



Praktijkrapport Rundvee 65

Monstername en analyse N-mineraal in de bodem en nitraat in het grondwater



Februari 2005

Rundvee





Colofon

Uitgever

Animal Sciences Group / Praktijkonderzoek
Postbus 65, 8200 AB Lelystad
Telefoon 0320 – 238 238
Fax 0320 – 238 050
E-mail info.po.asg@wur.nl
Internet <http://www.asg.wur.nl/po>

Redactie en fotografie

Praktijkonderzoek

© Animal Sciences Group

Het is verboden zonder schriftelijke toestemming van de uitgever deze uitgave of delen van deze uitgave te kopiëren, te vermenigvuldigen, digitaal om te zetten of op een andere wijze beschikbaar te stellen.

Aansprakelijkheid

Animal Sciences Group aanvaardt geen aansprakelijkheid voor eventuele schade voortvloeiend uit het gebruik van de resultaten van dit onderzoek of de toepassing van de adviezen

Bestellen

ISSN 1570-8616
Eerste druk 2005/oplage 100
Prijs € 17,50

Losse nummers zijn per E-mail of via de website te bestellen bij de uitgever.

Referaat

ISSN 1570-8616

Hoving, I.E. (Praktijkonderzoek-ASG)

Beschrijving methoden en -technieken van bemonstering bodem op N-mineraal en grondwater op nitraat toegepast in het project Sturen Op Nitraat.

PraktijkRapport 65

32 pagina's, 11 figuren, 1 tabel

Trefwoorden: monstername, N-mineraal, nitraat, protocol, Nitrachek, arbeid



Praktijkrapport Rundvee 65

Monstername en analyse N-mineraal in de bodem en nitraat in het grondwater

I.E. Hoving (Praktijkonderzoek-ASG)
H. Everts (Praktijkonderzoek-ASG)
W.J. Chardon (Alterra)

Februari 2005

Voorwoord

De serie 'Sturen Op Nitraat' bundelt de onderzoeksresultaten van het gelijknamige project. Het project wordt uitgevoerd in opdracht van het Ministerie van Landbouw, Natuur en Voedselkwaliteit en het Ministerie van Volkshuisvesting, Ruimtelijke Ordening en Milieubeheer. Doel is een handzame indicator voor nitraatbelasting van grondwater te ontwikkelen, zowel ten behoeve van monitoringsdoeleinden als van sturing in de landbouwpraktijk.

Het project wordt uitgevoerd door onderzoekspartners Alterra Research Instituut voor de Groen Ruimte, Praktijkonderzoek Plant en Omgeving (PPO), Praktijkonderzoek van de Animal Sciences Group (P-ASG), CLM Onderzoek en Advies B.V. en Plant Research International B.V. (PRI).

Het project Sturen is opgedeeld in deelprojecten. De projectleider van het totale project is Dethmer Boels (Alterra). In dit rapport worden details beschreven rond de bemonstering van N-mineraal in de bodem en nitraat in het grondwater zoals die voor het project in zijn algemeenheid zijn uitgevoerd en maakt zodoende niet specifiek deel uit van één van de deelprojecten. Tevens zijn de analysemethoden beschreven van zowel nitraat als N-mineraal.

Idse Hoving (P-ASG)
Harm Everts (P-ASG)
Wim Chardon (Alterra)

Samenvatting

Het nitraatgedeelte van de hoeveelheid N-mineraal in het najaar, gesommeerd over de drie bodemlagen (i.e. 0-90 cm) blijkt de beste indicator te zijn voor nitraatuitspoeling. Ook op regionale schaal geeft bemonstering van N-mineraal in de bodem een goede voorspelling van nitraat in het grondwater. Deze resultaten bieden perspectief voor praktische toepassing van N-mineraal als indicator voor nitraatuitspoeling. Dit betekent dat in de toekomst nog veel veldmonsters genomen worden. In dit rapport is een beschrijving gegeven van de bemonsteringmethoden en -technieken van bodem en grondwater toegepast in het project Sturen Op Nitraat. Het rapport kan een praktische leidraad bieden voor toekomstige monitoring en onderzoeksprojecten.

In Sturen Op Nitraat zijn in twee deelprojecten bodem- en grondwatermonsters genomen: 1 'Integrale analyse van bedrijfsgegevens' en 2 'Regionaal monitoringsconcept'. Voor beide deelprojecten zijn met een gestratificeerde aselechte steekproef de proefplekken bepaald. De strata zijn gedefinieerd als combinaties van vier factoren die belangrijk kunnen zijn voor nitraatuitspoeling: bedrijf, grondsoort, Gt-groep en gewasgroep. Binnen een bedrijf werden combinaties van grondsoort, Gt-groep en gewasgroep clusters genoemd. Van de proefplekken waren de X- en Y-coördinaten bekend die eenvoudig met een GPS gelokaliseerd konden worden. Voor de start van het veldwerk van Sturen Op Nitraat is een protocol opgesteld. Hierin staat hoe nieuwe proefplekken in het veld werden uitgezet aan de hand van gelote x-, y-coördinaten en welke gegevens van deze plekken werden geregistreerd.

Het handmatig steken van bodemmonsters of het boren van gaten voor het nemen van watermonsters is fysiek zwaar werk. Aangezien in het project enorme aantallen monsters genomen moesten worden is gedurende het project gezocht naar methoden om dit zware werk te verlichten. Het is gelukt om met een grotendeels uit Duitsland afkomstige techniek en deels met een eigen vinding de monsternamen van zowel N-mineraal in de bodem als nitraat in het grondwater vergaand te mechaniseren. Hierdoor is niet alleen het bemonsteren enorm vergemakkelijkt, maar ook de arbeidsproductiviteit sterk vergroot.

In het najaar (2000–2003) werden grondmonsters genomen voor bepaling van N-mineraal. Bij handmatig steken worden voor afzonderlijk te bemonsteren bodemlagen meerdere gatsboren gebruikt met verschillende diameters om vermenging van grond te voorkomen. Dit betekent dat per laag de monstergrootte sterk verschilt. Bij het mechanisch steken van een monster is volstaan met één gatsboor en is het volume van de verschillende bodemlagen wel even groot. Vermenging van grond tussen verschillende bodemlagen treedt niet op.

In het voorjaar (2001-2004) werd het grondwater bemonsterd en geanalyseerd op nitraat. Voor het maken van een boorgat op grasland en bouwland en voor het nemen van een watermonster is een protocol opgesteld. De watermonsters zijn genomen met een bemonsteringslans volgens een protocol van het RIVM. De watermonsters werden op clusterniveau samengevoegd tot een mengmonster en in het laboratorium geanalyseerd. Voor de zekerheid is tevens per boorpunt een sneltestanalyse uitgevoerd met de Nitrachek 404. De gemiddelde analyseresultaten per cluster van het voorjaar van 2003 en 2004 zijn gebruikt voor een vergelijking van de sneltestmethode en laboratoriumanalyse. Met de Nitrachek bleek het nitraatgehalte behoorlijk onderschat. De oorzaak kunnen we op basis van de gebruikte dataset niet verklaren. Analyse op basis van enkelvoudige waarnemingen geeft mogelijk een ander beeld en kan meer inzicht verschaffen in een eventuele afwijking.

Summary

The nitrate content of the amount of N-mineral in the fall, summed over the three soil layers (i.e. 0-90 cm) proved to be the best indicator of nitrate leaching. Also at a regional scale, sampling the N-mineral in the soil provides a good prediction of nitrate in the groundwater. These results offer possibilities of a practical application of N-mineral as an indicator of nitrate leaching. This would mean that in the future many more field samples are going to be taken. In this report an account was given of the methods and techniques of sampling soil and groundwater applied in the project Sturen op Nitraat (Control by Nitrate). In this way the report can be used as practical guidance in future monitoring and research projects.

In Sturen op Nitraat, soil and groundwater samples were taken in two sub-studies, i.e. 1) 'Integral analysis of farm data' and 2) 'regional monitoring concept'. For both sub-studies the experimental plots were determined by a stratified random sample. The strata were defined as combinations of four factors that could be important to nitrate leaching: farm, soil, Gt-group and crop group. Within a farm the combinations of soil, Gt-group and crop group were called clusters. Of the experimental plots those X- and Y-coordinates were known that could easily be localised by GPS. Before starting the fieldwork of Sturen op Nitraat a protocol was formulated, in which was described how new experimental sites were plotted on the basis of drawn x- and y-coordinates and which data were recorded of these sites.

Manually taking soil samples or drilling holes for taking water samples is hard work, physically speaking. Since in this project numerous samples had to be taken, methods that could ease this hard work were considered during the course of the project. We succeeded in drastically mechanising the sampling of the N-mineral in the soil and nitrate in the groundwater by a largely German technique and partly by our own invention. This not only eased the sampling considerably, but also the productivity was strongly increased.

In the fall (2000-2003) soil samples were taken for defining the N-mineral. When digging manually for the separate soil layers that had to be sampled, various shell-bit drills with different diameters were used, in order to prevent mixing of the soil. This meant that per layer the sample size differed considerably. When digging mechanically a sample, one shell-bit drill was sufficient and the volume of the different soil layers was equal in size. Mixing of the soil between the different soil layers did not occur.

In the spring (2001-2004) the groundwater was sampled and analysed for nitrate. For making a drill hole in grassland and cropland and for taking a water sample a protocol was formulated. The water samples were taken with a so-called sample lance according to the RIVM protocol. The water samples were combined at cluster level to a sample mix and analysed in the laboratory. Just to make sure, also a rapid test analysis was carried out per drill hole with the Nitratechek 404. The average analysis results per cluster of the spring of 2003 and that of 2004 were used for a comparison of the rapid test method and the laboratory analysis. With the Nitratechek the nitrate content proved to be considerably underestimated. The cause cannot be explained on the basis of the dataset used. Analysis on the basis of simple observations may give a different picture and may provide more insight into a possible deviation.

Inhoudsopgave

Voorwoord

Samenvatting

Summary

| | | |
|-----------|--|-----------|
| 1 | Inleiding | 1 |
| 2 | Werkwijze monstername en analyse | 2 |
| 2.1 | Proefplekken | 2 |
| 2.1.1 | Ontwikkeling indicator | 2 |
| 2.1.2 | Regionale monitoring..... | 3 |
| 2.2 | Bemonsteringsprotocol | 3 |
| 2.2.1 | Nieuwe proefplekken..... | 3 |
| 2.2.2 | Monstername nitraat | 4 |
| 2.2.3 | N-mineraal..... | 6 |
| 2.3 | Monsteranalyse | 6 |
| 2.3.1 | Sneltest nitraat | 6 |
| 2.3.2 | Laboratoriumanalyse nitraat en N-mineraal | 7 |
| 3 | Mechanisatie monstername | 8 |
| 3.1 | Grondmonstername Nmin | 8 |
| 3.2 | Bemonstering nitraat in het grondwater..... | 10 |
| 4 | Vergelijking sneltest en laboratoriumanalyses | 12 |
| 5 | Bemonsteringscapaciteit | 14 |
| 6 | Conclusies | 15 |
| | Literatuur | 16 |
| | Bijlagen | 17 |
| Bijlage 1 | Veldwerkprotocol StopNit 31-10-00..... | 17 |
| Bijlage 2 | Sturen op Nitraat: protocol nitraatbemonstering, versie 4-4-01 | 25 |
| Bijlage 3 | Bemonsteringslans en slangenpomp..... | 26 |
| Bijlage 4 | Voorschrift Nitrachek 404..... | 32 |

1 Inleiding

In dit rapport is in detail de methodiek beschreven van de bemonstering en analyse van de bodem op N-mineraal en het grondwater op nitraat voor het project Sturen Op Nitraat. Dit project is gericht op het vinden van een indicator waarmee de nitraatbelasting van het grondwater kan worden voorspeld. Mogelijke indicatoren zijn bedrijfs N-overschot (MINAS-benadering), perceeloverschot, N-mineraal in najaar of nitraat grondwater in voorjaar. De indicator moet bruikbaar zijn voor de boer zelf, voor overheden en voor drinkwaterbedrijven (Noij et al, 2001). Uit de analyse van de gegevens van de eerste drie meetseizoenen (2000/2001), 2001/2002 en 2002/2003) blijkt het nitraatgedeelte van de hoeveelheid N-mineraal in het najaar, gesommeerd over de drie bodemlagen (i.e. 0-90 cm) de beste indicator voor nitraatuitspoeling (Hack-ten Broeke et al., 2004). Dit resultaat biedt mogelijkheden voor een praktische toepasbare indicator op bedrijfsniveau. Ook op regionale schaal geeft bemonstering van N-mineraal in de bodem een goede voorspelling van nitraat in het grondwater (Roelsma et al., 2004).

Wanneer men N-mineraal in de toekomst daadwerkelijk als indicator voor nitraatuitspoeling gebruikt, dan betekent dit dat er in de toekomst nog veel veldmonsters genomen worden. De beschreven bemonsteringmethoden en -technieken van bodem en grondwater voor Sturen Op Nitraat kunnen dan een praktische leidraad bieden voor toekomstige monitoring en onderzoeksprojecten.

Gedurende het project is de monstername van de bodem en het grondwater vergaand gemechaniseerd. Hiervan is een beschrijving gegeven in hoofdstuk 3. Het handmatig steken van bodemmonsters of het boren van gaten voor het nemen van watermonsters is fysiek zwaar werk. Aangezien we voor het project enorme aantallen monsters moesten nemen, is gedurende het project gezocht naar methoden om dit zware werk te verlichten.

2 Werkwijze monsternamen en analyse

2.1 Proefplekken

In Sturen Op Nitraat zijn in twee deelprojecten (Noij et al, 2001) bodem- en grondwatermonsters genomen:

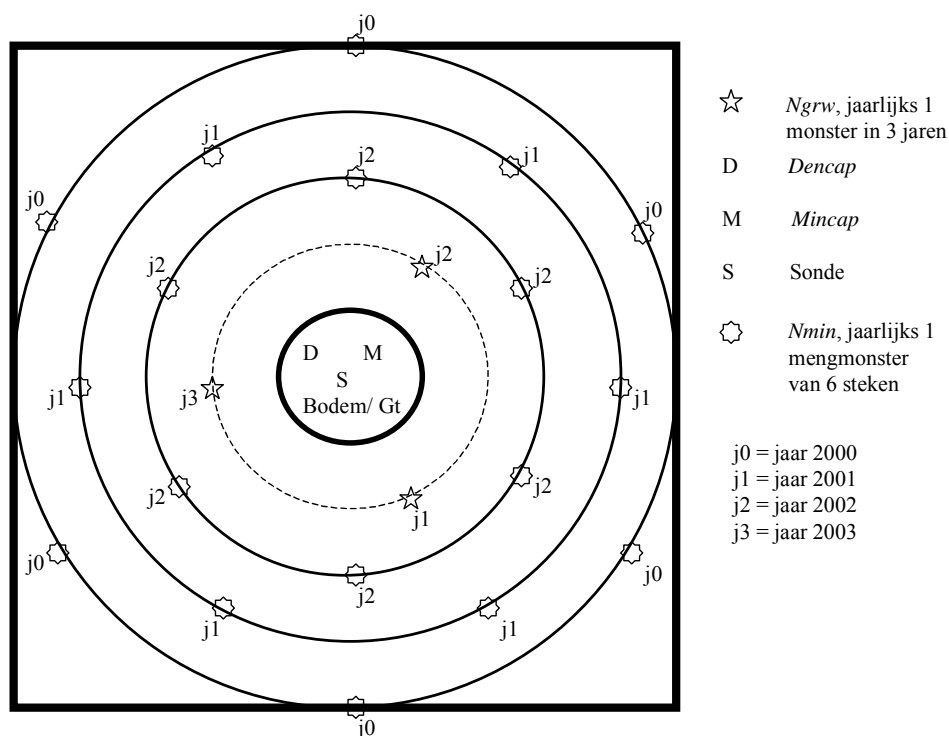
1. 'Integrale analyse van bedrijfsgegevens' gericht op het ontwikkelen van een indicator voor nitraatbelasting in het grondwater.
2. 'Regionaal monitoringsconcept' met doel het ontwikkelen van een methodiek waarbij op basis van N-mineraal in de bodem nitraatuitspoeling op regionale schaal voorspeld kan worden. Voor beide deelprojecten is in de volgende subparagrafen aangegeven hoe een proefplek gedefinieerd was.

2.1.1 Ontwikkeling indicator

In het najaar van 2000 zijn 478 proefplekken geloot met uiteenlopende grondwatertrap, gewas en bodemtype, geconcentreerd op de drogere zand- en lössgronden. Gekozen is voor een gestratificeerde aselechte steekproef met een voor het onderzoek zo gunstig mogelijke verdeling van steekproefplekken over de bedrijven, de voorkomende grondsoorten en grondwatertrappen en geteelde gewassen (Hack-ten Broeke et al., 2004). De strata zijn gedefinieerd als combinaties van vier factoren, die belangrijk kunnen zijn voor nitraatuitspoeling: bedrijf, grondsoort, Gt-groep en gewasgroep. Binnen een bedrijf werden combinaties van grondsoort, Gt-groep en gewasgroep clusters genoemd. De gewassen waren verdeeld over gras ($\pm 50\%$), akkerbouw ($\pm 30\%$) en tuinbouw ($\pm 20\%$). Meer informatie over de steekproefopzet en de wijze van loten staat beschreven in de rapportage van de gegevensverzameling van Sturen Op Nitraat (Smit et al., 2003).

Een proefplek moet men zien als een punt waarvan de coördinaten geloot zijn en gemarkeerd is met een sonde (electro-magnetische spoel) om herhaaldelijk exact dezelfde locatie te kunnen bemonsteren. De proefplekken waren bepaald voor de gehele projectduur, waarbij in het najaar van 2000 tot en met 2003 bodemmonsters werden genomen voor de bepaling van N-mineraal en in het voorjaar van 2001 tot en met 2004 grondwatermonsters voor analyse op nitraat. Om te voorkomen dat nieuwe monsters beïnvloed werden door eerdere bemonsteringen, hebben we de proefplekken bemonsterd volgens het schema in figuur 1. Voor aanvullende informatie is in het eerste jaar van elke proefplek een profielbeschrijving gemaakt en zijn de denitrificatiecapaciteit, de mineralisatiecapaciteit, N- en C-totaal bepaald.

Figuur 1 Bemonsteringsschema N-mineraal en nitraat in grondwater voor vier meetseizoenen in het deelproject 'ontwikkeling indicator'



2.1.2 Regionale monitoring

Evenals voor de indicatorontwikkeling zijn voor de regionale monitoring proefplekken geloot. Het bepalen van de steekproefgrootte en de selectie van de meetpunten staan beschreven in de handleiding van het regionaal nitraatmonitoringsconcept van Sturen op nitraat (Roelsma et al., 2003). In totaal zijn voor drie regionale toetsgebieden 260 proefplekken geloot. Van de proefplekken waren de X- en Y-coördinaten bekend die met een GPS gelokaliseerd konden worden. Voor de regionale monitoring was het van minder belang om telkens exact dezelfde plaats te bemonsteren dan voor de indicatorontwikkeling; daarom werden de proefplekken niet gemarkeerd met een sonde en werd geen bemonsteringsschema gehanteerd. Lokalisatie met GPS geeft een dermate grote afwijking dat de kans vrij gering is dat de monsternamen wordt verstoord door een vorige bemonstering.

2.2 Bemonsteringsprotocol

2.2.1 Nieuwe proefplekken

Voor de start van het veldwerk van Sturen Op Nitraat is een protocol opgesteld (bijlage 1). Hierin staat hoe nieuwe proefplekken in het veld werden uitgezet aan de hand van gelote x-, y-coördinaten en welke gegevens van deze plekken werden geregistreerd. Vermeld staat welke voorwaarden gelden voor een nieuwe proefplek. Soms is niet aan de voorwaarden voldaan en werd op basis van gelote reservepunten een nieuwe plaats bepaald. Pas bij monsternamen hebben we de codering van het monster bepaald, omdat die mede bepaald werd door het geteelde gewas. Op akkerbouwpercelen verandert het gewas op een perceel van jaar tot jaar door de gebruikelijke vruchtwisseling van gewassen. In het protocol staat tevens de plaatsbepaling van monsterpunten, zoals weergegeven in figuur 1 voor akkerbouw, snijmaïs en grasland met en zonder tijdstippenonderzoek van N-mineraal.

2.2.2 Monsternamen nitraat

In het voorjaar (maart/april) werd het grondwater bemonsterd en geanalyseerd op nitraat. Het protocol voor het maken van een boorgat op grasland en bouwland voor het nemen van een watermonster staat in bijlage 2. Tevens staat vermeld op welke wijze een grondmonster wordt genomen voor analyse van nitraat in bodemvocht bij diepe grondwaterstanden. Het doel van de nitraatmeting is nagaan of er een relatie bestaat tussen het nitraatgehalte in het voorjaar en het landbouwkundig handelen in het voorafgaande jaar, rekening houdend met de neerslag tijdens de tussenliggende winter. Om deze reden werd het grondwater niet bemonsterd wanneer dit dieper stond dan 1,50 m, omdat dieper liggend grondwater waarschijnlijk meer een afspiegeling is van verliezen uit eerdere jaren. Volgens het protocol wordt bij een diepe grondwaterstand met een gutsboor een bodemmonster genomen van de laag 120-180 cm –maaiveld. Bij een harde ondergrond is dit echter ondoenlijk en boort men handmatig met een edelmanboor tot 180 cm. Het boorsel uit de laag 120-180 cm spreidt men zorgvuldig uit op een schoon kleed, waarna vervolgens per laag van 10-15 cm submonsters worden genomen door een vuist grond uit het boorsel te nemen.

De watermonsters worden genomen met een bemonsteringslans volgens een protocol van het RIVM (bijlage 3). De watermonsters hebben we niet aangezuurd om ze te conserveren, maar werden uitsluitend gekoeld. Het op de juiste diepte brengen van het boorgat en het nemen van het watermonster staat geïllustreerd en beschreven in figuur 2.

Figuur 2 Praktische uitvoering bemonstering grondwater



Diepte boorgat onder grondwaterniveau

Aan een kleuromslag op de boor is te zien hoe diep het boorgat is ten opzichte van de grondwaterspiegel.



Bemonsteringslans

Wanneer het boorgat op diepte is, wordt in het gat een PVC-buis gestoken om grondwater op te kunnen pompen, een bemonsteringslans.



Wateraanvoer

Om het water op te kunnen pompen is in de lans een siliconen slangetje bevestigd die op 50 cm van de onderkant op de plaats wordt gehouden door een rubberen stop. Vanaf dit punt is de lans geperforeerd om het grondwater toe te kunnen laten stromen. In bijlage 3 staat een gedetailleerde tekening van een bemonsteringslans.



Water oppompen

Voor het oppompen van het water wordt het siliconen slangetje aangesloten op een slangenpomp van de firma Eijkelkamp. Het toerental van het pompje is afgestemd op de snelheid waarmee het grondwater toestroomt. Voor het nemen van een watermonster is gesteld dat men minimaal 1 liter water uit het boorgat moet oppompen totdat het water redelijk helder is en dat het water gefilterd moet worden (zie bijlage 3).



Filteren watermonster

Het water wordt gefilterd over een membraanfilter van 45µm. Hiervoor moet het water optisch redelijk helder zijn, omdat anders het filter onmiddellijk dicht gaat zitten en geen water meer doorlaat.

2.2.3 N-mineraal

Bij handmatig steken gebruikt men voor afzonderlijk te bemonsteren bodemlagen meerdere gutsboren met verschillende diameters om vermenging van grond te voorkomen. Voor elke volgende laag wordt een boor met kleinere diameter gebruikt. Voor Sturen Op Nitraat zijn drie boringen uitgevoerd met de volgende boren: 0-30 cm, 30-60 cm, 25 mm; 60-90 cm, 20 mm. Dit betekent dat per laag 0-30 cm de monstergrootte sterk verschilt. Op beweid grasland zijn, door de verwachte ruimtelijke variabiliteit door urineplekken zes boringen gedaan. Bij het mechanisch steken van een monster wordt volstaan met één gutsboor en is het volume van de verschillende bodemlagen wel even groot.

Het protocol voor bodembemonstering van de proefplekken was voor beide deelprojecten verschillend. Zoals in paragraaf 2.1 staat, is alleen in het deelproject 'Ontwikkeling indicator' een bemonsteringsschema toegepast. Rondom de sonde, waarmee de proefplekken gemarkeerd waren, werden op grasland jaarlijks zes monsters genomen, bij akkerbouw drie monsters. De grootte van de bemonsteringscirkel was per jaar verschillend. De proefplekken heeft men opgezocht met een GPS en vervolgens lokaliseerde een metaaldetector de sonde. In het deelproject 'Regionale monitoring' werden uitsluitend de coördinaten van de proefplek opgezocht. Het monster werd genomen door op een raai van ongeveer 2 meter zes steken te nemen.

2.3 Monsteranalyse

2.3.1 Sneltest nitraat

De watermonsters van de afzonderlijke proefplekken zijn op clusterniveau samengevoegd tot een mengmonster en daarna in het laboratorium spectrofotometrisch geanalyseerd. Gezien de hoeveelheid arbeid die gemoeid is met het verkrijgen van een dergelijk monster was het risico op het verloren gaan van een monster bijzonder groot. Om dit risico te verkleinen is aanvullend per boorpunt een sneltestanalyse uitgevoerd om op basis van een gemiddelde meting per cluster toch een waardevolle waarneming te hebben. Met een sneltestapparaat, de Nitrachek 404, is het nitraatgehalte van het grondwater bepaald. De Nitrachek is een reflectometer voor een snelle bepaling van het nitraatgehalte in water-, bodem- en plantenmonsters en wordt gebruikt in combinatie met Merckquant teststrookjes van E. Merck B.V. Op de strookjes bevinden zich reagentia, waaronder een reductiemiddel dat nitraat omzet in nitriet. Het nitriet vormt vervolgens met een zuur een verbinding die rood-violet gekleurd is. In een reflectometer wordt het teststrookje nadat het in contact is gekomen met het monster belicht. De hoeveelheid gereflecteerd licht is een maat voor de nitraatconcentratie. De Nitrachek is een product van QuoMed Ltd (Horsham, West Sussex), geleverd door de firma Gullimex (zie kader).

Een meting met de Nitrachek kan op twee manieren: door het teststrookje in het watermonster te dippen en door een druppel van het monster in contact te brengen met het teststrookje. Voor Sturen Op Nitraat is de dipmethode toegepast. In principe is de sneltestmethode in het veld te gebruiken, maar ter wille van de arbeidsefficiëntie en de meetnauwkeurigheid zijn de monsters binnen geanalyseerd. Een grotere meetnauwkeurigheid geeft naar verwachting ook een betere vergelijking met de laboratoriumanalyses. De Nitrachek 404 wordt voor elke analyse geijkt met een 100 mg nitraat per liter oplossing. Eén test kost 1 minuut. Per boorgat worden twee tests gedaan en dus ook twee ijkingen. Inclusief het wisselen van de strookjes en het noteren van de uitkomst kost een analyse per boorgat ongeveer 5 minuten. In bijlage 4 staat het voorschrift van de Nitrachek 404 opgesteld door het RIVM. Een temperatuurcorrectie zoals in het voorschrift is beschreven is niet uitgevoerd, omdat het apparaat hier automatisch voor corrigeert.

Het RIVM (Vissenberg, 1995) heeft een aantal kenmerken bepaald van de nitraatbepaling in grondwater met de Nitrachek. Hiervoor is een experiment uitgevoerd om de vergelijking te maken tussen veldmetingen met de Nitrachek en laboratoriumanalyses. Over de nauwkeurigheid van de dipmethode het volgende:

| | |
|---|-------------|
| Meetbereik | 20-400 mg/l |
| Herhaalbaarheid ¹ | 25% |
| Benodigd aantal monsters 5% ² | 16 |
| Benodigd aantal monsters 10% ² | 4 |
| Benodigd aantal monsters 15% ² | 2 |

¹ Het verschil tussen twee metingen aan hetzelfde monster ligt in 95% van de gevallen beneden het aangegeven percentage van de waarde.

² Om 95% van de metingen binnen 5/10/15% nauwkeurigheid te krijgen.

Een afbeelding van de Nitrachek is gegeven in figuur 3.

Figuur 3 Met het sneltestapparaat Nitrachek 404 bepaalt men met teststrookjes het nitraatgehalte van het grondwater



2.3.2 Laboratoriumanalyse nitraat en N-mineraal

In watermonsters werd het nitraatgehalte spectrofotometrisch gemeten op een FOSS auto-analyzer, volgens ISO 13395 (1996). Van veldvochtige bodemonsters hebben we het vochtgehalte vastgesteld en een 1:1 (v:v) extract gemaakt met demiwater. Hierin is het nitraatgehalte gemeten, waarna dit werd teruggerekend naar het oorspronkelijk vochtgehalte.

De monsters hebben we gekoeld opgeslagen tot aan de aflevering bij het laboratorium. In een 1:2,5 (v:v) extract met 1 M KCl werden N-NO_3^- en N-NH_4^+ gemeten. Samen vormen deze componenten N-mineraal (Houba et al. 1997, procedure 9.3).

Nitrachek 404

Fabrikant

Quomed Ltd
6 Lawson Hunt Industrial Park
Broadbridge Heath
Horsham
West Sussex, RH12 3JR
Tel: +44 (0) 1403 272030 Fax: +44 (0) 1403 210317

Nederlandse vertegenwoordiger / Leverancier

Gullimex BV
Postbus 114
7620 AC Borne
Tel: 074 2670302
e-mail info@gullimez.com

Peroxide Test Strip Merckquant

Fabrikant

Merck KGaA
Postfach 41 19
D6100 Darmstadt

Nederlandse vertegenwoordiger / Leverancier

Merck BV
Basisweg 34
1043 AP Amsterdam
Tel. 0(031)20 – 4808 400
Fax 0(031)20 – 4808 494

3 Mechanisatie monsternamen

3.1 Grondmonsternamen Nmin

Bij aanvang van het project zijn we op zoek gegaan naar een methode om een groot aantal percelen in een kort tijdsbestek te kunnen bemonsteren en om het handwerk te verlichten. Hiervoor is een Duits bemonsteringsapparaat, dat 10 jaar geleden werd gebruikt voor het nemen van bodemmonsters op lössgrond, geïntroduceerd. Het betreft een gutsboor die is gemonteerd op een vierwielige motor, een all terrain vehicle (atv) of ook wel quad genoemd, en is daardoor gemakkelijk te verplaatsen. Voorop de quad staat een aggregaat voor de stroomvoorziening van de boormachine en de lier. De gutsboor wordt met een pneumatische boorhamer de grond ingedreven en geleid in een statief dat met een stempel op de bodem rust. De met grond gevulde gutsboor wordt met een elektrisch aangedreven lier uit de bodem getrokken, waarna men van de gewenste bodemlagen grond uit de guts verzamelt voor een monster. Figuur 4 laat in detail de wijze van de gemechaniseerde N-mineraalbemonstering zien.

Figuur 4 Mechanische bodembemonstering



Quad als werktuigdrager

Een van de quads voor het bemonsteren van de bodem. Voorop is een aggregaat gemonteerd voor de stroomvoorziening van de pneumatische boorhamer en de lier.



Bodembemonstering

Met een pneumatische boorhamer wordt de guts de grond in gedreven. Het statief dat achterop de quad is gemonteerd, gebruikt men voor het uit de grond trekken van de guts. Aan de bovenkant is een lier bevestigd, elektrisch aangedreven. Het statief rust met een stempel op de bodem om voldoende tegendruk te kunnen geven tijdens het uit de grond takelen van de guts.



Guts

Een dwarsdoorsnede van de guts laat een rechthoekige uitsparing zien van 12 mm diep X 15 mm breed. De totale lengte van de boor is 112 cm en de lengte van de guts is 100 cm.

Vervolg figuur 4 Mechanische bodembemonstering



Lier

Detailopname van het uit de grond lieren van de guts. De ketting waarmee de guts uit de grond gelierd wordt, is met een klem aan de bovenzijde van de boor bevestigd. Bij het aanspannen van de ketting wordt de gutsboor automatisch vastgeklemd en een kwartslag gedraaid om de grondkolom los te maken



Kwaliteit monsternamen

De guts gevuld met een grondkolom van 90 cm. Bij het uit de grond trekken van de guts blijft de grond er goed in zitten. Alleen onder erg droge omstandigheden valt er grond uit de guts. Dit is ook bij handmatig bemonsteren. Zeker bij harde en daardoor moeilijk te bemonsteren bodems ziet het monsterprofiel er minstens zo goed uit als bij de handmatig te hanteren gutsboren. Doordat de guts een kwartslag gedraaid wordt, is het snijvlak vlak en hoeft men guts niet met een mes af te strijken, zoals bij handmatig steken wel gebeurt. Een dergelijk scherp snijvlak is een voorwaarde voor een minimale variatie in het monstervolume voor een juiste analyse.



Verzamelen grondmonster

Voor het verwijderen van de grond draait men de guts en het statief horizontaal (transportstand), waarna men van verschillende dieptes grond nemen.

3.2 Bemonstering nitraat in het grondwater

De grondwatermonsters neemt men uit boorgaten die na de monsternamen weer worden dichtgemaakt. Met een grondboor wordt een gat geboord tot ongeveer 80 cm beneden de grondwaterspiegel. Normaliter boort men een gat met de hand. Voor Sturen Op Nitraat is het handwerk sterk verlicht door met een speciaal ontwikkelde boor mechanisch een gat te boren. De boor is ontwikkeld door proefveldmedewerkers van Praktijkcentrum Aver Heino en gefabriceerd door een plaatselijk mechanisatiebedrijf in Lemelerveld. Het uit de grond liften van de boor en het handmatig boren van de laatste 50 cm in het grondwater blijft handwerk. Daarmee is de bemonstering van nitraat in grondwater niet zo vergaand gemechaniseerd als de monsternamen van de bodem voor Nmin, maar de hoeveelheid handwerk is wel sterk gereduceerd. Voor de algehele werkwijze van het nemen van grondwatermonsters werd de methodiek van het RIVM gevolgd. De wijze van bemonsteren heeft vooral betrekking op de diepte van het boorgat ten opzichte van de grondwaterspiegel, het gebruik van een geperforeerde bemonsteringslans, het oppompen en filteren van het grondwater, het conserveren van een watermonster en het analyseren van een watermonster met de sneltestmethode Nitrachek. Het gebruik van een elektrisch aangedreven grondboor en de specifieke details rond het bemonsteren van nitraat in het grondwater staan hieronder beschreven.

Figuur 5 Elektrisch aangedreven grondboor



Elektrisch aangedreven grondboor

Voor de aandrijving van de grondboor wordt een elektrische mengmachine gebruikt. Deze machines gebruikt men veelal in de bouw voor het mengen van mortelspecie. Kenmerkend is dat de machines relatief veel vermogen leveren bij een relatief laag toerental. Ze zijn voorzien van twee handgrepen, waardoor deze goed in balans te houden zijn. In slechts enkele seconden wordt een gat van meer dan 1,5 m diepte geboord.



Zelf geconstrueerde grondboor

De boor is 180 cm lang, heeft een diameter van 8 cm en is gemaakt van een vijzel uit een krachtvoerautomaat. De vijzel werkt de grond goed omhoog en het staal van de vijzel blijkt voldoende hard om grote aantallen gaten mee te boren, oftewel professioneel gebruik. De snijbeitel die op de kop van de boor is geschroefd is gemakkelijk verwisselbaar. De boor is het meest geschikt voor zandgrond omdat deze grond gemakkelijk wil loslaten uit de boor. Bij andere grondsoorten kan dit een probleem opleveren.



Beperkt handmatig boren

Het machinaal boren wordt gestopt zodra het grondwater is bereikt, omdat anders de grond zich met water vermengt en niet meer omhoog gevijzeld wordt. Met een handboor boort men ongeveer 80 centimeter verder, de gewenste diepte onder het grondwaterniveau voor het nemen van een watermonster.

Vervolg figuur 5 Elektrisch aangedreven grondboor

Fabrikant bodembemonsteringsapparatuur

Taurus Maschinenbau
E. Schaumeier GmbH und Co. KG
D 8922 Peiting Ammergauer Str. 3-7
Telefon 08861-6315
Telefax 08861-67264

Constructeur grondboor

De Boombouw – specialzaak voor landschapsonderhoud
Handelsweg 27
8152 BN Lemelerveld
Telefoon 0572 372471
Fax 0572 372979

4 Vergelijking sneltest en laboratoriumanalyses

Voor een vergelijking van het nitraatgehalte in het grondwater bepaald met de Nitrachek-sneltestmethode en laboratoriumanalyses is gebruik gemaakt van analyseresultaten van watermonsters genomen voor Sturen Op Nitraat in het voorjaar van 2003 en 2004. Dit is een dataset met 271 records, waarbij zowel de uitslagen van de sneltest als de uitslagen van de labanalyse bekend zijn. Hoewel beide meetmethoden op de dezelfde monsterpunten in de percelen zijn gebaseerd, is op verschillende manieren gewerkt:

Laboratoriumanalyse

Van alle submonsters is een mengmonster gemaakt op clusterniveau en vervolgens is er een laboratoriumbepaling uitgevoerd. Bij een goede homogenisatie van het mengmonster zal vooral de bepalingsfout van de laboratoriumanalyse de variatie van dit kenmerk bepalen. Een cluster is een combinatie van monsterpunten per bedrijf, bodem, grondwatertrap en gewas. Voor gedetailleerde informatie over de verzameling van gegevens voor Sturen Op Nitraat zie Smit et al., 2003.

Sneltest

Per submonster vond een sneltestbepaling plaats. Ook bij deze analysemethode bepaalt de bepalingsfout de variatie. Naderhand is een gemiddelde van de uitslagen van de submonsters berekend. Dit betekent dat een deel van de bepalingsfout van de sneltestmethode wordt weggemiddeld (de variantie van het gemiddelde is kleiner dan de variantie van een waarneming). Wanneer daarnaast blijkt dat de bepalingsfout van de sneltestmethode helemaal geen normale verdeling heeft, dan is hierdoor een systematische afwijking (zeker bij grote variatie tussen monsterpunten binnen een cluster) tussen beide kenmerken mogelijk het gevolg.

Een vergelijking van beide bepalingen is niet meer volledig zuiver uit te voeren, omdat beide bepalingen niet dezelfde verwachtingswaarde hebben. Een zuivere vergelijking hadden we het best kunnen maken met een grote reeks van monsters, waarop beide methoden enkelvoudig worden toegepast. De enige resterende mogelijkheid om te bepalen hoe de sneltestmethode zich verhoudt tot laboratoriumanalyses is het vergelijken van beide methoden op clusterniveau, met de wetenschap dat de sneltestmethode anders is uitgevoerd. De mengmonsters zijn dus vergeleken met een clustergemiddelde van sneltestwaarnemingen.

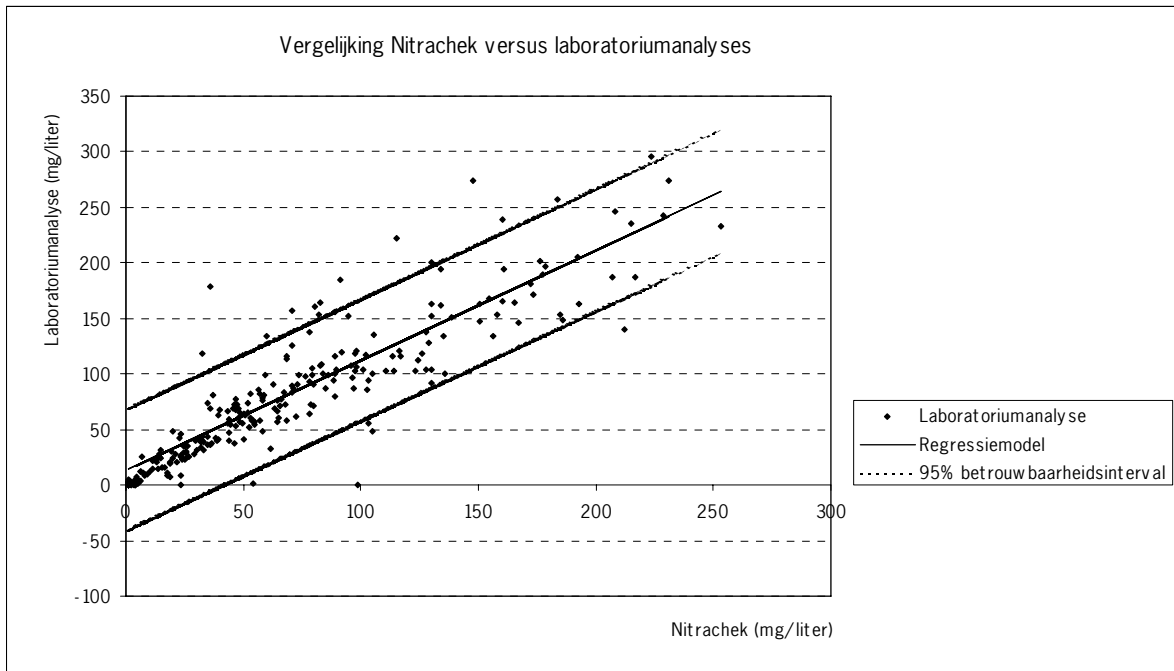
In de dataset was sprake van één opvallende uitbijter, namelijk een Nitrachek-waarde van 135 en een bijbehorende laboratoriumanalyse van 462 mg nitraat per liter. Deze waarde bleek weliswaar de regressiecoëfficiënt en het intercept nauwelijks te beïnvloeden, maar bij het achterwege laten van de uitbijter werd de standaardfout en het betrouwbaarheidsinterval beduidend kleiner. De Nitrachek heeft een meetbereik van 5- 440 mg nitraat per liter. Alle Nitrachek-waarden kleiner dan 5 mg per liter zijn daarom buiten beschouwing gelaten. Waarden hoger dan de bovengrens van 440 mg per liter kwamen niet voor. De resterende dataset bestond uit 225 records.

Het lineaire regressiemodel (zonder uitbijter) is statistisch significant en ziet er als volgt uit:

$$y_i = 0,9909x + 13,03 + e_i$$

De standaardfout is 27,6 mg / liter en het percentage verklaarde variantie is 79,7%. Het nitraatgehalte wordt met 13 mg per liter systematisch onderschat ten opzichte van een gemiddelde laboratoriumanalyse. In het lage traject van nitraatconcentraties tot ongeveer 40 mg per liter wordt deze afwijking overschat. Figuur 6 toont de oorspronkelijke data, het regressiemodel en het 95% betrouwbaarheidsinterval (95% van de toekomstige waarnemingen liggen in dit interval) voor het model zonder de genoemde uitbijter.

Figuur 6 Nitrat-check-uitslagen uitgezet tegen labanalyses, het geanalyseerde regressiemodel en het bijbehorende 95% betrouwbaarheidsinterval voor een nieuwe waarneming



Over het 95% betrouwbaarheidsinterval merken we het volgende op:

- In het traject van Nitrat-check-uitslagen van 0 tot 50 mg per liter ligt de helft van alle waarnemingen, terwijl slechts twee waarnemingen buiten het 95% betrouwbaarheidsinterval liggen, wat beduidend minder is dan de verwachte 5% van de waarnemingen.
- Daarentegen liggen in het traject Nitrat-check-uitslagen groter dan 50 mg per liter 18 waarden buiten het 95% betrouwbaarheidsinterval, dus ongeveer 14% van de waarnemingen.
- Het 95% betrouwbaarheidsinterval bevat negatieve waarden voor de voorspelling van de labuitslag. Hiervoor geldt de restrictie dat het interval alleen positieve waarden bevat.
- Residuencontrole duiden op een toename in variantie bij een hoger niveau van nitraat.

Geprobeerd is met een model op LOG-schaal de toename van variantie te vangen, maar hierdoor werd het betrouwbaarheidsinterval onwerkbaar groot. De variantie van de waarnemingen groter dan 50 mg per liter lijkt behoorlijk stabiel, dus gaat hier het lognormale karakter niet meer op. Kortom: het lijkt erop dat het karakter van de verdeling afhangt van het niveau van de waarnemingen. Bij relatief lage waarden lijken de gegevens lognormaal verdeeld. Bij hoge niveau's lijken de gegevens redelijk normaal verdeeld, hoewel het hier om relatief veel minder gegevens gaat. Het komt erop neer dat de analyse op oorspronkelijke schaal een optimistische manier van benaderen is, terwijl de analyse op LOG-schaal wellicht wat behoudend is. Voor de evaluatie van de voorspelbaarheid van de Nitrat-check is echter wel de analyse op oorspronkelijke schaal verkozen. Het voerde voor deze studie te ver om de analyse verder te verfijnen.

5 Bemonsteringscapaciteit

Voor het steken van grondmonsters (N-mineraal) en het nemen van watermonsters (nitraat) is in tabel 1 aangegeven hoeveel tijd het nemen van één enkel monster gemiddeld kost en hoeveel monsters per dag ongeveer genomen kunnen worden. Daarbij is aangegeven hoeveel personen het werk gezamenlijk kunnen uitvoeren. Dit is voor handmatig bemonsteren minimaal het dubbele aantal personen ten opzichte van mechanisch bemonsteren. Dit komt doordat bij handmatig bemonsteren ten eerste het werk fysiek zwaar is en ten tweede doordat relatief veel materiaal meegesjouwd moet worden: drie gutsboren, een hamer, de gestoken bodemmonsters en enige administratieve zaken. De fysieke belasting is afhankelijk van de hardheid van de bodem, het aantal monsters per dag en het aantal dagen in de week dat dit werk gedaan wordt. Leemhoudende en/of ijzerhoudende gronden zijn doorgaans moeilijk te bemonsteren. Op deze harde bodems gebruikt men veelal een hamer om de gutsboren in de grond te slaan. De praktijk leert dat bij een grootschalige bodembemonstering het werk niet zelfstandig door één persoon handmatig uitgevoerd kan worden. Hierdoor is de capaciteit per persoon relatief laag. Dezelfde bezwaren qua fysieke belasting gelden, zij het in mindere mate, ook voor handmatige grondwaterbemonstering. Door de monsternamen te mechaniseren wordt, voor zowel bodem- als grondwaterbemonstering, de arbeidsproductiviteit minimaal verdubbeld en bovendien een enorme arbeidsverlichting gerealiseerd. Bij mechanisch bemonsteren kan het werk wel zelfstandig door één persoon worden uitgevoerd. De quad kan men als werktuigdrager ook gebruiken voor het vervoer van grondmonsters en overige materialen. Het relatief zwaardere handwerk blijft beperkt tot het bedienen van de elektrische machines. Door mechanisatie neemt bij bodembemonstering de tijd per monster niet of nauwelijks af omdat men tijd nodig heeft voor het opzetten en neerklappen van het statief. Bij het mechanisch boren van een boorgat wordt wel duidelijk tijdswinst geboekt, wat ook de arbeidsproductiviteit ten goede komt. In tabel 1 is een schatting gemaakt van de bemonsteringscapaciteit, in tijd per monster en monsters per dag; het zijn gemiddelde getallen die behoorlijk kunnen variëren. Vooral bij de bemonstering van de proefplekken voor de indicatorontwikkeling kostte het soms veel tijd om de sonde te detecteren.

Tabel 1 Bemonsteringscapaciteit N-mineraal bodem en nitraat grondwater

| | Tijd per monster (minuten) | Aantal monsters per dag | Aantal personen |
|---------------------------|----------------------------|-------------------------|-----------------|
| <i>N-mineraal bodem</i> | | | |
| Handmatig | 20 | 20 | 2-3 |
| Gemechaniseerd | 20 | 20 | 1 |
| <i>Nitraat grondwater</i> | | | |
| Handmatig | 30 | 16 | 2 |
| Gemechaniseerd | 20 | 24 | 1 |

6 Conclusies

Mechanische bemonstering verbetert de kwaliteit van de bodembemonstering bij het bemonsteren van meerdere bodemlagen, omdat het monstervolume per bodemlaag exact gelijk is en omdat geen vermenging van grond tussen verschillende bodemlagen plaatsvindt. Daarbij ziet het monsterprofiel in deze speciale gutsboor er minstens zo goed uit als bij de traditionele handmatig te hanteren gutsboren. Zeker bij harde en daardoor moeilijk te bemonsteren bodems treedt bij handmatig bemonsteren eerder verstoring op van het monsterprofiel in de guts. Bij handmatig bemonsteren verschilt het monstervolume sterk, omdat per volgende bodemlaag een gutsboor met een kleinere diameter wordt gebruikt om vermenging van grond tussen bodemlagen te voorkomen. De monstervolumes per bodemlaag zijn bij mechanische bodembemonstering gelijk door het gebruik van één gutsboor. De kwaliteit van de grondwaterbemonstering wordt niet beïnvloed door het handmatig of mechanisch boren van een boorgat.

Het handmatig nemen van bodemmonsters of grondwatermonsters is alleen werkbaar wanneer ten minste twee personen de bemonstering gezamenlijk uitvoeren. Door mechanisatie van de monsternamen kan één persoon het werk zelfstandig uitvoeren, waardoor de arbeidsproductiviteit minimaal wordt verdubbeld. De benodigde tijd per monster neemt niet of nauwelijks af. Bij het mechanisch boren van een boorgat wordt wel duidelijk tijdswinst geboekt, wat eveneens de arbeidsproductiviteit ten goede komt. Naast een sterke vergroting van de bemonsteringscapaciteit treedt een enorme arbeidsverlichting op doordat het zware handwerk beperkt blijft tot het bedienen van de elektrische machines en doordat men niet meer met materiaal en monsters hoeft sjouwen.

De Nitrachek-sneltest geeft een veel minder goed resultaat dan verwacht. Bij toepassing van Nitrachek wordt op basis van gemiddelde waarnemingen per cluster het nitraatgehalte met 13 mg per liter systematisch onderschat ten opzichte van een gemiddelde laboratoriumanalyse. In het lage traject van nitraatconcentraties wordt deze afwijking overschat. Voor de vergelijking van de sneltest met laboratoriumanalyses is geen doelgericht experiment opgezet, maar is gebruik gemaakt van data zoals die in het project verzameld zijn. Het is daarom moeilijk om aan te geven waardoor de afwijking wordt veroorzaakt. Het kan aan de werkwijze liggen, maar het is ook mogelijk dat de Nitrachek-waarnemingen lognormaal verdeeld waren, waardoor een gemiddelde van waarnemingen op oorspronkelijke schaal geen goede weergave geeft van de werkelijkheid. Dit betekent dat enkelvoudige analyseresultaten niet zondermeer gemiddeld kunnen worden om tot een clustergemiddelde te komen.

Literatuur

Hack-ten Broeke, M.J.D., S.L.G.E. Burgers, A. Smit, H.F.M. ten Berge, J.J. de Gruijter, I.E. Hoving, M. Knotters, S. Radersma en G.L. Velthof, 2004. Ontwikkeling van een indicator om te Sturen Op Nitraat; Gegevens en regressieanalyse op basis van drie meetseizoenen (2000-2001, 2001-2002 en 2002-2003). Wageningen, Alterra. Alterra-rapport 1053. Reeks Sturen Op Nitraat 12.

Houba, V.J.G., J.J. van der Lee en I. Novozamsky. 1997. Soil analysis procedures, other procedures (Soil and Plant analysis, part 5B). Landbouwniversiteit Wageningen, Dep. of Soil Science and Plant Nutrition

Noij, G.J., E. Hees, P. Dekker, R. Schils, J. Schröder en H. ten Berge, 2001. Onderzoeksvoorstel. Wageningen, Alterra. Reeks Sturen Op Nitraat 1.

Vissenberg, H.A., 1995. Bepaling van een aantal kenmerken voor de nitraatbepaling in grondwater met de Nitrachek. RIVM, Bilthoven. Rapport 712601001

Smit, A., M. J.D. Hack-ten Broeke, H.F.M. ten Berge, S.L.G.E. Burgers, W.J. Chardon, P.L.A. van Enckevort, J.J. de Gruijter, I.E. Hoving en G.L. Velthof, 2003. Gegevensverzameling Sturen Op Nitraat; Op zoek naar een indicator. Wageningen, Alterra. Alterra-rapport 658. Reeks Sturen Op Nitraat 3.

Roelsma, J. en C.W. Rougoor, 2004. Handleiding voor het gebruik van het regionaal nitraatmonitoringsconcept RENIIM Wageningen, Alterra. Alterra-rapport 919. Reeks Sturen Op Nitraat 10.

Bijlagen

Bijlage 1 Veldwerkprotocol StopNit

31-10-00

1. Plaatsbepalen van centra van nieuwe proefplekken

Zo nauwkeurig mogelijk met het GPS-apparaat de plaats met de gegeven coördinaten bepalen, zonder te letten op urineplekken, gewasrijen of andere bijzonderheden. Dus beslist niet zoeken naar voor het perceel representatieve plekken.

Let op: voordat een proefplek bemonsterd wordt en de sonde wordt ingegraven moet beoordeeld worden of de proefplek wel of niet wordt geaccepteerd.

Een proefplek vervalt als:

- de proefplek op een perceel ligt dat minder dan drie jaren (looptijd van StopNit) bij het bedrijf blijft (controleer dit bij de bedrijfsleider)
- het centrum zich binnen een afstand van 4 meter van een perceels- of gewasgrens bevindt; houdt, indien bekend, hierbij ook rekening met toekomstige wijzigingen in de perceels-, gewas- of bedrijfsgrens
- de proefplek om welke reden dan ook niet voor monsternamen toegankelijk is;
- de proefplek op een gedempte sloot of bedrijfspad ligt
- de proefplek in het zandgebied op een helling ligt
- zich op de proefplek een ander gewastype bevindt dan volgens zijn clusterindeling werd verwacht. Clusters zijn combinaties van bodemtype, Gt en gewastype (zie overzicht achterzijde);
- hij behoort tot de categorie "dit kan niet de bedoeling zijn", ter beoordeling van de monsternemer. In het laatste geval vervalt de proefplek voorlopig, en neemt de monsternemer zo snel mogelijk contact op met voor overleg en een definitieve beslissing (Kleijer 0317-474224).

In alle gevallen wordt de reden van vervallen op het veldformulier genoteerd.

Bepaal het centrum van de proefplek met behulp van kaart, GPS en eventueel de detector.

2. Vervangen van vervallen proefplekken door reserve-proefplekken

Als een proefplek vervalt dan wordt hij vervangen door de eerste nog niet gebruikte reserve-proefplek binnen het betreffende cluster en het bedrijf. De proefplekken (inclusief de reserves) zijn binnen elke combinatie van bedrijf en cluster doorlopend genummerd, en de reserve-proefplekken hebben bovendien een code R.

Als alle reserve-proefplekken van het betreffende cluster in het bedrijf zijn gebruikt, neem dan contact op met Kleijer (0317-474224) voor overleg over de keuze van een nieuw punt.

3. Terugvinden van bestaande proefplekken

Zoek een bestaand monsterpunt op met behulp van kaarten en GPS, en de precieze plek met de geplaatste piket (eerste jaar) of de detector.

4. Gewas

Stel vast of het perceel (de proefplek) wordt gebruikt voor akkerbouw (incl. groenteteelt), mais, niet-beweid grasland of dat het gaat om beweid grasland. Noteer het in de zomer geteelde gewas of bodemgebruik op het veldwerkformulier. Geef daar ook aan als er op het moment van bemonstering een groenbemester wordt geteeld.

5. Plaatsbepaling van monsterplaatsen binnen proefplekken

Wat betreft monsterplaatsen zijn er 4 soorten proefplekken onderscheiden:

- akkerbouw zonder tijdstippen-onderzoek (zie Fig. 1)
- akkerbouw met tijdstippen-onderzoek (zie Fig. 2)
- grasland zonder tijdstippen-onderzoek (zie Fig. 3)
- grasland met tijdstippen-onderzoek (zie Fig. 4).

De vier soorten proefplekken verschillen alleen in het aantal steken voor de mengmonsters voor de Nmin bepaling.

De monsterplaatsen worden zo nauwkeurig mogelijk uitgemeten met behulp van een van de figuren, zonder te letten op urineplekken, gewasrijen of andere bijzonderheden. Dus beslist niet zoeken naar voor de proefplek representatieve plaatsen.

Noteer, afhankelijk van het grondgebruik, voor dit punt op het formulier:

Akkerbouw, of mais: de afstand tot het midden van de rij als het een in rijen geteeld gewas is.

Zowel bij niet-beweid als bij beweid grasland: ligt het punt in (een restant van) een mestflat of in een urineplek. Beoordeel dit visueel en noteer op het formulier. Boor een gat voor met behulp van de blauwe kruiskop schroevendraaier, en plaats de EC-sensor in het gemaakte gat. Druk op ENTER zodat de meting start; wacht 5 seconden en noteer de gemeten EC-waarde op het formulier; druk weer op ENTER om de waarde te laten opslaan. Neem de sensor uit het gat, veeg hem voorzichtig af en berg hem op tot het volgende monsterpunt. Beantwoord ook de andere vragen die op het formulier staan vermeld. Zorg ervoor dat er altijd 2 reserve batterijen aanwezig zijn voor de Psion die gekoppeld is aan de EC-meter.

Neem achtereenvolgens een monster van de diepten : 0-30, 30-60 en 60-90 cm. Noteer zowel het proefpleknummer als de diepte op een label, en bevestig dit aan de zak. Probeer het monstergat zo goed mogelijk dicht te maken met de schoen.

Verzamel de zakken van de 3 dieptes in een verzamelzak met daarop het proefpleknummer, om de analyse van een proefplek later in eenzelfde serie te kunnen laten verlopen.

Bewaar de monsters tot aflevering in de koelcel. Streef ernaar dat monsters in de week van monsternamen kunnen worden geanalyseerd.

Geef tijdig aan Jaap Nelemans telefonisch of via E-mail door wanneer er monsters komen (0317-482334, jaap.nelemans@bodvru.benp.wau.nl).

Jaap is tot 17.30 bereikbaar. Als hij op de hoogte is dan kunnen de monsters tot 18.00 h afgeleverd worden. Op donderdag graag niet meer dan 75 monsters afleveren i.v.m. het wegwerken van de monsters voor het weekend. De totale capaciteit per week is ± 450 monsters.

Overzicht clusterindeling gewassen [V]=veehouderij, [A]=akkerbouw

code

[M] g grasland,

[M] m snijmais op melkveehouderijbedrijven,

[A] t boerenkool, chinese kool, spitskool, ijsbergsla, knolselderij, bloemkool, korrelmais, CCM en MKS

[A] a snijmais, koolraap, koolrabi, ui, prei, kropsla, radijs, aardappel, spinazie

[A] b luzerne, peulvruchten, rode kool, witte kool, suikerbiet, voederbiet, knolvenkel, spruitkool, broccoli

[A] r witlof, wortelen, bospeen, gerst, tarwe, rogge, haver, schorseneren, rode biet, andijvie, triticale

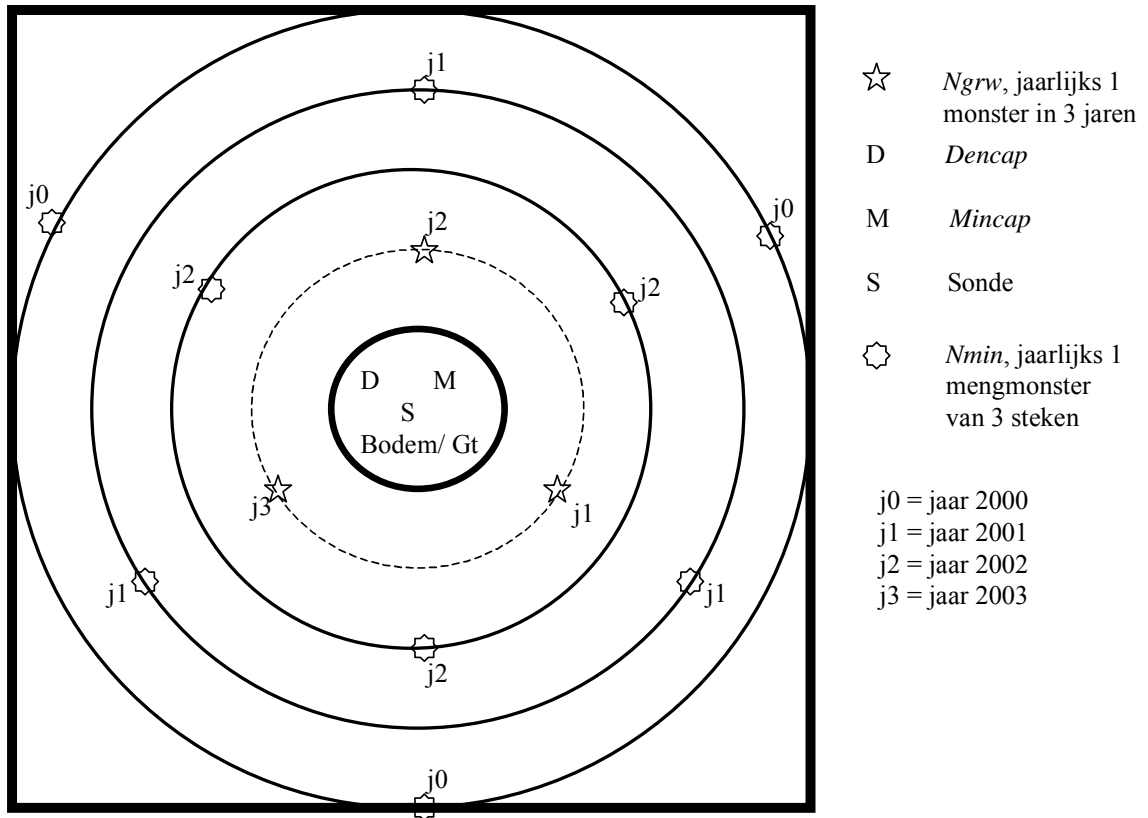


Fig. 1. Bemonstering proefplekken zonder tijdstippen-onderzoek, op akkerbouw. De bovenzijde van de figuur is naar het noorden gericht.

De stralen van de cirkels in de figuur zijn resp. 0.5, 1, 1.5, 2 en 2.5 meter

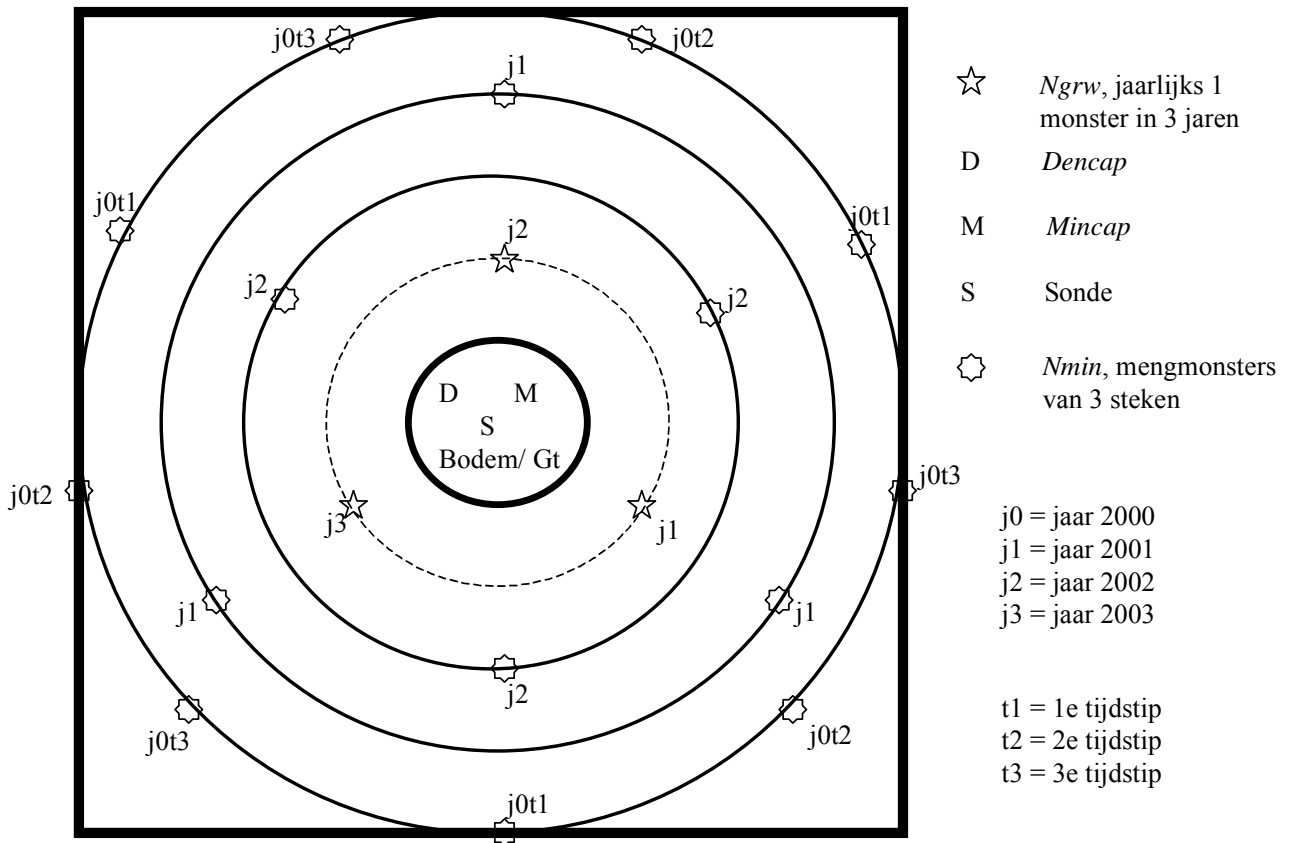


Fig. 2. Bemonstering proefplekken met tijdstippen-onderzoek, op akkerbouw. De bovenzijde van de figuur is naar het noorden gericht.

De stralen van de cirkels in de figuur zijn resp. 0.5, 1, 1.5, 2 en 2.5 meter

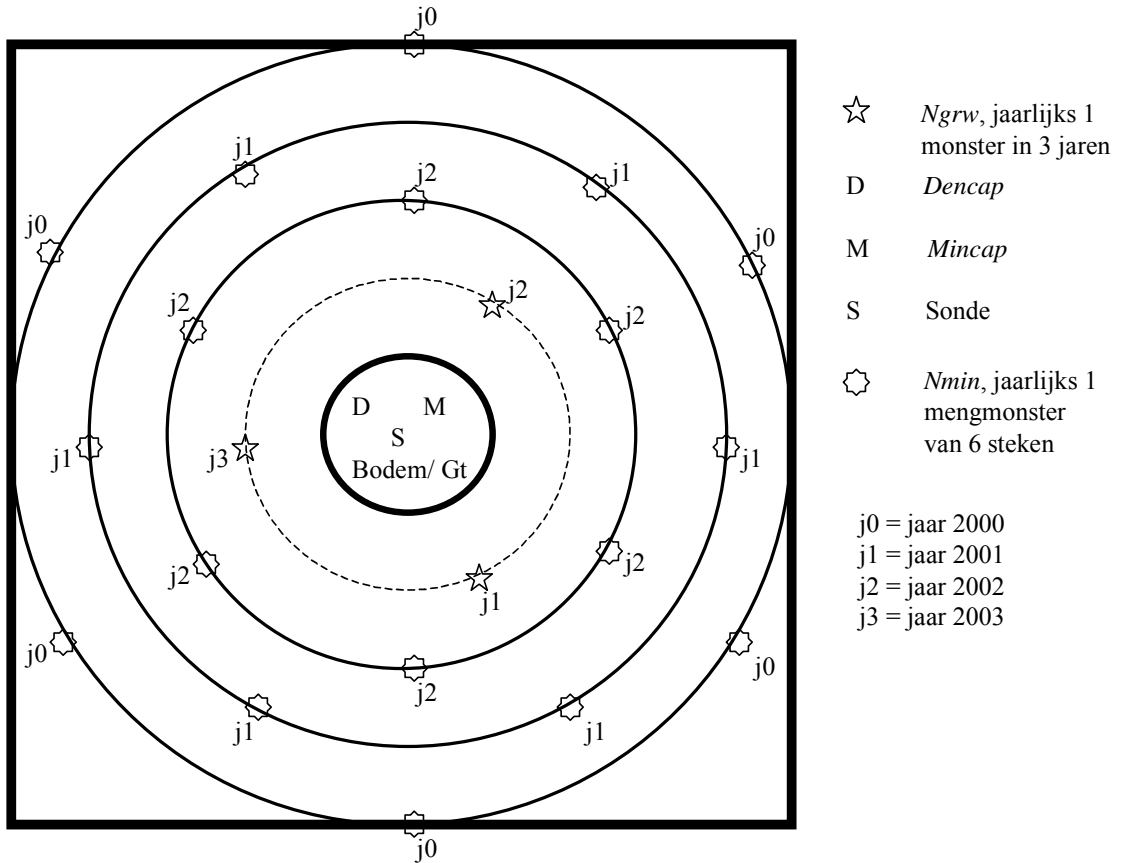


Fig. 3. Bemonstering proefplekken zonder tijdstippen-onderzoek, op grasland. De bovenzijde van de figuur is naar het noorden gericht.

De stralen van de cirkels in de figuur zijn resp. 0.5, 1, 1.5, 2 en 2.5 meter

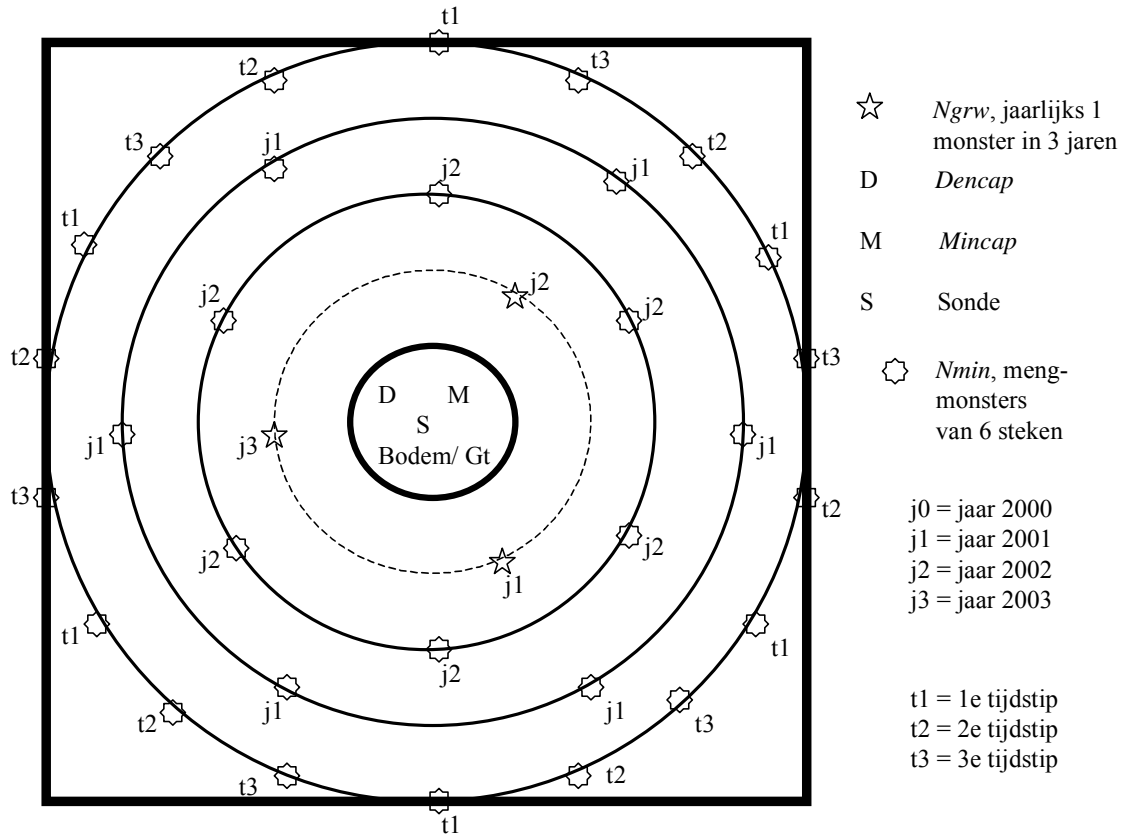


Fig. 4. Bemonstering proefplekken met tijdstippen-onderzoek, op grasland. De bovenzijde van de figuur is naar het noorden gericht.

De stralen van de cirkels in de figuur zijn resp. 0.5, 1, 1.5, 2 en 2.5 meter

Monsterformulier akkerbouw (inclusief mais).

Let op: voordat een proefplek de eerste maal bemonsterd wordt controleer de punten die in het veldwerkprotocol zijn genoemd voor het eventueel vervallen van de plek.

proefpleknummer

(zomer/winter)gewas [bijv. mais/lucerne]

datum monstername.....

Ligt proefplek op kopakker? ja / nee (doorhalen wat niet van toepassing is)

Ligt proefplek in nabijheid van bomen (schaduw) ja / nee (idem)

Is het een rijengewas, noteer dan de afstand tot het midden van de rij:

1e monsterpunt:..... cm

2e punt:..... cm

3e punt:..... cm

Monsterformulier akkerbouw (inclusief mais).

Let op: voordat een proefplek de eerste maal bemonsterd wordt controleer de punten die in het veldwerkprotocol zijn genoemd voor het eventueel vervallen van de plek.

proefpleknummer

(zomer/winter)gewas [bijv. mais/lucerne]

datum monstername.....

Ligt proefplek op kopakker? ja / nee (doorhalen wat niet van toepassing is)

Ligt proefplek in nabijheid van bomen (schaduw) ja / nee (idem)

Is het een rijengewas, noteer dan de afstand tot het midden van de rij:

1e monsterpunt:..... cm

2e punt:..... cm

3e punt:..... cm

Monsterformulier wel / niet beweid grasland (PR)

Let op: voordat een proefplek de eerste maal bemonsterd wordt controleer de punten die in het veldwerkprotocol zijn genoemd voor het eventueel vervallen van de plek.

proefpleknummer

datum monstername..... ingevuld door:

Ligt proefplek op kopakker? ja / nee (doorhalen wat niet van toepassing is)

Is het perceel wel / niet beweid (kies bij twijfel beweid)

Ligt proefplek in nabijheid van bomen (schaduw) ja / nee

Noteer de volgende gegevens:

wat is botanische samenstelling grasland (m.n. klavers)

is het gras sterk vertrapt ja / nee

is het een verzamelplaats van het vee door:

drinkbak, afstand nee / ja afstandmeter

dam, afstand nee / ja afstandmeter

is het een schuilplaats voor het vee ?

melkplaats nee / ja

andere oorzaken nee / ja:.....

Verwijder voor de EC-meting het gras van de plek, en boor het gat voor met de kruiskop schroevendraaier!

Noteer voor elk monsterpunt:

- | | | |
|----------------------|-----------|-------------------|
| 1. mestflat ja / nee | urineplek | ja / nee EC |
| 2. mestflat ja / nee | urineplek | ja / nee EC |
| 3. mestflat ja / nee | urineplek | ja / nee EC |
| 4. mestflat ja / nee | urineplek | ja / nee EC |
| 5. mestflat ja / nee | urineplek | ja / nee EC |
| 6. mestflat ja / nee | urineplek | ja / nee EC |

Bijlage 2 Sturen op Nitraat: protocol nitraatbemonstering, versie 4-4-01**Benodigde apparatuur en hulpmiddelen:**

- GPS, detector
- Edelman boren Ø 7 en 10 cm; guts Ø 3 cm met verzwaarde kop en hamer
- spade
- mantelbuis Ø 10 cm (bouwland)
- monstername-lans met kunststof slang (zie onder)
- slangenpomp
- filtreereenheid met een 0,45 µm filter (20 cm² filteroppervlak)
- kunststof potje 50 ml
- geplastificeerde papieren zak (bij diepe grondwaterstand)
- koelbox

Werkwijze

- Op het bedrijf aangekomen, calibreer eerst de GPS om het opzoeken van de monsterplek te bespoedigen. Zoek de coördinaten van de proefplek op met de GPS en gebruik de detector om de sonde op te sporen. Gebruik de kompasfunctie van de GPS en stel het bemonsteringspunt vast op 1 meter van de sonde (of stoeptegels op grasland indien nog aanwezig). In 2001 wordt op 1 m ten noorden van de sonde bemonsterd, in 2002, oost-zuid-oost en in 2003 west-zuid-west.
- Stel de bemonstering uit wanneer er water op het land staat, en bezoek de plek later opnieuw.
- Verwijder op bouwland eventueel aanwezige losse grond. Boor voor met een Ø 10 cm boor door de bouwvoor / zwarte grond, plaats op bouwland een mantelbuis.
- Indien op de proefplek het grondwater op 120 cm -mv (maaiveld) nog niet wordt aangetroffen vervolg dan de procedure onder: *Diepe grondwaterstand (GWS)*
- Boor met behulp van de Ø 7 cm boor verder tot 80 cm onder de waargenomen GWS, die wordt afgelezen aan het natte deel van de boorstang.
- Stel de diepte van de GWS vast met de peilstok of een peilklokje en noteer de stand.
- Plaats de monstername-lans in het boorgat en pomp de buis leeg (ca. 1 L water). Gooi dit water weg en herhaal dit maximaal 3 maal totdat het water vrij is van slibdeeltjes. Pomp ca. 30 ml 'in-line' door de filtreereenheid met een 0,45 µm filter in een kunststof potje. Noteer het nummer van de proefplek duidelijk op het potje.
- Als voldoende monster is verkregen vul dan het boorgat zo goed mogelijk weer op met de eerder verkregen bodemlagen.
- Vervoer de monsters in een koelbox en lever ze dezelfde dag af op het laboratorium waar ze dienen te worden bewaard in de koelkast (max. 4 °C) tot de analyse via de flow injectie methode.
-

Diepe grondwaterstand

Op plaatsen waar het grondwater te diep zit moet de bodem worden bemonsterd om het bodemvocht te analyseren. Wanneer op 120 cm -mv nog geen grondwater is aangetroffen boor dan verder met een 3 cm guts tot 180 cm -mv. Bij een GWS dieper dan 180 cm wordt de bodemlaag 120-180 cm bemonsterd. Blijkt de GWS tussen 120 en 180 cm -mv te zijn dan geldt het volgende:

- GWS tussen 120 en 150 cm: bemonster alsnog grondwater van GWS tot 200 cm -mv (zie boven)
- GWS tussen 150 en 180 cm: bemonster bodem van 120 cm - mv tot GWS

Doe het grondmonster in een plastic zak, vervoer in een koelbox, bewaar in een koelkast / -cel en lever de monsters binnen 3 dagen maar uiterlijk donderdagmiddag af op het laboratorium waar ze dienen te worden bewaard in de koelkast (max. 4 °C).

Bijlage 3 Bemonsteringslans en slangenpomp

Rijksinstituut
voor Volksgezondheid
en Milieu

RIJKSINSTITUUT VOOR VOLKSGEZONDHEID EN MILIEU

Lab./Unit/Dienst: Laboratorium voor Bodem- en Grondwateronderzoek

Standard Operating Procedure

| | |
|---------------|---|
| Titel: | <u>Grondwaterbemonstering met bemonsteringslans en slangenpomp op zandgronden</u> |
|---------------|---|

| | |
|--------------------|------------|
| SOP nr. : | LBG/424/00 |
| Bladen : | 4 |
| Bijlagen : | 1 |
| Revisie : | 00 |
| Afgedrukt : | 060816 |

| | Naam: | Handtekening: | Datum: |
|------------------------------|-----------------------|----------------------|---------------|
| Opgesteld door | : Ing. N.J. Masselink | | |
| Geverifieerd door | : H.L.J. van Maaren | | |
| Geverifieerd door | : R. Jeths | | |
| Kwaliteitscoördinator | : H. Mesters | | |
| Bekrachtigd door | : Ir. R. van den Berg | | |

VERZENDLIJST

| | Naam: | Functie: | Afdeling: | Aantal: |
|-------------|---|---------------------------|------------------|----------------|
| 1 | Ing. N.J. Masselink | Coörd. Uitv. Meetnetten | LBG/afd. MND | 1 exemplaar |
| 2 | H.L.J. van Maaren | Onderzoeksmedewerker | LBG/afd. MND | 1 exemplaar |
| 3 | R. Jeths | Onderzoeksmedewerker | LBG/afd. MND | 1 exemplaar |
| 4 | Dr. Ir. J.J.B. Bronswijk | Afdelingshoofd | LBG/afd. MND | 1 exemplaar |
| 5 | H. Mesters | Kwaliteitscoördinator LBG | LBG/afd. SMK | 1 exemplaar |
| 6 | Dr. Ir. J.J.M. van Grinsven | Plv. laboratoriumhoofd | LBG/afd. SMK | 1 exemplaar |
| 7 | Ir. R. van den Berg | Laboratoriumhoofd | LBG/afd. SMK | 1 exemplaar |
| 8 | Proefhalmap (via Coörd. Uitv. Meetnetten) | | | 1 exemplaar |
| 9-12 | Veldmap (via Coörd. Uitv. Meetnetten) | | | 4 exemplaren |

WIJZIGINGEN

| | Datum: | Gewijzigde punten: | Wijzigingen opgesteld door: |
|----------|---------------|---------------------------|------------------------------------|
| 0 | 16/10/00 | Eerste uitgave | Ing. N.J. Masselink |
| 1 | | | |
| 2 | | | |
| 3 | | | |
| 4 | | | |
| 5 | | | |
| 6 | | | |
| 7 | | | |
| 8 | | | |
| 9 | | | |

| | | |
|---|--|--|
| Alleen geldig indien in rood gewaarmerkt | | |
|---|--|--|

Laboratorium voor Bodem- en Grondwateronderzoek (LBG)

Grondwaterbemonstering met bemonsteringslans en slangenpomp op zandgronden

INHOUD:

1. Inleiding
 - 1.1 Doel
 - 1.2 Principe
 - 1.3 Doelgroep
 - 1.4 Veiligheid
2. Benodigde materialen en chemicaliën
3. Werkwijze
 - 3.1 Plaatsen van de lans
 - 3.2 Doorpompen
 - 3.3 Bemonstering
 - 3.4 Nazorg
 - 3.5 Conservering en vervoer
4. Kwaliteitsbeheersing

.....
Bijlage A: Schets van een bemonstering met bemonsteringslans.

Literatuur

Termen en definities

1. Inleiding

1.1 Doel

Deze SOP beschrijft de methode voor het met een bemonsteringslans en slangenpomp bemonsteren van de bovenste meter van het grondwater op zandgronden. Indien de methode wordt toegepast bij de aanwezigheid van klei of veen in de ondergrond kan dit alleen indien het bodemmateriaal in de met grondwater verzadigde zone voldoende "ongepakt" is om het boorgat vanzelf te doen dichtlopen. Indien dit niet het geval is wordt voor kleigronden naar SOP LBG/425 en voor veengronden naar SOP LBG/426 verwezen voor de te gebruiken methode.

1.2 Principe

Met een grondboor wordt een boorgat gemaakt tot ca.75 cm onder de grondwaterstand. In het gat wordt een bemonsteringslans geplaatst. Met een slangenpomp worden de bemonsteringslans, de slang en het boorgat schoongepompt. Daarna wordt het opgepompte water door een filterapparaat geleid en het gefiltreerde water wordt opgevangen in een monsterflesje.

1.3 Doelgroep

Deze SOP is bedoeld voor een bevoegd monsternemer. Advies kan worden ingewonnen bij de coördinator Uitvoering Meetnetten van de afdeling Monitoring en Diagnose (MND) van het Laboratorium voor Bodem- en Grondwateronderzoek (LBG).

1.4 Veiligheid

De gebruikelijke veiligheidsvoorzieningen dienen te worden genomen voor het werken met giftige en/of irriterende chemicaliën.

2. Benodigde materialen en chemicaliën

- spade.
- diverse grondboren: Edelman \varnothing 7 cm / \varnothing 10 cm; zuigerboor \varnothing 7 cm; riverside boor \varnothing 7 cm.
- plastic koker (kraag); lengte ca. 40 cm, diameter ca. 11 cm.
- bemonsteringslans (zie bijlage A).
- kruiwagen (steenmodel) / monsternemingsvoertuig.
- slangenpomp met bijbehorende acculader.
- PE slang: \varnothing 4/6 mm.
- filterbedhouder.
- filtreermembraan, poriediameter 0,45 μ m.
- monsterflessen. Type en voorbehandeling conform de werkopdracht.

3. Werkwijze

3.1 Plaatsen van de lans

- 3.1.1 Verwijder op de gekozen plek met de spade de eventuele graszode. Houdt deze apart zodat deze na monstername teruggeplaatst kan worden.
- 3.1.2 Boor met de 10 cm diameter grondboor een gat tot ca. 30 cm (net onder de bouwvoor).
- 3.1.3 Plaats de kraag in het gat. Zorg er voor dat de koker boven maaiveld uitsteekt i.v.m. het verwijderen van de koker na bemonstering. De kraag zorgt ervoor dat geen bodemmateriaal en dergelijke vanaf het maaiveld in het boorgat kan komen.
- 3.1.4 Boor nu met een 7 cm diameter grondboor verder tot maximaal 75 cm onder het grondwaterniveau. Deze diepte wordt bereikt wanneer de boorstang tot aan de eerste verbindingshuls nat is. Houdt rekening met het feit dat bij een toenemend gehalte aan klei of leem in de ondergrond het water langzamer in het gat stroomt waardoor een onderschatting van het grondwaterniveau wordt gemaakt.
- 3.1.5 Plaats de monsternemingslans in het boorgat en druk deze pulsgewijs zo diep mogelijk in het boorgat.

3.2 Doorpompen

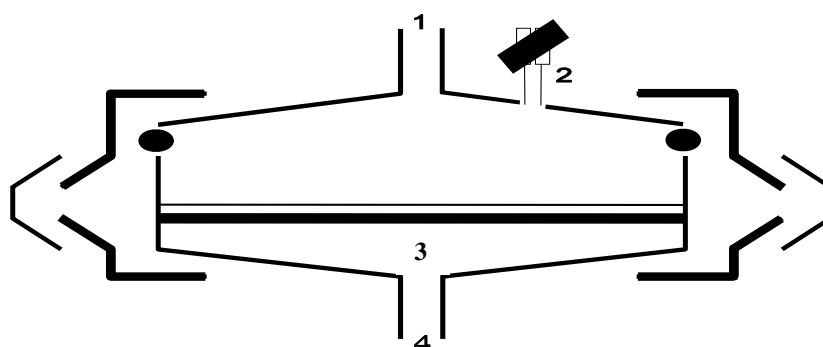
- 3.2.1 Koppel de slang van de monsternemingslans aan de zuigzijde van de slangenpomp.
- 3.2.2 Start de pomp.
- 3.2.3 Pomp minimaal 1 liter grondwater op. Indien het grondwater zichtbaar vrij is van slibdeeltjes kan worden gestopt met het doorpompen. Geeft het gemaakte monsternemingspunt geen of zeer weinig water, dan dient in de nabijheid een nieuw punt te worden gekozen. Het uitwijken naar een ander punt is alleen zinvol als er redelijkerwijs kan worden aangenomen dat er sprake is van een zeer lokaal verschijnsel. Alvorens de monsternemingslans opnieuw te gebruiken is het raadzaam deze op een mogelijke verstopping te controleren.
- 3.2.4 Indien het opgepompte grondwater niet zichtbaar vrij is van slibdeeltjes herhaal dan 3.2.3 maximaal driemaal.
- 3.2.5 Noteer de totale hoeveelheid verpompt water conform de opdracht.

3.3 Bemonstering

- 3.3.1 Koppel de toevoerzijde van het filterbedhouder (zie figuur 1) aan de perszijde van de slangenpomp. Het is van het grootste belang dat er nooit een onderdruk ontstaat boven het filter op het filterbed, omdat het filter dan van het filterbed afgetrokken wordt. Open op tijd de ontluichtingskraan (2) op de filterbedhouder.
- 3.3.2 Open de filterbedhouder en plaats een filtermembraan op het filterbed (1). Zorg ervoor dat er geen contaminatie, via de vingers, van het membraan plaatsvindt.
- 3.3.3 Breng het filterbed aan en sluit de houder.

- 3.3.4 Start de pomp.
- 3.3.5 Open de ontluichtingskraan (2) op de filterbedhouder.
- 3.3.6 Sluit de ontluichtingskraan als alle lucht boven het filter is verdreven; er komt dan water uit de opening.
- 3.3.7 Vul de monsterflessen en sluit ze af. Let op dat in het geval van een dop met inleg, deze op de juiste manier aanwezig is.
- 3.3.8 Vervang, indien het verstopt raakt, tussentijds het filtermembraan. Het water stroomt dan steeds langzamer uit het filterbed en het systeem begint te lekken.
- 3.3.9 Indien er vuil op het filterbed zelf komt, dit reinigen door het filterbed ondersteboven te houden onder een hoek van $\pm 45^\circ$ en het, van boven naar beneden, af te spuiten met demi water.
- 3.3.10 Zet de pomp uit.
- 3.3.11 Koppel de perssling los van het filterbedhouder.
- 3.3.12 Koppel de slang van de lans los van de pomp en duw hem ter bescherming in de lans.
- 3.3.13 Reinig de filterbedhouder met demi-water.

Figuur 1: filterbedhouder met sluitband, dwarsdoorsnede, vooraanzicht



Verklaring van de nummers:

1 = toevoeropening

3 = filterbed

2 = ontluichtingskraan filterbedhouder

4 = uitstroomopening filterbedhouder

3.4 Nazorg

- 3.4.1 Markeer met een hand de maaiveldhoogte op de lans en trek de lans uit het boorgat.
- 3.4.2 Zoek het eind van het natte gedeelte van de lans en schat aan de hand van de maatstrepen op de lans zowel de diepte van de waterstand in decimeters onder maaiveld, als de diepte van het filter beneden de grondwaterspiegel door het verschil af te lezen tussen bovenkant filter en het eind van het natte gedeelte van de lans.
- 3.4.3 Noteer beide standen conform de opdracht.
- 3.4.4 Vul na bemonstering het boorgat zo goed mogelijk op. Eventueel tussentijds de grond in het gat met de boor aandrukken. Spreid eventueel overtollig bodemmateriaal uit en plaats de zode terug.
- 3.4.5 Reinig de gebruikte boren en lansen met een borstel en schoon water en droog de boren af om roestvorming te voorkomen.

3.5 Conservering en vervoer

3.5.1 Conserveer de monsters conform SOP LBG/416.

3.5.2 Noteer de hoeveelheid toegevoegd conserveringsmiddel per monster conform de werkopdracht.

3.5.3 Vervoer de monsters gekoeld, conform SOP LBG/414, naar hun bestemming.

4. Kwaliteitsbeheersing

4.1 Controleer voor de monsterneming aan de hand van de betreffende SOP's of alle apparatuur, hulpmiddelen en hulpstoffen aan de daarin gestelde eisen voldoen en controleer of de bijbehorende logboek- en controlekaarten volledig ingevuld zijn.

4.2 Leg alle af te lezen meetwaarden en afwijkingen van de SOP direct vast.

4.3 Voor alle werkzaamheden in het veld wordt tenminste éénmaal per maand een veldbezoek uitgevoerd door de coördinator Uitvoering meetnetten of een onderzoeksmedewerker van de afdeling MND.

4.4 De in het veld gebruikte apparatuur wordt, afhankelijk van het type, regelmatig gecontroleerd door de beheerder van de apparatuur.

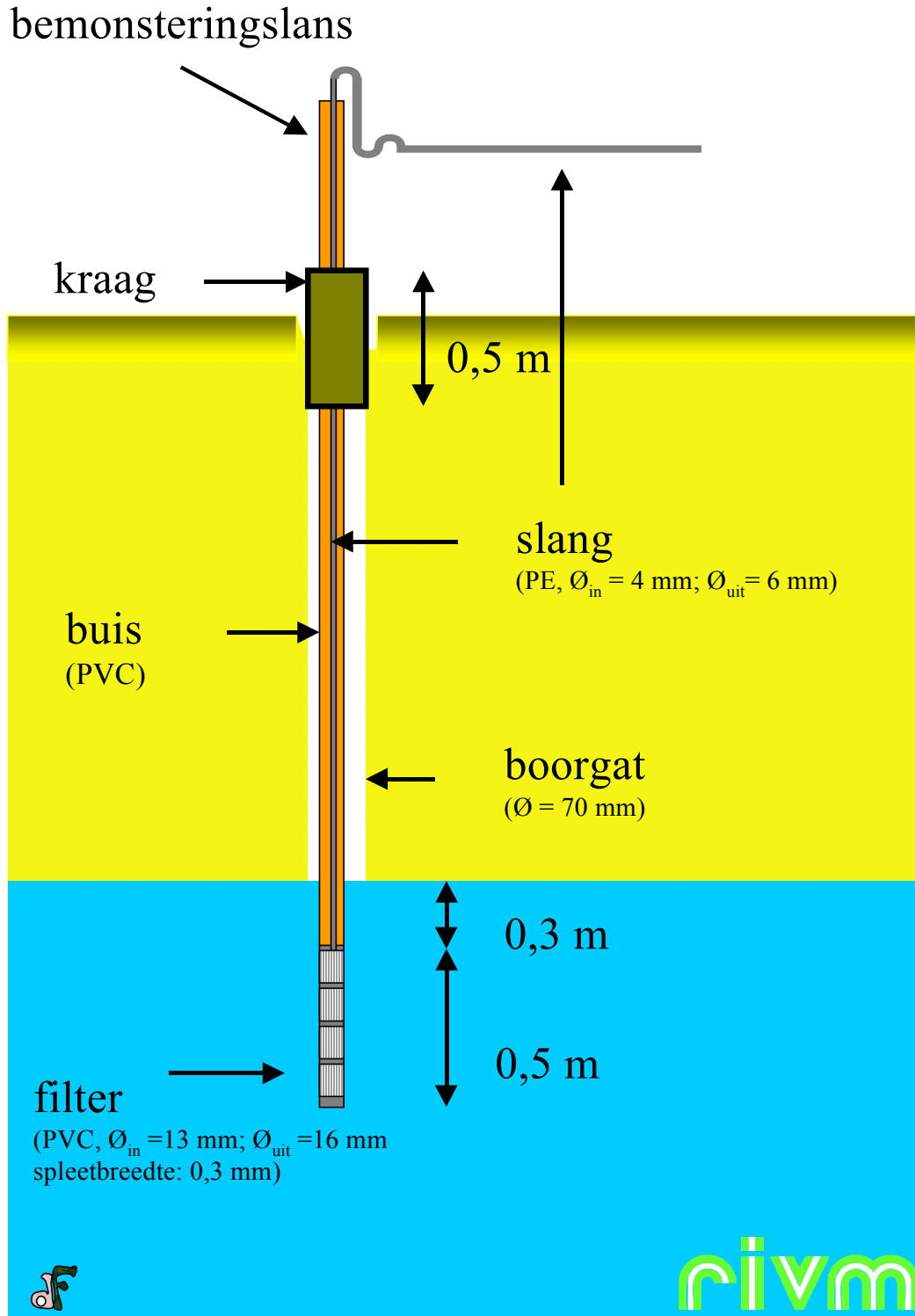
Literatuur

1. NNI. NEN 5766, *Bodem - Plaatsing van peilbuizen en bepaling van stijghoogten van grondwater in de verzadigde zone*. Delft, NNI, 1990, UDC 556.322.5.
2. NNI. NEN 6599, *Water - Termen en definities*. Delft, NNI, 1991, UDC 628.4.3:001.4 pp.
3. RIVM. SOP LBG/412/01, *Nemen van blanco- en standaardmonsters tijdens de uitvoering van een grondwatermonsterneming*. Bilthoven, RIVM, 2000.
4. RIVM. SOP LBG/414/01, *Opslaan en transporteren van monsters in een koelbox*. Bilthoven, RIVM, 2000
5. RIVM. SOP LBG/416/01, *Methode voor het conserveren van grondwatermonsters ter analyse op anorganische microparameters*. Bilthoven, RIVM, 2000.
6. RIVM. SOP LBG/425/00, *Grondwatermonstering met behulp van een bemonsteringslans en slangenpomp op kleigronden*. Bilthoven, RIVM, in voorbereiding
7. RIVM. SOP LBG/426/00, *Grondwatermonstering met behulp van een bemonsteringslans en slangenpomp op veengronden*. Bilthoven, RIVM, in voorbereiding
8. RIVM. SOP LBG/549/00, *Gebruik en onderhoud van handboorapparatuur*. Bilthoven, RIVM, in voorbereiding.
9. RIVM. SOP LBG/652/00, *Opdracht tot monsterneming*. Bilthoven, RIVM, in voorbereiding.

Termen en definities

Conform NEN 5766 en NEN 6599.

Schets van een bemonstering met bemonsteringslans



Bijlage 4 Voorschrift Nitrachek 404

Rijksinstituut
voor Volksgezondheid
en Milieu

RIJKSINSTITUUT VOOR VOLKSGEZONDHEID EN MILIEU

Lab./Unit/Dienst: Laboratorium voor Bodem- en Grondwateronderzoek

Standard Operating Procedure

| | |
|---------------|---|
| Titel: | Het meten van de nitraatconcentratie in water m.b.v. een Nitrachek reflectometer (type 404) |
|---------------|---|

| | |
|--------------------|------------|
| SOP nr. : | LBG/110/01 |
| Bladen : | 6 |
| Bijlagen : | 0 |
| Revisie : | 01 |
| Afgedrukt : | 060816 |

| Naam | Handtekening: | Datum: |
|---|----------------------------|--------|
| Gereviseerd door | : M.M. Pulleman | |
| Geverifieerd en Bekrachtigd door | : Dr. Ir. J.J.B. Bronswijk | |
| Kwaliteitscoördinator | : H. Mesters | |

VERZENDLIJST

| | Naam: | Functie: | Afdeling: | Aantal: |
|-------|---------------------|-------------------------------|--------------|--------------|
| 1 | J.J.B. Bronswijk | Projectleider MBG | LBG/MND | 1 exemplaar |
| 2 | H.L.J. van Maaren | Onderzoeksmedewerker | LBG/afd. MND | 1 exemplaar |
| 3 | R. Jeths | Onderzoeksmedewerker | MEV/MON | 1 exemplaar |
| 4 | L.F.L. Gast | Onderzoeksmedewerker | MEV/MON | 1 exemplaar |
| 5 | M. van den Berg | Deelprojectleider | MND | 1 exemplaar |
| 6 | C.J. de Jong | Deelprojectleider | MND | 1 exemplaar |
| 7 | M.M. Pulleman | Deelprojectleider | MND | 1 exemplaar |
| 8 | M.A.H. Wolters-Balk | Onderzoeksmedewerker | MEV/MON | 1 exemplaar |
| 9 | A.L. Prins | Onderzoeksmedewerker | MEV/MON | 1 exemplaar |
| 10 | A.W.H.M. Maas | Onderzoeksmedewerker | MEV/MON | 1 exemplaar |
| 11 | H. Mesters | Kwaliteitscoördinator LBG | LBG/afd. SMK | 1 exemplaar |
| 12 | Proefhalmap | (via Coörd. Uitv. Meetnetten) | MEV/MON | 1 exemplaar |
| 13-16 | Veldmappen | (via Coörd. Uitv. Meetnetten) | MEV/MON | 4 exemplaren |
| 17 | N.J. Masselink | Coördinator uitv. meetnetten | MEV/MON | 1 exemplaar |

WIJZIGINGEN

| | Datum: | Gewijzigde punten: | Wijzigingen opgesteld door: |
|---|----------|--|-----------------------------|
| 0 | 00/04/04 | Eerste uitgave | Ing. N.J. Masselink |
| 1 | 02/10/17 | Omschrijving berekeningswijze temperatuur-gecorrigeerde nitraatconcentratie (paragraaf 4.2 en 4.3) | M.M. Pulleman |
| 2 | | | |
| 3 | | | |

Alleen geldig indien in rood gewaarmerkt

Laboratorium voor Bodem- en Grondwateronderzoek (LBG)
Werkvoorschrift voor nitraatmeting in water m.b.v. de Nitrachek

INHOUD:

1. INLEIDING
 - 1.1 Doel
 - 1.2 Toepassingsgebied
 - 1.3 Principe
 - 1.4 Doelgroep
 - 1.5 Veiligheid
 2. BENODIGDE MATERIALEN EN CHEMICALIËN
 3. WERKWIJZE
 - 3.1 Bereiden calibratieoplossing 100 mg nitraat l⁻¹
 - 3.2 Bereiden controlestandaard 150 mg nitraat l⁻¹
 - 3.3 Bepaling correctiefactor
 - 3.4 Uitvoering meting
 - 3.5 Verdunningen
 4. BEREKENING
 - 4.1 Berekening correctiefactor
 - 4.2 Temperatuurcorrectie van de correctiefactor
 - 4.3 Vaststellen van de batchafhankelijke temperatuurcorrectiefactor
 - 4.3.1 Principe
 - 4.3.2 Uitvoering
 - 4.3.3 Berekening
 5. KWALITEITSBEHEERSING
 6. LITERATUUR
-

1. Inleiding

1.1 Doel

Het bepalen van de nitraatconcentratie in watermonsters op een gestandaardiseerde wijze met behulp van een Nitrachek Reflectometer.

1.2 Toepassingsgebied

De methode is geschikt voor het bepalen van de nitraatconcentratie in grond-, drain- en oppervlaktewater. Het water dient helder te zijn. De kleur van het water beïnvloedt het meetresultaat slechts als deze donkerbruin (equivalent 1 g l⁻¹ humuszuur) of donkerder is. De aanwezigheid van nitriet stoort de meting.

De gebruikte apparatuur heeft een meetbereik van 5- 440 mg nitraat l⁻¹. Het meten van lagere concentraties is niet mogelijk. Voor het meten van hogere concentraties zijn verdunningen van het monster noodzakelijk.

De meting is toepasbaar bij zowel laboratorium als on-site metingen.

1.3 Principe

Op een teststrookje wordt nitraat d.m.v. een in het strookje opgenomen reductiemiddel omgezet in nitriet. Het gevormde nitriet wordt vervolgens op het teststrookje omgezet in salpeterigzuur, dat op zijn beurt sulfanilzuur diazoteert. Het uit de reactie gevormde 4-diazobenzeensulfonzuur wordt vervolgens gekoppeld met N-[naphthyl(1)]etheendiamine. De gevormde azo-verbinding is roodviolet gekleurd. Het teststrookje wordt vervolgens in een reflectometer (nitrachek) belicht, met licht waarvan de golflengte 565 nm bedraagt, door middel van een LED (Light Emitting Diode). Het gereflecteerde licht wordt gemeten met een lichtgevoelige transistor. De uitgangsstroom van de transistor is proportioneel met de hoeveelheid gereflecteerd licht en daardoor een maat voor de hoeveelheid nitraat.

1.4 Doelgroep

Dit voorschrift is bedoeld voor de gebruiker van de Nitrachek, type 404

1.5 Veiligheid

De voor de calibratie gebruikte oplossing bevat kaliumnitraat. Kalium kan bij inname gezondheidsproblemen veroorzaken.

2. Benodigde materialen en chemicaliën

- Nitrachek type 404
- Temperatuurmeter
- Micropipet 0,008 ml
- Maatcilinder, glas, 20 ml
- SPUITFLES t.b.v. Milli-Q water
- Droogstoof instelbaar op 105 °C
- Maatkolf van 1000 ml
- Magnetische roerder met roerstaafje
- Op 0,1 mg afleesbare weegschaal
- Schottfles met blauwe dop, glas, 1000 ml
- RVS of keramische spatel voor afwegen chemicaliën
- Glazen of RVS droogschaaltje
- Kaliumnitraat >99%, p.a.
- Water, Milli-Q water
- Nitraatteststrookjes, Merckoquant
- Tissues

3. Werkwijze

3.1 Bereiden calibratieoplossing 100 mg nitraat l-1

- 3.1.1 Stel de droogstoof in op 105 °C
- 3.1.2 Weeg ca. 180 mg KNO₃ af in het droogschaaltje
- 3.1.3 Plaats de KNO₃ in de opgewarmde droogstoof gedurende minimaal 2 uren
- 3.1.4 Weeg de KNO₃ in een bekeerglas terug tot 163,0 mg
- 3.1.5 Vul de maatkolf tot ca. 1/2 vol met Milli-Q water
- 3.1.6 Voeg de KNO₃ toe aan het water in de maatkolf via een trechter die vervolgens wordt overspoeld met een hoeveelheid Milli-Q water (let op: de maatkolf moet niet voller dan tot ca. 3/4 komen)
- 3.1.7 Zwenk de maatkolf tot de KNO₃ volledig is opgelost
- 3.1.8 Vul de maatkolf aan met Milli-Q water tot 1000 ml
- 3.1.9 Schud de maatkolf nogmaals zodanig dat de oplossing goed homogeen is geworden
- 3.1.10 Etiketteer de Schott-fles (1000 ml) met:
 - calibratieoplossing KNO₃,mg nitraat l⁻¹
 - naam van de aanmaker
 - aanmaakdatum

- uiterste houdbaarheid (aanmaakdatum + 1 jaar; LAC-notitie nr. 55)

3.1.11 Breng de oplossing over in de Schott-fles

3.1.12 Vul de benodigde gegevens op het etiket in en plaats achter je naam een paraaf

3.1.13 Plaats de oplossing in de koelkast bij 4 °C (± 2 °C).

3.2 Bereiden controlestandaard 150 mg nitraat l-1

3.2.1 Voer alle handelingen zoals vermeld in 3.1.1 t/m 3.1.13 uit, maar weeg bij 3.1.2 nu ca 270 mg KNO_3 af en bij 3.1.4 nu 244,5 mg KNO_3

3.3 Bepaling correctiefactor

3.3.1 De buisjes nitraatteststrookjes vertonen, afhankelijk van de productiecharge en de ouderdom, onderling verschillen. Per buisje en minimaal per dag moet met behulp van de calibratieoplossing (3.1) een correctiefactor worden bepaald.

3.3.2 Meet de luchttemperatuur en noteer deze op de logboekkaart.

3.3.3 Stel m.b.v. de pijltjestoetsen het lot nummer in op 5 (correctiefactor 0.98-1.02)

3.3.4 Voer 7 metingen uit met de calibratieoplossing (100 mg.nitraat l^{-1}) volgens 3.4.1 t/m 3.4.12

3.3.5 Noteer alleen de laatste 5 meetresultaten op de logboekkaart van de meter

3.3.6 Bereken de correctiefactor met deze 5 metingen (formule 4.1) en noteer deze eveneens op de logboekkaart.

3.4 Uitvoering meting

3.4.1 Leg alle benodigdheden klaar binnen handbereik (monster, buisje met teststrookjes, pipet, etc.)

3.4.2 Lees de luchttemperatuur af (bij elk meetpunt slechts 1 maal nodig)

3.4.3 Noteer de temperatuur (temperatuur “actueel)

3.4.4 Open het klepje van de meetcel (“CAL” verschijnt)

3.4.5 Stel m.b.v. de pijltjestoetsen het lot nummer in op 5 (correctiefactor 0.98-1.02)

3.4.6 Haal een teststrookje uit het buisje en sluit het buisje af

3.4.7 Plaats het teststrookje in de meetcel (tot de aanslag naar binnen)

3.4.8 Sluit het klepje (het instrument voert nu een calibratie van het teststrookje uit)

3.4.9 Als in het display “GO” verschijnt, gevolgd door 2 piepjes is het apparaat gereed de meting uit te voeren.

3.4.10 Indien “ERR” verschijnt accepteert het apparaat het strookje niet (te dik, te dun, al verkleurd, etc.). Controleer of het teststrookje goed was geplaatst. Indien dit het geval was doe dan het betreffende strookje in het afval. Herhaal dan vanaf 3.4.5.

3.4.11 Open het klepje van de meetcel en haal het teststrookje eruit

3.4.12 Er zijn nu 5 seconden om de te meten vloeistof op het teststrookje aan te brengen. Gebruik hiervoor de op 0,008 ml ingestelde pipet.

3.4.13 Het einde van de 5 seconden periode wordt door het apparaat aangegeven met een piepton. Hierna begint een aftelperiode van 60 seconden, teneinde de reactie te laten plaatsvinden. Het einde van de aftelperiode wordt aangegeven met 3 pieptonen. Nu kan het teststrookje weer in de meetcel geplaatst worden, waarna het klepje weer wordt gesloten.

3.4.14 In het display verschijnt de meetwaarde in mg nitraat per liter. Indien het apparaat “LO” in het display laat zien is de concentratie nitraat lager dan 5 mg.l^{-1} . Indien een waarde groter dan 440 mg.l^{-1} gegeven wordt of “HI” in het display verschijnt ligt de waarde hoger dan het meetbereik en dient verdunning plaats te vinden volgens 3.5.

3.4.15 Indien verdunningen gemeten worden dient de meting hiervoor gecorrigeerd te worden, door de meetwaarde te vermenigvuldigen met de verdunningsfactor.

3.4.14 Verwijder het teststrookje uit de nitrachek en bevochtig het nitrietkussentje op het teststrookje. Indien dit aangeeft dat nitriet aanwezig is dient dit bij het meetresultaat te worden vermeld.

3.4.15 Noteer de meetwaarde

3.4.16 Herhaal voor elk monster 1 maal de handelingen vanaf 3.4.5 (nitrietkussentje bevochtigen hoeft niet herhaald te worden)

3.5 Verdunningen

3.5.1 Vul de 20 ml maatcilinder tot de maatstreep van 10 ml met het te meten monster.

- 3.5.2 Vul de maatcilinder aan met demi- water tot de maatstreep van 20 ml.
- 3.5.3 Schud de inhoud van de maatcilinder een aantal malen
- 3.5.4 Een verdunning (factor 2) is nu gereed om te meten.
- 3.5.5 Indien de meting nog buiten het meetbereik ligt dient de gemaakte verdunning nogmaals verdund te worden volgens 3.5.1 t/m 3.5.5 (verdunningsfactoren lopen steeds een factor 2 op)

4. Berekening

4.1 Berekening correctiefactor

$$C_f = \frac{Conc}{\bar{x}} \quad (4.1)$$

waarin:

- de berekende correctiefactor;
- de concentratie van de calibratievloeistof;
- het gemiddelde van de 5 waarnemingen.

4.2 Temperatuurcorrectie van de correctiefactor

Er bestaat een bijna lineair verband tussen de temperatuur en de nitraatconcentratie. Dit wordt veroorzaakt door de reactiesnelheid op het nitraatstreekje. Indien bij verschillende temperaturen gemeten wordt bestaat de mogelijkheid om telkens een nieuwe correctiefactor te bepalen, of om de gemeten waarde te corrigeren voor het temperatuurverschil t.o.v. de calibratietemperatuur. Daar het laatste het meest praktisch is wordt deze mogelijkheid toegepast.

Deze correctie is alleen nodig als er temperatuurverschillen bestaan tussen het tijdstip van bepaling van de correctiefactor (T_c) en het tijdstip waarop de meting in het monster wordt uitgevoerd (T_m). Indien dus bij constante temperatuur ($T_c=T_m$), zoals onder laboratoriumomstandigheden, wordt gemeten is aanpassing van de correctiefactor niet nodig.

$$NC_c = \frac{\overline{NC}_m \times C_f \times (1.18 - 0.0077 \times T_m)}{(1.18 - 0.0077 \times T_c)} \quad (4.2)$$

waarin:

- NC_c = de gecorrigeerde nitraatconcentratie in het monster;
- \overline{NC}_m = het gemiddelde van de afgelezen nitraatwaarden;
- C_f = de berekende correctiefactor (volgens vergelijking 4.1);
- T_m = de omgevingstemperatuur tijdens de bepaling in het monster;
- T_c = de omgevingstemperatuur tijdens de kalibratie (bij bepaling van de correctiefactor)

4.3 Vaststellen van de batchafhankelijke temperatuurcorrectiefactor

Uit informatie van de leverancier blijkt dat niet kan worden uitgesloten dat per productiebatch de temperatuurcorrectiefactor verschilt. Om deze reden dient voor het in gebruik nemen van elke productiebatch en minimaal elke 6 maanden de temperatuurcorrectiefactor van de Merckoquant Nitraat-teststaafjes te worden vastgesteld. De beheerder van de meetapparatuur is verantwoordelijk voor het tijdig bepalen van de temperatuurcorrectiefactor en het vrijgeven van de nitraatstreekjes voor gebruik.

Mogelijk wordt de batchafhankelijke temperatuurcorrectiefactor in de toekomst toegepast bij het corrigeren van de afgelezen Nitraatwaarden, indien bij andere dan de calibratietemperatuur wordt gemeten. De invloed van de batchafhankelijke temperatuurgevoeligheid op de gemeten nitraatwaarden wordt nog onderzocht. Als blijkt dat er een grote invloed is van de verschillende batches op de temperatuurcorrectiefactor kan hier in de toekomst alsnog voor worden gecorrigeerd. Tot die tijd wordt formule 4.2 gebruikt, waarin de batchafhankelijke temperatuurcorrectiefactor geen rol speelt.

4.3.1 Principe

De temperatuurcorrectiefactor wordt bepaald aan de hand van een (minimaal) 4-tal bepalingen van de correctiefactor bij verschillende temperaturen. De meetresultaten worden in een Excel worksheet opgenomen. Vervolgens weergegeven in een XY-chatter chart en wordt een logaritmische regressielijn berekend.

4.3.2 Uitvoering

Voor de uitvoering wordt een buisje uit de productiebatch genomen en vervolgens bij een aantal verschillende temperaturen (bijv in klimaatkamers) de correctiefactor bepaald zoals beschreven in par. 3.3. De te gebruiken materialen dienen daartoe ten minste 1 uur te acclimatiseren.

De metingen dienen ten minste bij 4 verschillende temperaturen, variërend tussen ca. 5 oC en 25 oC, te worden uitgevoerd. De te gebruiken materialen dienen daartoe ten minste 1 uur te acclimatiseren.

De metingen worden bij elke temperatuur met tenminste 2 verschillende meters uitgevoerd.

4.3.3 Berekening

De correctiefactoren en de bijbehorende temperaturen worden vervolgens als 2 kolommen in een Excel worksheet ingevoerd. Met behulp van de onder CHART te vinden regressieanalyse wordt de X-variabele (=temperatuurcorrectiefactor) bepaald, waarbij de temperatuur (onafhankelijke variabele) op de X-as staat en de correctiefactor (afhankelijke variabele) op de Y-as.

1. Voer de meetwaarden (nitraatwaarden en temperatuur) in een Excel-worksheet in.
2. Laat het worksheet voor alle individuele nitraatmetingen de calibratiefactor bepalen (meetwaarde/100 mg NO₃ l⁻¹).
3. Neem de calibratiewaarden op in een XY-scatter Chart, waarbij op de X-as de temperatuur komt te staan en op de Y-as de calibratiewaarden.
4. Met behulp van de onder CHART te vinden regressieanalyse wordt de X-variabele bepaald. Selecteer daartoe de optie ADD TRENDLINE. Kies voor een regressielijn met een logaritmische functie en laat de functie van de lijn alsmede R² afdrukken (aangeven middels Options).
5. Print de meetwaarden en de grafiek uit en bewaar deze in het dossier "vrijgave van verbruiksmaterialen".

Stel alle gebruikers op de hoogte van de aan de productiebatch oftewel het charge-nummer gekoppelde temperatuurcorrectiefactor.

5. Kwaliteitsbeheersing

Tenminste dagelijks voor de start van een meetserie, maar na elke 40 metingen dient de controlestandaard (150 mg nitraat l⁻¹) gemeten te worden volgens paragraaf 3.4. De werkelijke meetwaarde dient berekend te worden met temperatuurcompensatie (formule 4.2). De werkelijke meetwaarde dient in de controlekaart te worden opgenomen. Toetsing van het resultaat vindt plaats volgende de daarvoor geldende controlekaartsystematiek (SOP LBG/111/01).

Voor zowel laboratorium als on-site metingen wordt een maximale meetfout van 10% (betrouwbaarheidsinterval 95%) toegestaan (Vissenberg, 1995).

6. Literatuur

1. SOP/LBG/111/01 *Het gebruik van controlekaarten*. Bilthoven, RIVM.
2. Eijkelkamp, 1997. Gebruiksaanwijzing voor de Nitrachek reflectometer (type 404).
3. H.A. Vissenberg, 1995. *Bepaling van een aantal kenmerken voor de nitraatbepaling in grondwater met de Nitrachek*. RIVM-rapport 712601001.
4. LAC-notitie nr. 55, 2000