengevat in Tabel 19. De bekomen resultaten bij 4°C liggen gemiddeld 20 à 30% lager dan de resultaten bekomen bij kamertemperatuur. Hierbij dient wel opgemerkt te worden dat de effectieve temperatuur in de container kan afwijken van resp. 4°c en KT° omdat tijdens de reactie warmte vrijkomt.

*Tabel 19 Invloed van de meettemperatuur bij de N-analyser*

| Soort mest | Vitocode | Gemidd. Resultaat (KT°) kg/m³ | Gemidd. Resultaat (4°C) kg/m³ | Effect 4°C |
|---|---|---|---|---|
| Rund (dikke brij) | 150427-0012 | 1,95 | 1,55 | -21% |
| Rund (iets vloeibaarder) | 150427-0013 | 1,6 | 0,975 | -39% |
| Varken (waterig) | 150427-0014 | 1,95 | 1,525 | -22% |
| Varken (waterig) | 150427-0015 | 3,075 | 2,35 | -24% |
| Varken (waterig) | 150427-0016 | 2,9 | 2,05 | -29% |
| Digestaat (waterig) | 150427-0017 | 4,55 | 3,15 | -31% |

*Aftoetsing in situ resultaten met laboratorium resultaten*
De $NH_4$-N resultaten bekomen met de *in situ* N-analyser werden getoetst aan de $NH_4$-N resultaten bekomen met de flow analyser (FA) en aan totaal N resultaten. Voor de *in situ* metingen werd het gemiddelde berekend uit meting 1 en meting 2, en werd rekening houdend met de dichtheid de meetwaarde uitgedrukt in kg/ton. De $NH_4$-N metingen in het laboratorium werden cfr BAM geanalyseerd met de flow analyser. Het gehalte aan totaal N werd bepaald volgens de Kjeldahl-N procedure. De bekomen meetwaarden zijn weergegeven in Tabel 20.

*In situ* $NH_4$-N metingen geven reeds een goede indicatie van het aanwezige gehalte, en zijn in grote lijnen in overeenstemming met het $NH_4$-N gehalte bepaald met de flow analyser. Voor de mest afkomstig van runderen wordt de grootste afwijking vastgesteld resp. -14% en 16%. Voor de waterige varkensmest zijn de afwijking beperkter en situeren deze tussen -8% en 6%.

Zoals verwacht is het totaal N beduidend hoger dan het $NH_4$-N gehalten. De % afwijking van de *in situ* $NH_4$-N metingen tov totaal N is gesitueerd tussen -20 en -50%.

*Tabel 20 Evaluatie in situ $NH_4$-N resultaten tov $NH_4$-N resultaten flow analyser en totaal N*

| Soort mest | Dichtheid kg/l | *In situ* $NH_4$-N (KT°) kg/ton | $NH_4$-N FA kg/ton | Tot N (Kj-N) kg/ton | %afw *in situ* vs FA | %afw *in situ* vs tot N |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Rund (dikke brij) | 0,93 | 2,09 | 2,43 | 4,34 | -14% | -52% |
| Rund (iets vloeibaarder) | 0,89 | 1,81 | 1,55 | 3,40 | 16% | -47% |
| Varken (waterig) | 1,02 | 1,92 | 1,81 | 2,44 | 6% | -21% |
| Varken (waterig) | 1,04 | 2,97 | 3,23 | 5,00 | -8% | -41% |
| Varken (waterig) | 1,01 | 2,88 | 2,86 | 5,13 | 1% | -44% |
| Digestaat (waterig) | 1,06 | 4,29 | 3,83 | 7,03 | 12% | -39% |

#### 4.4.4. BESLUIT

Bij de validatie van de *in situ* N-analyser werd aangetoond dat bij een intake hoeveelheid van 40 ml zowel synthetische oplossingen van ammoniumchloride en ureum als reële vloeibare dierlijke mestmonsters met voldoende betrouwbaarheid en herhaalbaarheid kunnen geanalyseerd worden in een meetrange tussen 1 en 7 kg N/$m^3$. Rekening houdend met een dichtheid van 1 kg/l komt dit overeen met een gehalte tussen 1 en 7 kg N/ton.

Voor de praktische uitvoering werd aangetoond dat de hoeveelheid toe te voegen NaOH kan beperkt blijven tot slechts het vullen van de bodem van de reagentialepel. Wat betreft de reactieduur/meettijd, kan gesteld worden dat na 2 à 3 minuten een representatief en stabiel resultaat wordt bekomen.
De meettemperatuur heeft een invloed op het uiteindelijke meetresultaat. Vergelijkende metingen bij kamertemperatuur en 4°C hebben aangetoond dat de bekomen resultaten bij 4°C gemiddeld 20 à 30% lager liggen dan de resultaten bekomen bij kamertemperatuur. Hierbij dient wel opgemerkt te worden dat de effectieve temperatuur in de container kan afwijken van resp. 4°c en KT° omdat tijdens de reactie warmte vrijkomt.

Toetsing van de *in situ* $NH_4$-N resultaten met laboratorium resultaten voor $NH_4$-N en totaal N geven voor de geanalyseerde vloeibare dierlijke mest (6) aan dat:

- *In situ* $NH_4$-N metingen reeds een goede indicatie zijn voor het aanwezige $NH_4$-N gehalte (maximale afwijking tussen -14% en 16%)
- Het totaal N beduidend hoger is dan het $NH_4$-N gehalten. De % afwijking van de *in situ* $NH_4$-N metingen tov totaal N is voor deze monsters gesitueerd tussen -20 en -50%.

# HOOFDSTUK 5. ANALYSERESULTATEN VAN DE VELDSTUDIE

## 5.1. INLEIDING

In 2014-2015 werd door VLM een pilootproefproject uitgevoerd aangaande de uitbouw van een gemeten bedrijfsforfait bij de afvoer van mest. In 2015 werden bij diverse varkensbedrijven monsters gecollecteerd van diverse mestsoorten. Op een selectie van deze monsters werd een *in situ* N meting uitgevoerd met de Agros N-analyser. Van elk van deze monsters werd in een erkend laboratorium het gehalte aan ammonium-N, totaal stikstof, totaal fosfor, dichtheid en droge stof bepaald.

Eind november 2015 werden 315 meetresultaten gerapporteerd met de *in situ* N-analyser. De metingen werden uitgevoerd op volgende types van varkensmestmonsters:

- Drijfmest biggenopfok (1)
- Drijfmestmengeling (27)
- Varkensdrijfmest (175)
- Zeugendrijfmest (112)
- Brijbakken (38)

Voor de verwerking van de resultaten werd de evaluatie steeds uitgevoerd op de volledige dataset en vervolgens op de datasets per mesttype (drijfmest biggenopfok werd buiten beschouwing gelaten).

De meetresultaten werden voor de verschillende datasets op de volgende manier verwerkt en grafisch weergegeven:

- Correlatie van de *in situ* $NH_4$-N resultaten vs labo resultaten voor $NH_4$-N
- Correlatie van de *in situ* $NH_4$-N resultaten vs labo resultaten voor totaal N
- Individuele analyseresultaten van $NH_4$-N *in situ*, $NH_4$-N in labo en totaal N (resultaten zijn weergegeven met oplopend gehalte aan $NH_4$-N *in situ* gemeten)
- Individuele analyseresultaten van droge stof en organische stof (resultaten zijn weergegeven met oplopend gehalte aan $NH_4$-N *in situ* gemeten)
- Individuele berekening van de ratio $NH_4$-N *in situ*/totaal N en ratio $NH_4$-N in labo/totaal N

Uit de bekomen meetgegevens werd een correlatiefactor berekend uit de resultaten van $NH_4$-N *in situ* en totaal N. Het $NH_4$-N *in situ* resultaat vermenigvuldigd met deze factor resulteert in het totaal N resultaat. De bekomen gegevens werden grafisch uitgezet te samen met de 2s grenzen (95% betrouwbaarheidsinterval. Het aantal vals positieve en vals negatieve resultaten t.o.v. een normwaarde van 7 kg N/ton werd afgetoetst, en dit in functie van de correlatiefactor al dan niet met de bijhorende onzekerheid.

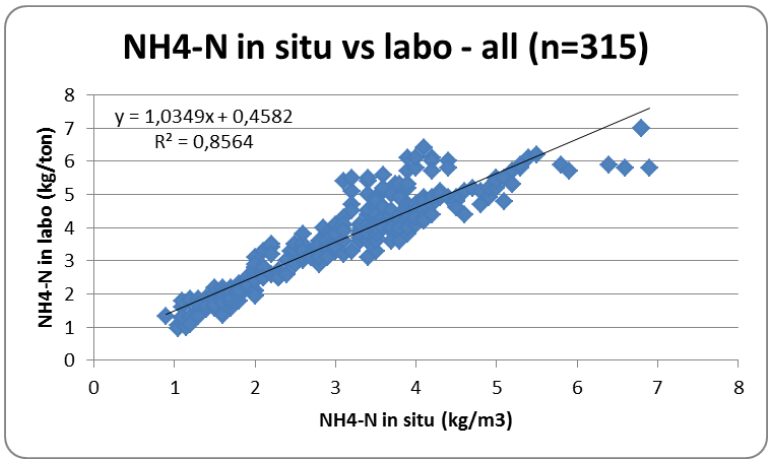
De dichtheid werd van alle monsters afzonderlijk bepaald. De gemiddelde waarde bedraagt 1.03 kg/l ± 1.6%. Er is geen specifieke differentiatie tussen de verschillende mesttypes. De meetwaarden van de $NH_4$-N *in situ* zijn uitgedrukt in kg/m$^3$. Voor de verdere evaluatie werd er geen rekening gehouden met de individuele dichtheid van elk monster en wordt er van uitgegaan dat een dichtheid van 1 kan gehanteerd wordt (in praktijk is het niet mogelijk om te velde de dichtheid te bepalen).

In december 2015 werden additionele meetgegevens toegevoegd aan de databank resulterend in een dataset van 380 metingen. Om de correlatiefactor berekend uit de 315 metingen van $NH_4$-N *in situ* en totaal N metingen te verifiëren, werd de correlatiefactor eveneens berekend voor deze volledige dataset van 380 metingen. Het aantal vals positieve en vals negatieve resultaten t.o.v. een normwaarde van 7 kg N/ton werd afgetoetst, en dit in functie van de correlatiefactor al dan niet met de bijhorende onzekerheid.

## 5.2. VERWERKING VOLLEDIGE DATASET

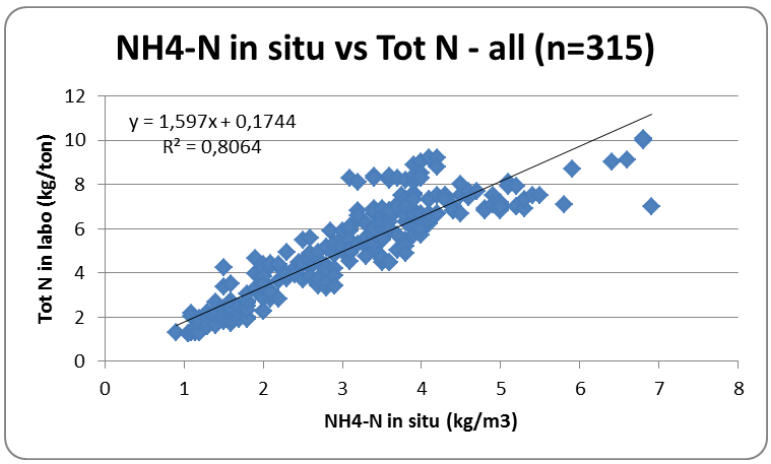
### 5.2.1. WEERGAVE RESULTATEN VOLLEDIGE DATASET (N=315)

In Figuur 20 zijn de resultaten weergegeven van de *in situ* $NH_4$-N resultaten vs de labo resultaten voor $NH_4$-N, resulterend in een $R^2$ van 0.8561 en een helling van 1.0349. Dit duidt aan dat de *in situ* meetresultaten een goede indicatie zijn voor het aanwezige ammonium-N gehalte.



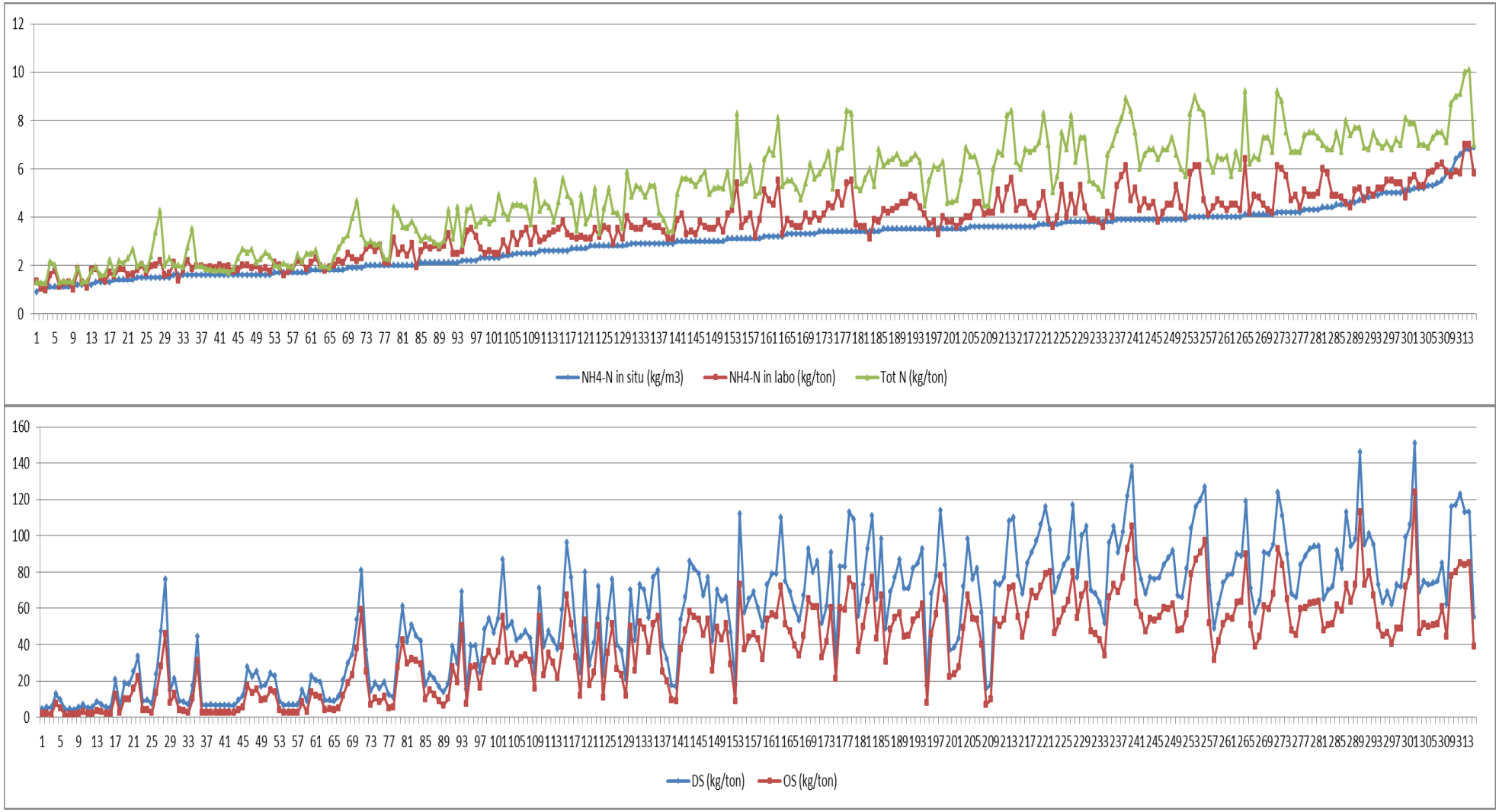

*Figuur 20 Correlatie van de in situ $NH_4$-N resultaten vs labo resultaten voor $NH_4$-N (n=315)*

In Figuur 21 zijn de resultaten weergegeven van de *in situ* $NH_4$-N resultaten vs de labo resultaten voor totaal N, resulterend in een $R^2$ van 0.8064 en een helling van 1.597.

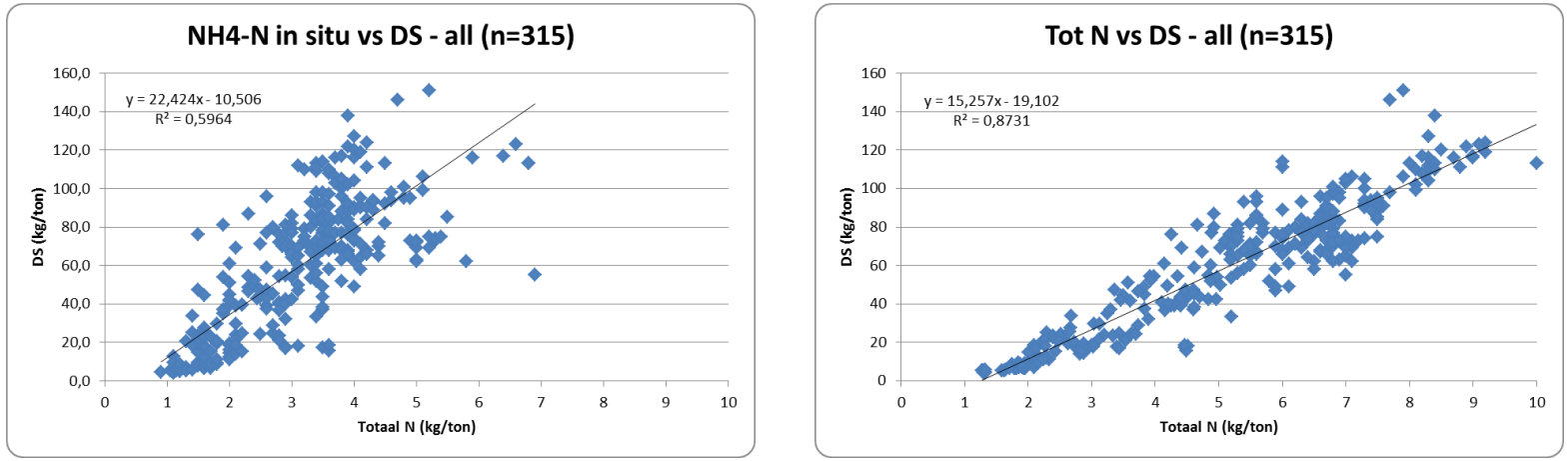



*Figuur 21 Correlatie van de in situ $NH_4$-N resultaten vs labo resultaten voor totaal N (n=315)*

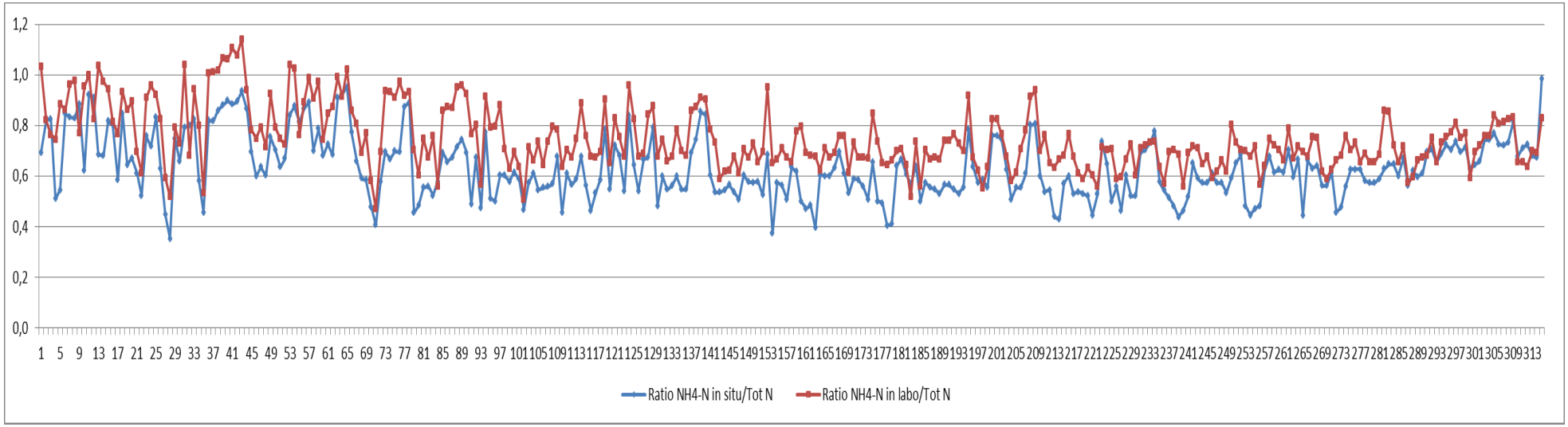
In Figuur 22 zijn de individuele resultaten weergegeven voor de $NH_4$-N *in situ*, $NH_4$-N in labo en totaal N resultaten (bovenste figuur) en droge stof en organische stof gehalte (onderste figuur). De resultaten zijn weergegeven met oplopend gehalte aan $NH_4$-N *in situ*. Uit deze gegevens valt af te leiden dat de N resultaten gecorreleerd zijn met het droge stof gehalte (Figuur 23) en dat de afwijkingen tussen $NH_4$ *in situ* en $NH_4$ in labo meestal gekoppeld zijn aan een verhoogd gehalte aan droge stof (en organische stof). Bij een stijgend gehalte aan $NH_4$-N treedt ook een stijgend gehalte aan droge stof op en zijn de verschillen tussen het $NH_4$-N *in situ* gehalte en het totaal N gehalte groter.




*Figuur 22 Resultaten voor $NH_4$-N in situ, $NH_4$-N in labo, totaal N, droge stof en organische stof (n=315)*




*Figuur 23 Correlatie van de in situ $NH_4$-N (L) en totaal N (R) resultaten ifv de droge stof resultaten (n=315)*




*Figuur 24 Ratio $NH_4$-N in situ/totaal N en ratio $NH_4$-N in labo/totaal N (n=315)*

In Figuur 24 werd de ratio berekend tussen $NH_4$-N *in situ*/totaal N en ratio $NH_4$-N in labo/totaal N. Deze gegevens tonen nogmaals aan dat bij een lager N-gehalte (en dus een lager droge stof gehalte) deze ratio hoger is. De ratio $NH_4$-N in labo/totaal N ligt systematisch hoger dan de ratio $NH_4$-N *in situ*/totaal N, wat duidt op een onderschatting van de $NH_4$-N *in situ* meetwaarden. Dit werd eveneens waarneembaar in Figuur 20 (intercept van 0.458). Er wordt wel eenzelfde trend bij beide factoren vastgesteld.

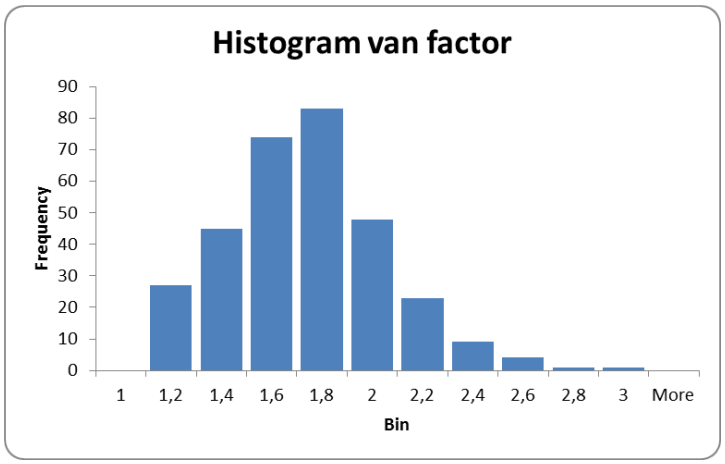
### 5.2.2. BEREKENING CORRELATIEFACTOR TUSSEN ANALYSERESULTAAT TOTAAL N EN $NH_4$-N *IN SITU* (N=315)

Voor de uiteindelijke beoordeling van het mestmonster is het belangrijk om het totaal N gehalte te kennen. Bijgevolg werd berekend met welke factor het $NH_4$-N *in situ* gehalte dient vermenigvuldigd te worden om het uiteindelijke totaal N gehalte te kennen. De gemiddelde waarde van deze factor werd berekend alsook de 2s grenzen (95% betrouwbaarheidsinterval).

In Tabel 21 is de correlatiefactor van totaal N tov $NH_4$-N *in situ* weergegeven met de bijhorende 2s grenzen (n=315, volledige dataset). Het histogram van de individueel berekende factoren is weergegeven in Figuur 25. De gemiddelde waarde van deze factor bedraagt 1.64.

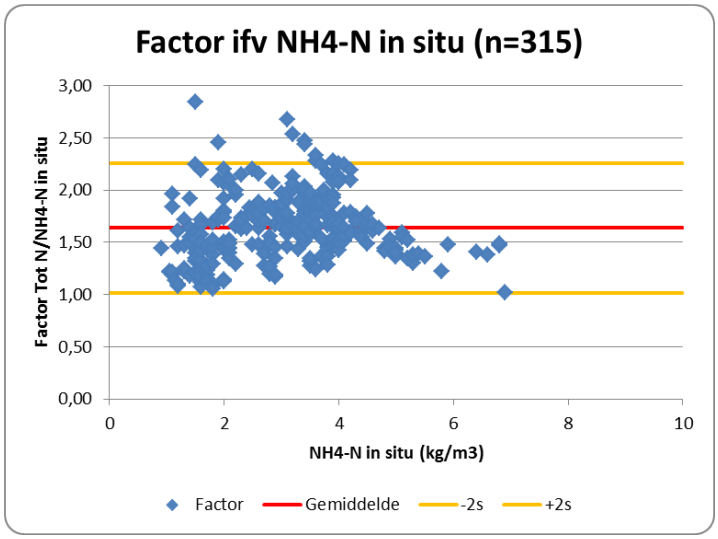
*Tabel 21 Berekening correlatiefactor totaal N vs $NH_4$-N in situ en de bijhorende 2s grenzen (n=315)*

| | # | $NH_4$-N *in situ* (kg/m³) | | Totaal N (kg/ton) | | Factor Tot N/$NH_4$-N *in situ* | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | Min | Max | Min | Max | Gemidd. | Gemidd. -2s | Gemidd. +2s |
| Data all | **315** | 0.9 | 6.9 | 1.3 | 10.1 | 1.64 | 1.01 | 2.26 |

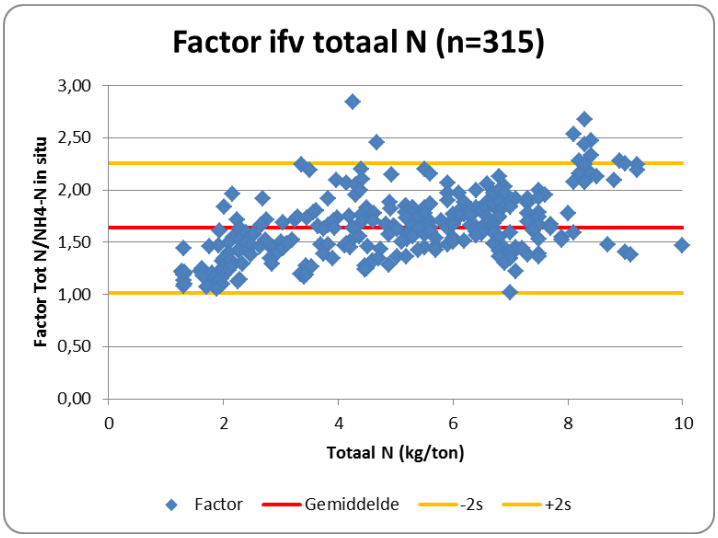



*Figuur 25 Histogram van factor Totaal N/$NH_4$-N (alle data)*

In Figuur 26, resp. Figuur 27, is het $NH_4$-N *in situ* gehalte, resp. totaal N gehalte, weergegeven ifv de berekende factor totaal N/ $NH_4$-N *in situ*. Bijgevoegd is de gemiddelde waarde en de ± 2s grenzen in de figuur opgenomen.




*Figuur 26 Bekomen factoren in relatie met het $NH_4$-N gehalte in situ gemeten (n=315)*

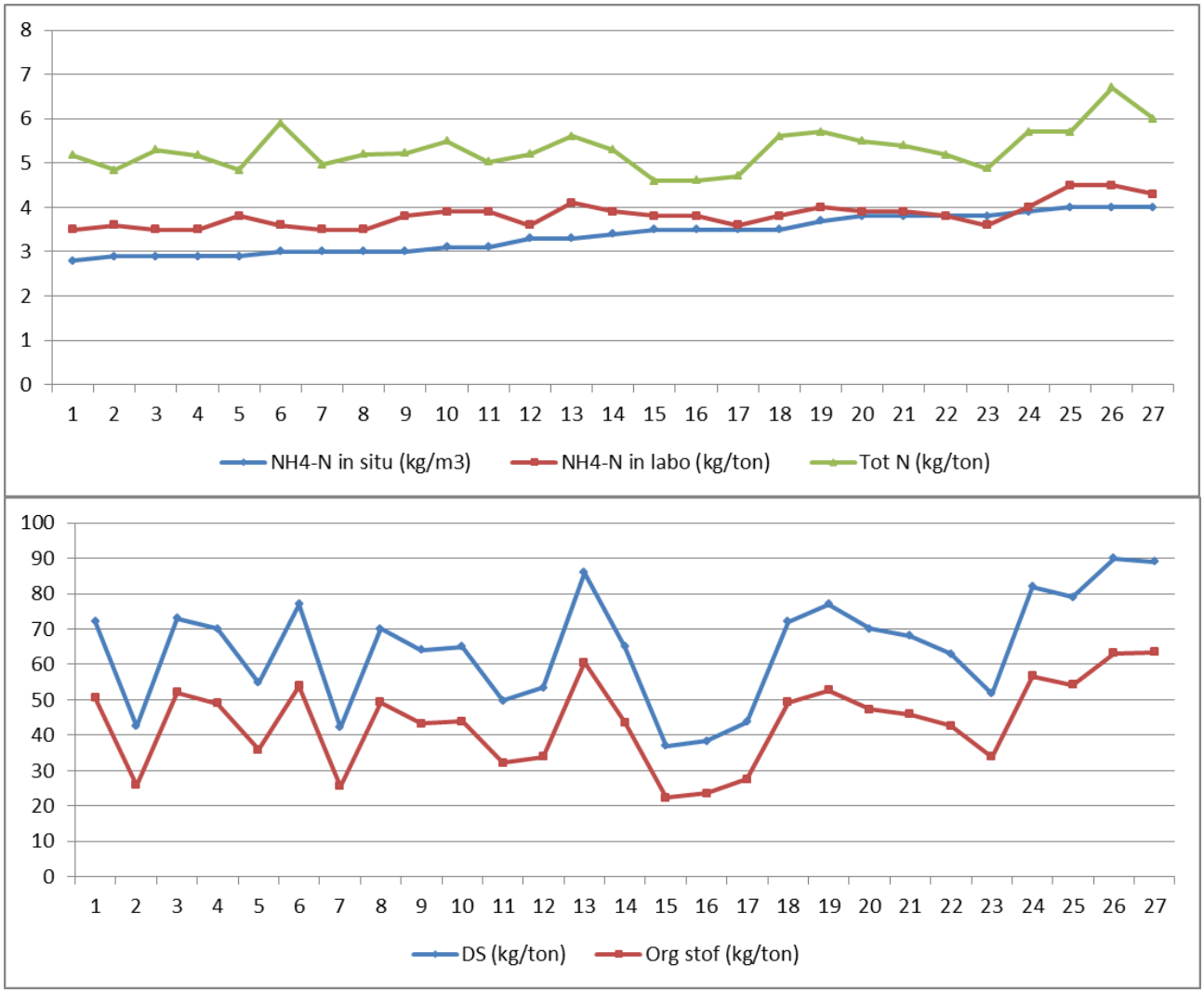



*Figuur 27 Bekomen factoren in relatie met het totaal N gehalte (n=315)*

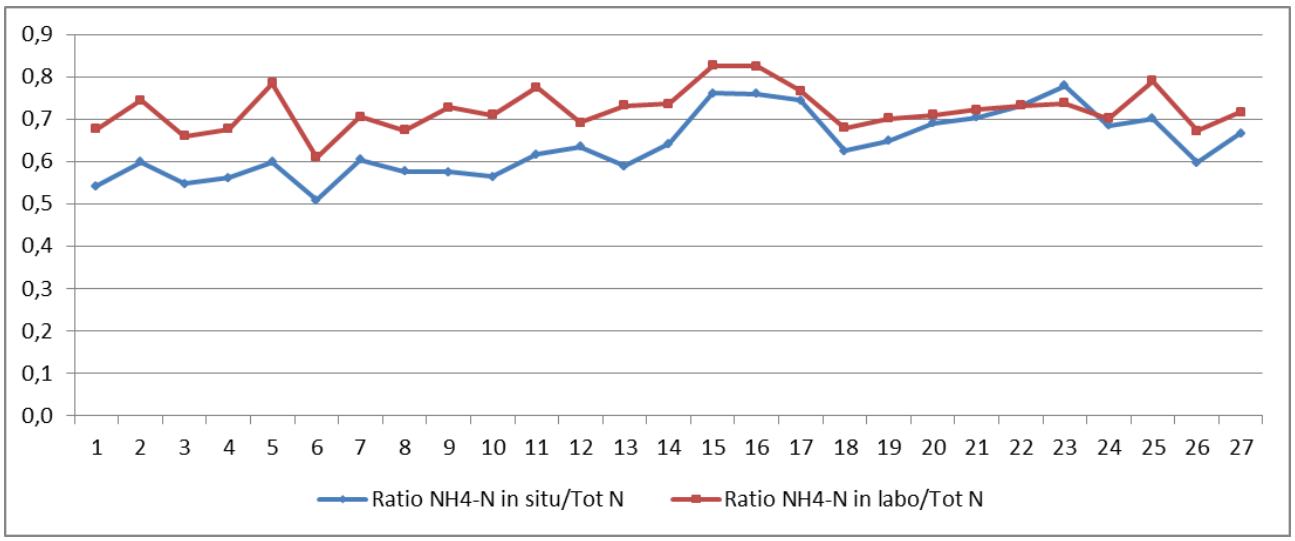
## 5.3. VERWERKING DATASET DRIJFMESTMENGELING

### 5.3.1. WEERGAVE RESULTATEN DATASET DRIJFMESTMENGELING (N=27)

In Figuur 28 zijn de individuele resultaten weergegeven voor de $NH_4$-N *in situ*, $NH_4$-N in labo en totaal N resultaten (bovenste figuur) en droge stof en organische stof gehalte (onderste figuur). De resultaten zijn weergegeven met oplopend gehalte aan $NH_4$-N *in situ*. Voor het mesttype 'drijfmestmengeling' zit er weinig schommeling in het N-gehalte: voor $NH_4$-N varieert dit tussen 2.8 en 4 kg/ton, voor totaal N tussen 4.6 en 6.7 kg/ton. Bij deze data wordt eveneens een zelfde trend vastgesteld tussen het N-gehalte en de droge (organische) stof gehalte.




*Figuur 28 Resultaten voor $NH_4$-N in situ, $NH_4$-N in labo, totaal N, droge stof en organische stof (n=27, drijfmestmengeling)*




*Figuur 29 Ratio $NH_4$-N in situ/totaal N en ratio $NH_4$-N in labo/totaal N (n=27, drijfmestmengeling)*

In Figuur 29 werd de ratio berekend tussen $NH_4$-N *in situ*/totaal N en ratio $NH_4$-N in labo/totaal N. De ratio $NH_4$-N in labo/totaal N ligt systematisch hoger dan de ratio $NH_4$-N *in situ*/totaal N, wat duidt op een onderschatting van de $NH_4$-N *in situ* meetwaarden. Er wordt wel eenzelfde trend bij beide factoren vastgesteld.

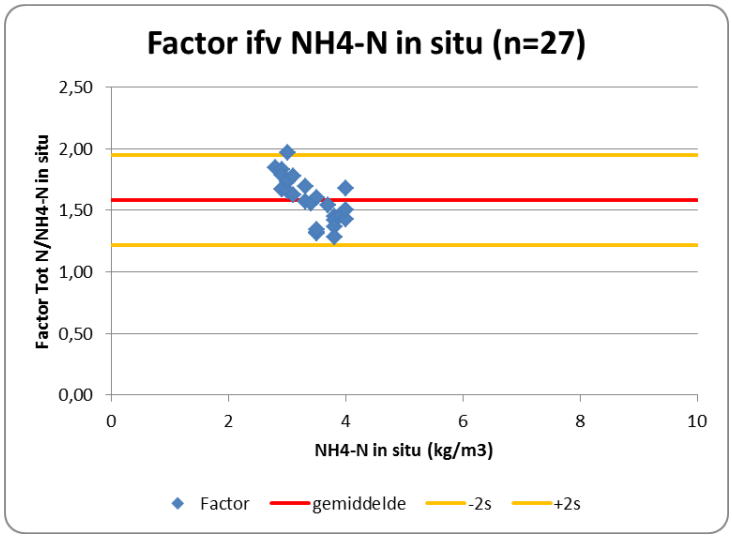
### 5.3.2. BEREKENING CORRELATIEFACTOR TUSSEN ANALYSERESULTAAT TOTAAL N EN $NH_4$-N *IN SITU* (N=27, DRIJFMESTMENGELING)

Voor de uiteindelijke beoordeling van het mestmonster is het belangrijk om het totaal N gehalte te kennen. Bijgevolg werd berekend met welke factor het $NH_4$-N *in situ* gehalte dient vermenigvuldigd te worden om het uiteindelijke totaal N gehalte te kennen. De gemiddelde waarde van deze factor werd berekend alsook de 2s grenzen (95% betrouwbaarheidsinterval).

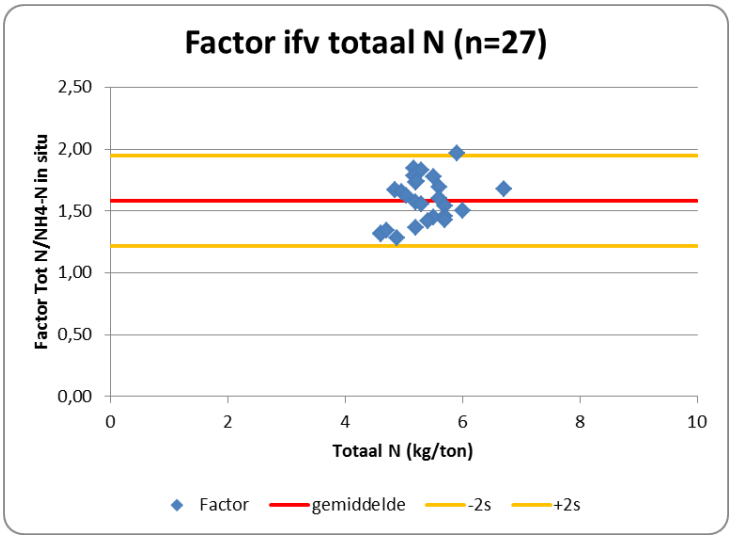
In Tabel 22 is de correlatiefactor van totaal N tov $NH_4$-N *in situ* weergegeven met de bijhorende 2s grenzen (n=27, drijfmestmengeling). De gemiddelde waarde van deze factor bedraagt 1.59. Rekening houdend met de ± 2s grenzen kan deze factor schommelen tussen 1.22 en 1.95. In Figuur 30, resp. Figuur 31, is het $NH_4$-N *in situ* gehalte, resp. totaal N gehalte, weergegeven ifv de berekende factor totaal N/ $NH_4$-N *in situ*. Bijgevoegd is de gemiddelde waarde en de ± 2s grenzen in de figuur opgenomen.

*Tabel 22 Berekening correlatiefactor totaal N vs $NH_4$-N in situ en de bijhorende 2s grenzen (n=27, drijfmestmengeling)*

| | # | $NH_4$-N *in situ* (kg/m³) | | Totaal N (kg/ton) | | Factor Tot N/$NH_4$-N *in situ* | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | Min | Max | Min | Max | Gemidd. | Gemidd. -2s | Gemidd. +2s |
| Drijfmestmengeling | **27** | 2.8 | 4.0 | 4.6 | 6.7 | 1.59 | 1.22 | 1.95 |




*Figuur 30 Bekomen factoren in relatie met het $NH_4$-N gehalte in situ gemeten (n=27, drijfmestmengeling)*

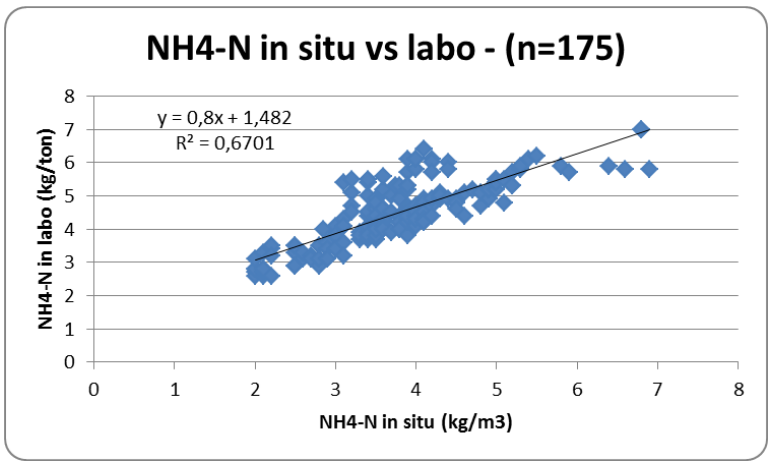



*Figuur 31 Bekomen factoren in relatie met het totaal N gehalte (n=27, drijfmestmengeling)*

## 5.4. VERWERKING DATASET VARKENSDRIJFMEST

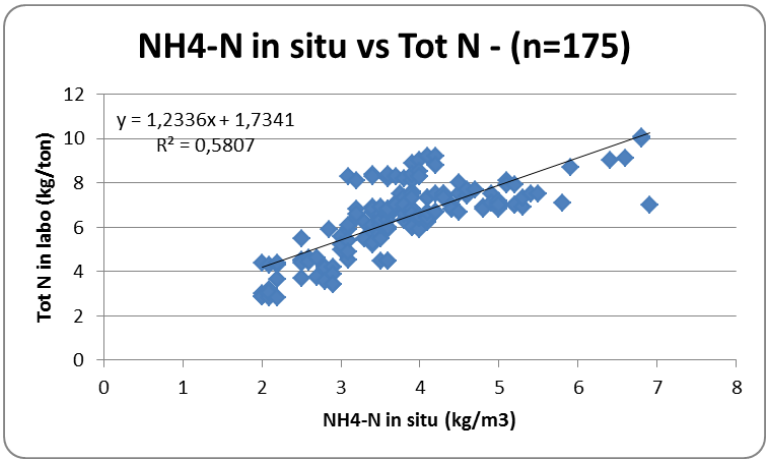
### 5.4.1. WEERGAVE RESULTATEN DATASET VARKENSDRIJFMEST (N=175)

In Figuur 32 zijn de resultaten weergegeven van de *in situ* $NH_4$-N resultaten vs de labo resultaten voor $NH_4$-N, resulterend in een $R^2$ van 0.6701 en een helling van 0.8. Dit duidt aan dat de *in situ* meetresultaten een indicatie zijn voor het aanwezige ammonium-N gehalte.




*Figuur 32 Correlatie van de in situ $NH_4$-N resultaten vs labo resultaten voor $NH_4$-N (n=175, varkensdrijfmest)*

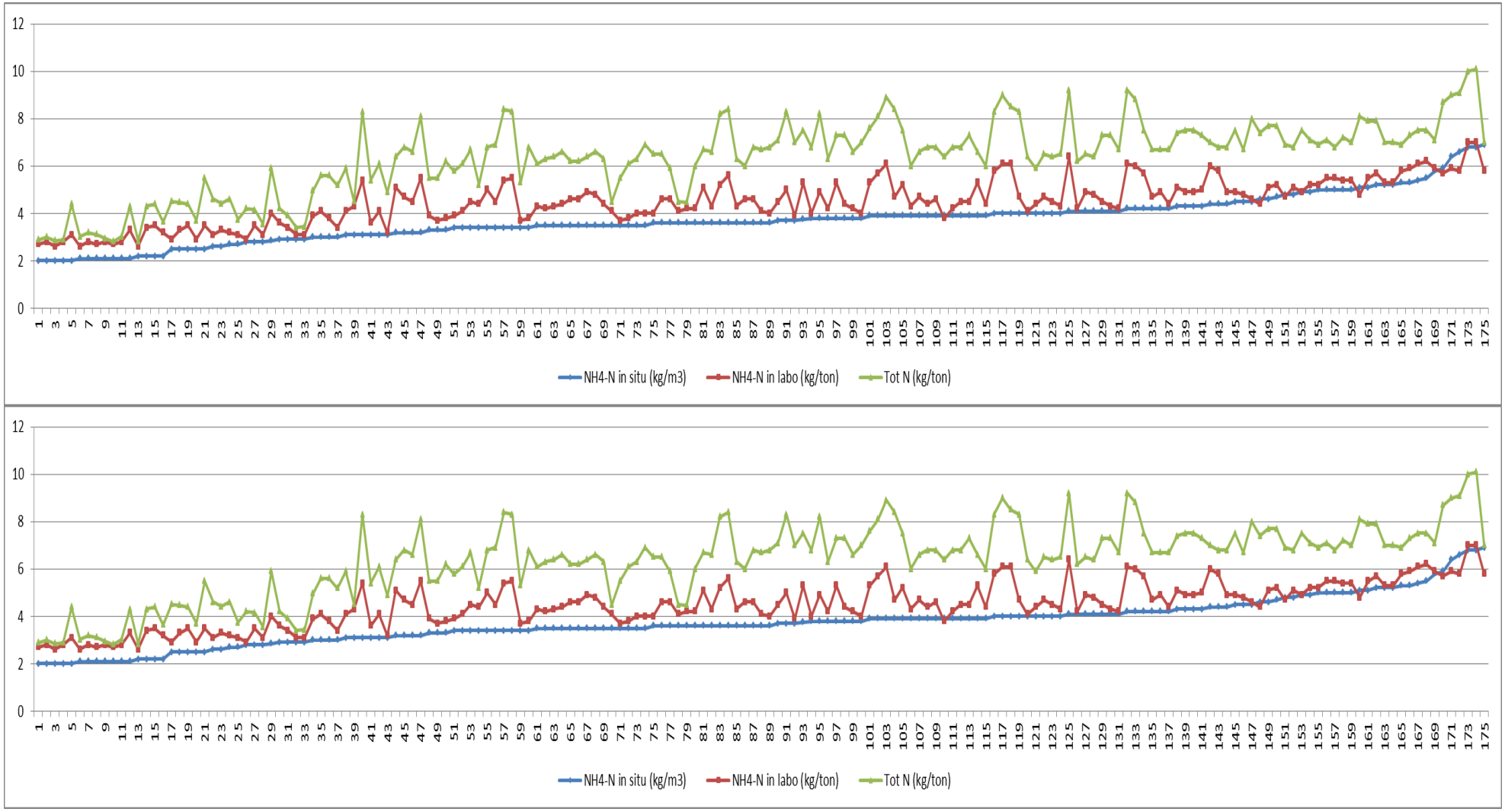
In Figuur 33 zijn de resultaten weergegeven van de *in situ* $NH_4$-N resultaten vs de labo resultaten voor totaal N, resulterend in een $R^2$ van 0.5807 en een helling van 1.2336. T.o.v. de volledige dataset is de $R^2$ factor lager (minder goede correlatie van *in situ* $NH_4$-N metingen met totaal N resultaten) en de helling lager. Gezien $R^2$ laag is, is de fout op de helling ook hoger.



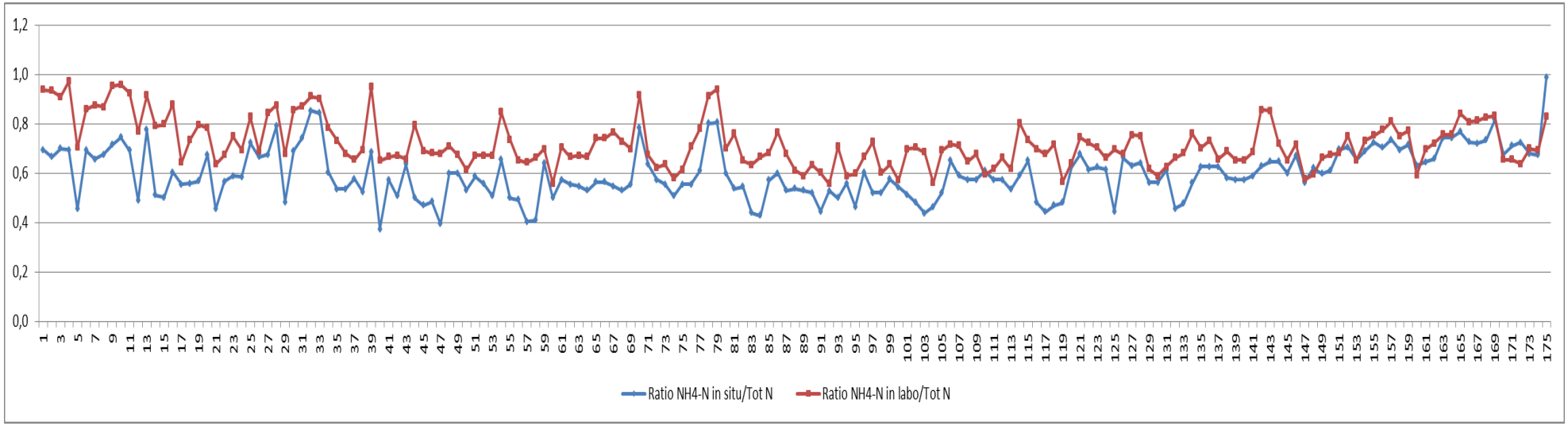

*Figuur 33 Correlatie van de in situ $NH_4$-N resultaten vs labo resultaten voor totaal N (n=175, varkensdrijfmest)*

In Figuur 34 zijn de individuele resultaten weergegeven voor de $NH_4$-N *in situ*, $NH_4$-N in labo en totaal N resultaten (bovenste figuur) en droge stof en organische stof gehalte (onderste figuur). De resultaten zijn weergegeven met oplopend gehalte aan $NH_4$-N *in situ*. Uit deze gegevens valt af te leiden dat ook voor varkensdrijfmest de N resultaten gecorreleerd zijn met het droge stof gehalte en dat de afwijkingen tussen $NH_4$ *in situ* en $NH_4$ in labo meestal gekoppeld zijn aan een verhoogd gehalte aan droge stof (en organische stof). Bij een stijgend gehalte aan $NH_4$-N treedt ook een stijgend gehalte aan droge stof op en zijn de verschillen tussen het $NH_4$-N *in situ* gehalte en het totaal N gehalte groter.

In Figuur 35 werd de ratio berekend tussen $NH_4$-N *in situ*/totaal N en ratio $NH_4$-N in labo/totaal N. Deze gegevens tonen nogmaals aan dat ook bij varkensdrijfmest bij een lager N-gehalte (en dus een lager droge stof gehalte) deze ratio hoger is. De ratio $NH_4$-N in labo/totaal N ligt systematisch hoger dan de ratio $NH_4$-N *in situ*/totaal N, wat duidt op een onderschatting van de $NH_4$-N *in situ* meetwaarden. Er wordt wel eenzelfde trend bij beide factoren vastgesteld.




*Figuur 34 Resultaten voor $NH_4$-N in situ, $NH_4$-N in labo, totaal N, droge stof en organische stof (n=175, varkensdrijfmest)*




*Figuur 35 Ratio $NH_4$-N in situ/totaal N en ratio $NH_4$-N in labo/totaal N (n=175, varkensdrijfmest)*

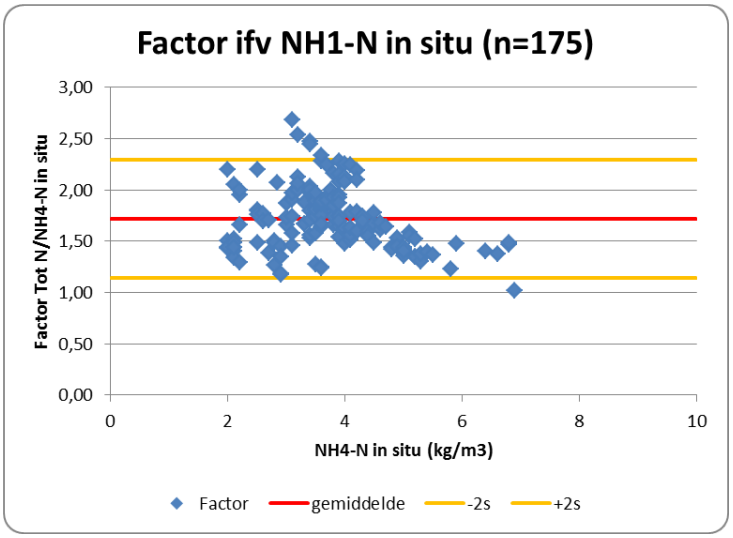
### 5.4.2. BEREKENING CORRELATIEFACTOR TUSSEN ANALYSERESULTAAT TOTAAL N EN $NH_4$-N *IN SITU* (N=175, VARKENSDRIJFMEST)

Voor de uiteindelijke beoordeling van het mestmonster is het belangrijk om het totaal N gehalte te kennen. Bijgevolg werd berekend met welke factor het $NH_4$-N *in situ* gehalte dient vermenigvuldigd te worden om het uiteindelijke totaal N gehalte te kennen. De gemiddelde waarde van deze factor werd berekend alsook de 2s grenzen (95% betrouwbaarheidsinterval).

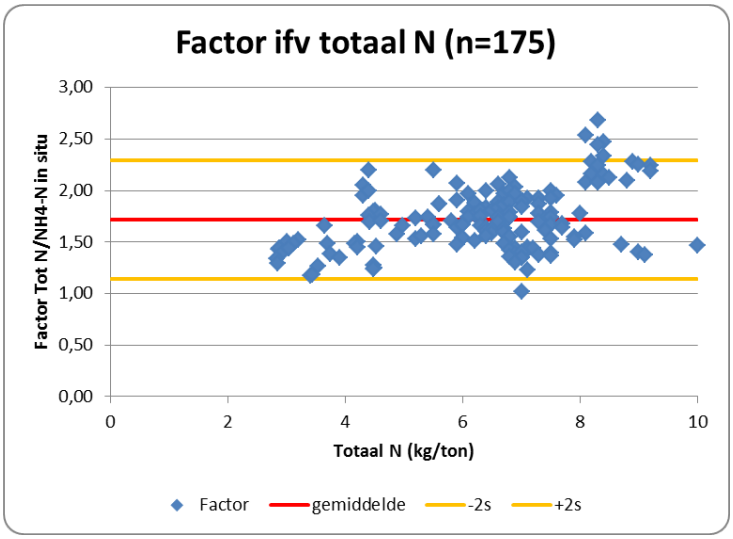
In Tabel 23 is de correlatiefactor van totaal N tov $NH_4$-N *in situ* weergegeven met de bijhorende 2s grenzen (n=175, varkensdrijfmest). De gemiddelde waarde van deze factor bedraagt 1.72. Rekening houdend met de ± 2s grenzen kan deze factor schommelen tussen 1.14 en 2.29. In Figuur 36, resp. Figuur 37, is het $NH_4$-N *in situ* gehalte, resp. totaal N gehalte, weergegeven ifv de berekende factor totaal N/ $NH_4$-N *in situ*. Bijgevoegd is de gemiddelde waarde en de ± 2s grenzen in de figuur opgenomen.

*Tabel 23 Berekening correlatiefactor totaal N vs $NH_4$-N in situ en de bijhorende 2s grenzen (n=175, varkensdrijfmest)*

| | # | $NH_4$-N *in situ* (kg/m³) | | Totaal N (kg/ton) | | Factor Tot N/$NH_4$-N *in situ* | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | Min | Max | Min | Max | Gemidd. | Gemidd. -2s | Gemidd. +2s |
| Varkensdrijfmest | **175** | 2.0 | 6.9 | 2.8 | 10.1 | 1.72 | 1.14 | 2.29 |




*Figuur 36 Bekomen factoren in relatie met het $NH_4$-N gehalte in situ gemeten (n=175, varkensdrijfmest)*

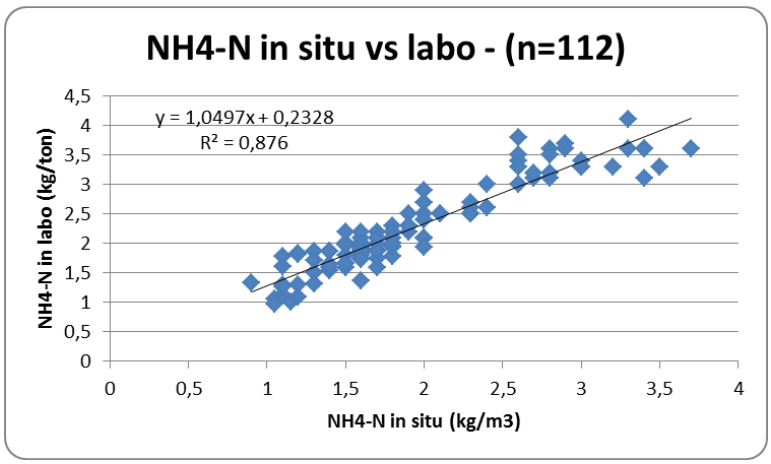



*Figuur 37 Bekomen factoren in relatie methet totaal N gehalte (n=175, varkensdrijfmest)*

## 5.5. VERWERKING DATASET ZEUGENDRIJFMEST

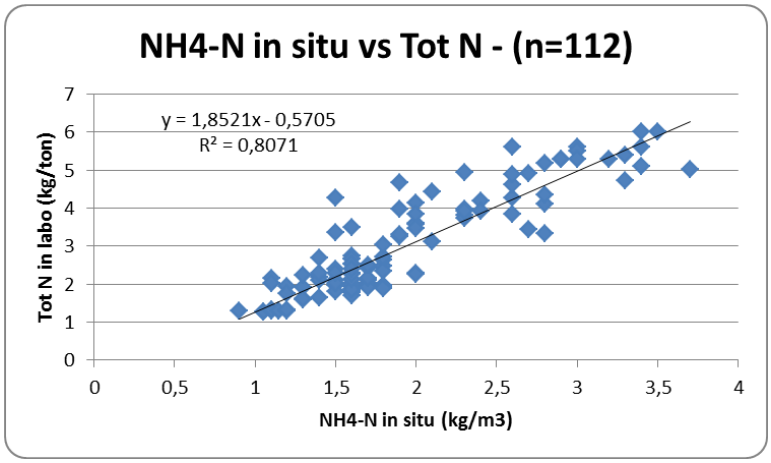
### 5.5.1. WEERGAVE RESULTATEN DATASET ZEUGENDRIJFMEST (N=112)

In Figuur 38 zijn de resultaten weergegeven van de *in situ* $NH_4$-N resultaten vs de labo resultaten voor $NH_4$-N, resulterend in een $R^2$ van 0.876 en een helling van 0.876. Dit duidt aan dat voor zeugendrijfmest de *in situ* meetresultaten een goede indicatie zijn voor het aanwezige ammonium-N gehalte.




*Figuur 38 Correlatie van de in situ $NH_4$-N resultaten vs labo resultaten voor $NH_4$-N (n=112, zeugendrijfmest)*

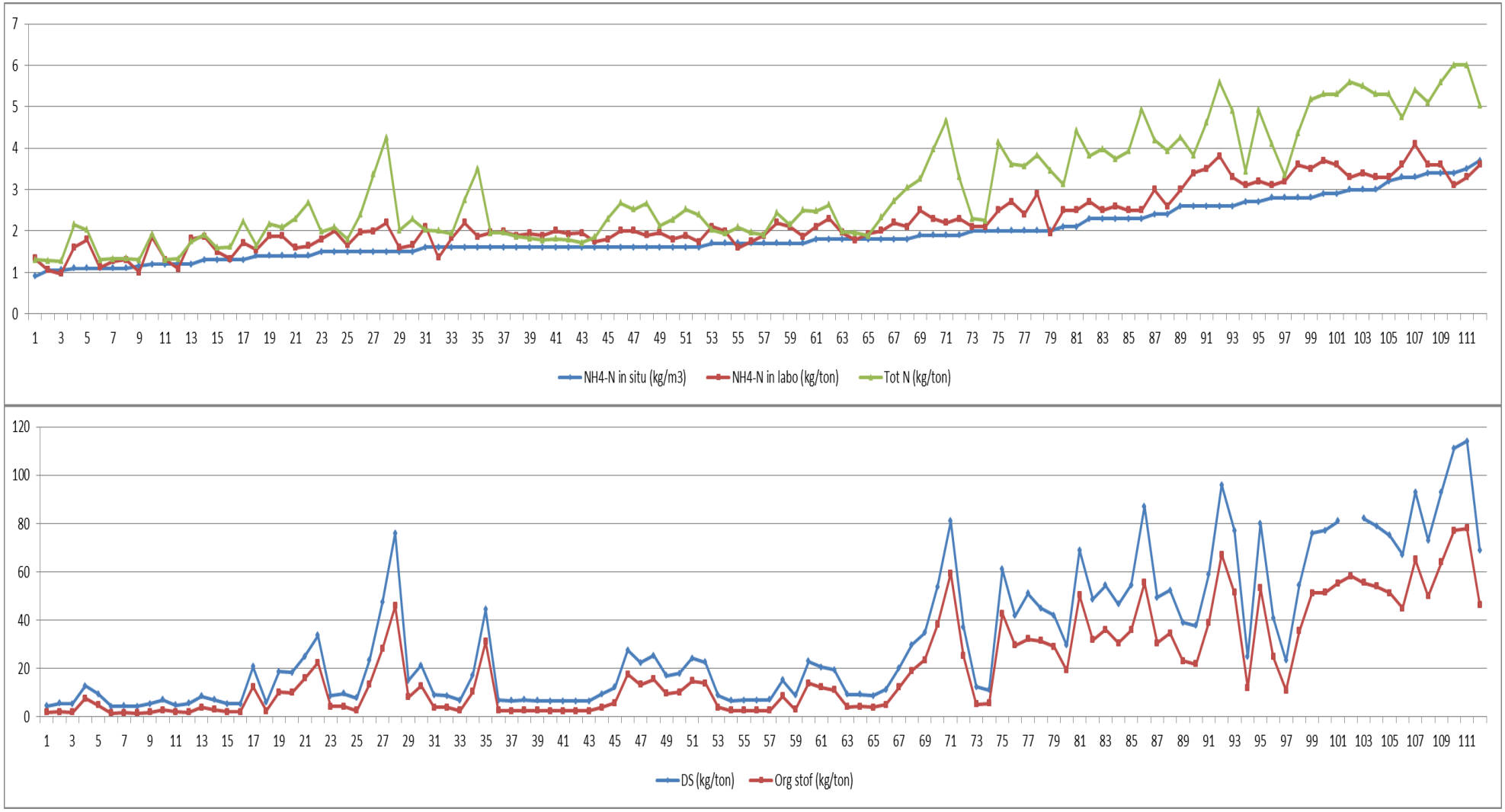
In Figuur 39 zijn de resultaten weergegeven van de *in situ* $NH_4$-N resultaten vs de labo resultaten voor totaal N, resulterend in een $R^2$ van 0.8071 en een helling van 1.8521.



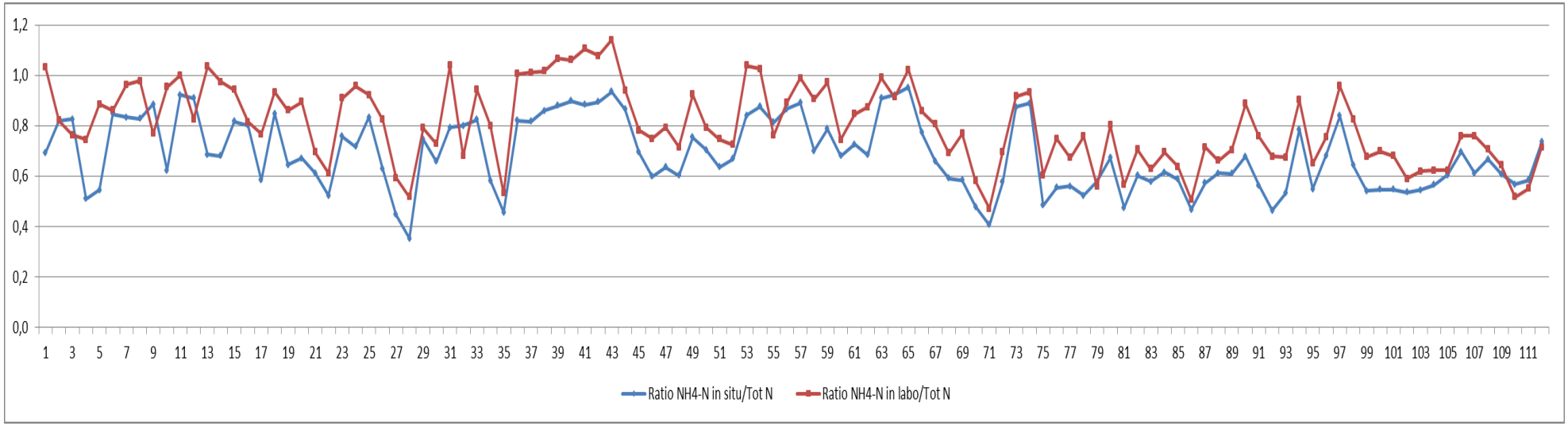

*Figuur 39 Correlatie van de in situ $NH_4$-N resultaten vs labo resultaten voor totaal N (n=112, zeugendrijfmest)*

In Figuur 40 zijn de individuele resultaten weergegeven voor de $NH_4$-N *in situ*, $NH_4$-N in labo en totaal N resultaten (bovenste figuur) en droge stof en organische stof gehalte (onderste figuur). De resultaten zijn weergegeven met oplopend gehalte aan $NH_4$-N *in situ*. Uit deze gegevens valt af te leiden dat ook voor zeugendrijfmest de N resultaten gecorreleerd zijn met het droge stof gehalte en dat de afwijkingen tussen $NH_4$ *in situ* en $NH_4$ in labo meestal gekoppeld zijn aan een verhoogd gehalte aan droge stof (en organische stof). Bij een stijgend gehalte aan $NH_4$-N treedt ook een stijgend gehalte aan droge stof op en zijn de verschillen tussen het $NH_4$-N *in situ* gehalte en het totaal N gehalte groter.

In Figuur 41 werd de ratio berekend tussen $NH_4$-N *in situ*/totaal N en ratio $NH_4$-N in labo/totaal N. Deze gegevens tonen nogmaals aan dat ook bij zeugendrijfmest bij een lager N-gehalte (en dus een lager droge stof gehalte) deze ratio hoger is. De ratio $NH_4$-N in labo/totaal N ligt systematisch hoger dan de ratio $NH_4$-N *in situ*/totaal N, wat duidt op een onderschatting van de $NH_4$-N *in situ* meetwaarden. Er wordt wel eenzelfde trend bij beide factoren vastgesteld.




*Figuur 40 Resultaten voor $NH_4$-N in situ, $NH_4$-N in labo, totaal N, droge stof en organische stof (n=112, zeugendrijfmest)*




*Figuur 41 Ratio $NH_4$-N in situ/totaal N en ratio $NH_4$-N in labo/totaal N (n=112, zeugendrijfmest)*

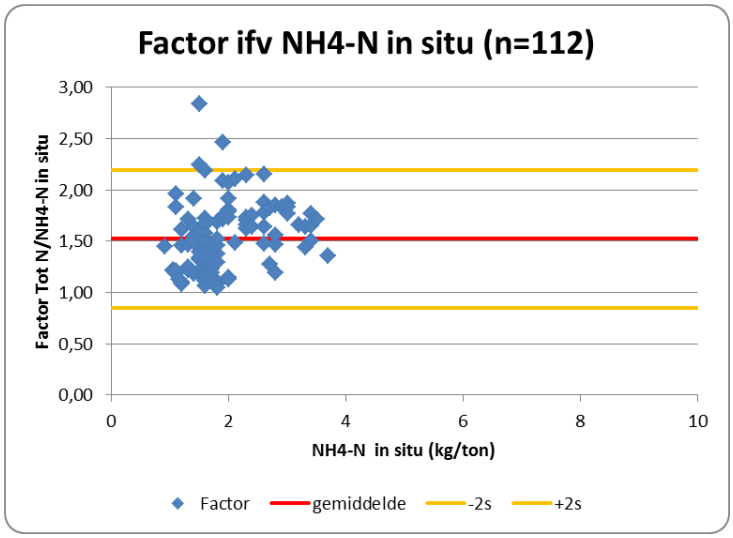
### 5.5.2. BEREKENING CORRELATIEFACTOR TUSSEN ANALYSERESULTAAT TOTAAL N EN $NH_4$-N *IN SITU* (N=112, ZEUGENDRIJFMEST)

Voor de uiteindelijke beoordeling van het mestmonster is het belangrijk om het totaal N gehalte te kennen. Bijgevolg werd berekend met welke factor het $NH_4$-N *in situ* gehalte dient vermenigvuldigd te worden om het uiteindelijke totaal N gehalte te kennen. De gemiddelde waarde van deze factor werd berekend alsook de 2s grenzen (95% betrouwbaarheidsinterval).

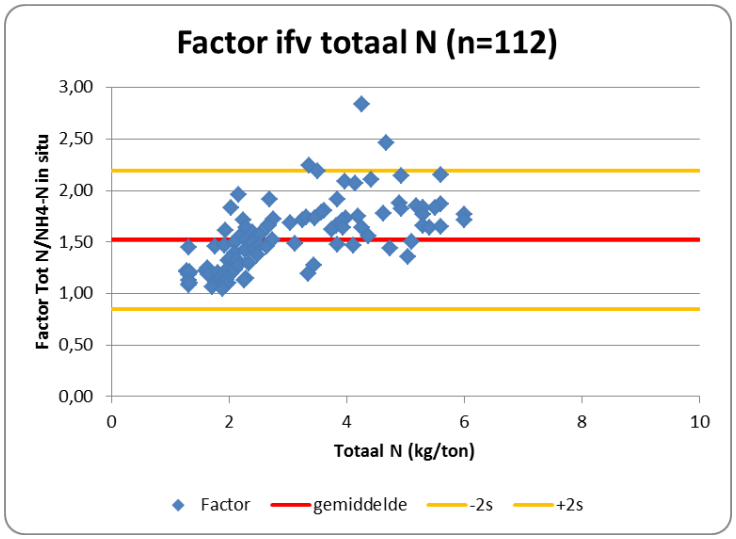
In Tabel 24 is de correlatiefactor van totaal N tov $NH_4$-N *in situ* weergegeven met de bijhorende 2s grenzen (n=112, zeugendrijfmest). De gemiddelde waarde van deze factor bedraagt 1.52. Rekening houdend met de ± 2s grenzen kan deze factor schommelen tussen 0.85 en 2.19. In Figuur 42, resp. Figuur 43, is het $NH_4$-N *in situ* gehalte, resp. totaal N gehalte, weergegeven ifv de berekende factor totaal N/ $NH_4$-N *in situ*. Bijgevoegd is de gemiddelde waarde en de ± 2s grenzen in de figuur opgenomen.

*Tabel 24 Berekening correlatiefactor totaal N vs $NH_4$-N in situ en de bijhorende 2s grenzen (n=112, zeugendrijfmest)*

| | # | $NH_4$-N *in situ* (kg/m³) | | Totaal N (kg/ton) | | Factor Tot N/$NH_4$-N *in situ* | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | Min | Max | Min | Max | Gemidd. | Gemidd. -2s | Gemidd. +2s |
| Zeugendrijfmest | **112** | 0.9 | 3.7 | 1.3 | 6.0 | 1.52 | 0.85 | 2.19 |




*Figuur 42 Bekomen factoren in relatie met het $NH_4$-N gehalte in situ gemeten (n=112, zeugendrijfmest)*



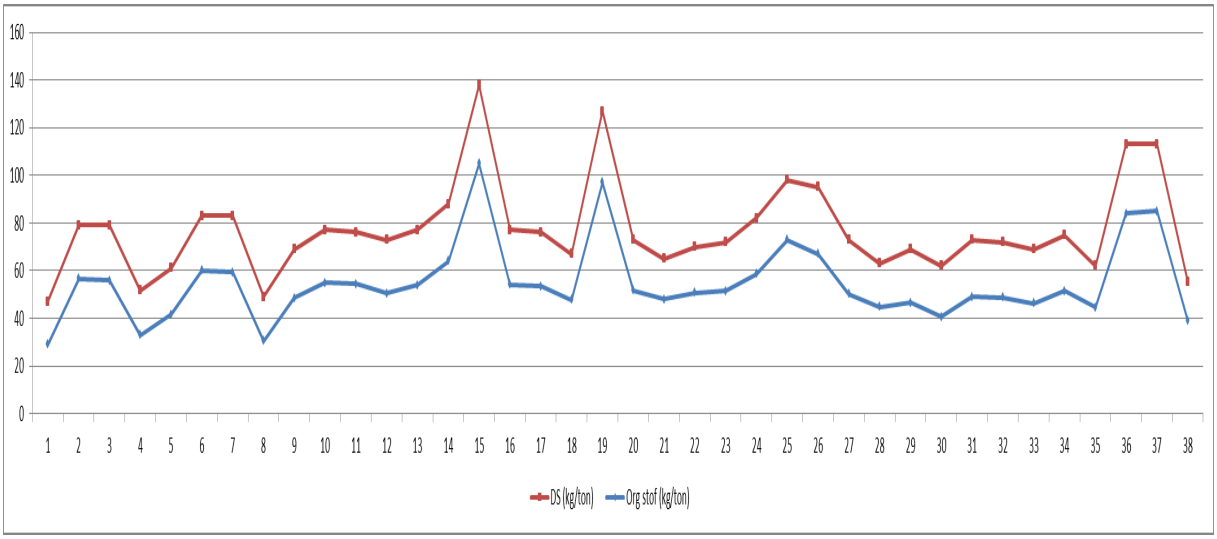

*Figuur 43 Bekomen factoren in relatie met het totaal N gehalte (n=112, zeugendrijfmest)*

## 5.6. VERWERKING DATASET BRIJBAKKEN

### 5.6.1. WEERGAVE RESULTATEN DATASET BRIJBAKKEN (N=38)

In Figuur 44 zijn de individuele resultaten weergegeven voor de $NH_4$-N *in situ*, $NH_4$-N in labo en totaal N resultaten (bovenste figuur) en droge stof en organische stof gehalte (onderste figuur). De resultaten zijn weergegeven met oplopend gehalte aan $NH_4$-N *in situ*. Uit deze gegevens valt af te leiden dat ook voor brijbakken de N resultaten gecorreleerd zijn met het droge stof gehalte en dat de afwijkingen tussen $NH_4$ *in situ* en $NH_4$ in labo meestal gekoppeld zijn aan een verhoogd gehalte aan droge stof (en organische stof).

In Figuur 45 werd de ratio berekend tussen $NH_4$-N *in situ*/totaal N en ratio $NH_4$-N in labo/totaal N. De ratio $NH_4$-N in labo/totaal N ligt ook voor brijbakken systematisch hoger dan de ratio $NH_4$-N *in situ*/totaal N, wat duidt op een onderschatting van de $NH_4$-N *in situ* meetwaarden. Er wordt wel eenzelfde trend bij beide factoren vastgesteld.




*Figuur 44 Resultaten voor $NH_4$-N in situ, $NH_4$-N in labo, totaal N, droge stof en organische stof (n=38, brijbakken)*

*Figuur 45 Ratio NH4-N in situ/totaal N en ratio NH4-N in labo/totaal N (n=38, brijbakken)*

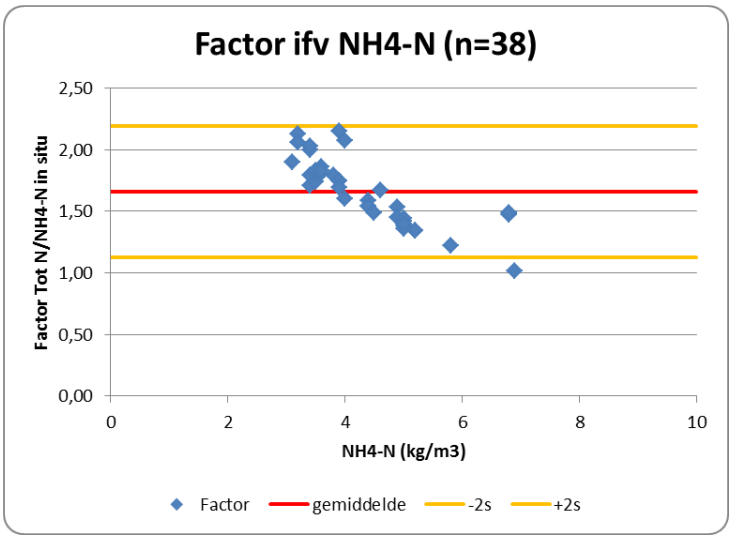
### 5.6.2. BEREKENING CORRELATIEFACTOR TUSSEN ANALYSERESULTAAT TOTAAL N EN $NH_4$-N *IN SITU* (N=38, BRIJBAKKEN)

Voor de uiteindelijke beoordeling van het mestmonster is het belangrijk om het totaal N gehalte te kennen. Bijgevolg werd berekend met welke factor het $NH_4$-N *in situ* gehalte dient vermenigvuldigd te worden om het uiteindelijke totaal N gehalte te kennen. De gemiddelde waarde van deze factor werd berekend alsook de 2s grenzen (95% betrouwbaarheidsinterval).

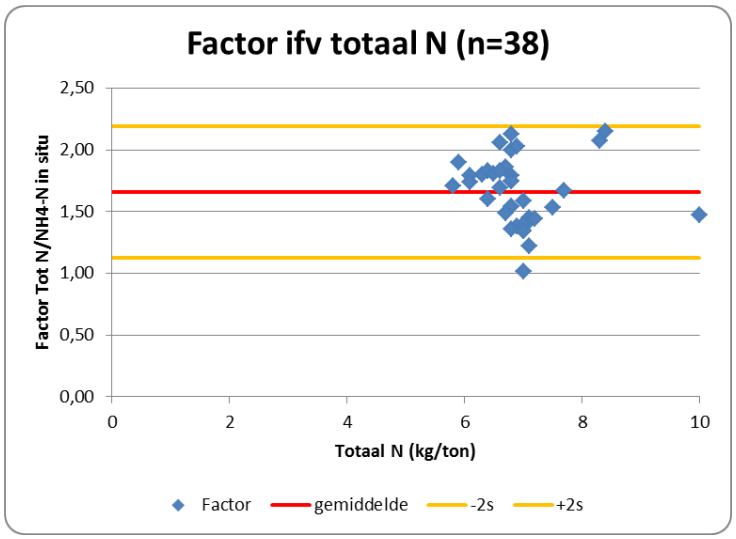
In Tabel 25 is de correlatiefactor van totaal N tov $NH_4$-N *in situ* weergegeven met de bijhorende 2s grenzen (n=38, brijbakken). De gemiddelde waarde van deze factor bedraagt 1.66. Rekening houdend met de ± 2s grenzen kan deze factor schommelen tussen 1.12 en 2.19. In Figuur 46, resp. Figuur 47, is het $NH_4$-N *in situ* gehalte, resp. totaal N gehalte, weergegeven ifv de berekende factor totaal N/ $NH_4$-N *in situ*. Bijgevoegd is de gemiddelde waarde en de ± 2s grenzen in de figuur opgenomen.

*Tabel 25 Berekening correlatiefactor totaal N vs $NH_4$-N in situ en de bijhorende 2s grenzen (n=38, brijbakken)*

| | # | $NH_4$-N *in situ* (kg/m³) | | Totaal N (kg/ton) | | Factor Tot N/$NH_4$-N *in situ* | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | Min | Max | Min | Max | Gemidd. | Gemidd. -2s | Gemidd. +2s |
| Brijbakken | **38** | 3.1 | 6.9 | 5.8 | 10.1 | 1.66 | 1.12 | 2.19 |




*Figuur 46 Bekomen factoren in relatie met het $NH_4$-N gehalte in situ gemeten (n=38, brijbakken)*




*Figuur 47 Bekomen factoren in relatie met het totaal N gehalte (n=38, brijbakken)*

## 5.7. SAMENVATTING CORRELATIEFACTOREN TUSSEN ANALYSERESULTAAT TOTAAL N EN $NH_4$-N *IN SITU*

### 5.7.1. DATASET 1 (N=315)

In Tabel 26 is een overzicht gegeven van de correlatiefactoren totaal N/$NH_4$-N *in situ* in functie van het mesttype, te samen met de range van $NH_4$-N *in situ* en totaal N gehalten. De gemiddelde waarde van de correlatiefactoren variëren tussn 1.52 en 1.72. Om vertrekkende vanuit een *in situ* gemeten ammonium-N waarde een totaal N waarde te bekomen met 95% betrouwbaarheid, dient de gemeten $NH_4$-N *in situ* waarde vermenigvuldigd te worden met de [gemiddelde factor + 2s]. De [gemiddelde + 2s] factor berekend uit de volledige dataset bedraagt 2.26 en is representatief voor de verschillende mesttypes.

*Tabel 26 Samenvatting correlatiefactoren totaal N vs $NH_4$-N in situ en de bijhorende 2s grenzen ifv het mesttype*

| | # | $NH_4$-N *in situ* (kg/m³) | | Totaal N (kg/ton) | | Factor Tot N/$NH_4$-N *in situ* | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | Min | Max | Min | Max | Gemidd. | Gemidd. -2s | Gemidd. +2s | Min | Max | Mediaan |
| Data all | **315** | 0.9 | 6.9 | 1.3 | 10.1 | **1.64** | 1.01 | 2.26 | 1.01 | 2.84 | 1.64 |
| Drijfmestmengeling | **27** | 2.8 | 4.0 | 4.6 | 6.7 | **1.59** | 1.22 | 1.95 | 1.28 | 1.97 | 1.60 |
| Varkensdrijfmest | **175** | 2.0 | 6.9 | 2.8 | 10.1 | **1.72** | 1.14 | 2.29 | 1.01 | 2.68 | 1.70 |
| Zeugendrijfmest | **112** | 0.9 | 3.7 | 1.3 | 6.0 | **1.52** | 0.85 | 2.19 | 1.05 | 2.84 | 1.49 |
| Brijbakken | **38** | 3.1 | 6.9 | 5.8 | 10.1 | **1.66** | 1.12 | 2.19 | 1.01 | 2.15 | 1.68 |

In Tabel 27 is een evaluatie uitgevoerd van de berekende correlatiefactoren rekening houden met de onzekerheid op deze factor en in functie van het mesttype. Het aantal vals positieven en vals negatieve ten aanzien van een totaal N normwaarde van 7 kg N/ton werd berekend.
Bij vals positieve waarden is de meetwaarde van de *in situ* meeting vermengvuldigd met de factor (+ ev. fout) hoger dan de totaal N normwaarde van 7 kg N/ton, terwijl het totaal N gehalte gemeten in het labo toch lager is dan 7 kg N/ton. De *in situ* meting (met factorcorrectie) resulteert dan in een overschatting.
Bij vals negatieve waarden is de meetwaarde van de *in situ* meeting vermengvuldigd met de factor (+ ev. fout) lager dan de totaal N normwaarde van 7 kg N/ton, terwijl het totaal N gehalte gemeten in het labo toch hoger is dan 7 kg N/ton. De *in situ* meting (met factorcorrectie) resulteert dan in een onderschatting.

Indien de volledige dataset wordt aanschouwd en de gemiddelde factor (zonder spreiding) wordt gebruikt, worden 3% vals positieve en 9% vals negatieve waarden bekomen. Deze vals positieve en vals negatieve waarden worden enkel bij varkensdrijfmest en bij brijbakken vastgesteld. Het N gehalte bij drijfmestmengeling en zeugenmest is immers lager en bijgevolg worden geen overschrijdingen van het totaal N gehalte bekomen. Indien de spreiding op de factor in rekening wordt gebracht (resp. + 1 x standaard deviatie (68% B.I.) en + 2 x standaard deviatie (95% B.I.)) verhoogt het aantal vals positieve resultaten en reduceert het aantal vals negatieve resultaten tot 0%.

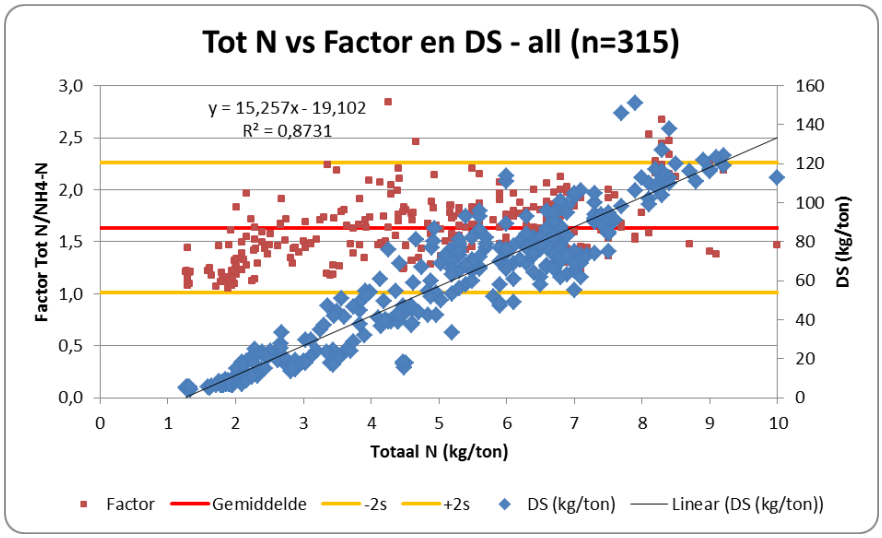
De variatie in de berekende correlatiefactor ifv van het mesttype is beperkt en varieert tussen 1.52 en 1.72. Indien rekening wordt gehouden met de mogelijke spreiding op deze factor is zowel de gemiddelde factor als de [gemiddelde factor + 1s] en de [gemiddelde factor + 2s] berekend over alle datapunten (resp. 1.64, 1.95 en 2.26) representatief voor de verschillende mesttypes. De bekomen resultaten geven aan dat het niet noodzakelijk is om per mesttype een individuele factor af te leiden.

*Tabel 27 Evaluatie correlatiefactoren totaal N vs $NH_4$-N in situ in combinatie met de onzekerheid en ifv het mesttype*

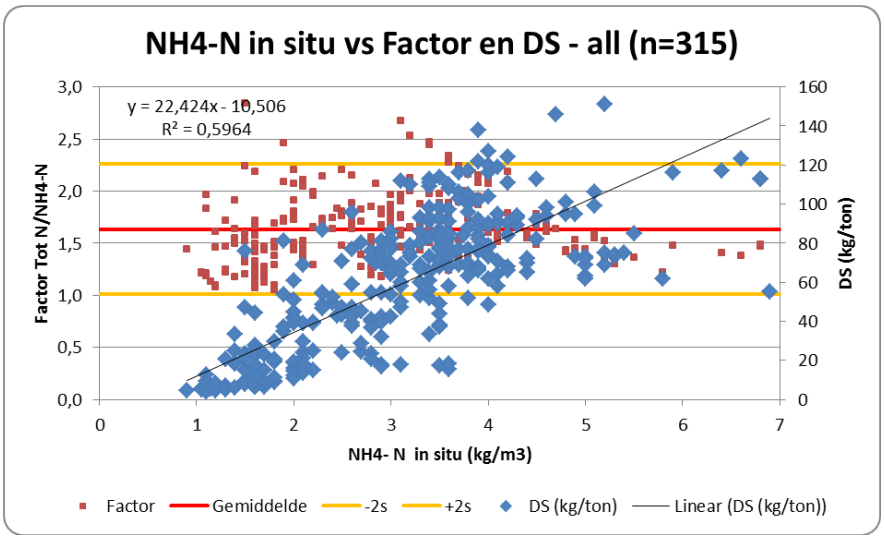
| | # metingen | Factor gemiddeld | # vals positief | # vals negatief | Factor gemiddeld+1s | # vals positief | # vals negatief | Factor gemiddeld+2s | # vals positief | # vals negatief |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Data all | **315** | 1.64 | 3% | 9% | 1.95 | 17% | 1% | 2.26 | 33% | 0% |
| Drijfmestmengeling | **27** | 1.59 | 0% | 0% | 1.77 | 11% | 0% | 1.95 | 33% | 0% |
| Varkensdrijfmest | **175** | 1.72 | 9% | 13% | 2.01 | 34% | 2% | 2.29 | 45% | 0% |
| Zeugendrijfmest | **112** | 1.52 | 0% | 0% | 1.86 | 0% | 0% | 2.19 | 7% | 0% |
| Brijbakken | **38** | 1.66 | 13% | 5% | 1.93 | 26% | 0% | 2.19 | 58% | 0% |
| * vals positief: indien [meetwaarde NH4-N *in situ* * X* factor] > 7 kg/ton en [Totaal N < 7 kg/ton] | | | | | | | | | | |
| * vals negatief indien [meetwaarde NH4-N *in situ* * X*factor] < 7 kg/ton en [Totaal N >7 kg/ton] | | | | | | | | | | |

In Figuur 48 is de lineaire correlatie weergegeven van het totaal N gehalte met het droge stof gehalte ($R^2$ = 0.8731) en de relatie met de correlatiefactor totaal N/$NH_4$-N *in situ*. Uit geze gegevens kan men afleiden dat bij een laag totaal N gehalte in de range van 1 tot 3 kg/ton (en dus een laag droge stof gehalte) de correlatiefactor totaal N/$NH_4$-N *in situ* de tendens heeft om onder de gemiddelde waarde te liggen, terwijl hogere totaal N resultaten de tendens hebben om boven de gemiddelde waarde te liggen.

Een zelfde relatie werd vastgesteld voor de $NH_4$-N *in situ* metingen zoals weergegeven in Figuur 49.




*Figuur 48 Lineaire correlatie van totaal N met droge stof gehalte en relatie met correlatiefactor totaal N/$NH_4$-N in situ*




*Figuur 49 Lineaire correlatie van $NH_4$-N in situ met droge stof gehalte en relatie met correlatiefactor totaal N/$NH_4$-N in situ*

Uit de bekomen dataset (n=315) werd een gemiddelde factor berekend waarmee het $NH_4$-N *in situ* gehalte dient vermenigvuldigd te worden om het uiteindelijke totaal N gehalte te kennen. De gemiddelde waarde van deze factor bedraagt 1.64 ± 0.31 en kan als representatief beschouwd worden voor de verschillende mesttypes.

### 5.7.2. DATASET 2 (N=380)

In december 2015 werden additionele meetgegevens toegevoegd aan de databank resulterend in een dataset van 380 metingen. Om de correlatiefactor berekend uit de 315 metingen van $NH_4$-N *in situ* en totaal N metingen te verifiëren, werd de correlatiefactor eveneens berekend voor deze volledige dataset van 380 metingen. Het aantal vals positieve en vals negatieve resultaten t.o.v. een normwaarde van 7 kg N/ton werd afgetoetst in Tabel 28 en dit in functie van de correlatiefactor al dan niet met de bijhorende spreiding. Ter vergelijking zijn de gegevens van de dataset n=315 eveneens toegevoegd.

*Tabel 28 Evaluatie correlatiefactoren totaal N vs $NH_4$-N in situ in combinatie met de onzekerheid voor dataset 2 (n=380)*

| N = 380 | Factorwaarde | # vals positief | # vals negatief |
|---|---|---|---|
| Factor gemiddeld | 1.67 | 3% | 7% |
| Factor gemiddeld + 1s | 2.00 | 21% | 1% |
| Factor gemiddeld + 2s | 2.33 | 32% | 0% |
| **N = 315** | **Factorwaarde** | **# vals positief** | **# vals negatief** |
| Factor gemiddeld | 1.64 | 3% | 9% |
| Factor gemiddeld + 1s | 1.95 | 17% | 1% |
| Factor gemiddeld + 2s | 2.26 | 33% | 0% |

De resultaten bekomen op een dataset van 380 metingen resulteren in een gemiddelde factor van 1.67 ± 0.33 en bevestigen de factor berekend uit 315 metingen.

### 5.7.3. DATASET 3 (N=420)

Door VLM Dienst Handhaving werden eveneens metingen (40) uitgevoerd met de online N-analyser. Volgende drijfmesten werden geanalyseerd: 10 zeugendrijfmest, 2 varkensdrijfmest en 28 mestvarkens (brijbakken). De correlatiefactor van deze 40 metingen werd berekend, alsook de factor voor de volledige dataset van 420 metingen. Het aantal vals positieve en vals negatieve resultaten t.o.v. een normwaarde van 7 kg N/ton werd afgetoetst in Tabel 29 en dit in functie van de correlatiefactor al dan niet met de bijhorende spreiding. Ter vergelijking zijn de gegevens van de dataset n=315 eveneens toegevoegd.

*Tabel 29 Evaluatie correlatiefactoren totaal N vs $NH_4$-N in situ in combinatie met de onzekerheid voor dataset 3 (n=420)*

| N = 40 | Factorwaarde | # vals positief | # vals negatief |
|---|---|---|---|
| Factor gemiddeld | 1.69 | 8% | 5% |
| Factor gemiddeld + 1s | 2.00 | 15% | 3% |
| Factor gemiddeld + 2s | 2.30 | 18% | 5% |
| **N = 420** | **Factorwaarde** | **# vals positief** | **# vals negatief** |
| Factor gemiddeld | 1.67 | 3% | 6% |
| Factor gemiddeld + 1s | 2.00 | 15% | 1% |
| Factor gemiddeld + 2s | 2.33 | 30% | 0% |
| **N = 315** | **Factorwaarde** | **# vals positief** | **# vals negatief** |
| Factor gemiddeld | 1.64 | 3% | 9% |
| Factor gemiddeld + 1s | 1.95 | 17% | 1% |
| Factor gemiddeld + 2s | 2.26 | 33% | 0% |

De resultaten bekomen op een dataset van 420 metingen resulteren in een gemiddelde factor van 1.67 ± 0.33 en bevestigen de factor berekend uit 315 en 380 metingen.

#### 5.7.4. DATASET PER LANDBOUWER

Om na te gaan of de correlatiefactor totaal stikstof vs $NH_4$-N *in situ* kan variëren in functie van landbouwbedrijf werden datasets van 3 verschillende landbouwers (met de meest beschikbare resultaten van $NH_4$-N *in situ* metingen) geselecteerd. De berekende factoren per landbouwer zijn weergegeven in Tabel 30. Bij het landbouwbedrijf met zeugendrijfmest is de gemiddelde factor van 1.78 hoger t.o.v. de gemiddelde factor van 1.64/1.67 van de volledige dataset (n=315/420). Eventuele aanpassing van de gemiddelde factor voor dit specifieke bedrijf heeft weinig meerwaarde omdat de spreiding op de gemiddelde factor ook hoger ligt (1s van 0.40 t.o.v. 0.31/0.33). Bij de 2 andere landbouwbedrijven benadert de gemiddelde factor deze van de volledige dataset.

*Tabel 30 Correlatiefactoren totaal N vs $NH_4$-N in functie van landbouwer*

| | **# metingen** | **Type mest** | **$NH_4$-N *in situ* (kg/m$^3$)** | | **Factor Tot N/$NH_4$-N *in situ*** | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | Min | Max | Gemiddelde | 1s |
| Data (n=315) | **315** | Alle types | 0,9 | 6,9 | 1,64 | 0,31 |
| Data (n=380) | **380** | Alle types | 0,9 | 6,9 | 1,67 | 0,33 |
| Data (n=420) | **420** | Alle types | 0,9 | 6,9 | 1,67 | 0,33 |
| Van Petegem Els | **39** | Zeugendrijfmest | 1,4 | 3,5 | 1,78 | 0,40 |
| Blanchaert Inge | **37** | Varkensdrijfmest | 3,1 | 5,1 | 1,64 | 0,17 |
| Gios | **33** | Drijfmestmengeling | 2,8 | 4,0 | 1,60 | 0,18 |

Op basis van de beschikbare gegevens kan besloten worden dat het geen meerwaarde heeft om een gemiddelde factor per landbouwbedrijf op te stellen.

# HOOFDSTUK 6. BESLUIT

Het gehalte aan totaal N is een essentiële parameter in drijfmestmonsters. Deze N waarde kan sterk fluctueren omdat de samenstelling van dierlijke mest variabel is afhankelijk van het type dier, de voeding, wateropname, afkomstig van bijvoorbeeld kraamzeugen of niet. Variaties komen voor tussen verschillende landbouwbedrijven, alsook zelfs tussen stallen onderling binnen één landbouwbedrijf. Afhankelijk van het type mest (zie Tabel 8 en Tabel 9) kunnen richtwaarden gehanteerd worden, maar het is opportuun om via een analysetechniek/ screeningsmethode *in situ* metingen uit te voeren. om een correctere waarde te genereren.

Diverse screeningsmethoden voor het bepalen van ammonium-N en/of totaal N in vloeibare mest zijn commercieel beschikbaar op de Europese markt. Deze technieken bepalen direct of indirect het nutriëntgehalte. Bij de indirecte bepaling dient steeds een kalibratie te worden uitgevoerd aan de hand van reële monsters. De performantie van deze metingen is dus sterk afhankelijk van de geselecteerde monsters voor het op punt stellen van de kalibratie. Veelal hebben de indirecte meetmethoden hun nut wanneer het nutriëntgehalte binnen een welbepaalde stroom dient ogevolgd/gecontroleerd dient te worden.

Bij de screeningstechnieken met een directe bepaling wordt doorgaans het ammonium-N gehalte bepaald. De Agros stikstofmeter toont het meeste potentieel als screeningstechniek omwille van volgende redenen: directe meting van het ammonium-N gehalte, eenvoudig in gebruik, beperkte kostprijs voor aanschaf toestel. Werkingskosten zijn beperkt tot de aankoop van de reagentia (vast oxidatiemiddel en natriumhydroxide). In 2015 werden validatietesten uitgevoerd met de Agros stikstofmeter, enerzijds op synthetische monsters (van ammonium-N, ureum, …) en anderzijds op reële drijfmesten. Een meetprotocol werd uitgewerkt en aansluitend werd een opleiding aan monsternemers (VLM en/of erkend labo) gegeven.

Tijdens een veldstudie werden in varkensbedrijven *in situ* N metingen uitgevoerd met de Agros N-analyser. Van elk van deze monsters werd in een erkend laboratorium het gehalte aan ammonium-N, totaal stikstof, totaal fosfor, dichtheid en droge stof bepaald. De evaluatie en de verwerking van deze data werd uitgevoerd gebaseerd op 315 meetwaarden (dataset eind november 2015) die afkomstig waren van volgende types van varkensmestmonsters: drijfmest biggenopfok (1), drijfmestmengeling (27), varkensdrijfmest (175), zeugendrijfmest (112) en brijbakken (38). De bekomen resultaten tonen aan dat er een correlatie bestaat tussen het $NH_4$-N *in situ* gehalte en het totaal N gehalte. Uit de bekomen dataset werd berekend met welke factor het $NH_4$-N *in situ* gehalte dient vermenigvuldigd te worden om het uiteindelijke totaal N gehalte te kennen. De gemiddelde waarde van deze factor bedraagt 1.64 ± 0.31 en kan als representatief beschouwd worden voor de verschillende mesttypes. Er is slechts een beperkte differentiatie tussen de verschillende mesttypes. Afhankelijk van de grootte van de spreiding die meegenomen wordt in deze factor (geen, 1 x standaard deviatie (68% B.I.) of 2 x standaard deviatie (95% B.I.) heeft dit een invloed op het uiteindelijke totaal N resultaat en op het aantal vals positieve en aantal vals negatieve resultaten. In Tabel 27 op pagina 62 zijn een aantal scenario's uitgewerkt. Afhankelijk van de gewenste nauwkeurigheid kunnen alternatieve scenario's worden uitgewerkt.

In december 2015 werden additionele meetgegevens toegevoegd aan de databank, alsook metingen uitgevoerd door VLM Dienst Handhaving, resulterend in een dataset van 420 metingen.

Om de correlatiefactor berekend uit de 315 metingen van $NH_4$-N *in situ* en totaal N metingen te verifiëren, werd de correlatiefactor eveneens berekend voor deze volledige dataset van 420 metingen. De resultaten bekomen op een dataset van 420 metingen resulteren in een gemiddelde factor van 1.67 ± 0.33 en bevestigen de factor berekend uit 315 metingen.

Op basis van de beschikbare gegevens kan besloten worden dat het geen meerwaarde heeft om een gemiddelde factor per landbouwbedrijf op te stellen.

## LITERATUURLIJST

[1] Mogelijkheden van doseren van drijfmest op basis van het meststofgehalte, http://precisielandbouw.groenkennisnet.nl/Mestanalyses.ashx.

[2] Application Note Merck : Ammonium in liquid manure, Reflectometric determination after reaction with Nessler's reagent, http://www.merckmillipore.com.

[3] *On-farm measurement of ammonia in manure with Agro quick tester*, January 1994, Ministry of Agriculture, British Columbia, http://www.agf.gov.bc.ca/resmgmt/publist/600Series/652000-1.pdf.

[4] J.C. Barker, *Field Test for the Nutrient Value of Manure*, Publication Number EBAE-181-93, North Carolina Cooperative Extension Servive, March 1996.

[5] W. Veenhuis,http://precisielandbouw.groenkennisnet.nl/NIRS%20Mestgehalten%20bepalen.ashx

[6] Teus van Laar, *Bemesting op maat*, Scriptie bachelorafsluiting agrotechnologie (FTE-80812), Agrarische Bedrijfstechnologie (FTE), februari 2010.

[7] R.J. Fleming, J.E. McLellan, S. H Bradshaw, *On-farm measurement of available manure-N*, American Society of Agricultural Engineers – meeting presenation, 1993.

[8] J.S. Van Kessel, R.B. Thompson, J. Reeves III, *Rapid on-farm analysis of manure nutrients using quick tests*, J. Prod.Agric., Vol 12, No 2, 1999.

[9] J.S. Van Kessel and J.B. Reeves III, *On-farm quick tests for estimating nitrogen in dairy manure*, J. Dairy Sci, 83, 2000, 1837-1844.

[10] J.B. Reeves III, *The present status of 'quick tests' for on-farm analysis with emphasis on manures and soil: What is available and what is lacking?*, Livestock Science, 112, 2007, 224-231.

[11] F. S. Salazar and M. U. Rosas, *Evaluation of on-farm quick tests on slurries from southern Chile dairy farms*, Chilean J. of Agricultural Research, 72 (3), July – September 2012.

[12] G. Provolo and L. Martinez-Suller, *A field device for slurrie nutrient content*, Proceedings 2004, www.ramiran.net/doc04/Proceedings%2004/**Provolo**2.pdf

[13] G. Provolo and L. Martinez-Suller, *In situ determination of slurrie nutrient content by electrical conductivity,* Bioresource Technoloy, 98, 2007, 3235-3542.

[14] J.R. Bicudo and A. Singh, *Dairy waste utilization mangement tool*, University of Kentucky Cooperative extension service, AEN-91 en AEN-92, 2007.

[15] D.R. Chadwicki, S.K.E. Brookman, J. Williams, K.A. Smith, B.J. Chambers, I.M? Scotford and T.R. Cumby, On-fram quick test for manure, http://www.farmwest.com/node/952.

[16] L. Xing, L. Han, *Evaluation of specific gravity and electrical conductivity for determining nutrient concentrations in suspensions of poultry manure*, Polish J. of Environ.stud., Vol 16, No 6, 2007, 919-925.

[17] W.C.A. van Geel, P.H.M. Dekker, R. Kassies, W. Uijthoven, G.J. Weijers, *Snelmeters dierlijke mest – Verbetering van de gebruiksmogelijkheden van dierlijke mest door directe meting van de werkzame hoeveelheid stikstof vóór uitrijden van de mest*, Projectnr 510.107, Wageningen, praktijkonderzoek Plant & Omgeving B.V., april 2004.

[18] De mestwegwijzer - Bodemkundige Dienst van België

[19] De mestwegwijzer bundeltvijftien jaar mestanalyses. Landbouw & Techniek 3 – 13 februari 2009

[20] www.bodemacademie.nl Abstract Mest & compost; Jan Bokhorst, Coen Ter Berg

[21] Code van goede praktijk voor emissiearme stalsystemen in de varkenshouderij

[22] http://ibbt.emis.vito.be/content/toepassen-van-ammoniakemissiearme-stalsystemen

[23] Perstrup pig house with partial under-floor air evacuation and in-house separation of faeces and urine ; Poul Pedersen and Peter Kai ;  Danish Pig Production

[24] ILVO informatie
http://www.ilvo.vlaanderen.be/agriconstruct/Agriconstruct/Advies/Emissiearmestallen/Lijststalsystemen/Lijststalsystemenammoniakemissiereductie/tabid/4560/language/nl-NL/Default.aspx