

**Bepaling van de hoeveelheid minerale stikstof in de  
bodem als beleidsinstrument (besteknr 2000/1)**

**N-(eco)<sup>2</sup>**

**Eindrapport Deel 3**

**Bemonstering en controle**

**aangeboden door het consortium bestaande uit**

- **Bodemkundige Dienst van België**
- **Instituut voor Land- en Waterbeheer (K.U.Leuven)**
- **Laboratorium voor Bodemvruchtbaarheid en -biologie (K.U.Leuven)**
- **Bodemkunde en fertiliteit (R.U.Gent)**
- **SADL (K.U.Leuven)**

**Studie uitgevoerd in opdracht van  
de Vlaamse Landmaatschappij**

P/OO/001

# Inhoud

<b>1</b>	<b>KARAKTERISERING VAN DE RUIMTELIJKE VARIABILITEIT VAN NITRAATSTIKSTOF IN DE BODEM .....</b>	<b>5</b>
1.1	INLEIDING.....	5
1.2	HET HUIDIGE BEMONSTERINGSPROTOCOL .....	5
1.3	BEPALING VAN DE RUIMTELIJKE VARIABILITEIT VAN NITRAATSTIKSTOF OP BASIS VAN LITERATUURONDERZOEK .....	5
1.3.1	<i>Algemene beschouwingen</i> .....	5
1.3.2	<i>Ruimtelijke variabiliteit in akkerlandpercelen</i> .....	7
1.3.3	<i>Ruimtelijke variabiliteit in begraasde graslandpercelen</i> .....	12
1.3.4	<i>Besluit</i> .....	14
1.4	BEPALING VAN DE RUIMTELIJKE VARIABILITEIT VAN NITRAATSTIKSTOF OP BASIS VAN PROEFVELDONDERZOEK.....	15
1.4.1	<i>Inleiding</i> .....	15
1.4.2	<i>Materiaal en methoden</i> .....	15
1.4.3	<i>Resultaten en bespreking</i> .....	16
1.4.3.1	Klassieke statistische verwerking van de data.....	16
1.4.3.2	Ruimtelijke voorstelling .....	21
1.4.3.3	Bepaling van het aantal vereiste boringen.....	25
1.4.3.4	Bemonsteringspatronen: vierkantsverband versus kruisverband .....	30
1.4.4	<i>Besluit</i> .....	32
1.5	PRAGMATISCHE AANPAK VERSUS WETENSCHAPPELIJKE VISIE .....	33
<b>2</b>	<b>INVLOED VAN STAALNAMEPROCEDURE, BEWAAR- EN ANALYSEMETHODE OP DE BEPALING VAN AMMONIUM-EN NITRAATSTIKSTOF VAN BODEMSTALEN...34</b>	
2.1	INLEIDING.....	34
2.2	TIJDSTIP VAN MONSTERNAME.....	34
2.3	AANTAL EN SPREIDING VAN DE BORINGEN OP EEN PERCEEL .....	34
2.4	EFFECT VAN HET BOORTYPE, DE HOEVEELHEID MATERIAAL EN DE STAALNAMETECHNIEK.....	35
2.5	BEWAARMETHODE VOOR GRONDEN.....	35
2.5.1	<i>Inleiding</i> .....	35
2.5.2	<i>Chemische inhibitoren</i> .....	36
2.5.3	<i>Bewaring bij lage temperaturen</i> .....	36
2.5.4	<i>Drogen</i> .....	39
2.6	ANALYSEMETHODE.....	40
2.7	BESLUIT .....	41
<b>3</b>	<b>OPVANGEN VAN DE TEMPORELE VARIABILITEIT VAN NITRAATSTIKSTOF IN DE BODEM.....</b>	<b>42</b>
3.1	INLEIDING.....	42
3.2	WERKWIJZE EN RESULTATEN.....	42
3.2.1	<i>Modellen</i> .....	42
3.2.2	<i>Literatuur</i> .....	48
3.2.2.1	Organische bemesting.....	48
3.2.2.2	Mineralisatie van vers organisch materiaal .....	48
3.2.2.3	Weersomstandigheden .....	49
3.2.2.4	Mineralisatie van bodemhumus.....	50
3.2.2.5	Daling van minerale stikstof in het bodemprofiel door groenbemesters .....	50
3.2.3	<i>Berekeningen</i> .....	52
3.3	BESLUIT .....	53
<b>4</b>	<b>LITERATUUR.....</b>	<b>54</b>

## Voorwoord

De hoofddoelstelling van het onderzoek is meer inzicht te verwerven (zowel kwantitatief als kwalitatief) in de stikstofcyclus en de bewegingen van stikstof in de bodem naar het ondiepe grondwater onder landbouwgronden, en dit voor de meest voorkomende ‘bodem-gewas’ combinaties in Vlaanderen. Dit inzicht moet leiden tot een technische vertaling van de EG-norm van  $50 \text{ mg NO}_3 \text{ l}^{-1}$  of  $11.3 \text{ mg NO}_3\text{-N l}^{-1}$  in grond- en oppervlaktewater in een perceelsgewijze controleerbare nitraatstikstofresidunorm voor cultuurgronden. Voor de realisatie van de beperking van de nitraatverontreiniging van grond- en oppervlaktewater werd wettelijk vastgelegd dat het nitraatstikstofresidu, uitgedrukt in  $\text{kg NO}_3\text{-N ha}^{-1}$  in de bodem tot op een diepte van 90 cm in de periode van 1 oktober tot 15 november, niet hoger mag zijn dan  $90 \text{ kg NO}_3\text{-N ha}^{-1}$ . Deze norm werd in dit project wetenschappelijk geëvalueerd.

Opdat het nitraatstikstofresidu in de bodem een bruikbaar beleidsinstrument zou zijn, is een correcte bemonsterings- en analyseprocedure en een correcte interpretatie van de analyseresultaten noodzakelijk bij het opstellen van een procedure ter controle van de nitraatstikstofresidunormen. Aangezien de normen gebaseerd zijn op metingen van een dynamische bodemparameter, dient bij het opstellen van de normen en van de controleprocedure rekening te worden gehouden met de ruimtelijke variabiliteit van nitraatstikstof in de bodem en met de temporele variabiliteit van de gemeten parameter in de periode van staalname.

Het vastleggen van de bemonsterings- en controleprocedures vormt het onderwerp van dit deelrapport.

De ruimtelijke variabiliteit van nitraatstikstof in de bodem werd gekarakteriseerd op basis van literatuuronderzoek en op basis van 3 proefvelden die in het najaar van 2001 intensief bemonsterd werden (Hoofdstuk 1).

Eens het monster volgens een goed bemonsteringsprotocol is genomen, moet dit monster op de juiste wijze worden behandeld, geanalyseerd en bewaard. Aanbevelingen hieromtrent worden gedaan in Hoofdstuk 2.

Tot slot werd nagegaan hoe sterk de maximaal toelaatbare nitraatstikstofresidu's, die gelden voor een staalname op 1 oktober, wijzigen in functie van de tijd. Dit is van belang om te onderzoeken of de nitraatstikstofresidunormen dienen aangepast te worden in functie van het staalnametijdstip (Hoofdstuk 3).

Dit rapport is het derde deel van het eindrapport dat in totaal uit 4 delen bestaat.

In het eerste deelrapport wordt de kennis inzake N-transformatieprocessen uit literatuur en eerder uitgevoerde modelsimulaties en proefveldonderzoek overzichtelijk samengebracht en wordt de achtergrond van de wiskundige modellen verduidelijkt. In het tweede deelrapport worden de resultaten van het mineralisatie- en denitrificatieonderzoek voorgesteld. Tevens worden de metingen op de 20 proefvelden besproken. De modellen werden gekalibreerd en gevalideerd op basis van deze proefveldmetingen. Tenslotte komen ook de resultaten van de afbakening en de karakterisering van de simulatieëenheden aan bod in het tweede deel van het eindrapport.

De resultaten van de scenarioanalyses en van de foutenanalyse, de cartografische voorstelling van de simulatieresultaten en de aanbevelingen naar de landbouwers komen tenslotte aan bod in het vierde en laatste deelrapport.

De volgende personen en onderzoeksinstituten hebben aan dit project hun medewerking verleend:

- Bodemkundige Dienst van België: projectcoördinatie  
E. Herelixa, N. Vogels, L. Vanongeval Promotor: Prof. M. Geypens
- Instituut voor Land- en waterbeheer, K.U.Leuven  
K. Oorts, S. Rombauts, L. Sammels, Promotor: Prof. J. Feyen  
W. W. Verstraeten, A. El-Sadek
- Laboratorium van Bodemvruchtbaarheid en –biologie, K.U.Leuven  
F. Coppens Promotor: Prof. R. Merckx
- Bodemkunde en fertiliteit, R.U.Gent  
K. D’Haene, E. Moreels, S. De Neve, J. Salomez Promotor: Prof. G. Hofman,  
P. Boeckx Prof. O. Van Cleemput
- SADL, K.U.Leuven  
I. Librecht, J. Wellens Promotor: Prof. J. Van Orshoven

Het projectconsortium werd bijgestaan door de Stuurgroep bestaande uit:

- J. Decrop (VLM, Mestbank)
- A. Dobbelaere (VLM, Mestbank)
- S. Ducheyne (VLM, Mestbank)
- P. Gabriëls (ALT)
- J. Lermytte (AMINAL)
- H. Neven (AMINAL, Afd. Land)
- S. Overloop (VMM, MIRA)
- F. Stuyckens (VLM, Mestbank)
- L. Van Craen (AMINAL, Afd. Water)
- H. Vandendriessche (Kabinet van de Vlaamse Minister van Leefmilieu en Landbouw, Adviseur)
- D. Van Gijsegem (ALT-VOLT)
- K. Van Hoof (VMM)

# **1 Karakterisering van de ruimtelijke variabiliteit van nitraatstikstof in de bodem**

## **1.1 Inleiding**

Een correcte bemonsteringsprocedure, gecombineerd met een correcte interpretatie van de analyseresultaten, is noodzakelijk bij het opstellen van een controleprocedure. De voorgeschreven bemonsteringsmethode moet de garantie inhouden dat de geanalyseerde bodemmonsters voldoende representatief zijn voor het bemonsterde perceel, zowel ten aanzien van de belanghebbende landbouwer als ten aanzien van de overheid.

Uit onderzoek blijkt dat de ruimtelijke variabiliteit van nitraatstikstof in de bodem sterk beïnvloed wordt door het bodemgebruik (grasweiden ten opzichte van akkerland).

Op basis van de beschikbare literatuur ter zake (§1.3) en op basis van onderzoek op 3 proefvelden (§1.4) werd de ruimtelijke variabiliteit voor grasweiden en akkerland begroot.

## **1.2 Het huidige bemonsteringsprotocol**

Het huidige bemonsteringsprotocol volgens de 'Bemonsterings- en analyseprocedure voor mest, bodem, en veevoeder in het kader van het mestdecreet' (uitgavedatum juni 2002) schrijft voor dat voor percelen tot 2.2 hectare per bodemlaag van 30 cm een mengmonster gemaakt moet worden. Percelen groter dan 2.2 ha worden opgesplitst in subpercelen kleiner dan of gelijk aan 2.2 ha. Hierbij dient opgemerkt te worden dat slechts 1 subperceel groter kan zijn dan 2 ha en kleiner dan 2.2 ha, waardoor het aantal deelstalen van een perceel van bv. 6.6 ha niet 3 maar 4 behoort te zijn. Er worden minstens 15 boringen per (sub)perceel uitgevoerd. Extremiteten zoals de toegang tot het perceel, drinkplaatsen, lokale schaduwrijke plaatsen, silo's worden daarbij vermeden.

Er kan bemonsterd worden in vierkantsverband of in kruisverband. Bij het vierkantsverband wordt telkens een monster genomen op de hoekpunten van een regelmatig raster. Bemonstering in kruisverband gebeurt volgens de diagonalen van het perceel.

## **1.3 Bepaling van de ruimtelijke variabiliteit van nitraatstikstof op basis van literatuuronderzoek**

### **1.3.1 Algemene beschouwingen**

Uit literatuuronderzoek blijkt dat diverse factoren de ruimtelijke variabiliteit van nitraatstikstof op een perceel kunnen beïnvloeden. Grote variaties kunnen onder andere veroorzaakt worden door de niet-uniforme spreiding van meststoffen. Dit kan het gevolg zijn van de voorkeur van het vee voor bepaalde plaatsen, zoals paden, schaduwrijke plaatsen en drinkplaatsen (Afzal en Adams, 1992). Ook de niet-uniforme spreiding van de meststoffen bij het uitrijden over het veld speelt een belangrijke rol (Froment *et al.*, 1996). Ongelijke nutriëntopname door het gewas kan ook de variabiliteit verhogen. Er kunnen eveneens verschillende bodemtypes voorkomen binnen een veld en ook de profielontwikkeling en microbiële activiteit (Cahn *et al.*, 1994) in de bodem kunnen variëren. Verder speelt ook de ligging in het landschap een rol, vooral door zijn impact op de waterhuishouding (Karlen *et al.*, 1996).

Bij de bemonstering van percelen voor de bepaling van het gehalte aan nitraatstikstof dient rekening gehouden te worden met de grote ruimtelijke variabiliteit van nitraatstikstof in de bodem. Door een gepaste bemonsteringsprocedure, zijnde een voldoende aantal stalen per perceel, kan de grote ruimtelijke variabiliteit gedeeltelijk opgevangen worden en kan, met een bepaalde foutenmarge, een betrouwbare schatting van de gemiddelde nitraatstikstofhoeveelheid verkregen worden die representatief is voor het hele perceel.

Door Boon (1979) werd gesteld dat per homogeen (deel)veld, ter bepaling van het NO<sub>3</sub>-N-gehalte tot op grotere diepte, een mengmonster dient genomen te worden bestaande uit bij voorkeur 16 steken. In het huidige compendium wordt gesteld dat met een mengmonster bestaande uit 15 boorsteken per (deel)veld (≤ 2.2 ha) en per bodemlaag van 30 cm een compromis kan gevonden worden tussen enerzijds het opvangen van de ruimtelijke variabiliteit en anderzijds de praktische werkbaarheid.

De betrouwbaarheid van het gehalte aan nitraatstikstof van het mengmonster, dat is samengesteld uit een gegeven aantal deelmonsters, als schatting van het gemiddelde gehalte op het perceel, is af te leiden uit de interne ruimtelijke variabiliteit van het perceel.

De bepaling van het aantal stalen N, nodig om een schatting van een gemiddelde waarde te verkrijgen met een bepaalde graad van precisie  $\epsilon$  en significantieniveau  $\alpha$ , kan benaderd worden op statistische wijze via de algemene klassieke formule van Cline (1944):

$$N = \{t(\alpha) CV/\epsilon\}^2$$

met  $t(\alpha)$  de Student's t waarde voor waarschijnlijkheid  $(1-\alpha)$ ,  $\epsilon$  de precisiegraad en CV de variatiecoëfficiënt ( $100 \times$  standaardafwijking / gemiddelde) van nitraatstikstof in de bodem, experimenteel bepaald via een groot aantal individuele boringen op het perceel.

Afhankelijk van de vereiste precisie waarmee het gemiddelde nitraatstikstofgehalte geschat moet worden, zal bijgevolg een verschillend aantal stalen noodzakelijk zijn. In onderstaande tabel wordt op basis van bovenstaande formule, waarbij 4 precisiegraden, nl. 5 %, 10 %, 15 % en 20 %, gecombineerd worden met variatiecoëfficiënten tussen 15 en 50 %, een benadering gegeven van het aantal steken dat nodig is om een betrouwbare schatting van de gemiddelde NO<sub>3</sub>-N-hoeveelheid te maken. Tevens wordt aangegeven welke implicaties dit heeft op de huidige nitraatstikstofresidunorm van 90 kg NO<sub>3</sub>-N ha<sup>-1</sup>. Uit de tabel volgt bijvoorbeeld dat bij een variatiecoëfficiënt van 40 % de nitraatstikstofhoeveelheid in de bodem geschat wordt met een nauwkeurigheid van 20 % wanneer een mengmonster genomen wordt bestaande uit 15 deelmonsters. Dit betekent dat de werkelijke gemiddelde nitraatstikstofhoeveelheid benaderd wordt met een mogelijke foutenmarge van ± 20 %.

Tabel 1.1: Aantal stalen per ha nodig om de gemiddelde NO<sub>3</sub>-N-hoeveelheid in het bodemprofiel te schatten met een probabiliteit van 95 % met vier verschillende relatieve graden van precisie  $\varepsilon$  en met verschillende variatiecoëfficiënten (CV)

CV (%)	$\varepsilon = 5 \%$ 90 ± 4.5 kg NO <sub>3</sub> -N ha <sup>-1</sup>	$\varepsilon = 10 \%$ 90 ± 9 kg NO <sub>3</sub> -N ha <sup>-1</sup>	$\varepsilon = 15 \%$ 90 ± 13.5 kg NO <sub>3</sub> -N ha <sup>-1</sup>	$\varepsilon = 20 \%$ 90 ± 18 kg NO <sub>3</sub> -N ha <sup>-1</sup>
15	35	9	4	2
20	61	15	7	4
25	96	24	11	6
30	138	35	15	9
35	188	47	21	12
40	246	61	27	15
50	384	96	43	24

Naast deze algemene benadering zal ook nog rekening moeten worden gehouden met de grote verschillen in variabiliteit tussen grasland en akkerland. Na een oogst van aardappelen werd door Van Meirvenne en Hofman (1989) het NO<sub>3</sub>-N-gehalte in de bovenste meter van het profiel bepaald. Dit resulteerde in een variatiecoëfficiënt van 32 %.

Door Bogaert *et al.* (2000) werd voor een begraaasd grasland de variatie in NO<sub>3</sub>-N-hoeveelheid nagegaan in oktober (proefjaren 1995 en 1996). Voor de toplaag (0-30 cm) bedroeg de variatiecoëfficiënt 81 % in 1995 en 72 % in 1996, terwijl dit voor de laag 30-90 cm resp. 83 % en 109 % was. De grote variabiliteit op begraaasde graslanden is niet alleen het gevolg van de relatief willekeurige depositie van dierlijke excreta over de volledige weide, maar ook van de voorkeur van het vee voor bepaalde plaatsen, zoals paden, schaduwrijke plaatsen en drinkplaatsen. Bij de staalname moeten deze voorkeursplaatsen vermeden worden waardoor de variabiliteit zal dalen en het aantal stalen, nodig om een vooropgestelde nauwkeurigheid te bereiken, eveneens naar beneden kan gehaald worden.

In dit hoofdstuk zal aan de hand van literatuurgegevens de ruimtelijke variabiliteit van nitraatstikstof in akkerland en begraaasd grasland besproken worden.

### 1.3.2 Ruimtelijke variabiliteit in akkerlandpercelen

Van Meirvenne & Hofman (1989) en Van Meirvenne (1991) onderzochten de ruimtelijke variabiliteit van de nitraatstikstofconcentratie in de bovenste meter van de bodem na de oogst van aardappelen op een lichte kleibodem en gingen de verandering in variabiliteit na gedurende de winter. Verspreid over een gebied van 1 ha werden in oktober en februari 247 punten bemonsterd volgens een systematisch grid. In april werden 50 punten geselecteerd en opnieuw bemonsterd.

Uit de statistische analyse van de verkregen NO<sub>3</sub>-N datasets bleek dat deze lognormaal verdeeld waren in oktober en februari en normaal verdeeld in april.

In Tabel 1.2 worden per bemonsteringstijdstip de gemiddelde nitraatstikstofconcentratie, de standaardafwijking (s) en de variatiecoëfficiënt (CV = standaardafwijking  $\times$  100)/gemiddelde) weergegeven.

Tabel 1.2: Beschrijvende statistieken van de NO<sub>3</sub>-N datasets (oktober en februari: n = 247; april: n = 50) (naar Van Meirvenne en Hofman, 1989)

	gemiddelde (mg kg <sup>-1</sup> )	s (mg kg <sup>-1</sup> )	CV (%)
Originele data			
oktober	8.85	2.72	30.7
februari	3.22	1.01	31.5
april	3.67	0.78	21.2
Ln getransformeerde data			
oktober	8.87	2.83	31.9
februari	3.23	1.08	33.6

Via kriging werd een ruimtelijke voorstelling van de nitraatstikstofconcentratie in de bodem (van 0-100 cm) op het hele perceel gecreëerd. Kriging is een interpolatiemethode waarbij de nitraatstikstofconcentratie op een niet bemonsterde plaats wordt benaderd door het nemen van gewogen gemiddelden van de omringende bemonsterde punten (Figuur 1.1 en 1.2).

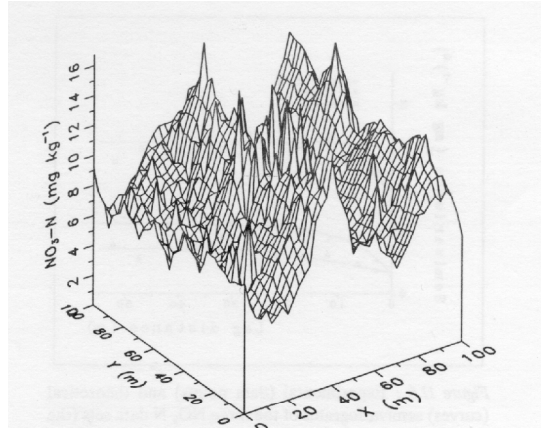
Er werd vastgesteld dat na de teelt van aardappelen in oktober twee stroken op het proefveld waar te nemen waren waar het nitraatstikstofgehalte in de bovenste meter van de bodem ongeveer dubbel zo hoog was als in de onmiddellijke omgeving (Figuur 1.1). Deze stroken verliepen parallel met de ploegrichting. Deze grote verschillen in nitraatstikstofresidu werden verklaard door een ongelijke spreiding van de mest. Het perceelsmanagement kan aldus ook bijdragen aan een verhoging van de variabiliteit van nitraatstikstof in de bodem.

In februari werd dit veld opnieuw intensief bemonsterd en uit deze bemonstering bleek dat de NO<sub>3</sub>-N-hoeveelheden beduidend lager waren en de verschillen in nitraatstikstofconcentratie in de bodem minder uitgesproken waren, wat erop wijst dat gedurende de winter een grote hoeveelheid nitraatstikstof uitgespoeld was uit de bovenste meter van de bodem (Figuur 1.2). Uit deze figuur is eveneens af te leiden dat de piekconcentraties na de winter verdwenen zijn.

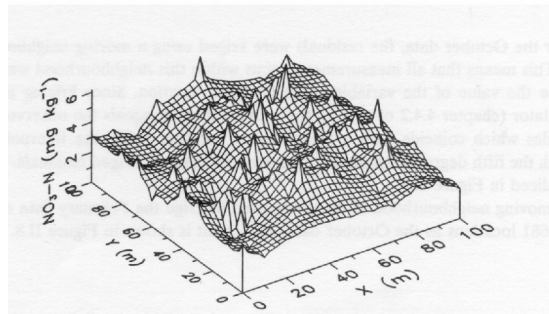
Een ruimtelijke voorstelling van de geschatte stikstofverliezen kan bekomen worden door de concentraties in februari af te trekken van deze in oktober op elk punt (Figuur 1.3). De werkelijke verliezen zijn mogelijk nog groter als de najaarsmineralisatie in rekening zou worden gebracht.

In april werden opnieuw stalen genomen, zij het op meer beperkte schaal, en hieruit bleek dat de homogenisatie van nitraatstikstof in de bodem zich had verdergezet, wat weerspiegeld werd in een kleinere ruimtelijke variabiliteit. Een kleine stijging in de gemiddelde nitraatstikstofconcentratie in april kon verklaard worden door mineralisatie uit organische stof.

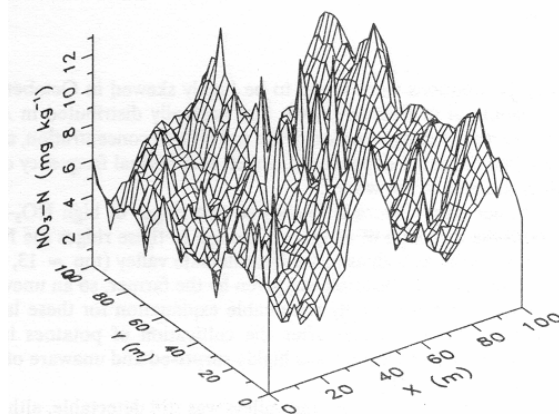




Figuur 1.1: Ruimtelijke voorstelling van  $\text{NO}_3\text{-N}$ -concentraties in oktober 1987 (bron: Van Meirvenne, 1991)



Figuur 1.2: Ruimtelijke voorstelling van  $\text{NO}_3\text{-N}$ -concentraties in februari 1988 (bron: Van Meirvenne, 1991)



Figuur 1.3: Ruimtelijke voorstelling van de daling in  $\text{NO}_3\text{-N}$ -concentratie in de bovenste meter van de bodem tussen oktober 1987 en februari 1988 (bron: Van Meirvenne, 1991)

Aan de hand van de experimenteel bepaalde variatiecoëfficiënt op dit proefveld kon met behulp van de formule van Cline (1944) worden nagegaan hoe nauwkeurig het nitraatstikstofgehalte in de bodem bepaald kan worden bij een gegeven aantal deelmonsters.

Uit Tabel 1.3 blijkt dat met een aanvaardbare graad van precisie van 10 % er 39 staalnames per ha nodig zijn in oktober om de gemiddelde NO<sub>3</sub>-N-concentratie te schatten met 95 % betrouwbaarheid.

Meestal zal echter een absolute precisiegraad gewenst zijn en daarom wordt het aantal staalnames, dat vereist is om de gemiddelde waarde met een waarschijnlijkheid van 95 % te schatten, herberekend voor absolute precisiegraden van 2.5, 5 en 10 kg NO<sub>3</sub>-N ha<sup>-1</sup> (Tabel 1.4). Om de gemiddelde nitraatstikstofhoeveelheid in de bodem te schatten met een nauwkeurighedsgraad van 10 kg NO<sub>3</sub>-N ha<sup>-1</sup> waren er in oktober 69 stalen per ha vereist.

Tabel 1.3: Aantal stalen nodig om de gemiddelde waarde van de nitraat-N concentratie van de bovenste 1 m van de bodem te schatten met een probabilliteit van 95 % en met drie verschillende relatieve graden van precisie  $\epsilon$ , met aanduiding van de variatiecoëfficiënt CV (bron: Van Meirvenne, 1991)

	CV (%)	$\epsilon=5\%$	$\epsilon=10\%$	$\epsilon=20\%$
oktober	31.9	156	39	10
februari	33.6	173	43	11
april	21.2	69	17	4

Tabel 1.4: Aantal stalen nodig om de gemiddelde waarde van het nitraat-N gehalte te schatten met een probabilliteit van 95 % ( $\alpha=0.05$ ) en met drie verschillende absolute graden van precisie  $\epsilon$  (bron: Van Meirvenne, 1991)

	$\epsilon=2.5\text{ kg ha}^{-1}$	$\epsilon=5\text{ kg ha}^{-1}$	$\epsilon=10\text{ kg ha}^{-1}$
oktober	1106	277	69
februari	163	41	10
april	84	21	5

Tijdens de winter treedt er dus een homogenisatie op van stikstof en worden locale verschillen (bijvoorbeeld door ongelijke bemestingsdosissen) gereduceerd.

Andere literatuurbronnen bevestigen de grote ruimtelijke variabiliteit van nitraatstikstof.

Dampney *et al.* (1997) bekwamen per 30 cm variatiecoëfficiënten van 23 tot 34.5 % na wintertarwe en erwten (textuur: leem) in de lente (Tabel 1.5).

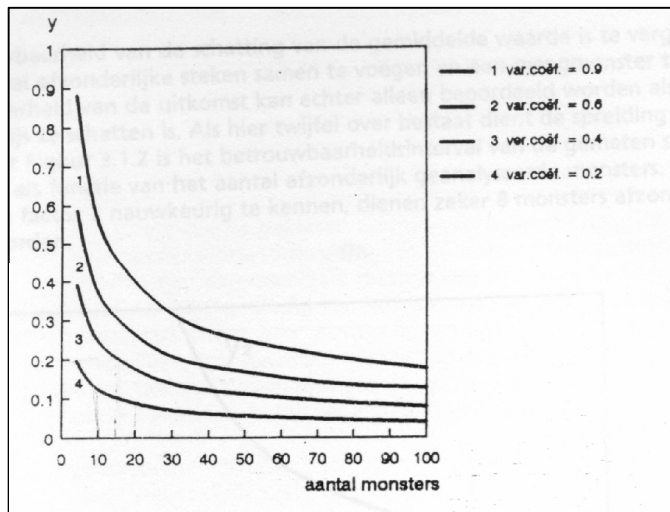
Tabel 1.5: Variatiecoëfficiënt voor de gemeten nitraat-N per bodemlaag en per veld in de lente (bron: Dampney *et al.*, 1997)

	teeltrotatie	Diepte (cm)	CV (%)
Veld A	wintertarwe/	0-30	23.3
	koolzaad/	30-60	27.4
	wintertarwe	60-90	34.5
Veld B	braak/	0-30	25.2
	wintertarwe/	30-60	23.8
	erwten	60-90	33.0

Corré (1994) vermeldt eveneens dat de ruimtelijke variabiliteit van  $N_{\min}$  op bouwland erg groot kan zijn. In proeven werden voor de variatiecoëfficiënt waarden van 16 tot 83 % gevonden. Veelal moet rekening worden gehouden met een variatiecoëfficiënt van  $\pm 40$  %. Ook in deze studie wordt besloten dat de frequentieverdeling van  $N_{\min}$  bij de oogst de neiging vertoont scheef te zijn en beter beschreven kan worden met een log-normale i.p.v. een normaal verdeelde (symmetrische) verdeling, met name doordat de opname door het gewas aan een maximum is gebonden. Erg rijke plekken worden daardoor relatief minder uitgeput dan arme plekken. Bij een heterogene verdeling van  $N_{\min}$  in de bodem zal door een onvolledige benutting op de rijkere plaatsen het  $N_{\min}$ -residu na de oogst groter zijn. Naarmate de verdeling heterogener is, is uiteraard een groter aantal deelmonsters nodig om een goede schatting van het gemiddelde te verkrijgen. In dit rapport wordt door Corré (1994) besloten dat voor het bepalen van de bemonsteringsstrategie en de vanuit milieu-overwegingen gewenste grenswaarden met de ruimtelijke variabiliteit van minerale stikstof rekening dient te worden gehouden.

Wat betreft de bemonstering en de verdere behandeling en analyse van de monsters kan geconstateerd worden dat hoofdzakelijk de bemonstering problematisch is. Door de grote ruimtelijke variatie binnen een perceel moet een groot aantal deelmonsters genomen worden om een enigszins betrouwbare schatting van de werkelijk aanwezige hoeveelheid  $N_{\min}$  te bekomen. De bepaling blijft echter een schatting en daardoor blijft de kans bestaan dat ten onrechte wordt vastgesteld dat de grenswaarde wél dan niet is overschreden. Om deze kansen niet onacceptabel groot te maken is het onvermijdelijk dat een bepaalde overschrijding van de grenswaarde getolereerd wordt. In een door Twisk *et al.* (1993) uitgevoerde haalbaarheidsstudie bleek dat een overschrijding van de grenswaarde in de orde van tenminste 20 % getolereerd zal moeten worden om de kans dat ten onrechte besloten wordt dat de nitraatstikstofresidunorm is overschreden, acceptabel klein te houden. In deze studie is uitgegaan van een variatiecoëfficiënt van 33 %. In werkelijkheid kan de variatiecoëfficiënt aanzienlijk groter zijn, vooral op begraasde weiden, wat uitgediept zal worden in volgende paragraaf.

Uit Figuur 1.4 (Corré, 1994) is af te leiden dat bij een mengmonster van 20 steken de grenswaarden van het 95 %-betrouwbaarheidsinterval van het gemiddelde liggen bij plus of min 17 % van de gevonden waarde voor een variatiecoëfficiënt van 40 % en bij plus of min 39 % van de gevonden waarde voor een variatiecoëfficiënt van 90 %.



Figuur 1.4: Het 95 % betrouwbaarheidsinterval voor het gemiddelde als functie van het aantal steken in een mengmonster en van de variatiecoëfficiënt (Corré, 1994)

### 1.3.3 Ruimtelijke variabiliteit in begraasde graslandpercelen

Bij beweiding keert een groot aandeel van de opgenomen stikstof terug naar het perceel. Ongeveer 80 % van de stikstof die opgenomen wordt door de dieren wordt terug uitgescheiden op het grasland via mest en urine (Addiscott *et al.*, 1991). Urine en faeces zijn zeer heterogeen verspreid over de weide (Bogaert *et al.*, 2000). Bovendien gaat het over zeer hoge N-concentraties op een zeer beperkte oppervlakte. Volgens Addiscott *et al.* (1991) stemt 1 urineplek van een volwassen koe overeen met een bemesting van 400 tot 1200 kg N ha<sup>-1</sup>.

Doordat de mest en urine op een beperkt deel van het perceel worden geconcentreerd, krijgt dit deel een plaatselijk hoge N-bemesting die de N-opname, grasgroei en N-verliezen sterk zal beïnvloeden.

De ruimtelijke variabiliteit van  $N_{\min}$  is niet alleen het gevolg van de relatief willekeurige depositie van dierlijke excreta over de volledige weide, maar ook van de voorkeur van het vee voor bepaalde plaatsen, zoals paden, schaduwrijke plaatsen en drinkplaatsen (Afzal en Adams, 1992). Hoge concentraties van minerale stikstof in de bodem werden gerapporteerd door West *et al.* (1989) nabij waterbronnen. Millimonka *et al.* (1994) vonden eveneens dat  $N_{\min}$  concentraties in de bodem op grasland begraasd door schapen 7 keer hoger waren rondom de drinkplaatsen.

Afzal en Adams (1992) vonden dat de grootste standaardafwijking van totale minerale stikstof in de toplaag van de bodem voorkwam tijdens het graasseizoen (juni-september), namelijk 16.3 mg kg<sup>-1</sup> ten opzichte van 6.4 mg kg<sup>-1</sup> in de lente (maart).

Om een beter inzicht te krijgen in de variabiliteit in begraasd grasland, werd een variabiliteitsproef opgezet in Melle (Bogaert *et al.*, 2000). Er werden 200 monsters genomen in een gebied van 8000 m<sup>2</sup>. Metingen van de minerale stikstof werden uitgevoerd in twee lagen (0-30 cm en 30-90 cm), volgens een regelmatig grid, op 4 tijdstippen: maart '95, oktober '95, oktober '96 en februari '97. De eerste twee data tonen de invloed aan van beweiding, de laatste twee data geven informatie omtrent N-uitlogging tijdens de winter. In Tabel 1.6 worden per

bemonsteringstijdstip de gemiddelde minerale N-residu's, standaardafwijkingen en variatiecoëfficiënten weergegeven.

Tabel 1.6: Gemiddelde minerale N-residu's, standaardafwijkingen en variatiecoëfficiënten (CV) weergegeven per bemonsteringstijdstip (naar Bogaert *et al.*, 2000)

mg kg <sup>-1</sup> bodem	14 maart 1995			19 oktober 1995			29 oktober 1996			27 februari 1997		
	NH <sub>4</sub> -N	NO <sub>3</sub> -N		NH <sub>4</sub> -N	NO <sub>3</sub> -N		NH <sub>4</sub> -N	NO <sub>3</sub> -N		NH <sub>4</sub> -N	NO <sub>3</sub> -N	
laag (cm)	0-30	0-30	30-90	0-30	0-30	30-90	0-30	0-30	30-90	0-30	0-30	30-90
gemiddelde	1.51	1.35	1.51	3.72	13.81	7.34	3.61	7.68	5.25	6.54	4.10	3.63
stand. afw	0.58	0.56	1.90	1.22	11.18	6.12	3.12	5.54	5.75	2.72	1.92	2.69
CV (%)	38	42	126	33	81	83	87	72	109	77	47	74

Over een weideseizoen (maart tot oktober) steeg het gemiddelde N<sub>min</sub>-gehalte, vooral in de bovenste laag als gevolg van mineralisatie van organische stikstof, maar vooral omwille van de toegediende meststof- en urine-N. Bepaalde zones in de weide vertoonden een veel grotere toename in N<sub>min</sub> dan andere. Deze gebieden stemden overeen met de drinkplaats en de toegang tot de weide.

Tijdens de winter (oktober tot eind februari) daalden alle N<sub>min</sub> gehalten als gevolg van uitloging naar diepere bodemlagen of denitrificatie.

Tevens is af te leiden uit Tabel 1.6 dat de CV van NO<sub>3</sub>-N in de toplaag toeneemt tijdens de begrazing als gevolg van een ongelijke uitscheiding van dierlijke excreties terwijl er een daling is in de onderste laag 30-90 cm.

Zowel de NO<sub>3</sub>-N- als NH<sub>4</sub>-N- data waren lognormaal verdeeld.

Gedurende het begrazingsseizoen vindt er een verdubbeling van de CV voor NO<sub>3</sub>-N van de toplaag (van 42 naar 81 %) plaats. Een tegengestelde trend is terug te vinden bij de winterdata (oktober 1996 en februari 1997). De CV van NO<sub>3</sub>-N neemt af gedurende de winterperiode omdat de hoge nitraatconcentraties in de bovenste bodemlagen afnemen door het optreden van uitspoeling en denitrificatie.

Met de formule van Cline (1944) werd door Bogaert *et al.* (2000) het aantal stalen berekend voor de winter (29 oktober 1996) en na de winter (27 februari 1997) dat nodig is om de gemiddelde waarde met een bepaalde precisie en significantieniveau te schatten (Tabel 1.7).

Tabel 1.7: Aantal stalen dat vereist is om het NH<sub>4</sub>-N en NO<sub>3</sub>-N gehalte in de bodem te schatten, voor verschillende precisiegraden  $\epsilon$  en significantieniveaus  $\alpha$  (naar Bogaert *et al.*, 2000)

Parameter	$\alpha$	29 oktober 1996		27 februari 1997	
		$\epsilon = 10\%$	$\epsilon = 20\%$	$\epsilon = 10\%$	$\epsilon = 20\%$
NH <sub>4</sub> -N (0-30 cm)	0.2	51	13	72	18
	0.1	85	21	119	30
	0.05	120	30	169	42
NO <sub>3</sub> -N (0-30 cm)	0.2	85	21	36	9
	0.1	141	35	60	15
	0.05	200	50	85	21
NO <sub>3</sub> -N (30-90 cm)	0.2	98	25	44	11
	0.1	162	40	72	18
	0.05	230	57	103	26

Tabel 1.7 geeft aan dat bij een accepteerbare precisie van 20 % en  $\alpha$  gelijk aan 0.2 er 21 bodemstalen nodig zijn om de gemiddelde  $\text{NO}_3\text{-N}$  concentratie te schatten in de top laag in oktober 1996. In februari 1997 zijn er slechts 9 stalen nodig om dezelfde precisie en waarschijnlijkheid te bekomen. Als echter de vereiste precisie en/of waarschijnlijkheid strikter moeten zijn, moeten er bijkomende stalen worden genomen. Het groter aantal stalen dat in de herfst noodzakelijk is om een goede schatting van de gemiddelde  $\text{NO}_3\text{-N}$  hoeveelheid te bekomen is te wijten aan de hogere variabiliteit in de herfst. Na de winter is de variabiliteit veel kleiner omwille van uitspoelingsverliezen naar diepere bodemlagen.

Voor het effect van urine op nitraatuitloging naar het grondwater kan zeer belangrijk zijn (Afzal en Adams, 1992). Uit onderzoek bleek dat de effecten van urinstikstof op de nitraatuitspoeling variëren gedurende het groeiseizoen. Urine-N die vroeg in het groeiseizoen op het gras terecht komt, wordt deels nog opgenomen door het groeiende gras en draagt dus minder bij aan de nitraatuitspoeling dan de late urineplekken (Van der Putten en Vellinga, 1996). Ook uit onderzoek door Sherwood (1986) en Cuttle and Bourne (1993) bleek dat enkel urinetoeeningen vanaf september de hoeveelheid stikstof in het bodemprofiel deden toenemen.

### **1.3.4 Besluit**

Uit het literatuuronderzoek bleek dat de ruimtelijke variabiliteit van nitraatstikstof in de bodem groot is en sterk beïnvloed wordt door het bodemgebruik (grasweiden ten opzichte van akkerland). Uit verschillende literatuurgegevens bleek ook dat de ruimtelijke variabiliteit van  $\text{NO}_3\text{-N}$  in de bodem afhankelijk is van het bemonsteringstijdstip. Tijdens de winterperiode neemt de variatie in  $\text{NO}_3\text{-N}$ , als gevolg van nitraatuitspoeling, binnen een perceel af.

## **1.4 Bepaling van de ruimtelijke variabiliteit van nitraatstikstof op basis van proefveldonderzoek**

### **1.4.1 Inleiding**

In de herfst van 2001 werden 3 proefvelden (1 begraasde weide en 2 akkerbouwpercelen) intensief bemonsterd om de ruimtelijke variabiliteit in het najaar te begroten. Op basis van deze vastgestelde ruimtelijke variabiliteit kan het aantal stalen bepaald worden dat nodig is om de nitraatstikstofhoeveelheid voor deze percelen te schatten. Er werd eveneens een beperkt onderzoek verricht om na te gaan of een bemonstering in kruisverband significant verschillende resultaten oplevert ten opzichte van een bemonstering in vierkantsverband.

### **1.4.2 Materiaal en methoden**

Perceel 1 (staalnamedatum 17/9/2001) is een intensief begraasde weide met 3 maaibeurten en is gelegen in Oostmalle (Kempen) op een gedraineerde lichte zandbodem. Er werd in totaal 320 kg N ha<sup>-1</sup> verdeeld over 6 deelgiften, toegediend als ammoniumnitraat. Er werd eveneens in drie giften, à rato van 20 ton (ha.gift)<sup>-1</sup>, runderdrijfmest geïnjecteerd (6 maart, 31 mei en 3 augustus).

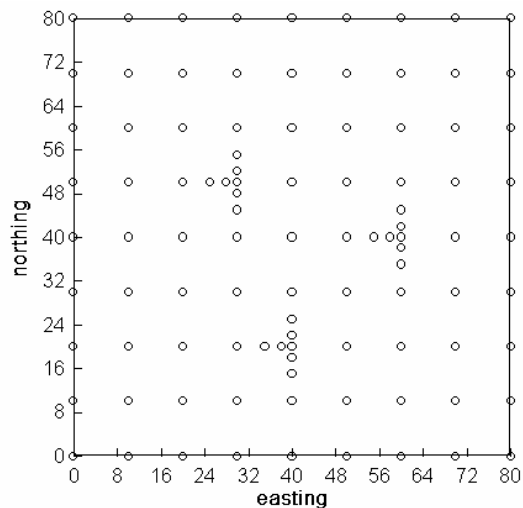
Op perceel 2 (staalnamedatum 18/9/2001) werden op 13 april 2001 aardappelen geplant. Voor het planten werd 240 kg minerale N toegediend. De aardappelen werden geroid tussen 18 en 30 augustus 2001. Het perceel is gelegen te Bekkevoort op een lichte zandbodem.

Perceel 3 (staalnamedatum 26/9/2001) is gelegen in Leefdaal op een leembodem. Er werd in 2001 wintertarwe geteeld waaraan in totaal 175 kg N ha<sup>-1</sup> werd toegediend onder minerale vorm. Na de oogst van de wintertarwe in augustus 2001 werd 20 ton ha<sup>-1</sup> varkensdrijfmest toegediend en werd een groenbemester ingezaaid. Op het ogenblik van de staalname eind september was deze groenbemester slechts weinig ontwikkeld.

Op deze drie percelen werd een gebied van 1 ha bemonsterd volgens een basisgrid van 10 m x 10 m. Rond drie willekeurige staalnamepunten van dit grid werden zes bijkomende stalen genomen in drie richtingen loodrecht op elkaar op een afstand van 2 en 5 m van het willekeurig geselecteerde staalnamepunt (Figuur 1.5). Deze verdichting van het staalnamegrid moet het mogelijk maken de korte afstandsvariabiliteit te karakteriseren.

Om randeffecten te vermijden, werd voldoende uit de buurt gebleven van omheiningen, beekjes, drinkbakken en silo's, lokale schaduwrijke plaatsen. Ook in het compendium wordt voorgeschreven dat extremiteiten vermeden dienen te worden bij de bemonstering.

In totaal werden 99 individuele stalen genomen per perceel.



Figuur 1.5: Staalnamepatroon

Het bodemprofiel werd bemonsterd tot op een diepte van 90 cm in lagen van 30 cm.

Om mineralisatie te voorkomen, werden de stalen na staalname onmiddellijk in een koelbox geplaatst voor bewaring en transport tot het laboratorium. Daar werden de bodemstalen gedroogd op 45°C en gezeefd tot een maximale korrelgrootte van 2 mm. Van elke bodemlaag werden het nitraat- en ammoniumstikstofgehalte bepaald.

De analysesresultaten werden statistisch verwerkt. De ruimtelijke distributie van de nitraatstikstofhoeveelheid in de bodem werd op elk perceel visueel voorgesteld met GIS ArcView 3.2.

### 1.4.3 Resultaten en bespreking

#### 1.4.3.1 Klassieke statistische verwerking van de data

Frequentiedistributies van bodemnitraatstikstof werden in de literatuur zowel beschreven als normaal verdeeld (Dahiya *et al.*, 1984) als, en dit toch vaker, lognormaal verdeeld (Cameron en Wild, 1984; Tabor *et al.*, 1985; White *et al.*, 1987; Starr *et al.*, 1992). Ook Van Meirvenne (1991) en Bogaert *et al.* (2000) vonden dat nitraatstikstof in de bodem lognormaal verdeeld was in het najaar en in de winter.

In Figuur 1.6 wordt voor de drie percelen de frequentieverdeling van het nitraatstikstofgehalte weergegeven voor het volledige profiel (0-90 cm).

Uit deze grafieken blijkt dat de nitraatstikstof in de bodem een asymmetrische verdeling vertoont met een scheefheid aan de rechterzijde van de curve door de extreem hoge nitraatstikstofhoeveelheden die sporadisch gemeten werden. De gegevens werden ln-getransformeerd om het effect van extreme waarden te doen afnemen.

Tabel 1.8. toont een statistisch overzicht van de nitraat- en ammoniumstikstofhoeveelheden per bodemlaag van 30 cm en voor de volledige profielen.



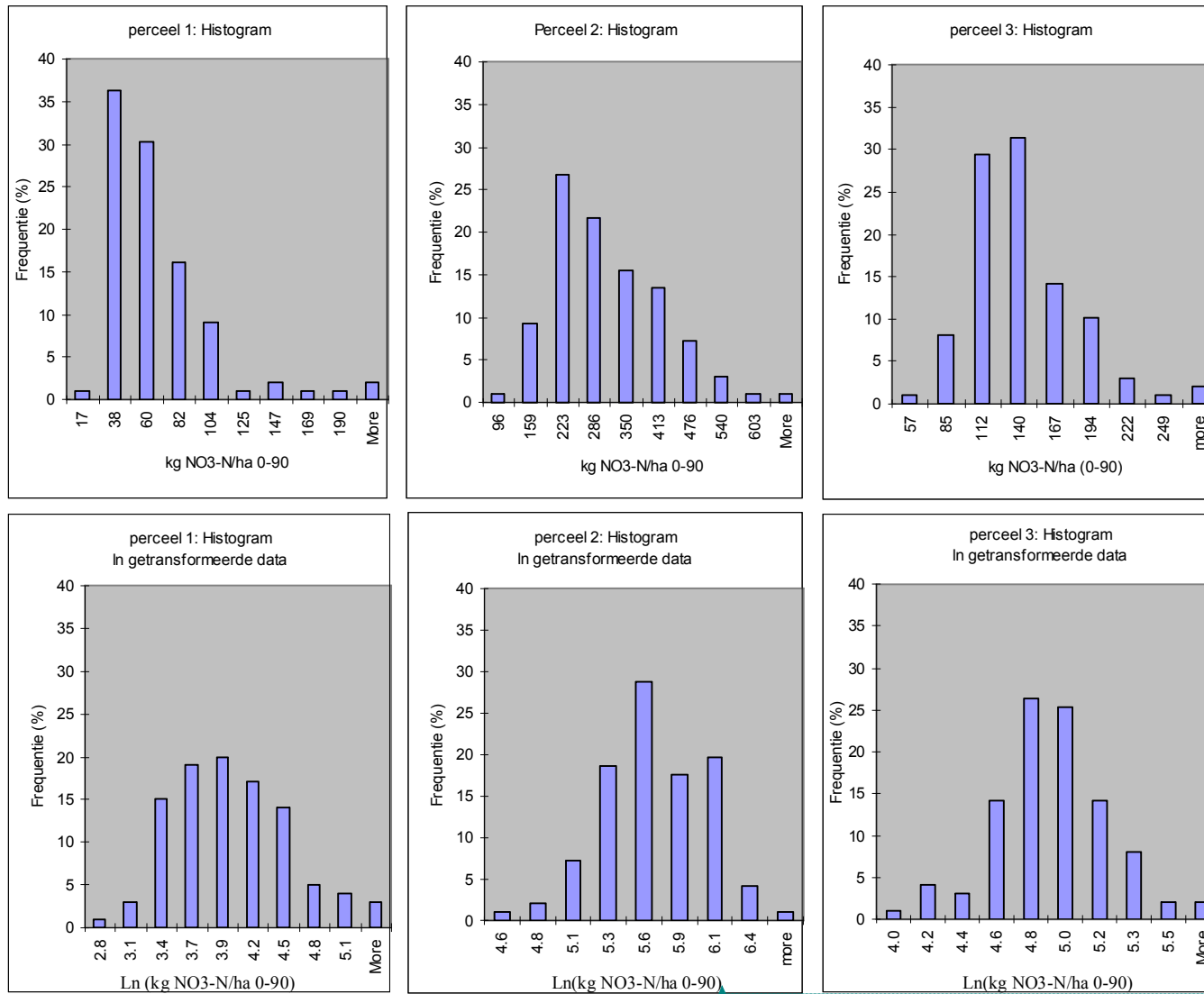
De variatiecoëfficiënt (= standaardafwijking x 100/gemiddelde) is op de drie percelen zeer groot, voornamelijk op percelen 1 en 2. Dit is vergelijkbaar met wat in de literatuur werd teruggevonden (§1.3).

Figuur 1.7 geeft voor de drie percelen de grote plaatselijke verschillen in nitraatstikstofhoeveelheid visueel weer. Het horizontale XY-vlak geeft de locatie van de puntmeting weer op het veld, de verticale as geeft de nitraatstikstofhoeveelheid in de bodem weer tot op een diepte van 90 cm.

De nitraatstikstofhoeveelheden (0-90 cm) op perceel 1 zijn gemiddeld gezien veel lager dan op de andere percelen ( 56.5 kg NO<sub>3</sub>-N ha<sup>-1</sup> ten opzichte van 280 kg NO<sub>3</sub>-N ha<sup>-1</sup> op perceel 2 en 129 kg NO<sub>3</sub>-N ha<sup>-1</sup> op perceel 3), doch op perceel 1 zijn meer uitgesproken piekconcentraties waar te nemen wat verklaard kan worden door een ongelijke mestuitscheiding door het vee.

Op perceel 2 worden de hoogste nitraatconcentraties gemeten. Dit perceel werd gedurende meer dan 20 jaar als weide gebruikt vooraleer het enkele jaren geleden werd omgezet in akkerland, zodat dit veld niet echt als representatief kan beschouwd worden. De localisatie van de piek aan de linkerkant van de figuur komt overeen met de locatie van de toenmalige stallen.

Perceel 3 is het meest homogene veld.

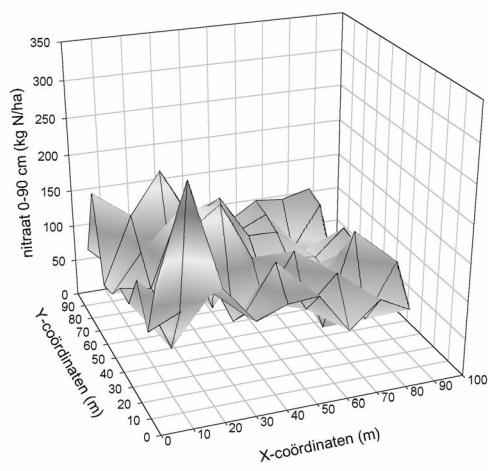
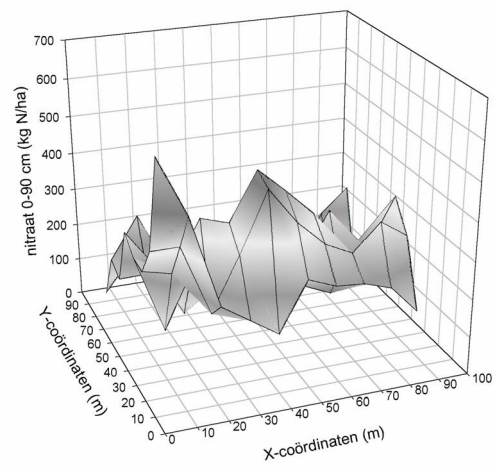
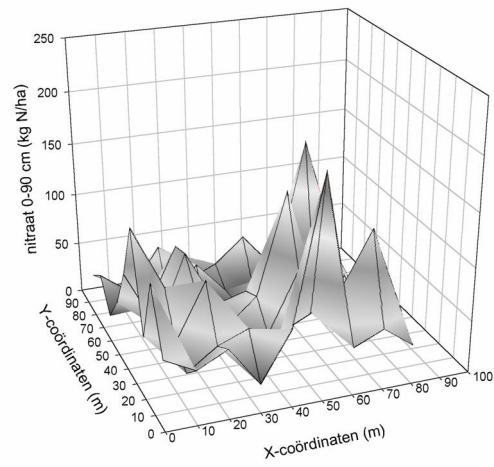


Figuur 1.6: Frequentieverdeling van de nitraatstikstofhoeveelheid in de bodem (0-90 cm) voor de drie bestudeerde percelen. Onder: Frequentieverdeling van de ln-getransformeerde nitraatstikstofhoeveelheden. Op de X-as wordt het gemiddelde van elke klasse weergegeven (uitgedrukt in kg NO<sub>3</sub>-N ha<sup>-1</sup>), op de Y-as de frequentie (in %)

Met opmaak

Tabel 1.8: Statistisch overzicht van het nitraat- en ammoniumstikstofgehalte per bodemlaag van 30 cm, tot op een diepte van 90 cm, en voor volledige profielen (0-90 cm) op de drie bestudeerde velden

Parameter	Eenheid	Perceel	Minimum	Maximum	Mediaan	Gemiddelde	Standaard- afwijking	CV (%)
NO <sub>3</sub> -N 0-30	kg N/ha	1	1	110	13	17	14	83
NO <sub>3</sub> -N 30-60	kg N/ha	1	7	121	20	25	18	72
NO <sub>3</sub> -N 60-90	kg N/ha	1	5	77	13	17	11	64
<b>NO<sub>3</sub>-N 0-90</b>	kg N/ha	1	<b>17</b>	<b>212</b>	<b>48</b>	<b>57</b>	<b>33</b>	<b>58</b>
NH <sub>4</sub> -N 0-30	kg N/ha	1	0	40	15	17	13	74
NH <sub>4</sub> -N 30-60	kg N/ha	1	6	52	13	14	5	35
NH <sub>4</sub> -N 60-90	kg N/ha	1	5	39	10	12	6	50
<b>NH<sub>4</sub>-N 0-90</b>	kg N/ha	1	<b>14</b>	<b>74</b>	<b>39</b>	<b>42</b>	<b>14</b>	<b>34</b>
NO <sub>3</sub> -N 0-30	kg N/ha	2	11	261	57	64	51	80
NO <sub>3</sub> -N 30-60	kg N/ha	2	20	372	122	135	81	60
NO <sub>3</sub> -N 60-90	kg N/ha	2	36	179	78	83	31	38
<b>NO<sub>3</sub>-N 0-90</b>	kg N/ha	2	<b>96</b>	<b>667</b>	<b>262</b>	<b>280</b>	<b>111</b>	<b>40</b>
NH <sub>4</sub> -N 0-30	kg N/ha	2	1	19	11	11	4	32
NH <sub>4</sub> -N 30-60	kg N/ha	2	4	18	9	9	3	30
NH <sub>4</sub> -N 60-90	kg N/ha	2	3	15	8	8	3	33
<b>NH<sub>4</sub>-N 0-90</b>	kg N/ha	2	<b>12</b>	<b>43</b>	<b>28</b>	<b>28</b>	<b>7</b>	<b>23</b>
NO <sub>3</sub> -N 0-30	kg N/ha	3	9	112	37	42	19	46
NO <sub>3</sub> -N 30-60	kg N/ha	3	8	210	55	59	26	44
NO <sub>3</sub> -N 60-90	kg N/ha	3	8	81	25	29	15	50
<b>NO<sub>3</sub>-N 0-90</b>	kg N/ha	3	<b>57</b>	<b>304</b>	<b>124</b>	<b>129</b>	<b>41</b>	<b>32</b>
NH <sub>4</sub> -N 0-30	kg N/ha	3	3	83	10	18	16	89
NH <sub>4</sub> -N 30-60	kg N/ha	3	1	47	5	6	5	73
NH <sub>4</sub> -N 60-90	kg N/ha	3	1	12	4	4	4	93
<b>NH<sub>4</sub>-N 0-90</b>	kg N/ha	3	<b>5</b>	<b>99</b>	<b>20</b>	<b>30</b>	<b>22</b>	<b>75</b>



Figuur 1.7: Nitraatstikstofhoeveelheid in de bodem tot op 90 cm diepte. Boven: perceel 1 (links) en perceel 2 (rechts), onder: perceel 3. Het horizontale vlak geeft de positie van het meetpunt in het veld, de verticale as geeft de nitraatstikstofhoeveelheid weer, uitgedrukt in  $\text{kg NO}_3\text{-N ha}^{-1}$

### **1.4.3.2 Ruimtelijke voorstelling**

Via kriging werd een ruimtelijke voorstelling van de nitraatstikstofhoeveelheid in de bodem (van 0-90 cm) op de drie percelen gecreëerd. Kriging is een interpolatiemethode: de waarde op een niet bemonsterde plaats wordt benaderd door het nemen van gewogen gemiddelden van de wel bemonsterde punten. Laslett *et al.* (1987) vergeleken verschillende methodes voor ruimtelijke interpolatie en besloten hieruit dat kriging de beste methode is.

De resultaten worden weergegeven in Figuren 1.8, 1.9 en 1.10. Deze figuren geven de ruimtelijke voorstelling van de nitraatstikstofgehalte in het bodemprofiel (0-90 cm) voor respectievelijk perceel 1 (een intensief begraasde weide, zand, gedraineerd), perceel 2 (aardappelen, zand) en perceel 3 (wintertarwe, leem) weer.

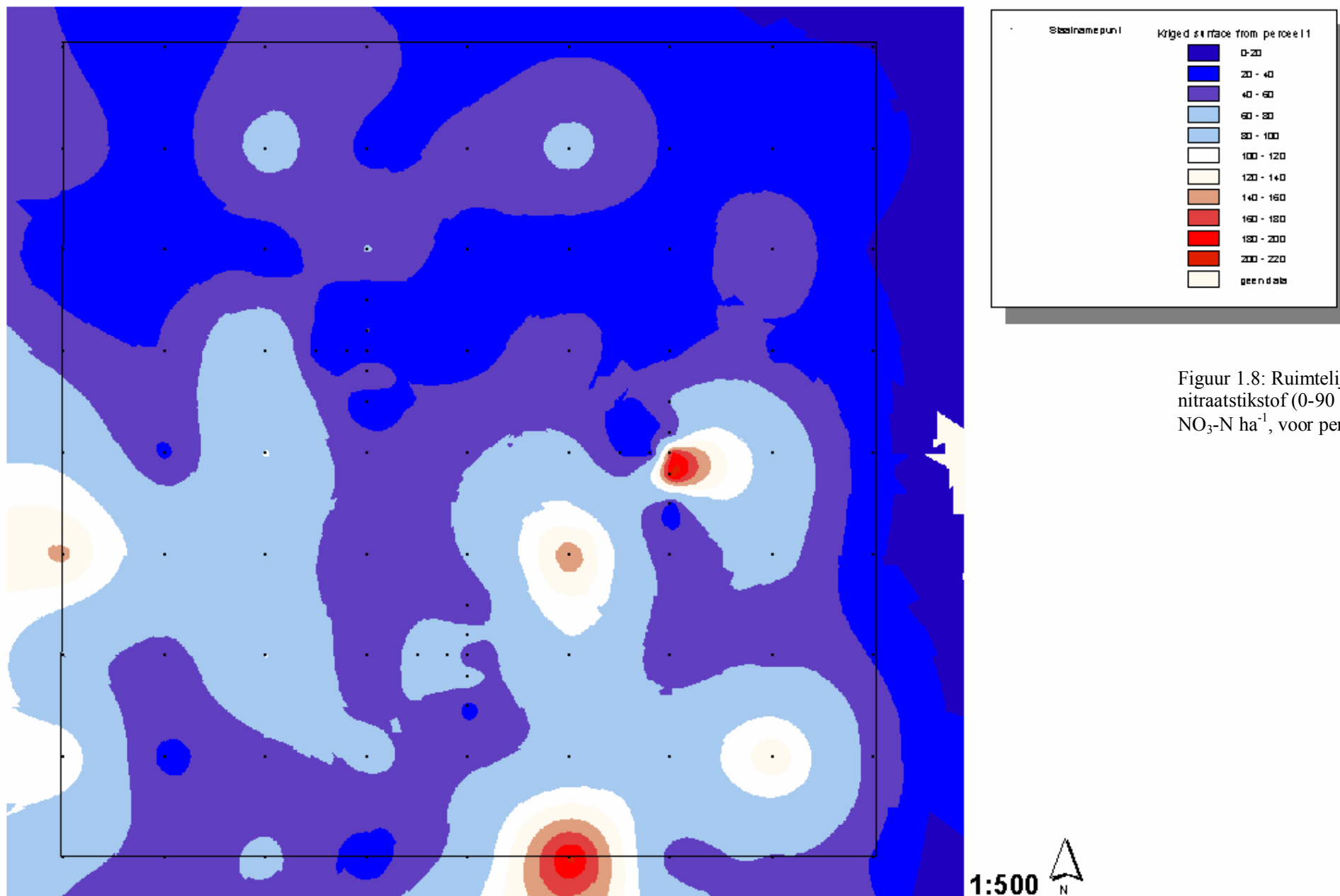
Op perceel 1 (Figuur 1.8) zijn een viertal duidelijke puntsgewijze plaatsen met verhoogde nitraatstikstofgehalten waar te nemen. Doordat de mest en urine op een begraasde weide op een beperkt deel worden geconcentreerd, krijgt dit deel een (zeer) hoge N-bemesting wat de N-verliezen sterk zal beïnvloeden. Uit veldwaarnemingen in Nederland bleek dat hoge piekconcentraties in nitraatstikstof worden veroorzaakt door urineplekken die ontstaan in september of later (Hack-ten Broeke *et al.*, 1996; Van der Putten and Vellinga, 1996).

Op Figuur 1.8 zijn tevens preferentiële plaatsen van het vee af te leiden. De toegang tot het perceel en de voederbakken van de dieren bevinden zich op de zuidoostelijke rand van het perceel.

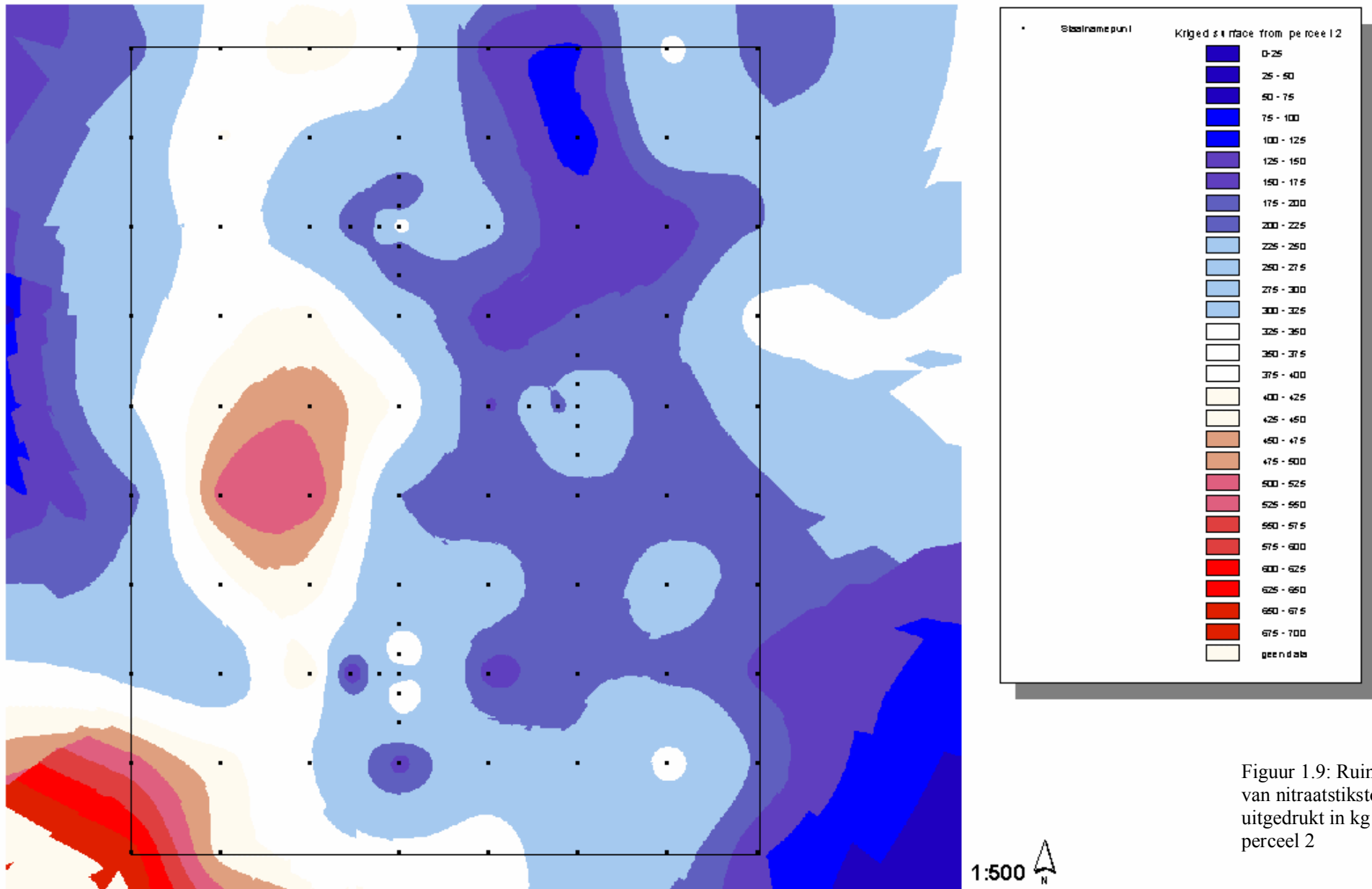
Op perceel 2 (aardappelen) (Figuur 1.9) is duidelijk waar te nemen dat de linkerhelft van het perceel een verhoogd nitraatstikstofgehalte heeft. Dit perceel werd, zoals eerder vermeld, gedurende meer dan 20 jaar als weide gebruikt vooraleer het werd omgezet in akkerland. De localisatie van de hoge nitraatstikstofgehalten aan de linkerzijde van Figuur 1.9 komen overeen met de plaats van de toenmalige stallen. De voorgeschiedenis van een perceel kan bijgevolg ook een belangrijke rol spelen in de variabiliteit van nitraatstikstof in de bodem.

Op perceel 3 (wintertarwe) (Figuur 1.10) doen zich ook plaatselijk verhoogde nitraatstikstofgehalten voor maar hier is geen duidelijk patroon in te herkennen.

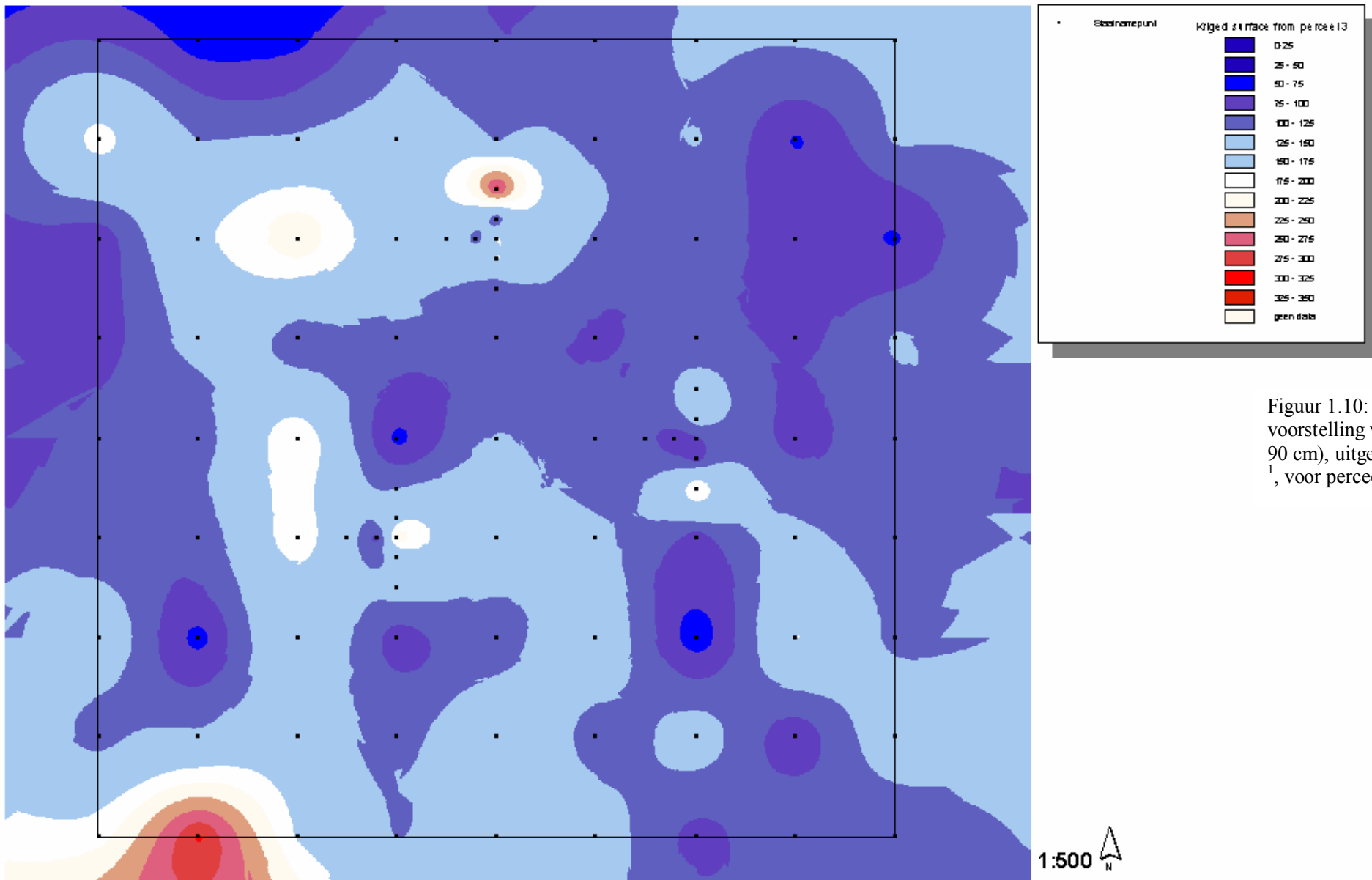
Op de 3 onderzochte percelen is geen duidelijk verband vast te stellen tussen het management en de heterogeniteit van nitraatstikstof in de bodem. Toch kan deze managementfactor ook belangrijk zijn (§ 1.3.2).



Figuur 1.8: Ruimtelijke voorstelling van nitraatstikstof (0-90 cm), uitgedrukt in kg NO<sub>3</sub>-N ha<sup>-1</sup>, voor perceel 1



Figuur 1.9: Ruimtelijke voorstelling van nitraatstikstof (0-90 cm), uitgedrukt in  $\text{kg NO}_3\text{-N ha}^{-1}$ , voor perceel 2



Figuur 1.10: Ruimtelijke voorstelling van nitraatstikstof (0-90 cm), uitgedrukt in  $\text{kg NO}_3\text{-N ha}^{-1}$ , voor perceel 3



### **1.4.3.3 Bepaling van het aantal vereiste boringen**

Het benodigd aantal boringen om een representatief staal te bekomen kan berekend worden met behulp van de individuele analyseresultaten. Daartoe worden met behulp van de random generator van Excel willekeurige analyseresultaten van de 99 individuele boringen samengevoegd. Aldus worden 99 'mengstalen' gecreëerd bestaande uit minimum 2 en maximum 99 boorsteken. Van elk 'staal' dat op deze manier wordt bekomen, wordt de standaardafwijking berekend ten opzichte van het gemiddelde bij het betreffend aantal boorsteken. In Figuur 1.11 wordt de standaardafwijking gedeeld door de wortel van het aantal boorsteken weergegeven in functie van dat aantal boorsteken. De standaardafwijking op het gemiddelde neemt af met het aantal boorsteken totdat deze uiteindelijk stabiliseert boven een zeker aantal boorsteken. Dit aantal boorsteken wordt dan beoordeeld als het minimum aantal boorsteken nodig voor een betrouwbare staalname.

Voor de drie percelen blijkt er een groot aantal boorsteken (meer dan 40) nodig te zijn vooraleer de curve stabiliseert.

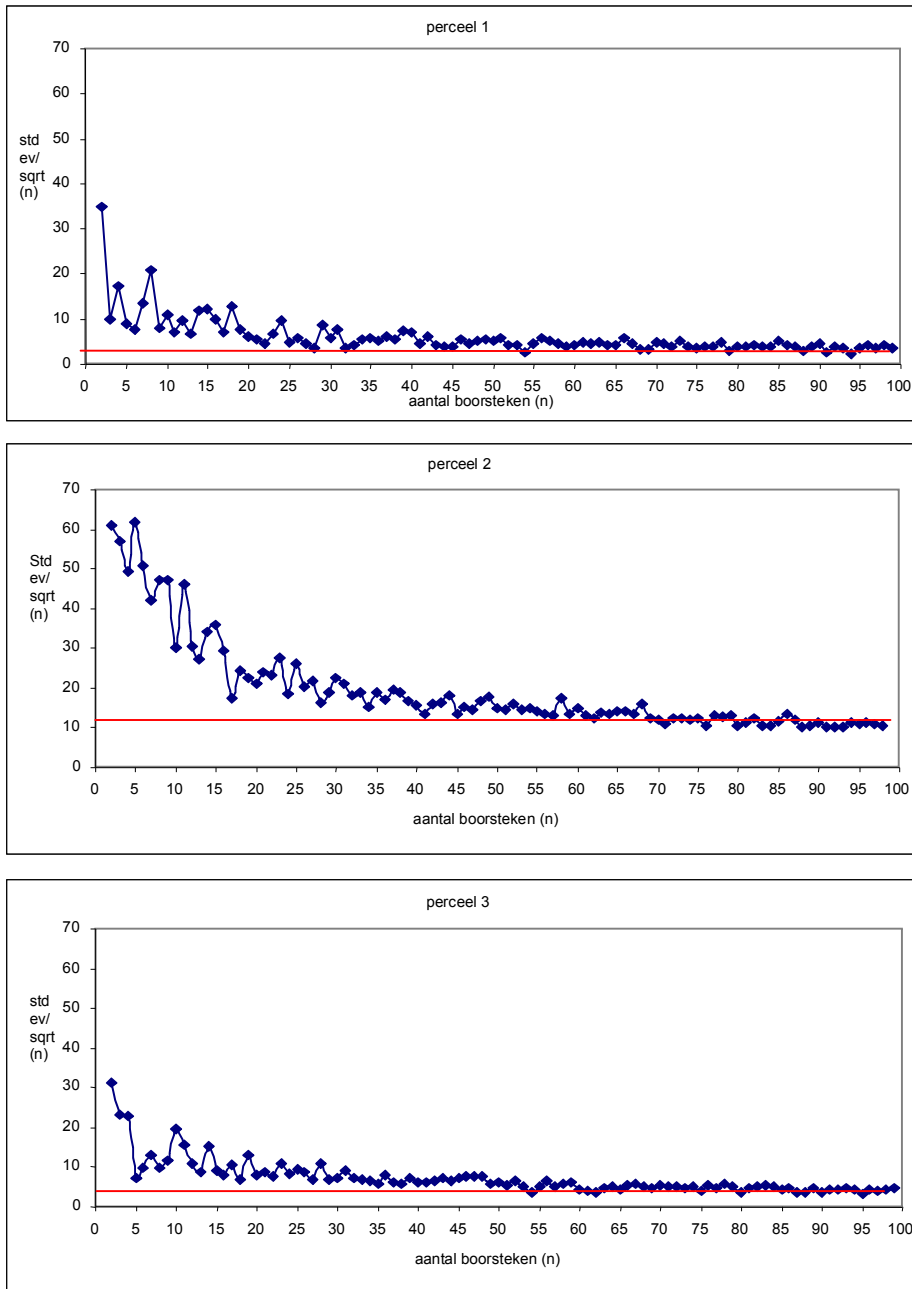
Een andere benadering om het aantal stalen (N) te bepalen met behulp van de formule van Cline (1944):

$$N = \{t(\alpha) CV/\varepsilon\}^2$$

met  $t(\alpha)$  de Student's t waarde voor waarschijnlijkheid  $(1-\alpha)$ ,  $\varepsilon$  de precisiegraad en CV de variatiecoëfficiënt die experimenteel werd.

In Tabel 1.9 wordt op basis van bovenstaande formule een benadering gegeven van het aantal boorsteken die per hectare nodig zijn om een betrouwbare schatting (95 %) van de gemiddelde  $\text{NO}_3\text{-N}$ -hoeveelheid te maken. Hierbij worden 3 precisiegraden, 10 %, 15 % en 20 %, gecombineerd met de variatiecoëfficiënten bepaald op de drie percelen.

Uit Tabel 1.9 blijkt dat met een accepteerbare graad van precisie van 20 % op perceel 1 34 stalen vereist zijn om de nitraatstikstofhoeveelheid in de bodem tot op 90 cm te schatten met een probabiliteit van 95 %, op perceel 2 zijn er 16 boorsteken vereist en op perceel 3 10 stalen.



Figuur 1.11: Relatie tussen het aantal boorsteken en de bemonsteringsfout voor nitraatstikstof in de bodem (0-90 cm) voor de drie bestudeerde percelen. De horizontale lijn geeft de standaardafwijking ten opzichte van het gemiddelde van de 99 stalen gedeeld door de vierkantswortel van het totaal aantal boorsteken (99)

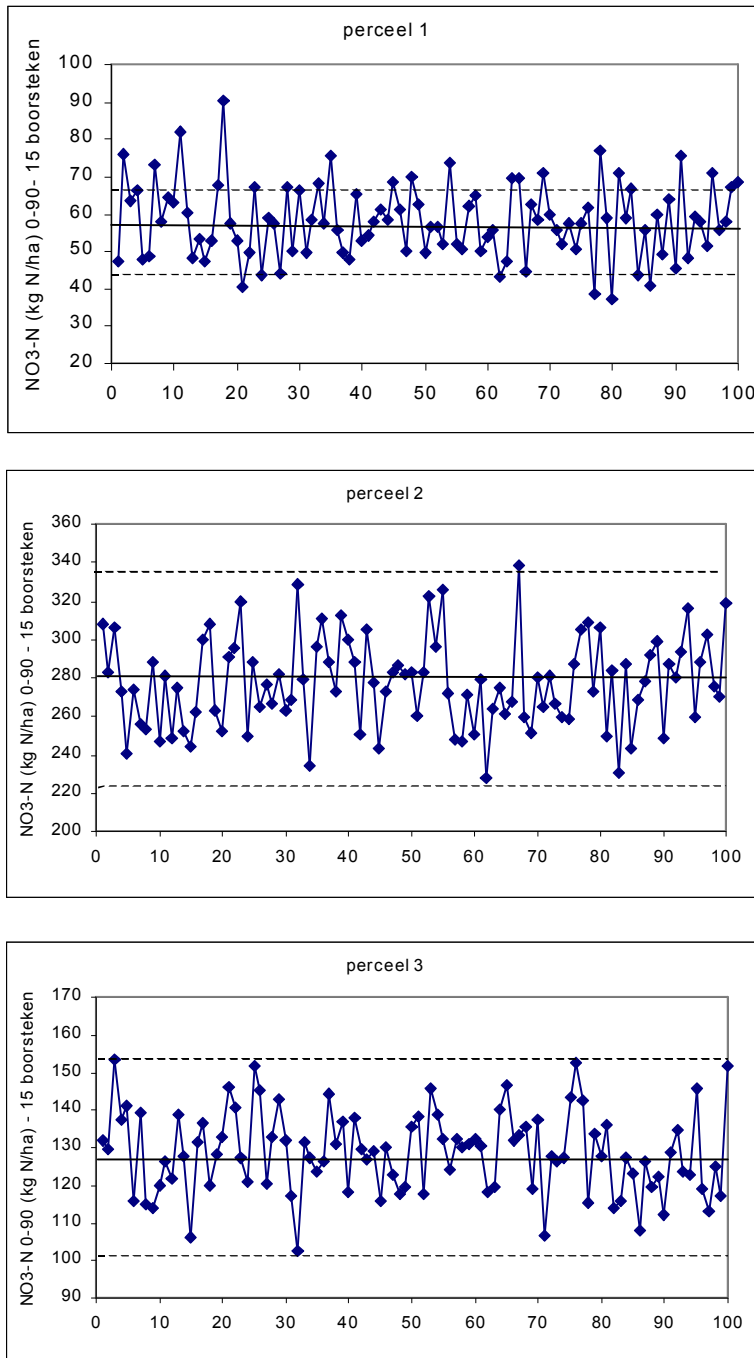
Tabel 1.9: Theoretische berekening van aantal vereiste boringen op de drie percelen met drie precisiegraden  $\epsilon$

Perc.	Gemiddelde (kg NO <sub>3</sub> -N ha <sup>-1</sup> ) (0-90 cm)	Standaard afwijking	CV (%)	Precisie = 10 %		Precisie = 15 %		Precisie = 20 %	
				aantal stalen	afwijking (kg NO <sub>3</sub> -N ha <sup>-1</sup> )	aantal stalen	afwijking (kg NO <sub>3</sub> -N ha <sup>-1</sup> )	aantal stalen	afwijking (kg NO <sub>3</sub> -N ha <sup>-1</sup> )
1	57	33	<b>58</b>	135	57 ± 6	60	57 ± 9	<b>34</b>	57 ± 11
2	280	111	<b>40</b>	64	280 ± 28	28	280 ± 42	<b>16</b>	280 ± 56
3	129	41	<b>32</b>	41	129 ± 13	18	129 ± 19	<b>10</b>	129 ± 26

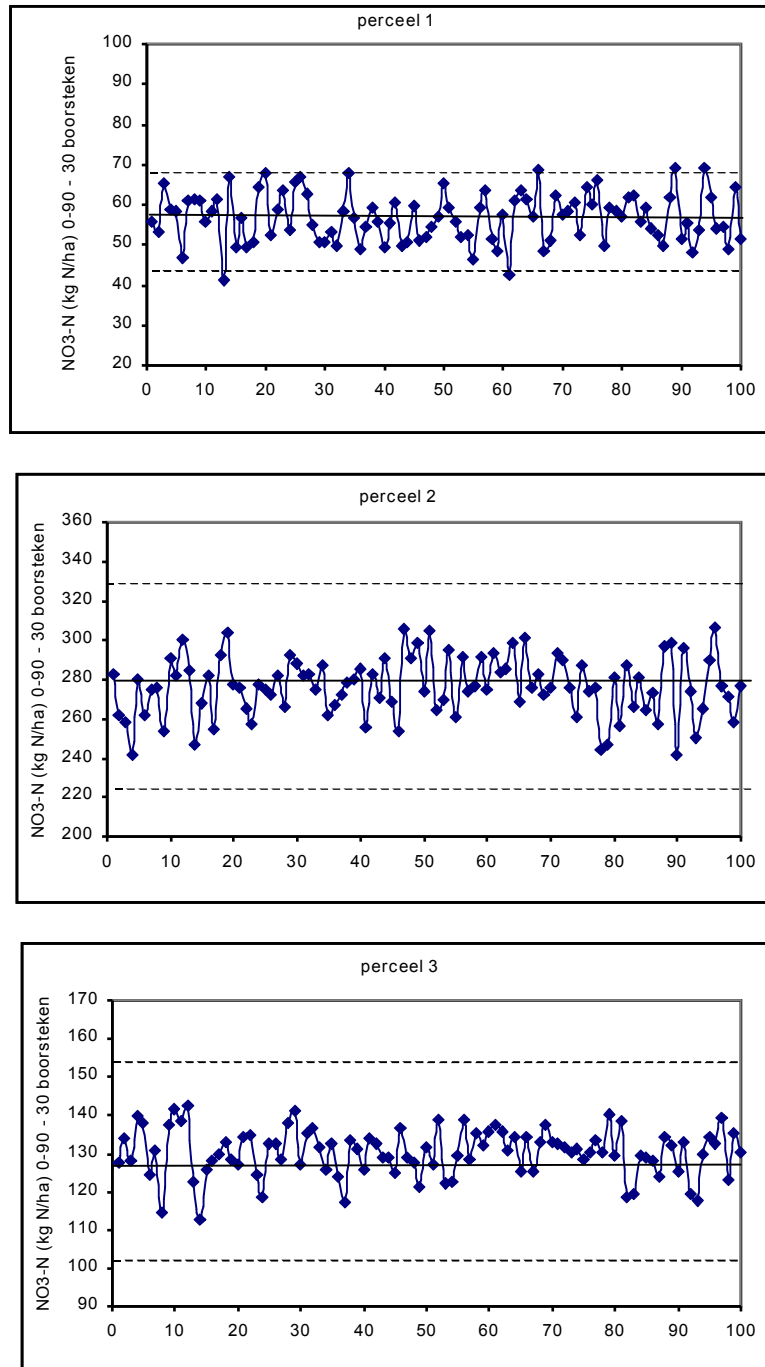
Om na te gaan wat het effect is van het aantal stalen op de nauwkeurigheid van de schatting van de nitraatstikstofhoeveelheid in de bodem (tot op 90 cm), werden per veld (1 ha werd bemonsterd) 100 datasets samengesteld bestaande uit telkens 15 analyses die willekeurig geselecteerd werden uit de 99 individuele staalnames met de random generator van Excel. Van deze 15 analyseresultaten werd telkens het gemiddelde berekend. Op deze manier worden per veld 100 ‘mengstalen’ gecreëerd bestaande uit telkens 15 boorsteken. In Figuur 1.12 worden de resultaten weergegeven. De horizontale lijn geeft het gemiddelde van de 99 individuele stalen weer en wordt beschouwd als de gemiddelde nitraatstikstofhoeveelheid die representatief is voor het perceel. Met stippellijnen wordt per perceel een foutenmarge van 20 % weergegeven: voor perceel 1 bekomt men een interval van 57 ± 11 kg NO<sub>3</sub>-N, voor perceel 2, 280 ± 56 kg NO<sub>3</sub>-N en voor perceel 3, 129 ± 26 kg NO<sub>3</sub>-N. Uit deze grafieken blijkt dat bij een mengstaal bestaande uit 15 boorsteken er grote afwijkingen (zowel positieve als negatieve) van de gemiddelde nitraatstikstofhoeveelheid (0-90 cm) kunnen voorkomen. Voor perceel 2 en 3 vallen vrijwel alle punten binnen de 20 % foutenmarge bij 15 boorsteken, in tegenstelling tot perceel 1 (begrasde weide).

Indien we dezelfde werkwijze toepassen voor een ‘mengstaal’ samengesteld uit 30 willekeurig gekozen analyses, worden de afwijkingen ten opzichte van het gemiddelde vanzelfsprekend kleiner dan bij 15 stalen: indien extreme punten worden bemonsterd (zeer hoog of zeer laag gehalte aan nitraatstikstof), worden deze immers meer uitgevlakt naarmate meer deelmonsters genomen worden (Figuur 1.13).

Merk op dat de schaal van de nitraatstikstofhoeveelheden per perceel verschillend is.



Figuur 1.12: Nitraatstikstofhoeveelheid (0-90 cm) voor een ‘mengstaal’ dat willekeurig werd samengesteld uit 15 analyseresultaten met aanduiding van het globale gemiddelde en een foutenmarge van 20 %

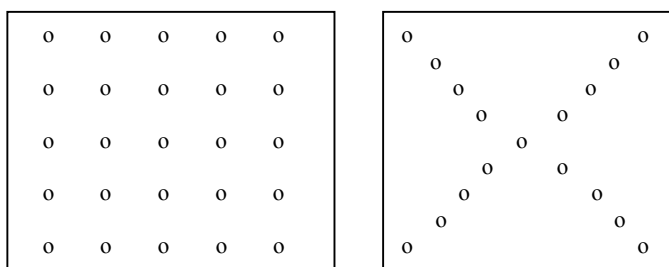


Figuur 1.13: Nitraatstikstofhoeveelheid (0-90 cm) voor een ‘mengstaal’ dat willekeurig werd samengesteld uit 30 analyseresultaten met aanduiding van het globale gemiddelde en een foutenmarge van 20 %

#### 1.4.3.4 Bemonsteringspatronen: vierkantsverband versus kruisverband

Het nemen van at random stalen (de werkwijze die toegepast werd in de vorige paragraaf) komt niet volledig overeen met de realiteit. Het compendium legt immers een strikt bemonsteringspatroon op: er kan bemonsterd worden volgens het vierkantsverband of het kruisverband (Figuur 1.14). Bij het vierkantsverband wordt telkens een monster genomen op de hoekpunten van een regelmatig raster. Bemonstering volgens een kruisverband gebeurt volgens de diagonalen van het perceel.

Om na te gaan of er een significant verschil bestaat tussen deze twee bemonsteringspatronen, werden, uitgaande van de individuele stalen per proefveld, 'mengstalen' gecreëerd volgens het vierkantsverband (stalen V1, V2 en V3) en het kruisverband (stalen K1 en K2).



Figuur 1.14: Schematische voorstelling van het staalnamepatroon: vierkantsverband (links), kruisverband (rechts)

K1: kruisverband - 17 deelmonsters  $\text{ha}^{-1}$

K2: kruisverband - 9 deelmonsters  $\text{ha}^{-1}$

V1: vierkantsverband - 25 deelmonsters  $\text{ha}^{-1}$

V2: vierkantsverband - 16 deelmonsters  $\text{ha}^{-1}$

V3: vierkantsverband - 9 deelmonsters  $\text{ha}^{-1}$

In Tabel 1.10 worden de analyseresultaten weergegeven van de mengstalen.

Uit deze tabel kunnen de volgende conclusies worden getrokken:

- In de laatste kolom van Tabel 1.10 wordt de afwijking van het nitraatstikstofgehalte van het mengstaal ten opzichte van het gemiddeld nitraatstikstofgehalte (berekend op basis van de 99 individuele stalen) weergegeven. De grootste afwijking komt over het algemeen voor bij het kleinste aantal deelmonsters (zijnde 9 deelmonsters).
- Wanneer we de mengstalen K1 en V2 met elkaar vergelijken valt op dat hun afwijking ten opzichte van het gemiddelde vergelijkbaar is op de drie proefvelden. Op basis van Tabel 1.10 kan niet worden besloten dat beide bemonsteringspatronen significant verschillend zijn. De bemonstering in kruisverband heeft evenwel enkele praktische en andere voordelen ten opzichte bemonstering in vierkantsverband:

- het vermijden van bemonstering van perceelsranden;
- het vermijden van een systematische bemonstering van bemestingsgangen;
- beter geschikt voor onregelmatige percelen;
- gemakkelijker voor de staalnemer.

Tabel 1.10: Analyseresultaten van de mengstalen in kruisverband (K1 en K2) en vierkantsverband (V1, V2 en V3) met aanduiding van het gemiddelde per bodemlaag (berekend op de 99 individuele stalen) en de afwijking van het mengstaal ten opzichte van de gemiddelde nitraatstikstofhoeveelheid in absolute hoeveelheden en in %

Staal	Eenheid	NO3-N			NH4-N			NO3-N		NH4-N		afwijking t.o.v.	
		0-30	30-60	60-90	0-30	30-60	60-90	0-90	0-90	gemiddelde NO3-N	0-90		
K1	kg N/ha	14	22	19	16	14	13	<b>55</b>	43	-2	kg N/ha	-4	%
K2	kg N/ha	15	18	14	17	15	16	<b>47</b>	48	-10	kg N/ha	-18	%
V1	kg N/ha	13	23	17	15	14	14	<b>53</b>	43	-4	kg N/ha	-7	%
V2	kg N/ha	14	26	19	16	14	14	<b>59</b>	44	2	kg N/ha	4	%
V3	kg N/ha	14	20	15	16	14	11	<b>49</b>	41	-8	kg N/ha	-14	%
gemiddelde 99 stalen	kg N/ha	17	25	17	17	14	12	<b>57</b>	42				
K1	kg N/ha	51	142	79	11	9	8	<b>272</b>	28	-8	kg N/ha	-3	%
K2	kg N/ha	51	161	79	11	10	8	<b>291</b>	29	11	kg N/ha	4	%
V1	kg N/ha	55	149	78	12	9	8	<b>282</b>	28	2	kg N/ha	1	%
V2	kg N/ha	74	138	77	10	8	8	<b>289</b>	25	9	kg N/ha	3	%
V3	kg N/ha	58	123	76	9	8	7	<b>257</b>	23	-23	kg N/ha	-8	%
gemiddelde 99 stalen	kg N/ha	64	135	83	11	9	8	<b>280</b>	28				
K1	kg N/ha	38	61	30	20	5	4	<b>129</b>	29	0	kg N/ha	0	%
K2	kg N/ha	43	65	34	10	4	4	<b>142</b>	18	13	kg N/ha	10	%
V1	kg N/ha	38	60	29	11	4	4	<b>127</b>	19	-1	kg N/ha	-1	%
V2	kg N/ha	39	62	27	12	4	3	<b>128</b>	19	-1	kg N/ha	-1	%
V3	kg N/ha	40	57	30	9	4	4	<b>127</b>	17	-2	kg N/ha	-1	%
gemiddelde 99 stalen	kg N/ha	42	59	29	18	6	4	<b>129</b>	30				

#### 1.4.4 Besluit

In het najaar werden 3 proefvelden intensief bemonsterd om de ruimtelijke variabiliteit van nitraatstikstof proefondervindelijk vast te stellen. Analyse van de proefveldresultaten bracht zeer grote verschillen in nitraatstikstofhoeveelheden tussen punten op korte afstand naar voor. Zowel op grasland als op akkerland werden grote variatiecoëfficiënten berekend en vertoont nitraatstikstof een zwakke ruimtelijke correlatie. Deze resultaten worden ondersteund door literatuurgegevens. Naast het bodemgebruik (akkerland versus begraasde weiden) werd de ruimtelijke variabiliteit ook beïnvloed door de voorgeschiedenis van het perceel en het management.

Via verschillende methoden (statistisch en visueel) werd nagegaan uit hoeveel deelmonsters een mengstaal zou moeten bestaan om een schatting te maken van de gemiddelde nitraatstikstofhoeveelheid die representatief is voor het ganse perceel met een aanvaardbare nauwkeurigheid.

Uit de analyse bleek dat een mengmonster bestaande uit 15 boorsteken aanvaardbaar is voor een akkerbouwperceel of op een maaiweide, mits rekening wordt gehouden met een foutenmarge van 20 % bij de interpretatie van de analyseresultaten. Dit wil zeggen dat de op het mengmonster bepaalde nitraatstikstofhoeveelheid plus of min 20 % kan afwijken van de werkelijk gemiddelde nitraatstikstofhoeveelheid op het perceel.

Op een begraasd weideperceel is de ruimtelijke variabiliteit groter en is bijgevolg een groter aantal deelmonsters vereist. Voor het onderzochte weideperceel kon de nitraatstikstofhoeveelheid met 20 % nauwkeurigheid geschat worden bij 30 boorsteken. De formule van Cline wijst uit dat 20 boringen vereist zijn om een precisie van 25 % te bereiken op dit perceel.

Volgens het huidige compendium kan er bemonsterd worden volgens het vierkantsverband of het kruisverband. Op basis van beperkt proefveldonderzoek kan niet worden besloten dat beide bemonsteringspatronen significant verschillend zouden zijn. De bemonstering in kruisverband heeft evenwel enkele (praktische en andere) voordelen ten opzichte van bemonstering in vierkantsverband.



## 1.5 Pragmatische aanpak versus wetenschappelijke visie

Door de grote ruimtelijke variabiliteit van nitraatstikstof in de bodem is het moeilijk om een goede schatting van de gemiddelde hoeveelheid te bekomen die representatief is voor het hele perceel.

Het aantal stalen dat noodzakelijk is om een schatting te maken van een bepaalde gemiddelde waarde is afhankelijk van de vereiste accuraatheid van de schatting.

Vanuit praktisch oogpunt zou een toename van het aantal vereiste boringen per hectare een sterke verzwaring van het te leveren veldwerk betekenen zodat wat betreft de bemonsteringsprocedure een compromis moet worden gezocht tussen enerzijds het opvangen van de ruimtelijke variabiliteit van nitraatstikstof en anderzijds de praktische haalbaarheid en staalnamekost.

Bij een groot aantal boorsteken is het bovendien moeilijk om een homogeen mengmonster te bekomen waardoor een aanzienlijke fout kan ontstaan.

Volgens een statistische en visuele at random benadering wordt bij 15 boorsteken op de twee onderzochte akkerlandpercelen een precisie van 20 % bereikt. Op het begraasd graslandperceel, met een hogere variabiliteit, zijn meer boringen vereist om diezelfde precisie te bereiken. De hier vermelde precisiegraden werden berekend volgens de formule van Cline (1944) en werden visueel benaderd met behulp van de at random generator in Excel. Ze geven slechts een indicatie van de te verwachten nauwkeurigheid van de nitraatstikstofbepaling bij een gegeven aantal boorsteken en moeten enigszins genuanceerd worden.

Immers, door het compendium wordt een strikt bemonsteringspatroon opgelegd (kruis- of vierkantsverband) en wordt dus niet at random bemonsterd. Op basis van een strikt bemonsteringspatroon zal men een meer representatief mengmonster bekomen aangezien het ganse perceel op deze manier bemonsterd wordt. Dit bleek ook uit de mengstalen die in kruis- of vierkantsverband werden genomen en uit meer dan 15 boorsteken bestonden.

Verder bepaalt het compendium dat extremititeiten moeten vermeden worden bij de bemonstering en dat de deelobjecten niet groter mogen zijn dan 2.2 hectare.

Wanneer het nitraatstikstofresidu, bepaald op een mengmonster van 15 boorsteken, zich rond de grenswaarde bevindt, moet een zekere foutenmarge in acht genomen worden. Met deze foutenmarge zal dan ook rekening gehouden moeten worden bij het vastleggen van controleprocedures en -maatregelen.

## **2 Invloed van staalnameprocedure, bewaar- en analysemethode op de bepaling van ammonium-en nitraatstikstof van bodemstalen**

### **2.1 Inleiding**

Reeds lang wordt onderkend dat de resultaten van  $\text{NH}_4\text{-N}$ - en  $\text{NO}_3\text{-N}$ -bepalingen beïnvloed worden door verschillende factoren, waardoor tussen verschillende metingen van een zelfde veld soms een grote variabiliteit waargenomen wordt. Een aantal van deze factoren worden hieronder gegeven:

- tijdstip van monstername;
- aantal en spreiding van de boringen op een perceel;
- bewaarmethode;
- analysemethode.

Deze factoren zullen hieronder in extensu behandeld worden en voorstellen tot optimalisatie van zowel de staalname als de bewaar- en analysemethode zullen naar voor worden gebracht.

### **2.2 Tijdstip van monstername**

In het mestdecreet staat op dit ogenblik ingeschreven dat de veldmonstername ter bepaling van de residuele  $\text{NO}_3\text{-N}$  uitgevoerd moet worden in de periode 1 oktober-15 november. Evenwel zal in deze tijdspanne, afhankelijk van de weersomstandigheden, het  $\text{NO}_3\text{-N}$ -gehalte wijzigen door enerzijds mineralisatie van organische stof (najaarsmineralisatie), organische meststoffen (najaarstoepassing van drijfmest) en/of oogstresten en anderzijds door het optreden van N-verliezen via uitspoeling en/of denitrificatie. Hierdoor zullen metingen van een zelfde veld, maar op verschillende tijdstippen, andere resultaten geven. Dit probleem komt verder aan bod in Hoofdstuk 3 van dit rapport.

### **2.3 Aantal en spreiding van de boringen op een perceel**

Een verantwoording voor het aantal boringen dat nodig is om een mengmonster te verkrijgen dat representatief is (binnen een geschatte foutenmarge) voor het perceel, werd in het vorige hoofdstuk gegeven op basis van proefveldonderzoek en literatuurgegevens.

Volgens het huidige compendium kan er bemonsterd worden volgens het vierkantsverband of volgens het kruisverband. Op basis van beperkt proefveldonderzoek kon niet worden besloten dat beide bemonsteringspatronen significant verschillend zouden zijn. De bemonstering in kruisverband heeft evenwel enkele praktische en andere voordelen ten opzichte van bemonstering in vierkantsverband (§1.4).

## **2.4 Effect van het boortype, de hoeveelheid materiaal en de staalnametechniek**

Of een boor van 2, 3 of 4 cm diameter wordt gebruikt is van ondergeschikt belang, als men de staalnametechniek goed beheerst.

Deze stelling wordt bevestigd in de studie van Starr *et al.* (1992). Zij testten op een leembodem vijf verschillende boordiameters uit, gaande van 1.7 tot 5.4 cm. Er kon geen significant effect van boordiameters van 2.15 tot 5.4 cm op de gemiddelde NO<sub>3</sub>-N-concentratie worden aangetoond. In een gelijkaardige studie vonden Rice en Bowman (1988) dat de effecten van de ruimtelijke variabiliteit groter waren dan het effect van het staalvolume.

Baker *et al.* (1989) gebruikten 4 verschillende boordiameters (1.9-20.3 cm diameter) en rapporteerden een klein effect van het staalvolume. Zij besloten dat een 5.1-cm-diameter-staal het meest geschikt was om de hoeveelheid residuele NO<sub>3</sub>-N in de bodem te bepalen. Parkin (1987) besloot dat diameters > 4.15 cm de meest betrouwbare schattingen gaven.

Uit deze gegevens blijkt dus dat de invloed van de boordiameter ter bepaling van de residuele NO<sub>3</sub>-N-hoeveelheid in de bodem weliswaar geen grote invloed uitoefent op het uiteindelijke resultaat, maar toch van belang kan zijn. Boordiameters kleiner dan 2 cm moeten vermeden worden (Starr *et al.*, 1992) en vooral wanneer de korte afstandsvariabiliteit groter wordt, zijnde de bovenste laag (of lagen), is het gebruik van een boormeter met een bredere boordiameter (3 à 4 cm) aangewezen. Bovendien kan op die manier gemakkelijker de onderste laag bemonsterd worden (boorgat zet zich niet dicht) en kan cross-contaminatie vermeden worden.

In het compendium 'Bemonsterings- en analyseprocedure voor mest, bodem, en veevoeder in het kader van het mestdecreet' (uitgiftedatum juni 2002) staat aangegeven dat de binnendiameter van elke gebruikte boor minstens 20 mm moet bedragen. Verder worden ook andere aanbevelingen met betrekking tot de staalnametechniek geformuleerd in het compendium. Een correcte staalnametechniek (juiste diepte, loodrecht bemonsteren) draagt immers in belangrijke mate bij tot een goed resultaat. De drie bodemlagen (0-30 cm, 30-60 cm en 60-90 cm) worden in hetzelfde boorgat bemonsterd. Om onderlinge vermenging van de verschillende bodemlagen te voorkomen wordt bij de bemonstering van laag 2 en 3 de bovenste 2 cm uit de guts met een spatel verwijderd omdat dit meestal losse grond is van een ondiepere bodemlaag. De deelmonsters worden per laag van 30 cm samengevoegd tot 1 mengmonster dat vervolgens grondig gemengd wordt.

Om omzettingen in de bodemmonsters te vermijden, moeten ze altijd koel bewaard worden, ook tijdens het transport (gebruik van een koelbox). Zij mogen maximaal 24 uur koel (< 4°C) bewaard worden. Indien zij niet verwerkt kunnen worden binnen de 24 uur moeten zij diepgevroren worden.

## **2.5 Bewaarmethode voor gronden**

### **2.5.1 Inleiding**

De minerale stikstof is in onze bodems hoofdzakelijk aanwezig onder de vorm van nitraat en in mindere mate onder ammoniumvorm. Grote hoeveelheden NH<sub>4</sub>-N worden enkel gemeten na een bemesting met ammoniumhoudende meststoffen of na het toedienen van bv. drijfmest. Aangezien deze minerale N-vormen aan vlugge veranderingen onderhevig zijn (ammonificatie, nitrificatie, vervluchtiging, denitrificatie, fixatie en andere microbiële of fysische processen) is het

aangewezen dat de minerale N-bepalingen zo vlug mogelijk na de monsternamen uitgevoerd worden.

Echter, omwille van praktische redenen, is het niet altijd haalbaar staalname en analyse onmiddellijk op elkaar te laten aansluiten en dus is het essentieel de bodems te bewaren zonder het microbiële evenwicht, zoals aanwezig onder veldomstandigheden, te zeer te verstoren. Mogelijke oplossingen zijn: chemische inhibitie, koelen, invriezen of drogen van de monsters.

## **2.5.2 Chemische inhibitoren**

Door microbiële N-omzettingen tijdens de voorbehandeling en de bewaring kunnen de analyseresultaten grote afwijkingen vertonen t.o.v. de werkelijke waarden. Om de N-transformaties te vertragen, kan o.a. gedacht worden aan het gebruik van toluen, chloroform of andere chemische reagentia die de microbiële activiteit inhiberen. Uit literatuurgegevens blijkt echter dat deze reagentia onvoldoende effectief zijn en/of de analyseresultaten beïnvloeden (Lewis, 1961; Cunningham, 1962; Jager en Biewenga, 1977), waardoor het gebruik van chemische inhibitoren in dit kader niet aan te raden is.

## **2.5.3 Bewaring bij lage temperaturen**

### **Bewaring in de koelkast**

Bewaring van bodemstalen in de koelkast heeft als voordeel dat het staal manipuleerbaar blijft. Nadeel is echter dat bij lage temperaturen de microbiële activiteit weliswaar wordt afgeremd, maar niet volledig wordt gestopt.

Door het optreden van wijzigingen in de  $\text{NH}_4\text{-N}$ - en  $\text{NO}_3\text{-N}$ -concentraties gedurende de bewaarperiode, heeft men er alle belang bij om de minerale N zo snel mogelijk te bepalen. Dit is zeker het geval voor de  $\text{NH}_4\text{-N}$ , waarvan de concentratie vlug afneemt in de tijd, zelfs bij bewaring bij  $2^\circ\text{C}$ , zoals blijkt uit een onderzoek uitgevoerd door Hofman *et al.* (1980). In Tabel 2.1 wordt de invloed van de bewaringstijd en wijze van bewaring op de minerale N-bepaling van vochtige stalen weergegeven. Rekening houdend met de mogelijke nitrificatie van  $\text{NH}_4\text{-N}$  en de eventuele mineralisatie van organische stof, is het aangewezen de  $\text{NO}_3\text{-N}$ -concentraties van de twee bovenste horizonten (0-25 cm en 25-50 cm) nog dezelfde dag te bepalen op vochtige stalen. Voor de diepere horizonten met lage humusgehalten, waarbij de invloeden van een mogelijke ammoniumbemesting in normale omstandigheden ontbreken, zullen de wijzigingen in  $\text{NO}_3\text{-N}$ -concentraties door overnachten in een koelkast bij  $2^\circ\text{C}$  verwaarloosbaar zijn.

### **Bewaring in de diepvries**

Wanneer bodems, ter bepaling van de  $\text{NH}_4\text{-N}$ - en  $\text{NO}_3\text{-N}$ -concentratie gedurende langere tijd bewaard moeten worden, is diepvriezen de meest toegepaste methode (Keeney en Nelson, 1982). De resultaten van verschillende studies zijn evenwel uiteenlopend. In sommige studies worden geen veranderingen geobserveerd in de  $\text{NH}_4\text{-N}$ - en  $\text{NO}_3\text{-N}$ -concentraties na invriezen en ontdooien van de stalen (Gasser, 1958; Nelson en Bremner, 1972; Westfall *et al.*, 1978). De lage temperaturen reduceren de microbiële activiteit tot een verwaarloosbaar niveau. Clement en Williams (1962) bewaarden bodems gedurende 2 jaar op  $-15^\circ\text{C}$  zonder sterke wijziging van de bodem-microflora.

Nochtans blijken ook twijfels te bestaan over de doeltreffendheid van deze bewaarmethode (Allen en Grimshaw, 1962; Harding en Ross, 1964; Robinson, 1967). Robinson (1967) gaf aan dat

mineralisatie weliswaar sterk wordt vertraagd bij temperaturen  $< 0^{\circ}\text{C}$  maar niet volledig stopt bij biologisch actieve bodems.

Volgens Nelson en Bremner (1972) en Esala (1996) is het diepvriezen en ontdooien van bodemstalen een betrouwbare methode indien voorzorgen worden genomen bij het ontdooien. Nelson en Bremner (1972) toonden aan dat een bewaring gedurende enkele maanden ( $-5^{\circ}\text{C}$ ) van niet-gedroogde bodems, gevolgd door een onmiddellijke analyse na een korte ontdooiperiode op kamertemperatuur, enkel een lichte stijging van het mineraal-N-gehalte tot gevolg had. Selmer-Olsen *et al.* (1971) lieten de stalen, na bewaring in de diepvriezer ( $-23^{\circ}\text{C}$ ), gedurende enkele uren traag ontdooien op kamertemperatuur en de door hen vastgestelde veranderingen in  $\text{NH}_4\text{-N}$ - en  $\text{NO}_3\text{-N}$ -concentratie t.o.v. een directe bepaling werden toegeschreven aan mineralisatie tijdens de ontdooiperiode. Om deze mogelijke mineralisatie te beperken, kan overwogen worden de gronden overnacht te laten ontdooien in een koelkast. In elk geval mag de ontdooiperiode niet langer duren dan noodzakelijk is om de grond te kunnen homogeniseren en moet vermeden worden dat de omgevingstemperatuur hoog oploopt, dit om mogelijke mineralisatie te verhinderen.

#### **Bewaring van extracten**

Hoewel niet rechtstreeks betrokken op de bewaring van bodemmonsters, is het volgens Nelson en Bremner (1972) aan te raden om bodemstalen zo snel mogelijk na staalname te extraheren met 2 M KCl en de gefilterde extracten daarna te bewaren in een koelkast bij temperaturen  $< 5^{\circ}\text{C}$ . Bremner (1965) toonde aan dat er geen veranderingen optraden in anorganisch N-gehalte wanneer gefilterde neutrale 2 M KCl extracten bewaard werden bij  $4^{\circ}\text{C}$  gedurende 4 weken. Dit werd bevestigd door Robinson (1967) en Selmer-Olsen *et al.* (1971). Ook het diepvriezen van de extracten is een betrouwbare methode.

Tabel 2.1: Invloed van de bewaring en de wijze van bewaren van zandleemmonsters op de NH<sub>4</sub>-N- en NO<sub>3</sub>-N-concentratie (Hofman *et al.*, 1980)

Datum (1979)	Vochtig bij 2°C				Gedroogd op 60°C			Luchtdroog	Vochtig bij 2°C				Gedroogd op 60°C			Luchtdroog
	13/02	14/02	16/02	15/03	14/02	16/02	15/03	15/03	29/03	30/03	02/04	23/04	30/03	02/04	23/03	23/04
<b>NH<sub>4</sub><sup>+</sup>-N</b> (mg/100 g droge grond)																
0-5	-	-	-	-	-	-	-	-	1.45	1.2	0.96	0.3	1.16	1.2	1.5	1.35
0-25	0.22	0.10	0.08	0.05	0.32	0.31	0.34	0.42	0.71	0.76	0.53	0.28	0.73	0.71	1.18	1.14
25-50	0.25	0.08	0.08	<0.03	0.22	0.21	0.31	0.40	0.08	0.10	0.07	0.09	0.25	0.25	0.72	0.25
50-75	0.26	0.07	0.07	<0.03	0.25	0.22	0.33	0.40	0.12	0.14	0.13	0.14	0.33	0.31	0.63	0.26
75-100	0.24	0.06	0.07	<0.03	0.22	0.23	0.22	0.42	0.08	0.09	0.08	0.10	0.26	0.21	0.39	0.25
100-125	0.23	0.07	0.07	<0.03	0.22	0.21	0.22	0.42	0.08	0.08	0.08	0.10	0.24	0.23	0.37	0.33
<b>NO<sub>3</sub><sup>-</sup>-N</b> (mg/100 g droge grond)																
0-5	-	-	-	-	-	-	-	-	0.86	1.21	1.33	2.20	1.08	1.05	1.20	1.55
0-25	0.22	0.23	0.22	0.07	0.20	0.20	0.20	0.26	1.13	1.17	1.29	1.35	1.07	1.04	1.20	1.80
25-50	2.46	2.33	2.35	2.53	2.28	2.28	2.20	2.32	0.83	0.87	0.87	0.86	0.77	0.73	0.80	0.85
50-75	2.60	2.60	2.60	2.79	2.76	2.60	2.58	2.60	2.55	2.50	2.44	2.41	2.40	2.20	2.30	2.40
75-100	1.34	1.26	1.29	1.32	1.28	1.33	1.18	1.26	1.74	1.74	1.79	1.81	1.67	1.63	1.68	1.76
100-125	0.70	0.66	0.65	0.74	0.66	0.65	0.67	0.70	1.01	0.98	0.91	0.91	0.94	0.90	0.90	1.00

## 2.5.4 Drogen

Andere voorbehandelingsmethoden voor grondmonsters zijn het aan de lucht drogen of drogen in een oven bij 45°C à 60°C. Dit heeft het grote voordeel dat de grond gemalen kan worden en bijgevolg een beter, homogener mengmonster bekomen wordt. Vooral voor zwaardere texturen kan homogenisatie van verse grondmonsters problemen opleveren. Bovendien kan het monster in gezeefde en gedroogde toestand lange tijd bewaard worden, wat de mogelijkheid biedt om de analyse, indien gewenst, te herhalen. Uit praktische overwegingen (bij het verwerken van grote aantallen stalen) zou het onmiddellijk en op een vlugge manier drogen van de grondmonsters de beste methode zijn (Westfall *et al.*, 1978), alhoewel deze methode arbeidsintensief en tijdrovend is.

Nochtans werd door vele onderzoekers aangetoond dat door het aan de lucht of in de oven drogen van bodemmonsters de analyseresultaten beïnvloed kunnen worden (Gasser, 1961; Storrier, 1966; Selmer-Olson *et al.*, 1971; Jager en Biewenga, 1977). Tan (1996) stelt dat het drogen van bodemstalen aan de lucht weinig effect heeft op de nitrificerende organismen, maar het opnieuw bevochtigen van de stalen resulteert wel in een stimulatie van de microbiële activiteit waardoor de nitraatstikstofconcentratie kan toenemen. Drogen bij hoge temperaturen zou volgens Tan (1996) wel de nitrificerende maar niet de ammonificerende bacteriën vernietigen wat resulteert in een accumulatie van ammonium-N.

Onderzoekingen aan de RUG toonden aan dat door het drogen en bewaren vooral de NH<sub>4</sub>-N-concentraties uitgesproken wijzigingen ondergingen (Hofman *et al.*, 1980; Tabel 2.1). Deze bevindingen stemmen overeen met resultaten van andere onderzoekers (Walsh en Murdoch, 1960; Timmons *et al.*, 1961; Nelson en Bremner, 1972). Uit Tabel 2.1 blijkt dat aan de lucht of op 60°C gedroogde monsters verhoogde NH<sub>4</sub>-N-concentraties vertonen, terwijl voor de NO<sub>3</sub>-N-concentraties meestal gelijklopende resultaten verkregen worden.

Er werd aangetoond dat significante stijgingen in minerale NH<sub>4</sub>-N kunnen optreden tijdens de bewaring van luchtgedroogde bodemstalen (Timmons *et al.*, 1961; Cunningham, 1962; Bremner, 1965; Storrier *et al.* 1966). Deze stijging deed zich voornamelijk voor bij stalen die bewaard werden in papieren zakken (absorptie van NH<sub>4</sub>-N uit de lucht) en andere types containers die niet luchtdicht waren afgesloten (Nelson en Bremner, 1972).

Contaminatie van bodemstalen tijdens de bewaring van gedroogde bodemstalen door adsorptie van gassen moet bijgevolg vermeden worden door het gebruik van zuivere, luchtdichte containers (Tan, 1996).

## 2.6 Analysemethode

De klassieke en algemeen aanvaarde methodes voor de bepaling van ammoniakale ( $\text{NH}_4$ ) en nitrische ( $\text{NO}_3^-$  en  $\text{NO}_2^-$ ) stikstof bestaan uit een extractie van deze vormen met kaliumchloride, gevolgd door een spectrofotometrische bepaling van minerale N in het extract.

Om na te gaan hoeveel de fout op de nitraatmeting zelf bedraagt, werden op de Bodemkundige Dienst van België tussen 27/7/2000 en 4/10/2000 21 submonsters van hetzelfde gedroogde en gezeefde bodemstaal genomen en telkens geanalyseerd op  $\text{NO}_3\text{-N}$  en  $\text{NH}_4\text{-N}$ . De standaardafwijking ten opzichte van het gemiddelde (RSD) bedroeg voor  $\text{NO}_3\text{-N}$  6,3 % en voor  $\text{NH}_4\text{-N}$  5,1 %. Deze fout is de resultante van enerzijds de fout op de meting zelf en anderzijds de afwijking die optreedt bij het nemen van submonsters.

Aan het Vito werd door de Vlaamse Landmaatschappij de opdracht gegeven om een ringtest te organiseren met de bedoeling laboratoria te erkennen voor analyses in het kader van het mestdecreet (De Brucker en Van Bree, 1999). Deze ringtest vond plaats in het voorjaar van 1999. Er namen 28 laboratoria effectief deel. Uit deze test bleek dat het aantal onaanvaardbare waarden voor de parameter nitraat in de bodem bijzonder hoog lag. Twee laboratoria vonden een waarde die veel te hoog lag en vijf laboratoria vonden veel te weinig nitraat. Twee laboratoria gaven aan dat de nitraatconcentratie onder het meetbereik lag terwijl het monster voor de ringtest ongeveer 160 kg N/ha bevatte.

Indien deze uitschieters niet in rekening worden gebracht, kan voor de overblijvende labo-resultaten een RSD berekend worden van 8 %.



## 2.7 Besluit

Wat betreft de bemonstering en de verdere behandeling en analyse van de monsters kan geconstateerd worden dat in hoofdzaak de bemonstering problematisch is. Door de grote ruimtelijke variatie binnen een perceel zou een groot aantal deelmonsters genomen moeten worden om een enigszins betrouwbare schatting van de werkelijk aanwezige hoeveelheid  $N_{\min}$  te bekomen.

Uit literatuurgegevens blijkt dat de invloed van de boordiameter ter bepaling van de residuele  $NO_3$ -N-hoeveelheid in de bodem slechts minimaal is, op voorwaarde dat men de staalnametechniek goed beheerst. Evenwel moet gesteld worden dat voor de bovenste laag (lagen) het gebruik van een bredere boordiameter is aangewezen. Hiermee wordt zowel de korte-afstandsvariabiliteit meer in rekening gebracht en wordt cross-contaminatie met de onderste laag (lagen) vermeden

Aangezien de minerale N in de bodem aan vlugge veranderingen onderhevig is (ammonificatie, nitrificatie, fixatie, denitrificatie, vervluchtiging), is het aangewezen dat de nitraat- en ammoniumstikstofbepalingen zo vlug mogelijk na de monsternamen uitgevoerd worden. Na de staalname moeten de monsters koel en binnen 24 uur naar het instituut worden vervoerd, waar de analyse zo snel mogelijk moet gebeuren.

Echter, omwille van praktische redenen, is het niet altijd haalbaar staalname en analyse onmiddellijk op elkaar te laten aansluiten en dus is het essentieel de bodems te bewaren zonder het microbiële evenwicht, zoals aanwezig onder veldomstandigheden, te zeer te verstoren.

Zo moeten, rekening houdend met enerzijds het groot aantal monsters die in het kader van de controle op het nitraatstikstofresidu genomen dienen te worden in een relatief korte periode en met anderzijds de mogelijk vlugge wijzigingen in het anorganisch N-patroon van gronden, maatregelen getroffen worden om de N-transformaties te vertragen of te verhinderen. Mogelijke oplossingen zijn: chemische inhibitie, koelen, invriezen of drogen van de monsters.

Toediening van reagentia om de microbiële activiteit te inhiberen bleek onvoldoende effectief te zijn en/of de analyseresultaten te beïnvloeden.

Bewaring van bodemstalen in de koelkast heeft als voordeel dat het staal manipuleerbaar blijft. Nadeel is echter dat bij lage temperaturen de microbiële activiteit weliswaar wordt afgeremd, maar niet volledig wordt gestopt.

Het diepvriezen van bodemstalen die langere tijd bewaard dienen te worden, is een betrouwbare methode. Eén zaak evenwel die in het oog moet worden gehouden, is de ontdooiperiode. De ontdooiperiode mag niet langer duren dan noodzakelijk is om de grond te kunnen homogeniseren en er moet vermeden worden dat de omgevingstemperatuur hoog oploopt, dit om mogelijke N-mineralisatie te verhinderen. Overnacht ontdooien in een gekoelde ruimte (4°C) is dan ook de aangewezen methode.

Het drogen van bodemstalen heeft tal van voordelen, doch gedroogde stalen vertonen in vergelijking met vers geanalyseerde stalen afwijkende ammoniumstikstofgehalten, terwijl de nitraatstikstofgehalten vergelijkbaar zijn. Drogen heeft het grote voordeel dat de grond gemalen kan worden en bijgevolg een beter en homogener mengmonster bekomen wordt. Bovendien kan het monster in gezeefde en gedroogde toestand lange tijd bewaard worden, wat de mogelijkheid biedt om de analyse, indien gewenst, te herhalen. Contaminatie van gedroogde bodemstalen tijdens de bewaring van gedroogde bodemstalen door adsorptie van gassen moet vermeden worden door het gebruik van zuivere, luchtdichte containers.

### **3 Opvangen van de temporele variabiliteit van nitraatstikstof in de bodem**

#### **3.1 Inleiding**

In het mestdecreet staat op dit ogenblik ingeschreven dat de veldmonsternamen ter bepaling van de residuele  $\text{NO}_3\text{-N}$  uitgevoerd moet worden in de periode 1 oktober-15 november. Evenwel zal in deze tijdspanne, afhankelijk van de weersomstandigheden, het  $\text{NO}_3\text{-N}$ -gehalte wijzigen door enerzijds mineralisatie van organische stof (najaarsmineralisatie), organische meststoffen (najaarstoepassing van drijfmest) en/of oogstresten en anderzijds door het optreden van stikstofverliezen via uitspoeling en/of denitrificatie. Minerale stikstof kan ook vastgelegd worden door immobilisatie, bijvoorbeeld als koolstofrijke gewasresten afgebroken worden. Tevens kan nog stikstof worden opgenomen indien het perceel begroeid is (gras, groenbemester). Tenslotte wordt enige minerale stikstof aangevoerd in de vorm van atmosferische depositie, gemiddeld 3 tot 4 kg N per maand (Corré, 1994) of 0.1 kg N per dag (Schröder, 2002) onder Nederlandse omstandigheden.

Door het optreden van deze processen zullen nitraatstikstofresidumetingen op een zelfde veld, maar op verschillende tijdstippen, andere resultaten geven.

In dit hoofdstuk wordt nagegaan hoe sterk de maximaal toelaatbare nitraatstikstofresidu's, die gelden voor een staalname op 1 oktober, wijzigen in functie van de tijd. Het is van belang om te onderzoeken of de nitraatstikstofresidunormen dienen aangepast te worden in functie van het staalnametijdstip binnen de wettelijke staalnameperiode van 1 oktober tot 15 november.

#### **3.2 Werkwijze en resultaten**

In het kader van de eerste doelstelling van de scenarioanalyse, namelijk de bepaling van de relatie tussen nitraatuitspoeling en nitraatstikstofresidu, werden simulaties met het WAVE-model uitgevoerd om na te gaan wat het maximaal toelaatbaar nitraatstikstofresidu is op 1 oktober opdat voldaan zou zijn aan de Nitraatrichtlijn voor grond- en oppervlaktewater. De resultaten van deze scenarioanalyse, en de daarop gebaseerde nitraatstikstofresidunormen die gelden op 1 oktober, worden weergegeven in eindrapport 4.

Om nu de temporele variabiliteit van het nitraatstikstofresidu na te gaan en om dus te onderzoeken welke invloed de staalnamedatum heeft op het maximaal toelaatbaar nitraatstikstofresidu, werd beroep gedaan op deze simulatieresultaten, aangevuld met literatuur- en proefveldonderzoek.

##### **3.2.1 Modellen**

De temporele variabiliteit werd onderzocht aan de hand van de simulatieresultaten van de scenarioanalyse op basis van de proefvelden (SA1a). Deze omvat 29 veel voorkomende combinaties textuur/hydrologie/oogstrest/gewas (met inbegrip van groenbemesters) in Vlaanderen. Per scenario werd nagegaan hoe het maximaal toelaatbare nitraatstikstofresidu, bepaald op 1 oktober, evolueert in de tijd. De temporele variabiliteit werd per week onderzocht van 1 oktober tot eind december (13 weken).

De simulaties gebeurden voor verschillende nitraatstikstofresiduniveaus op 1 oktober (20, 30, 40, 50, 70 en 90 kg  $\text{NO}_3\text{-N ha}^{-1}$ ) en per nitraatstikstofresiduniveau werden 86 scenario's (verschillende oogstrest, hydrologie, gewas, verdeling van het nitraatstikstofresidu)

doorerekend. Per scenario is een tabel beschikbaar met hierin de evolutie van het residu van 1 oktober tot eind december. De resultaten werden eveneens grafisch weergegeven per scenario.

In Figuur 3.1 wordt voor verschillende oogstresten en gewassen de wekelijkse evolutie van het nitraatstikstofresidu van oktober tot december grafisch voorgesteld. De evolutie wordt weergegeven als een gemiddelde over 30 jaren. Aangezien de neerslag en temperatuur in de beschouwde periode de bodemprocessen (mineralisatie, immobilisatie, nitraatuitspoeling en denitrificatie) beïnvloeden, zal de evolutie van het nitraatstikstofresidu afhangen van de weersomstandigheden en variëren binnen een bepaalde marge. Dit wordt aangegeven met de verticale foutenbalken. De bovengrens van het interval doet zich voor in droge en warme jaren, de ondergrens komt voor in natte en koude jaren. Op de invloed van het weer wordt dieper ingegaan in §3.2.2.3.

Figuur 3.1 stelt de scenario's voor bij een nitraatstikstofresidu op 1 oktober van  $70 \text{ kg NO}_3\text{-N ha}^{-1}$  verdeeld over het bodemprofiel als 50 % (0-30 cm), 25 % (30-60 cm), 25 % (60-90 cm) aangezien deze verdeling het meest voorkomt op 1 oktober onder normale weersomstandigheden (eindrapport 4).

Uit de modelresultaten blijkt dat er enkel bij de oogstrest bloemkool een significante vrijzetting van stikstof plaats vindt na 1 oktober.

Bij de andere oogstresten (maïs, aardappel, wintertarwe, suikerbieten) worden uitspoelings- en denitrificatieverliezen vrijwel opgeheven door de vrijzetting van stikstof door mineralisatie, zodat het nitraatstikstofresidu niet significant wijzigt gedurende de periode 1 oktober – 15 november (eerste 7 weken).

Indien het perceel begroeid is (gras of groenbemester), zal het nitraatstikstofresidu afnemen in diezelfde periode aangezien het gewas nog in beperkte mate stikstof kan opnemen tot eind oktober.

Uiteraard hebben deze vaststellingen gevolgen voor de handhaving van de nitraatstikstofresidunormen. De in dit project voorgestelde nitraatstikstofresidunormen (eindrapport 4) zijn immers afgeleid voor een staalname op 1 oktober en moeten in de hogervermelde gevallen aangepast worden in functie van het staalnametijdstip.

Er wordt voorgesteld om voor de eerste 7 weken (dit is de officiële staalnameperiode van 1 oktober tot 15 november) de temporele variabiliteit buiten beschouwing te laten, uitgezonderd voor de oogstrest bloemkool (en soortgelijke stikstofrijke groente-oogstresten) en in het geval van gras en groenbemesters. Voor de oogstrest bloemkool zal, bij een bepaald maximaal toegelaten nitraatstikstofresidu op 1 oktober, het overeenkomstige residu 7 weken later reeds geleidelijk toegenomen zijn met gemiddeld  $20 \text{ kg NO}_3\text{-N ha}^{-1}$ . Dit betekent een toename van het residu van gemiddeld  $2.9 \text{ kg NO}_3\text{-N ha}^{-1}$  per week. Wanneer op niet-zand bodems op 1 oktober voor de oogstrest bloemkool zonder afvoer van oogstresten een nitraatstikstofresidunorm van  $50 \text{ kg NO}_3\text{-N ha}^{-1}$  zou gelden, betekent dit dat, bij een bemonstering op 15 november, een nitraatstikstofresidu van maximaal  $70 \text{ kg NO}_3\text{-N ha}^{-1}$  is toegelaten.

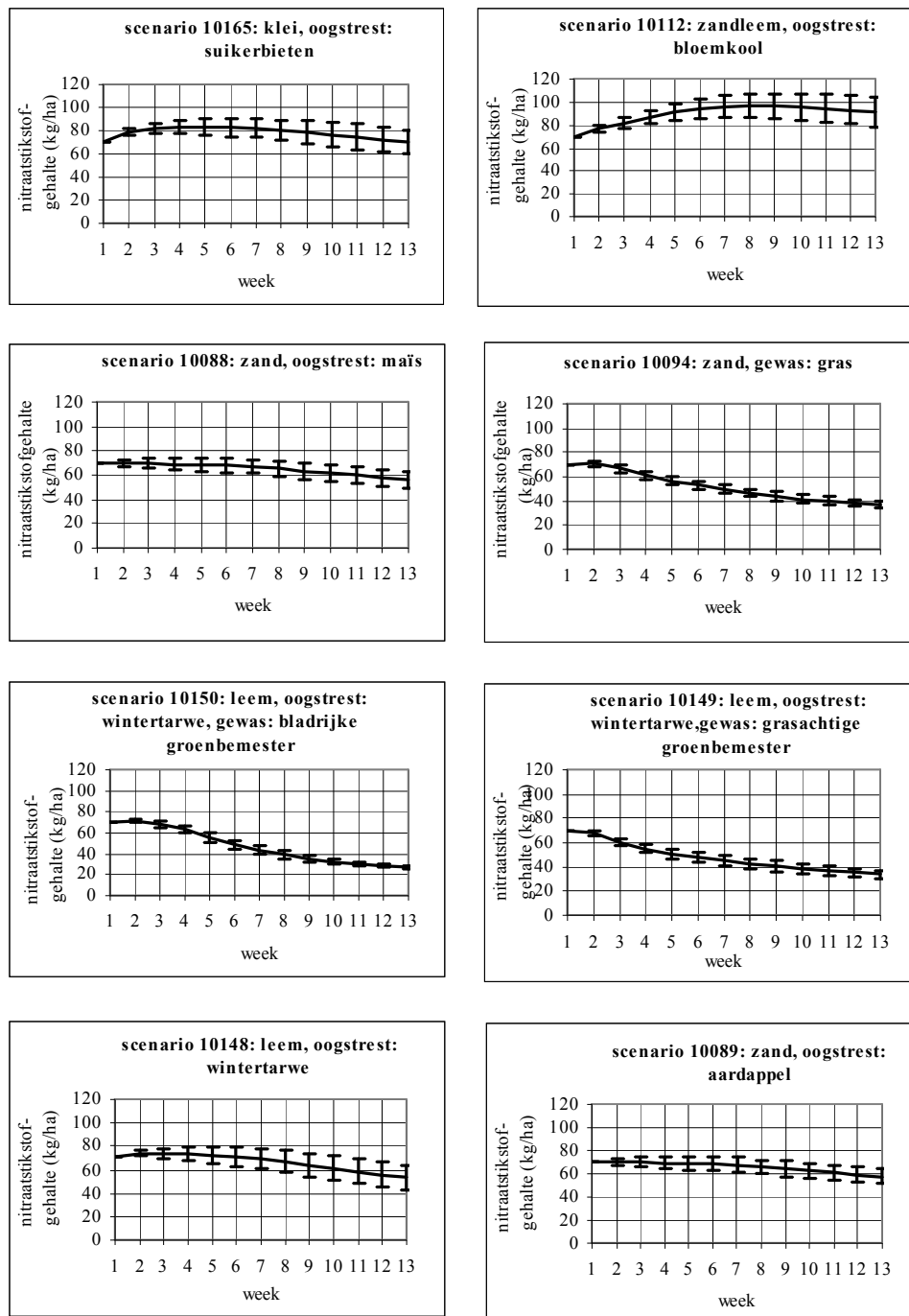
In Figuur 3.2 wordt de evolutie van het nitraatstikstofresidu (gemiddelde gesimuleerde verloop voor 30 jaren) weergegeven voor de oogstrest bloemkool op een zandleembodem en dit bij een initieel residu van  $50 \text{ kg NO}_3\text{-N ha}^{-1}$  op 1 oktober. In Figuur 3.2 is de evolutie weergegeven voor drie verdelingen van het nitraatstikstofresidu over de bodemlagen 0-30 cm, 30-60 cm en 60-90 cm. De verdeling van het nitraatstikstofresidu blijkt een geringe invloed te hebben op de temporele variabiliteit van het residu.

Indien het perceel begroeid is met gras of een groenbemester zal het maximaal toelaatbaar nitraatstikstofresidu op 15 november ten opzichte van dit op 1 oktober zijn afgenomen met

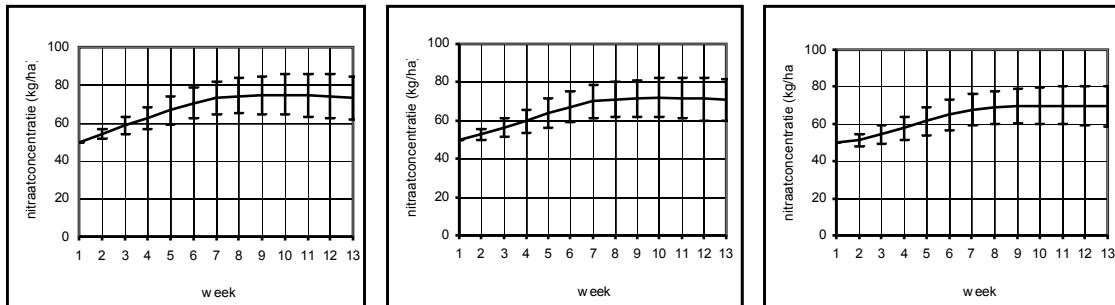
gemiddeld 20 kg NO<sub>3</sub>-N ha<sup>-1</sup>. Dit betekent een geleidelijke afname van 2.9 kg NO<sub>3</sub>-N ha<sup>-1</sup> per week.

Voor de andere teelten blijft het nitraatstikstofresidu vrijwel constant gedurende de periode 1 oktober-15 november en is een aanpassing van de grenswaarde in functie van het staalnametijdstip bijgevolg niet noodzakelijk.

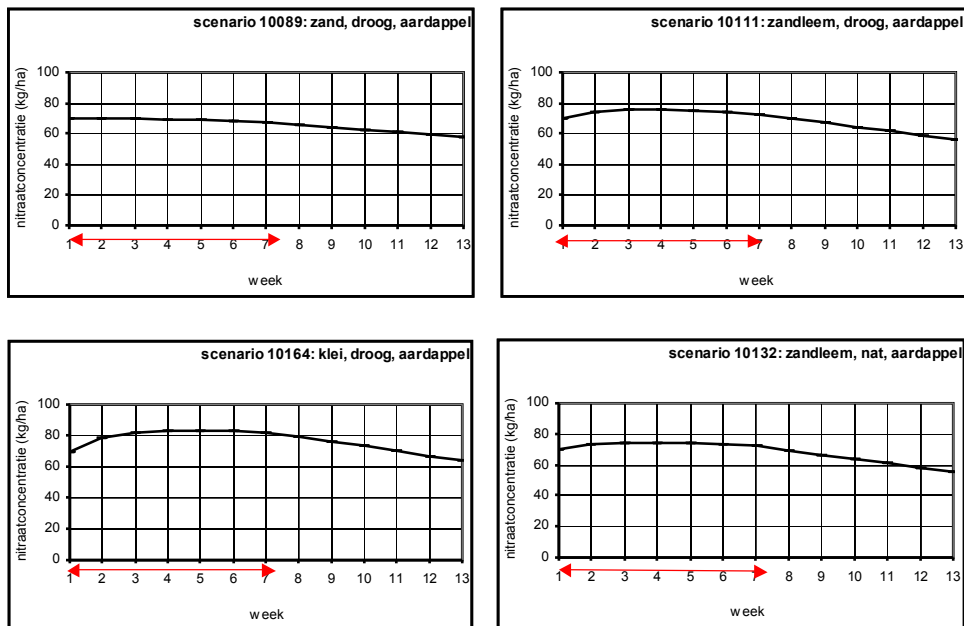
In Figuur 3.3 en 3.4 wordt aan de hand van de oogstresten aardappel en wintertarwe geïllustreerd hoe het temporeel verloop van het nitraatstikstofresidu van 1 oktober tot eind december beïnvloed wordt door de textuur. De invloed van de textuur op de temporele variabiliteit van het nitraatstikstofresidu is in de simulaties eerder beperkt hoewel bij een lichte, zandige textuur de kans op uitspoeling in de beschouwde periode groter is dan op zwaardere texturen (zandleem, leem, klei), terwijl in de zwaardere texturen denitrificatieverliezen groter kunnen zijn.



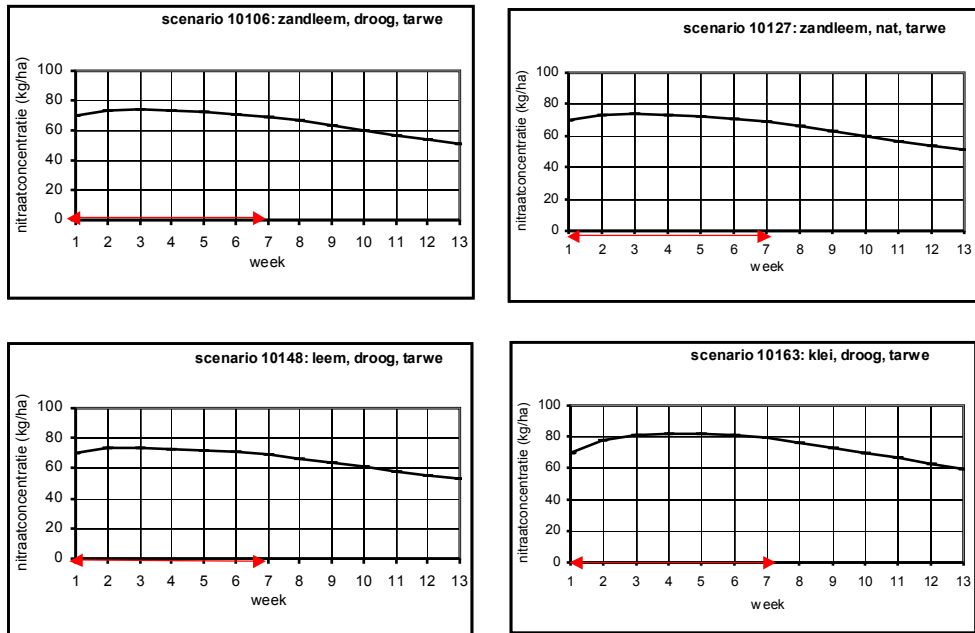
Figuur 3.1: Grafische voorstelling van de wekelijkse evolutie van het nitraatstikstofresidu (residu op 1 oktober:  $70 \text{ kg NO}_3\text{-N ha}^{-1}$ ) voor verschillende oogstresten



Figuur 3.2: Evolutie van het nitraatstikstofresidu op een zandleembodem met oogstresten van bloemkool. Verdeling van het nitraatstikstofresidu op 1 oktober van 50 kg  $\text{NO}_3\text{-N ha}^{-1}$  over de bodemlagen 0-30 cm, 30-60 cm en 60-90 cm is resp. 50 %-25 %-25 % (links), 33 %-33 %-33 % (midden) en 25 %-25 %-50 % (rechts).



Figuur 3.3: Gemiddelde evolutie van nitraatstikstofresidu bij een initieel residu van 70 kg  $\text{NO}_3\text{-N ha}^{-1}$  op 1 oktober en dit voor de oogstrest aardappel, bij verschillende textuur en hydrologische conditie. De pijl geeft de officiële staalnameperiode aan (1 oktober-15 november).



Figuur 3.4: Gemiddelde evolutie van nitraatstikstofresidu bij een initieel residu van 70 kg NO<sub>3</sub>-N ha<sup>-1</sup> op 1 oktober en dit voor de oogstrest wintertarwe, bij verschillende textuur en hydrologische conditie. De pijl geeft de officiële staalnameperiode aan (1 oktober-15 november).

## 3.2.2 Literatuur

### 3.2.2.1 Organische bemesting

De toediening van dierlijke mest is in Vlaanderen toegelaten tot 21 september in de algemene gebieden en in de kwetsbare gebieden tot 1 september. In Tabel 3.1 wordt een overzicht gegeven van de maandelijkse afbraak van organische stikstof dierlijke mest per 10 m<sup>3</sup> (Lammers, 1983; Beijer en Westhoek, 1996) gedurende de maanden september, oktober, november en december.

Uit deze tabel blijkt dat wanneer bijvoorbeeld 20 ton ha<sup>-1</sup> varkensdrijfmest wordt toegediend op 1 september, hieruit ongeveer 6 kg N gemineraliseerd wordt tussen 1 oktober en 15 november. Bovendien wordt ook nog uit de organische stof van de bodem stikstof vrijgesteld.

Tabel 3.1: Mineralisatie van gemakkelijk afbreekbaar organische stikstof in dierlijke mest (uitgedrukt in kg N per maand per 10 m<sup>3</sup>), in functie van het type drijfmest en toedieningstijdstip (naar Lammers, 1983), in de veronderstelling dat runderdrijfmest en varkensdrijfmest resp. 12 en 20 kg gemakkelijk afbreekbare N per 10 m<sup>3</sup> bevatten (Beijer en Westhoek, 1996)

Type	Tijdstip van toediening	maand			
		sept	okt	nov	dec
Runderdrijfmest	1 maart	1.0	0.6	0.3	0.2
	1 september	2.2	1.2	0.7	0.5
Varkensdrijfmest	1 maart	1.5	0.8	0.4	0.3
	1 september	4.6	2.4	1.3	0.9

### 3.2.2.2 Mineralisatie van vers organisch materiaal

Uit Figuur 3.1 blijkt dat hoofdzakelijk het type oogstrest (oogsttijdstip, hoeveelheid en samenstelling van de gewasresten) of het gewas (groenbemester/gras) en de temperatuur en neerslag in de beschouwde periode de temporele variabiliteit van het nitraatstikstofresidu bepalen. Bij gewassen met oogstresten met een hoge C/N-verhouding (bv. wintertarwe) wordt na de oogst in eerste instantie minerale stikstof vastgelegd. Later in de herfst en in de winter komt een deel van deze vastgelegde stikstof weer vrij. Bij gewassen met intermediaire C/N-verhouding (zoals suikerbieten) wordt na de oogst meestal enige stikstof geïmmobiliseerd, maar al heel snel zal mineralisatie overheersen. Bij gewassen met oogstresten met een lage C/N-verhouding (zoals groenten) vindt al snel na de oogst een forse stikstofmineralisatie plaats. Afhankelijk van het oogsttijdstip kan na de teelt van bv. bloemkool voor november al veel stikstof vrijgezet worden (Corré, 1994).

Oogstresten van groenten, in het bijzonder koolgewassen, zijn typische voorbeelden van gewasresten die rijk zijn aan stikstof (Wehrmann en Scharpf, 1987; Rahn *et al.*, 1992). Omwille van een snelle N-mineralisatie (De Neve *et al.*, 1994; De Neve en Hofman, 1996) kan stikstof van oogstresten van koolgewassen ingewerkt in de herfst voor de start van de winterperiode reeds vrijgesteld worden.

Door Schröder (2002) werd een schatting gemaakt van de stikstofmineralisatie uit oogstresten vanaf de oogst tot 1 december. De resultaten worden weergegeven in Tabel 3.2.



Tabel 3.2: Karakteristieken van de oogstresten en geschatte mineralisatie van gemakkelijk afbreekbaar organische stikstof van gewasresten (kg N per ha) vanaf de oogst tot 1 december (naar Schröder, 2002)

Gewas	Oogstdatum	Mineralisatie tot 1 december
wintertarwe	15 augustus	-31
wintergerst	25 juli	-30
voedermaïs	15 september	1
suikerbieten	25 oktober	11
aardappelen	15 augustus	6
	20 september	4
	1 oktober	3
	10 oktober	3
uien	1 september	1
wortelen	15 september	2
	1 november	3
cichorei	1 november	3
spruitkool	25 augustus	40
	1 oktober	21
ijsbergsla	15 juni	50
	1 augustus	31
	25 september	14
broccoli	10 augustus	62
bloemkool	15 augustus	45
knolselder	15 november	3
prei	1 oktober	11
chinese kool	25 juli	31
	15 september	16
erwten	1 juli	116
bonen	1 oktober	17
witte kool	10 november	6

### 3.2.2.3 Weersomstandigheden

De neerslag en temperatuur in de beschouwde periode spelen ook een rol in de evolutie van het nitraatstikstofresidu omdat deze factoren de verschillende bodemprocessen beïnvloeden.

Immobilisatie wordt, evenals mineralisatie, bevorderd door een hoge temperatuur en vochtigheid van de bodem. Minerale stikstof kan verdwijnen door uitspoeling of denitrificatie. Uitspoeling is belangrijker naarmate meer neerslag valt. Vooral op lichte gronden wordt het waterbergend vermogen in deze periode vaak overschreden. Denitrificatie wordt bevorderd door hoge temperaturen en vochtigheid van de bodem en is belangrijker op zwaardere gronden (N-(eco)<sup>2</sup> eindrapporten 1 en 2).

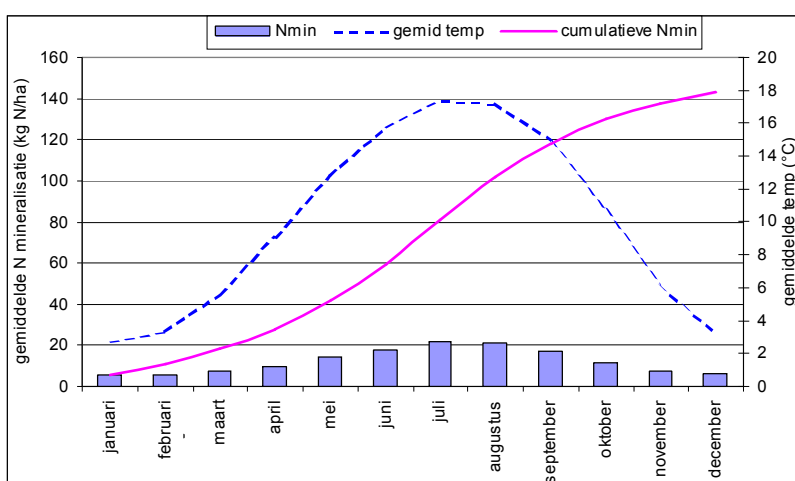
Figuren 3.1 en 3.2 tonen aan dat over het algemeen de hoogste residu's gesimuleerd worden in de droogste en warmste oktober-november-december-periode, vervolgens bij de 'gemiddelde' weerscondities (dit is het gemiddelde gesimuleerde verloop van het nitraatstikstofresidu over 30 jaar). De laagste residu's worden gesimuleerd in de natste en koudste oktober-november-december-periode.

Deze volgorde is aannemelijk aangezien vrijzetting van stikstof door mineralisatie slechts kan optreden bij voldoende hoge temperaturen en aangezien denitrificatie- en voornamelijk uitspoelingsverliezen belangrijk kunnen zijn onder natte weersomstandigheden.

### 3.2.2.4 Mineralisatie van bodemhumus

In het kader van het N-(eco)<sup>2</sup> project werd de mineralisatiesnelheid uit bodemorganische stof bepaald op 20 Vlaamse bodems door middel van een langdurige incubatieproef op 25°C (eindrapport 2). In Figuur 3.5 worden de maandelijkse gemiddelde mineralisatie, de gemiddelde temperatuur en de cumulatieve mineralisatie weergegeven. Op de zand-, zandleem- en leemgronden werd in deze proef een gemiddelde mineralisatiesnelheid van respectievelijk 1.64 kg N/ha/dag, 1.05 kg N/ha/dag en 0.93 kg N/ha/dag bepaald. Uit het onderzoek bleek dat mineralisatie voornamelijk optrad in de bovenste 30 cm van het bodemprofiel wegens de aanwezigheid van micro-organismen en organische koolstof in deze bodemlaag. De globale gemiddelde mineralisatiesnelheid bij 25°C bedroeg 1.39 kg N per ha per dag. Via een temperatuursreductiefactor werd de gemiddelde mineralisatie per maand berekend aan de hand van de gemiddelde temperaturen opgemeten in het weerstation van Ukkel en in de veronderstelling dat de vochtvoorziening optimaal is. Wanneer tijdens het groeiseizoen een droogte-periode voorkomt, is de mineralisatie geringer. Tevens dient opgemerkt dat de mineralisatiemetingen werden uitgevoerd op gestoorde bodems onder optimale labo-omstandigheden waardoor het rechtstreeks omzetten naar N-mineralisatie in veldomstandigheden met enige omzichtigheid dient te gebeuren.

Uit Figuur 3.5 volgt dat in oktober gemiddeld 11.5 kg N ha<sup>-1</sup> wordt vrijgezet, in november 7.5 kg N ha<sup>-1</sup> en in december 6 kg N ha<sup>-1</sup>.



Figuur 3.5: Gemiddelde temperatuur te Ukkel en de op basis hiervan geschatte maandelijkse en cumulatieve mineralisatie

### 3.2.2.5 Daling van minerale stikstof in het bodemprofiel door groenbemesters

Het inzaaien van een groenbemester in het najaar kan, indien dit vroeg genoeg gebeurt, een belangrijk deel van de stikstof in de bodem opnemen en op deze wijze migratie naar diepere lagen verhinderen (Tabel 3.3, Tabel 3.4). Daarnaast wordt door transpiratie van het gewas de neerwaartse waterbeweging en dus de N-uitspoeling beperkt. Door Ninane *et al.* (1995) werd aangetoond dat de N-opname door groenbemesters afhankelijk is van de zaaidatum. Om een voldoende hoge N-opname te realiseren moeten de groenbemesters voor 1 september ingezaaid worden om het stikstofresidu in de bodem gevoelig te verlagen.

Op basis van meerdere proefveldresultaten werd aangetoond dat een bladachtige of grasachtige groenbemester tussen 1 september en 1 november zonder problemen  $50 \text{ kg N ha}^{-1}$  kan opnemen wanneer deze gezaaid wordt vóór 1 september. Zelfs bij een beperkte N-gift kan dit nog oplopen bij een vroege zaai en gunstige weersomstandigheden. Schröder (1997) gaf aan dat de N-opname door een groenbemester sterk geassocieerd is met de zaaidatum: indien de groenbemester gezaaid wordt op 15 augustus resp. 15 september en 15 oktober, wordt er 76, 33 en  $2 \text{ kg N ha}^{-1}$  opgenomen door de bovengrondse plantedelen. Een bijkomende hoeveelheid stikstof van 10 tot  $20 \text{ kg N ha}^{-1}$  is opgenomen in de stoppel en de wortels.

Uit de simulatieresultaten in Figuur 3.1 blijkt dat wanneer een groenbemester of gras is ingezaaid het nitraatstikstofresidu afneemt van begin oktober tot begin november met ongeveer  $20 \text{ kg N ha}^{-1}$ .

Tabel 3.3: Landbouwcentrum Granen Vlaanderen- N-opname door groenbesters, proefveld te Kessel-Lo, 1999 (Ver Elst, 2000)

Groenbemester	Bemesting	N-opname ( $\text{kg N ha}^{-1}$ )
raaigras	$25 \text{ ton ha}^{-1}$ zeugendrijfmest	96
mosterd	$25 \text{ ton ha}^{-1}$ zeugendrijfmest	118
raaigras	$0 \text{ kg N ha}^{-1}$	42
mosterd	$0 \text{ kg N ha}^{-1}$	55
raaigras	$50 \text{ kg N ha}^{-1}$ mineraal	54
mosterd	$50 \text{ kg N ha}^{-1}$ mineraal	74

Tabel 3.4: Biomassaproductie en N-opname door groenbemesters in functie van het zaaitijdstip (Ninane *et al.*, 1995)

Groenbemester	Zaaidatum	N-bemesting (kg N ha <sup>-1</sup> )	Biomassa (ton DS ha <sup>-1</sup> )	N-opname (kg ha <sup>-1</sup> )
mosterd	13/08/90	60	5.8	100
		120	6.6	127
raaigras	27/07/90	60	6.4	143
		120	6.2	164
mosterd	29/08/91	0	3.5	71
		80	5	125
raaigras	06/08/91	0	6	50
		80	6.8	108
phacelia	06/08/91	0	3.5	49
		80	5.8	122
mosterd	27/08/92	0	3.4	73
		80	6.9	178
raaigras	29/07/92	0	4.5	72
		80	8.8	169
phacelia	29/07/92	0	5.9	86
		80	8.3	155
mosterd	17/08/93	0	3.2	50
		80	5.5	115
mosterd	30/08/93	0	2.4	53
		60	2.9	72
mosterd	13/09/93	0	0.7	30
		50	1.3	51

### 3.2.3 Berekeningen

Om na te gaan hoe het nitraatstikstofresidu evolueert binnen de periode 1 oktober – 15 november, kunnen enkele theoretische berekeningen gemaakt worden, gebaseerd op de literatuurgegevens.

#### Voorbeeld 1

Na de oogst van wintertarwe op 15 augustus wordt een groenbemester ingezaaid en wordt 20 ton ha<sup>-1</sup> varkensdrijfmest toegediend. Het nitraatstikstofresidu op 1 oktober bedraagt 70 kg NO<sub>3</sub>-N ha<sup>-1</sup>. Op basis van de geschatte mineralisatie uit oogstresten, organische mest en humus kan het nitraatstikstofresidu op 15 november berekend worden.

- nitraatstikstofresidu op 1 oktober + 70 kg NO<sub>3</sub>-N ha<sup>-1</sup>
- mineralisatie 1 oktober-15 november
  - oogstresten + 0 kg NO<sub>3</sub>-N ha<sup>-1</sup> (Tabel 3.2)
  - humus + 15 kg NO<sub>3</sub>-N ha<sup>-1</sup> (Fig. 3.5)
  - organische mest + 6 kg N ha<sup>-1</sup> (Tabel 3.1)
- atmosferische depositie 1 oktober – 15 november + 4 kg N ha<sup>-1</sup> (§ 3.1)

- opname groenbemester tussen 1 okt en 15 nov - 30 kg N ha<sup>-1</sup> (§ 3.2.2.5)
- berekend nitraatstikstofresidu op 15 november indien verondersteld wordt dat er geen uitspoelingsverliezen zijn opgetreden 65 kg NO<sub>3</sub>-N ha<sup>-1</sup>
- gesimuleerd nitraatstikstofresidu op 15 november (week 7) 50 kg NO<sub>3</sub>-N ha<sup>-1</sup> (Figuur 3.1)

#### Voorbeeld 2

Er wordt 50 ton ha<sup>-1</sup> runderdrijfmest toegediend aan maïs in april. De maïs wordt geoogst op 1 oktober. Het nitraatstikstofresidu op 1 oktober is 70 kg NO<sub>3</sub>-N ha<sup>-1</sup>.

- nitraatstikstofresidu op 1 oktober + 70 kg NO<sub>3</sub>-N ha<sup>-1</sup>
- mineralisatie 1 oktober-15 november
  - oogstresten + 1 kg NO<sub>3</sub>-N ha<sup>-1</sup> (Tabel 3.2)
  - humus + 15 kg NO<sub>3</sub>-N ha<sup>-1</sup> (Fig. 3.5)
  - organische mest + 4 kg N ha<sup>-1</sup> (Tabel 3.1)
- atmosferische depositie 1 oktober-15 november + 4 kg N ha<sup>-1</sup> (§ 3.1)
- berekend nitraatstikstofresidu op 15 november indien verondersteld wordt dat er geen uitspoelingsverliezen zijn opgetreden 94 kg NO<sub>3</sub>-N ha<sup>-1</sup>
- gesimuleerd nitraatstikstofresidu op 15 november (week 7) 70 kg NO<sub>3</sub>-N ha<sup>-1</sup> (Figuur 3.1)

Het verschil tussen het berekende en het gesimuleerde nitraatstikstofresidu is te wijten aan onzekerheden bij de modellering (hiervoor wordt verwezen naar de foutenanalyse, eindrapport 4), onnauwkeurigheid van de schattingen van de deelprocessen en het niet in rekening brengen van immobilisatie, nitraatuitspoeling en denitrificatieverliezen in de berekeningen.

### 3.3 Besluit

Er wordt voorgesteld om voor de eerste 7 weken (dit is de officiële staalnameperiode van 1 oktober tot 15 november) de temporele variabiliteit van het nitraatstikstofresidu buiten beschouwing te laten, uitgezonderd voor de oogstrest bloemkool en soortgelijke groenten met gemakkelijk mineraliseerbare oogstresten (Tabel 3.2) en in het geval van gras en groenbemesters. Voor de oogstrest bloemkool zal, bij een bepaald maximaal toegelaten nitraatstikstofresidu op 1 oktober, het overeenkomstige residu 7 weken later reeds geleidelijk toegenomen zijn met gemiddeld 20 kg NO<sub>3</sub>-N ha<sup>-1</sup>. Indien het perceel begroeid is met gras of een groenbemester zal het maximaal toelaatbaar nitraatstikstofresidu op 15 november ten opzichte van dit op 1 oktober zijn afgenomen met gemiddeld 20 kg NO<sub>3</sub>-N ha<sup>-1</sup>.

Voor de andere teelten blijft het nitraatstikstofresidu vrijwel constant gedurende de periode 1 oktober-15 november en is een aanpassing van de grenswaarde in functie van het staalnametijdstip bijgevolg niet noodzakelijk.

## 4 Literatuur

- Addiscott, T.M., Whitmore, A.P. and Powlson, D.S. (1991). Farming, fertilizers and the nitrate problem. CAB International, Wallingford.
- Afzal, M., and Adams, W.A. (1992). Heterogeneity of soil mineral nitrogen in pasture grazed by cattle. *Soil Science Society of America Journal*, 56:1160-1166.
- Allen, S.E. and Grimshaw, H.M. (1962). Effect of low temperature storage on the extractable nutrient in soils. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 13:525-529.
- Baker, D.G., Kanwar, R.S. & Baker, J.L. (1989). Sample volume effect on the determination of nitrate-nitrogen in the soil profile. *Transactions of the American Society of Agricultural Engineers*, 32:934-938.
- Beijer, L. en Westhoek, H. (1996). Meststoffen voor de rundveehouderij. Publicatie 17, Informatie- en Kennis Centrum Landbouw, Ede, 109 p.
- Bogaert, N., Vermoesen, A., Salomez, J., Hofman, G., Van Cleemput, O. en Van Meirvenne, M. (2000). Within-field variability of mineral nitrogen in grassland. *Biology and Fertility of Soils*, 32:186-193.
- Boon, R. (1979). Resultaten van stikstofopzoeken. *Agricultura*, 27(3) : 331-382.
- Bremner, J.M. (1965). Inorganic forms of nitrogen. In: Black, C.A., Evans, D.D., White, J.L., Ensminger, L.E. & Clark, F.E. (eds.) *Methods of Soil Analysis, Part 2, Chemical and Microbiological Properties*, Agronomy 9, American Society of Agronomy, Madison, Wisconsin, USA, 1179-1237.
- Cahn, M.D., Hummel, J.W., and Brouer, B.H. (1994). Spatial analysis of soil fertility for site-specific crop management. *Soil Science Society of America Journal*, 58:1240-1248.
- Cameron, K.C. and Wild, A. (1984). Potential aquifer pollution from nitrate leaching following plowing of temporary grassland. *J. Environ. Qual.*, 13:274-277.
- Clement, C.R. and Williams, T.E. (1962). Leys and soil organic matter. The accumulation of organic carbon in soils under different leys. *J. Agr. Sci.* 63, 243.
- Cline, M.G. (1944). Principles of soil sampling. *Soil Science*, 58:275-288.
- Corré, W.J. (1994). Bepaling van de hoeveelheid minerale stikstof in de bodem in het najaar als instrument voor het te voeren stikstofbeleid. Rapport 21. DLO-instituut voor Agrobiologisch en Bodemvruchtbaarheidsonderzoek, Haren.
- Cunningham, R.K. (1962). Mineral nitrogen in tropical soils. *The Journal of Agricultural Science*, 59:257-262.
- Cuttle, S.P. and Bourne, P.C. (1993). Uptake and leaching of nitrogen from artificial urine applied to grassland on different dates during the growing season. *Plant and Soil*, 150:77-86.

Dahiya, I.S., Anluf, R., Kersebaum, K.C. and Richter, J. (1984). Spatial variability of some nutrient constituents of an Alfisol from loess I. Classical statistical analysis. *Zeitschrift für Pflanzenernährung und Bodenkunde*, 147:695-703.

Dampney, P.M.R., Goodlass, G., Riding, A.E. and Froment, M.A. (1997). Spatial variation of soil mineral nitrogen in two arable fields in England and the implications for decision processes on nitrogen fertilizer use, In: *Fertilization for sustainable plant production and soil fertility*. 11<sup>th</sup> World Fertilizer Congress of CIEC, Van Cleemput O. *et al* (Eds), Vol III:155-161.

De Brucker, N., Van Bree, P. (1999). Interlaboratoriumvergelijking voor analyse van dierlijke mest, kunstmest, water, bodem en veevoeder. Studie uitgevoerd in opdracht van VLM. 1999/DIA/R/146-1.

De Neve, S., Pannier J. en Hofman, G. (1994). Fractionation of vegetable crop residues in relation to *in situ* N mineralization. *European Journal of Agronomy*, 3:267-272.

De Neve, S. en Hofman, G. (1996). Modelling N mineralization of vegetable crop residues during laboratory incubations. *Soil Biology and Biochemistry*, 28:1451-1457.

Esala, M.J. (1996). Is deep-freezing a safe method for storing soil samples for inorganic nitrogen determination? In: Van Cleemput, O., Hofman, G. & Vermoesen, A. (eds.) *Progress in Nitrogen Cycling Studies*, 705-708.

Froment, M.A., Chalmers, A.G., Peel, S.P., and Dawson, C.J. (1996). The use of grid soil sampling to measure soil nutrient variation within intensively managed grass field in the UK. In: *Proceedings of the 3<sup>rd</sup> International Conference for Precision agriculture*. Robert, P.C., Rost, R.H. and Larson, W.E. (eds). Minneapolis, Minnesota, 227-236.

Gasser, J.K.R. (1958). Use of deep-freezing in the preservation and preparation of fresh soil samples. *Nature*, 181:1334-1335.

Gasser, J.K.R. (1961). Effects of air-drying and air-dry storage on the mineralisable nitrogen in soils. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 12:778-781.

Hack-ten Broeke, M.J.D., Van der Putten, A.H.J., Corré, W.J. en Hassink, J. (1996). Stikstofverliezen naar het milieu. In: J.W.G.M. Loonen & W.E.M. Bach-de Wit (eds.), *Stikstof in Beeld; Naar een nieuw bemestingsadvies op grasland. Onderzoek inzake de mest-en ammoniakproblematiek in de veehouderij* 20, p 78-98.

Harding, D.E. and Ross, D.J. (1964). Some factors in low temperature storage influencing the mineralisable nitrogen of soils. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 15:829-834.

Hofman, G., Ossemerct, C. & Ide, G. (1980). Interacties bij de ammonium- en nitraatstikstofbepalingen in grondmonsters met behulp van ion-specifieke elektroden. *Mededelingen Faculteit Landbouwwetenschappen, Rijksuniversiteit Gent*, 45:1305-1313.

Jager, G. en Biewenga, E.O. (1977). Het vrijkomen van ammonium en  $\alpha$ -aminostikstof uit grond onder invloed van factoren die ongunstig zijn voor het bodemleven. *Instituut voor bodemvruchtbaarheid, Haren, Nederland, Nota 31*, 1-31.

Karlen, D.L., Cambardella, C.A. and Colvin, T.S. (1996). Soil test variability in adjacent Iowa fields. Proceedings of the 3<sup>rd</sup> International Conference for Precision agriculture. Robert, P.C., Rost, R.H. and Larson, W.E. (eds). Minneapolis, Minnesota, 237-244.

Keeney, D.R. & Nelson, D.W. (1982). Nitrogen- inorganic forms. In: Page, A.L., Miller, R.H. & Keeney, D.R. (eds.) Methods of Soil Analysis, Part 2, Chemical and Microbiological Properties, Second Edition, Agronomy 9, American Society of Agronomy, Madison, Wisconsin, USA, 643-698.

Lammers, H.W. (1983). Gevolgen voor het gebruik van organische mest op bouwland. Wageningen, Consulentenschap voor Bodemaangelegenheden in de landbouw, 44 p.

Laslett, G.M., Mc Bratney, A.B., Pahl, P.J. and Hutchinson, M.F. (1987). Comparison of spatial prediction methods for soil pH. *J. Soil Science*, 38:325-341.

Lewis, D.G. (1961). Determination of anorganic nitrogen in soil. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 12:735-742.

Millimonka, A., Richter, K., Jurkschat, M. and Ebel, G. (1994). Changes in quantity of mineral soil nitrogen below different pasture ranges in an extensively managed pasture. In: Grassland and Society: Proceedings of the 15<sup>th</sup> general meeting of the European Grassland Federation, June 6-9, 1994, Wageningen. Wageningen Pers, 1994, 423-428.

Nelson, D.W. and Bremner, J.M. (1972). Preservation of soil samples for inorganic nitrogen analysis. *Agronomy Journal*, 64:196-199.

Ninane, V., Goffart, J.-P., Meeus-Verdinne, K. Destain, J.-P., Guiot, J. and François, E. (1995). Inbreng van organisch materiaal en de gevolgen op landbouwkundig en milieukundig vlak. In: Landbouwkundige en milieugerichte functies van de organische stof in de bodem. Comité voor Onderzoek van de Organische Stof in de Bodem. Eds. Geypens, M. en Honnay, J.P.

Parkin, T.B. (1987). Soil microsites as a source of denitrification variability. *Soil Science Society of America Journal*, 51:1194-1199.

Rahn, C.R., Vaidyanathan, L.V. en Paterson, C.D. (1992). Nitrogen residues from Brassica crops. *Aspects of Applied Biology*, 30:263-270.

Rice, R.C. en Bowman, R.S. (1988). Effect of sample size on parameter estimates in solute transport experiments. *Soil Science*, 146:108-112.

Robinson, J.B.D. (1967). The preservation unaltered of mineral nitrogen in tropical soils and soil extracts. *Plant and Soil*, 27:53-80.

Selmer-Olsen, A.R., Oien, A. en Baerug, R. (1971). Pretreatment and storage of soil samples prior to mineral nitrogen determination. *Acta Agriculturae Scandinavica.*, 21, 57.

Schröder, J.J. (1997). Estimates of the carbon and nitrogen yield of shoots and roots of cover crops. In: J.J. Schröder (Ed). Long term reduction of nitrate leaching by cover crops. Second Progress Report EU Concerted Action 2108 AIR3, 81-93.



- Schröder, J.J. (2002). Post harvest changes in residual soil mineral nitrogen. In: A review of potential indicators for nitrate loss from cropping and farming systems in the Netherlands. Eds: H.F.M. ten Berge, Plant Research International BV, Wageningen.
- Sherwood, M. (1986). Nitrate leaching following application of slurry and urine to field plots. In: Dam Kofoed, A. Williams, J.H. and L'Hermite, P. (eds). Efficient land use of sludge and manure. Elsevier, London, p 150 – 157.
- Starr, J.L., Parkin, T.B., Meisinger, J.J. (1992). Sample size consideration in the determination of soil nitrate. *Soil Science Society of America Journal*, 56:1824-1830.
- Storrier, R.R. (1966). The pretreatment and storage of samples for nitrogen analysis. *Journal of the Australian Institute for Agricultural Science*, 106-113.
- Tabor, J.A., Warrick, A.W., Myers, D.E., and Pennington, D.A. (1985). Spatial variability of nitrate in irrigated cotton:II. Soil nitrate and correlated variables. *Soil Science Society of America Journal*, 49:390-394.
- Tan, K.H. (1996). *Soil sampling, preparation and analysis*. Marcel Dekker, Inc., New York.
- Timmons, D.R., Kilmer, V.J. en Stahly, V.F. (1961). A possible source of serious error in the determination of nitrate production in soils. *Soil Science Society of America Proceedings*, 25: 328.
- Twisk, W., Vos, P. en ter Keurs, W.J. (1993). Controlemetingen van minerale stikstof in het najaar in de bodem op landbouwgronden: is dat te betalen en te organiseren? *H<sub>2</sub>O*, 26:508-512.
- Van der Putten, A.H.J. en Vellinga, T.V. (1996). De invloed van graslandgebruik op de benutting van toegediende stikstof. In: J.W.G.M. Loonen en W.E.M. Bach-de Wit (eds.), *Stikstof in Beeld; Naar een nieuw bemestingsadvies op grasland. Onderzoek inzake de mest-en ammoniakproblematiek in de veehouderij* 20, p 36-59.
- Van Meirvenne, M. (1991). *Characterization of soil spatial variation using geostatistics*. Doctoraatsthesis, Faculteit Landbouwkundige en Toegepaste Biologische Wetenschappen, Universiteit Gent, 168 p.
- Van Meirvenne, M. and Hofman, G. (1989). Spatial variability of soil nitrate nitrogen after potatoes and its change during winter. *Plant and Soil*, 120:103-110.
- Ver Elst, P. (2000). Groenbemesters als stikstofvangplant na granen en stikstofleverancier voor de volgteelt. Landbouwcentrum Granen Vlaanderen. Resultaten wintergerst, wintertarwe en triticale, oogst 2000.
- Walsh, L.M. and Murdock, J.T. (1960). Native fixed ammonium and fixation of applied ammonium in several Wisconsin soils. *Soil Science*, 89: 183-193.
- Wehrmann, J. and Scharpf, H.C. (1987). Reduction of nitrate leaching in a vegetable farm. In: *Protection of Water Quality from Harmful Emissions with Special Regard to Nitrate and Heavy Metals*. 5<sup>th</sup> International Symposium of CIEC, Welte, E. en Szalbocs, I. (eds). p 247-253. Balatonfüred, Hongarije.

West, C.P., Mallarino, A.P., Wedin, W.F., and Marx, D.B. (1989). Spatial variability of soil chemical properties in grazed pastures. *Soil Science Society of America Journal*, 53:784-789.

Westfall, D.G., Henson, M.A. & Evans, E.P. (1978). The effect of soil sampling handling between collection and drying on nitrate concentration. *Communications in Soil Science and Plant analysis*, 9:169-185.

White, R.E., Haigh, R.A., and Macduff, J.H. (1987). Frequency distributions and spatially dependent variability of ammonium and nitrate concentrations in soil under grazed and ungrazed grassland. *Fertilizer Research*, 11:193-208.