

Bemonsteringsprotocol vaste mest bij continue mestverwerking

P.J.L. Derikx en E. Boer



WAGENINGEN
UNIVERSITY & RESEARCH

Bemonsteringsprotocol vaste mest bij continue mestverwerking

P.J.L. Derikx¹ en E. Boer²

1 Wageningen Food Safety Research

2 Wageningen Plant Research, Biometris

Dit onderzoek is uitgevoerd door Wageningen Food Safety Research, instituut binnen de rechtspersoon Stichting Wageningen Research in opdracht van en gefinancierd door het Ministerie van Landbouw, Natuur en Voedselkwaliteit.

Wageningen, januari 2020

WFSR-rapport 2020.004

Derikx, P.J.L., E. Boer, 2020. *Bemonsteringsprotocol vaste mest bij continue mestverwerking*. Wageningen, Wageningen Food Safety Research, WFSR-rapport 2020.004. 18 blz.; 3 fig.; 3 tab.; 0 ref.

Projectnummer: 1297382901

BAS-code:

Projecttitel: Bemonsteringsprotocol vaste mest bij continue mestverwerking

Projectleider: P.J.L. Derikx

Dit rapport is gratis te downloaden op <https://doi.org/10.18174/513083> of op <http://www.wur.nl/food-safety-research> (onder WFSR publicaties).

© 2020 Wageningen Food Safety Research, instituut binnen de rechtspersoon Stichting Wageningen Research. Hierna te noemen WFSR.

Het is de opdrachtgever toegestaan dit rapport integraal openbaar te maken en ter inzage te geven aan derden. Zonder voorafgaande schriftelijke toestemming van het WFSR is het niet toegestaan:

- a. *dit door WFSR uitgebrachte rapport gedeeltelijk te publiceren of op andere wijze gedeeltelijk openbaar te maken;*
- b. *dit door WFSR uitgebrachte rapport, c.q. de naam van het rapport of WFSR, geheel of gedeeltelijk te doen gebruiken ten behoeve van het instellen van claims, voor het voeren van gerechtelijke procedures, voor reclame of antireclame en ten behoeve van werving in meer algemene zin;*
- c. *de naam van WFSR te gebruiken in andere zin dan als auteur van dit rapport.*

Postbus 230, 6700 AE Wageningen, T 0317 48 02 56, E info.wfsr@wur.nl, www.wur.nl/food-safety-research. WFSR is onderdeel van Wageningen University & Research.

WFSR aanvaardt geen aansprakelijkheid voor eventuele schade voortvloeiend uit het gebruik van de resultaten van dit onderzoek of de toepassing van de adviezen.

WFSR-rapport 2020.004

Verzendlijst:

- H. Schollaart, PAV, LNV
- L. Oprel, DAK, LNV
- P. Suijker, NVWA
- J. Noordsij, RVO

Inhoud

	Woord vooraf	5
	Samenvatting	7
1	Algemeen	9
2	Materialen en methoden	10
	2.1 Bemonsteringslocaties	10
	2.2 Bemonstering	10
	2.3 Monstervoorbehandeling en chemische analyses	10
3	Resultaten	11
	3.1 Statistische beoordeling van de analyseresultaten	11
	3.2 Spreiding binnen een hoop	11
	3.3 Samenvattende resultaten	13
4	Conclusies	15
	Bijlage 1 Bemonsteringsprotocol ter bemonstering van een partij vaste fractie bij continue mestverwerking	16

Woord vooraf

Dit onderzoek is uitgevoerd om inzicht te krijgen in de variatie die optreedt bij bemonstering van de vaste mest die ontstaat bij de bewerking van drijfmest in continu verwerkingsinstallatie. Op basis van de verkregen resultaten is een praktisch bemonsteringsprotocol opgesteld.

Samenvatting

Sinds 2017 is het verplicht om vaste mest met mestcode 13 of 43 en mengsels waarin deze mestcodes voorkomen, door een onafhankelijke monsternemer op vrachtniveau te laten bemonsteren. In inrichtingen waar op continu basis mest verwerkt wordt, volgens een min of meer constante procesvoering, wordt een vaste fractie geproduceerd met relatief kleine variaties in de samenstelling.

In dit onderzoek wordt inzichtelijk gemaakt hoe groot de variatie is tussen onafhankelijke grepen, genomen van de vaste fractie bij verschillende bedrijven op verschillende tijdstippen.

Op basis daarvan kan afgeleid worden met hoeveel grepen een gegeven mate van zekerheid verkregen kan worden. Uiteindelijk wordt dat vertaald in een praktisch bemonsteringsprotocol.

1 Algemeen

In de meststoffenwet is geregeld dat mest bij aanvoer en afvoer op vrachtniveau bemonsterd en geanalyseerd moet worden. Voor mestcode 13 en 43 (vaste fractie na scheiding) is daar vanaf 2017 aan toegevoegd dat de bemonstering door een onafhankelijke monsternemer moet plaats vinden. Bij de invoering van die systematiek is aangekondigd dat, onder voorwaarden, bij continue processen daarvan afgeweken zou mogen worden. Inmiddels is door KIWA een beschrijving opgesteld waarin de systematiek van de beoordeling van de meststoffenstelling bij continue processen nader uitgewerkt is. Daarbij is het de onderneming toegestaan om een product te leveren waarvan de concentraties maximaal 15% afwijkt van het in de tijd voortschrijdend gemiddelde geldend voor deze onderneming (KIWA systematiek). Om dat te controleren is een bemonsteringsprotocol vereist. Uitgezocht moet worden hoeveel grepen voor een dergelijk (meng)monster noodzakelijk zijn in relatie tot de na te streven nauwkeurigheid. Dit hangt in belangrijke mate samen met de spreiding die tussen de afzonderlijke grepen optreedt. De spreiding is een gevolg van allerhande fluctuaties, o.a. in samenstelling van de aangevoerde mest, de procesomstandigheden en -voering, en de omgevingsfactoren. Met onderstaand onderzoek is gepoogd daarin zo goed mogelijk inzicht te krijgen. Vandaar uit kan dan tot een aanbeveling gekomen worden voor een bemonsteringsprotocol waarmee een controleur kan nagaan of het verwerkende bedrijf inderdaad een meststoffenstelling in de vaste fractie realiseert, zoals die in hun beschrijving is vastgelegd. Met de meststoffenstelling wordt in het kader van de meststoffenwet specifiek het totaalgehalte aan fosfor en stikstof bedoeld.

De globale opzet van het onderzoek bestaat uit het beoordelen van 10 afzonderlijke grepen van een hoop vaste fractie bij 5 verschillende productie locaties op twee verschillende tijdstippen.

2 Materialen en methoden

2.1 Bemonsteringslocaties

Er zijn 5 productielocaties geselecteerd, die onderling in meer of mindere mate verschillen in inputstromen en verwerkingsproces. Wat ze gemeen hebben dat ze allemaal een vaste mest fractie maken, die onder mestcode 13 of 43 valt. De locaties zijn voor deze rapportages genummerd met A t/m E. De meest relevante parameters zijn hieronder samengevat.

Verwerker	voorbehandelings scheidingstechniek	
A	vergisten	decantercentrifuge met nadroging
B	geen	zeefbandpers
C	geen	zeefbandpers
D	geen	zeefbandpers
E	vergisten	decantercentrifuge

2.2 Bemonstering

Op twee verschillende dagen, eind augustus en eind september 2019, zijn gespreid 10 afzonderlijke grepen genomen uit de dan aanwezige hoop en voor zover de hoop voor de monsternemer toegankelijk was. De geschatte omvang van de hopen varieerde tussen de 50 en 500 m³ en kan gezien worden als een gangbare werkvoorraad op het bedrijf. De monsters zijn, genummerd in afzonderlijke zakken, dezelfde dag overgebracht naar de gekoelde centrale opslag. Bovenstaande werkzaamheden zijn uitgevoerd door medewerkers van een onafhankelijke monsternemende organisatie die vertrouwd zijn monsternamen conform AP06.

Vanuit de centrale opslag zijn de monsters overgebracht naar WFSR voor verdere behandeling en analyse.

2.3 Monstervoorbehandeling en chemische analyses

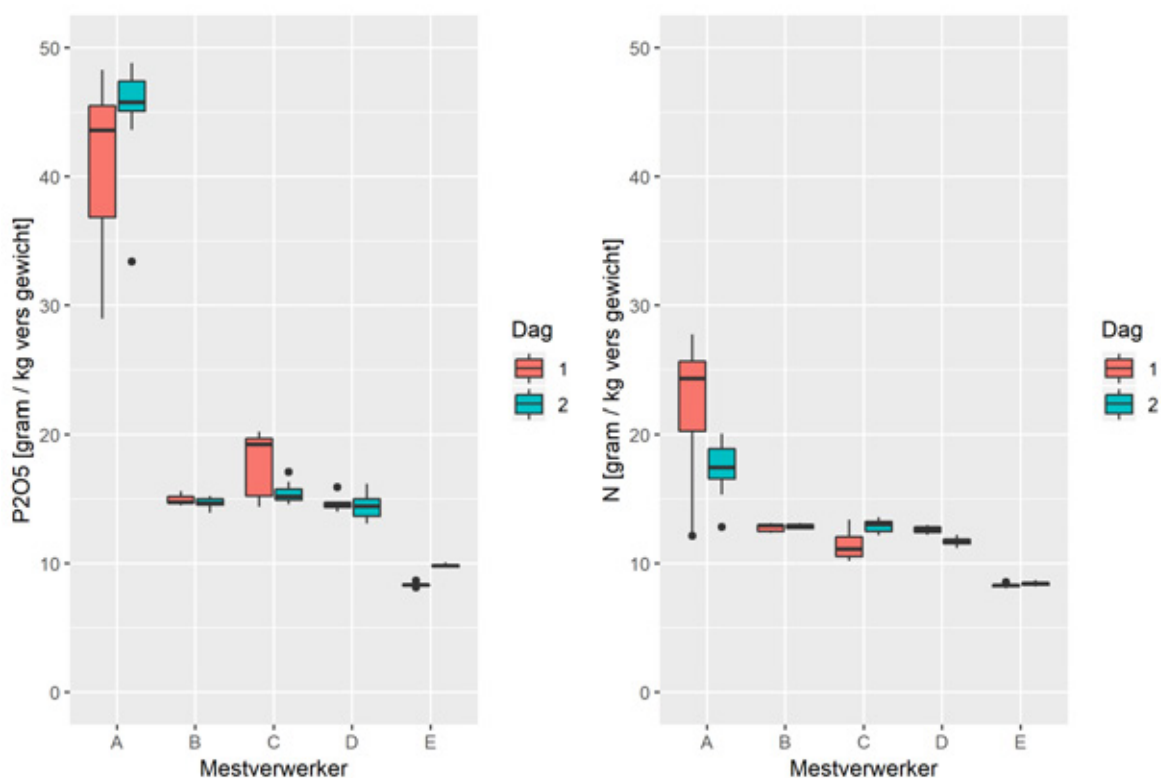
Per monster is na menging een 250 g groot submonster vermengd met 300 ml wijnsteen zuur (0.445 mol/l) en gedroogd bij 70 °C. Het luchtdroge materiaal is gemalen over een 1 mm zeef en gebruikt voor verdere analyse (conform NEN 7431).

Droge stof gehalte en organische stof gehalte zijn bepaald conform NEN 7432. Destructie is uitgevoerd conform NEN 7433. In de destruat is N, P en K bepaald conform 7434 t/m 7436. Alle analyses zijn in duplo uitgevoerd en getoetst aan de kwaliteitseisen zoals AP05 die stelt.

3 Resultaten

3.1 Statistische beoordeling van de analyseresultaten

In Figuur 1 staat een visualisatie van de gegevens van P_2O_5 en N, weergegeven als een boxplot. Dit betreffen de gemiddelden van de duplo waarnemingen. Elke boxplot bestaat dus uit 10 waarnemingen. De verticale lijn geeft de range aan, de box representeert de middelste 50% van de waarnemingen en de horizontale lijn geeft de mediaan aan. Uitbijters worden aangeduid met • in de figuur.



Figuur 1 Boxplots van concentraties P_2O_5 en N van de 10 losse grepen per mestverwerker en per dag gevisualiseerd.

Met name voor P_2O_5 valt op dat mestverwerker A een fors hogere concentraties heeft dan de andere mestverwerkers. Voor zowel P_2O_5 als N zien we ook een aanzienlijk hogere variatie in concentraties bij mestverwerker A.

3.2 Spreiding binnen een hoop

Bij de analyse van de gegevens bleek dat mestverwerker A afwijkende waarden had qua concentraties P_2O_5 en N en een aanzienlijk grotere variatie had tussen de grepen binnen een mesthoop dan de andere vier mestverwerkers (Figuur 1). Per mestverwerker is de variatie tussen grepen en de variatie tussen duplo's binnen een greep geschat met een mixed model. Daarbij is gecorrigeerd voor eventuele verschillen tussen de dagen. Voor dit onderzoek zijn de verschillen tussen dagen niet echt van belang. Voor het controleren of een mestverwerker mest produceert met constante concentraties P_2O_5 en N is de tussen-dag variatie natuurlijk van belang. Een mestverwerker moet immers laten zien dat hij in

staat is mest te produceren die voldoende constante concentraties bevat. In dit onderzoek gaat het met name om de variatie tussen grepen en tussen duplo's.

In de tabellen 1 en 2 staan de gemiddelde concentraties en de geschatte varianties voor P₂O₅ en respectievelijk N.

Tabel 1 Gemiddelde concentraties (gram /kg vers gewicht) van P₂O₅ van de 5 mestverwerkers, gemiddelde over de alle grepen van beide dagen (2 keer 10= 20). In de laatste twee kolommen de geschatte variantie tussen grepen en tussen duplobepalingen van de gehalten van de verschillende grepen.

Mestverwerker	Gehalte P ₂ O ₅	Variantie tussen grepen	Variantie duplo's
A	42.80	33.30	0.150
B	14.80	0.16	0.012
C	16.63	3.24	0.022
D	14.51	0.64	0.012
E	9.11	0.02	0.012

Tabel 2 Gemiddelde concentraties (gram /kg vers gewicht) van N van de 5 mestverwerkers, gemiddelde over de alle grepen beide dagen. In de laatste twee kolommen de geschatte variantie tussen grepen en tussen duplo's binnen grepen.

Mestverwerker	Gehalte N	Variantie tussen grepen	Variantie duplo's
A	19.62	17.98	0.016
B	12.85	0.05	0.009
C	12.15	0.69	0.006
D	12.17	0.09	0.007
E	8.36	0.02	0.004

Met de bovenstaande variantiecomponenten kan de standaardfout van de gemiddelde concentratie P₂O₅ en N berekend worden voor een willekeurig aantal grepen. In de praktijk worden er mengmonsters gemaakt van mest van een aantal grepen. Dit mengmonster wordt dan in duplo geanalyseerd. De standaardfout voor het mengmonster is, aannemende dat dit mengmonster volledig homogeen is en in duplo wordt gemeten, gelijk aan:

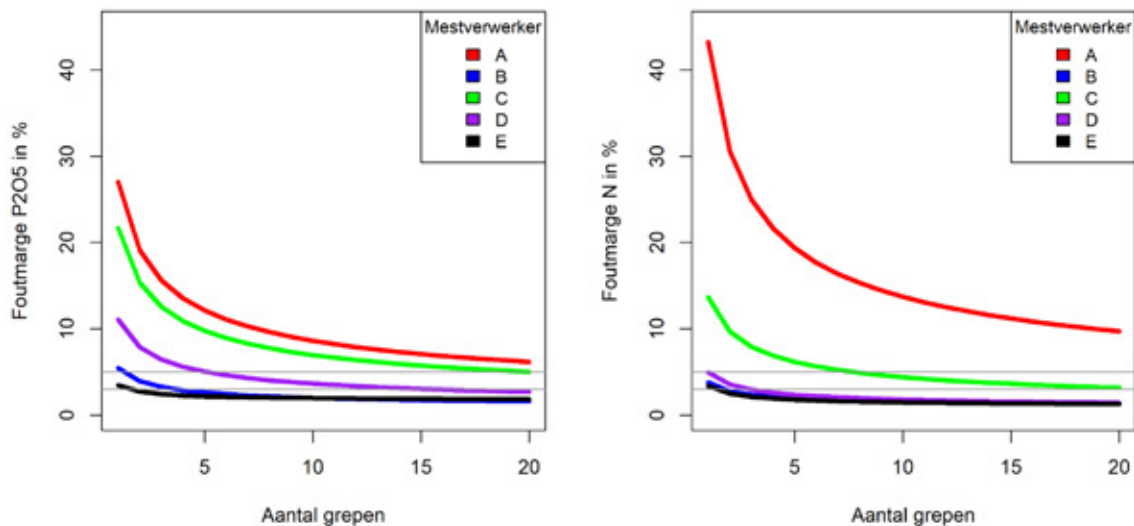
$$\text{Standaardfout}(\text{gemiddelde mengmonster}) = \sqrt{\frac{\text{var}(\text{tussen grepen})}{\text{aantal grepen}} + \frac{\text{var}(\text{duplo's})}{2}}$$

De foutmarge kan dan met een vuistregel worden bereken als 2 * de standaardfout. Dit impliceert dat 95% van alle afwijkingen zit tussen de meting plus of min de foutmarge. Daarmee is de onnauwkeurigheid gekwantificeerd voor het bepalen van de gemiddelde concentratie P₂O₅ of N van de dan aanwezige mesthoop bij een mestverwerker.

De mestverwerker mag maximaal 15% afwijken van het voortschrijdend gemiddelde van de concentraties in de tijd van deze mestverwerker. Dat betekent dat de foutmarge relatief is ten opzichte van de gemiddelde concentraties die de mestverwerker produceert. Daarom is in dit onderzoek de foutmarge relatief (in procenten) uitgerekend ten opzichte van de gemiddelde concentraties per mestverwerker over de twee dagen die in dit onderzoek gemeten is.

$$\text{Relatieve foutmarge} = 2 * \text{standaardfout} / \text{gemiddelde concentratie mestverwerker} * 100\%.$$

In Figuur 2 staan deze relatieve foutmarges gevisualiseerd als functie van het aantal grepen per hoop vaste mest per mestverwerker



Figuur 2 Foutmarges van een mengmonster in duplo gemeten gebaseerd op 95% betrouwbaarheid van concentraties P_2O_5 en N als functie van het aantal grepen genomen van een hoop mest. Aparte gekleurde lijnen zijn voor de verschillende mestverwerkers A – E. De horizontale grijze strepen zijn referentielijnen op 3% en 5% foutmarge.

3.3 Samenvattende resultaten

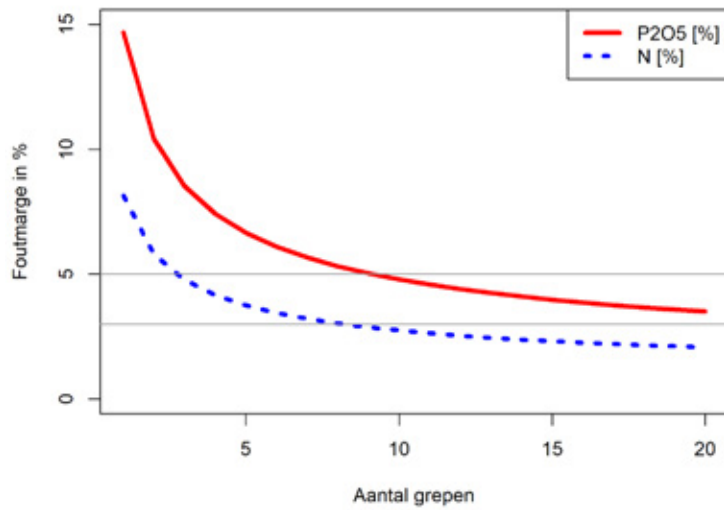
Mestverwerker A wijkt qua concentraties en variatie behoorlijk af van de andere 4 mestverwerkers. Met name bij de berekenden foutmarges voor N wijkt mestverwerker A veel af van de andere 4 mestverwerkers (zie Figuur 2). Omdat de foutmarge berekend is relatief ten opzicht van de gemeten concentraties, zien we dat mestverwerker A bij P_2O_5 minder afwijkt dan bij N. Dit komt omdat mestverwerker A een hogere concentratie P_2O_5 in zijn mest heeft zitten dan de andere mestverwerkers (zie Figuur 1). Desgevraagd gaf mestverwerker A te kennen geen gebruik te gaan maken van de voorstelde systematiek om onder voorwaarden af te zien van vrachtbemonstering. Daarom zijn de bevindingen van mestverwerker A bij de verdere bewerkingen buiten beschouwing gelaten. De varianties tussen grepen en tussen duplobepalingen kunnen geschat worden over de overige mestverwerkers B, C, D en E heen. Dit wordt dan een soort gemiddelde variantie tussen grepen en tussen duplo's binnen grepen over de 4 mestverwerkers heen. In Tabel 3 staan de gemiddelde concentraties van alle waarnemingen van de 4 mestverwerkers en de geschatte varianties.

Tabel 3 Gemiddelde concentraties van P_2O_5 en N (gram /kg vers gewicht) over de mestverwerkers B, C, D en E en de geschatte variantie tussen grepen en tussen duplo's binnen grepen.

Parameter	Gemiddelde gehalte	Variantie tussen grepen	Variantie duplo's
P_2O_5	13.76	1.013	0.015
N	11.38	0.211	0.006

Figuur 3 laat zien wat deze nieuwe schattingen betekent voor de foutmarges als functie van het aantal grepen voor zowel P_2O_5 en N.

Foutmarges P2O5 [%] en N [%] als functie van het aantal grepen



Figuur 3 Foutmarges van een mengmonster in duplo gemeten gebaseerd op ongeveer 95% betrouwbaarheid van concentraties P_2O_5 en N als functie van het aantal grepen genomen van een hoop mest gebaseerd op variantie tussen grepen en tussen duplo's van de mestverwerkers B, C, D en E. De horizontale grijze strepen zijn referentielijnen op 3% en 5% foutmarge.

4 Conclusies

Op basis van bovenstaand onderzoek kan geconcludeerd worden:

- De variatie die optreedt tussen de grepen is vele malen groter dan de variatie in duplo analyses.
- De variaties hier gevonden per mestverwerker op twee onafhankelijke dagen zijn klein t.o.v. de toegelaten foutmarge. Zeker als mestverwerker A buiten beschouwing gelaten wordt, kan gesteld worden dat de mestverwerkers kunnen voldoen aan het vereiste dat ze niet meer dan 15% van het voortschrijdend gemiddelde afwijken.
- De invloed van de omvang van de bemonsterde hoop is geen onderdeel geweest van dit onderzoek. De onderzochte partijen hadden een geschatte omvang van 50-500 m³. Bemonstering van veel grotere partijen levert in praktijk vaak problemen met de toegankelijkheid ervan.
- Op basis van Figuur 3 kan gesteld worden dat met 8 grepen de foutmarge in het verkregen monster voldoende klein is (een factor 3 kleiner) t.o.v. de toegelaten foutmarge in het gehalte van het voortschrijdende gemiddelde (15%).
- De bemonsteringsfout die optreedt bij 8 grepen bedraagt 3 en 5% voor respectievelijk stikstof en fosfor (Figuur 3).
- Het resulterend bemonsteringsprotocol is als Bijlage 1 bij deze rapportage opgenomen.

Bijlage 1 Bemonsteringsprotocol ter bemonstering van een partij vaste fractie bij continue mestverwerking

Algemeen

Volg de gebruikelijke veiligheids- en hygiëne voorschriften zoals opgenomen in AP06. Neem lokale voorschriften en omstandigheden in acht.

Specifiek

Beschouw de op het bedrijf aanwezige partij en maak een inschatting van de bereikbaarheid van de partij voor handmatige bemonstering.

Maak een bemonsteringsplan waarbij 8 grepen verdeeld worden over dat deel van de partij die voor bemonstering in aanmerking komt. Dit ter beoordeling van de monsternemer.

Gebruik een schep of edelman boor naar eigen inzicht.

Verwijder per bemonsteringsplaats de toplaag (circa 10 cm) om de invloed van randeffecten te minimaliseren.

Verzamel 8 grepen conform het monsterplan

Verklein het verzamelmonster tot een laboratoriummonster (500-800 gram) volgens de kwarteertechniek.

Breng het laboratoriummonster over in een schone monsterverpakking.

Reinig gebruikte bemonsteringsgereedschap

Noteer alle relevante gegevens op het begeleidingsformulier, zoals de voortschrijdende gemiddelden die gelden ten tijde van de bemonstering.

Breng het monster en het betreffende begeleidingsformulier ter analyse naar een daartoe aangewezen laboratorium.

Voor zaken waarin bovenstaande protocol niet voorziet wordt verwezen naar AP06.



Wageningen Food Safety Research
Postbus 230
6700 AE Wageningen
T 0317 48 02 56
www.wur.nl/food-safety-research

WFSR-rapport 2020.004

De missie van Wageningen University & Research is 'To explore the potential of nature to improve the quality of life'. Binnen Wageningen University & Research bundelen Wageningen University en gespecialiseerde onderzoeksinstituten van Stichting Wageningen Research hun krachten om bij te dragen aan de oplossing van belangrijke vragen in het domein van gezonde voeding en leefomgeving. Met ongeveer 30 vestigingen, 5.000 medewerkers en 12.000 studenten behoort Wageningen University & Research wereldwijd tot de aansprekende kennisinstellingen binnen haar domein. De integrale benadering van de vraagstukken en de samenwerking tussen verschillende disciplines vormen het hart van de unieke Wageningen aanpak.



To explore
the potential
of nature to
improve the
quality of life



Wageningen Food Safety Research
Postbus 230
6700 AE Wageningen
T 0317 48 02 56
www.wur.nl/food-safety-research

WFSR-rapport 2020.004

De missie van Wageningen University & Research is 'To explore the potential of nature to improve the quality of life'. Binnen Wageningen University & Research bundelen Wageningen University en gespecialiseerde onderzoeksinstituten van Stichting Wageningen Research hun krachten om bij te dragen aan de oplossing van belangrijke vragen in het domein van gezonde voeding en leefomgeving. Met ongeveer 30 vestigingen, 5.000 medewerkers en 12.000 studenten behoort Wageningen University & Research wereldwijd tot de aansprekende kennisinstellingen binnen haar domein. De integrale benadering van de vraagstukken en de samenwerking tussen verschillende disciplines vormen het hart van de unieke Wageningen aanpak.

