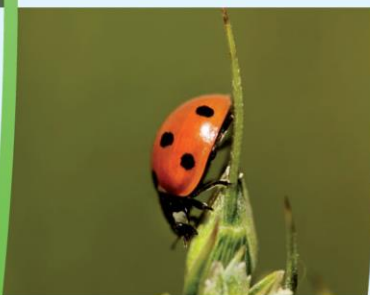


# Soil for life

Rapport 1559.N.14

**Kennisbundeling nitraatmeting  
bodemvocht lössgronden**

Vergelijking meetprotocollen WML, LMM  
en BVM



## **Kennisbundeling nitraatmeting bodemvocht lössgronden**

Vergelijking meetprotocollen WML, LMM en BVM

**Auteur:** **Dr. ir. G.H. Ros (NMI)**

Met medewerking van: Frans Vaessen (WML)  
Henny Moonen (WML)  
Ellen Kusters (AgriConnection)  
Sjef Crijns (DLV Plant)  
Dico Fraters (RIVM)  
Leo Boumans (RIVM)  
Bert Veldstra (Provincie Limburg)  
Peter van Zon (BKgroep)

**December 2014**

---

© 2014 Wageningen, Nutriënten Management Instituut NMI B.V.

Alle rechten voorbehouden. Niets uit de inhoud mag worden verveelvoudigd, opgeslagen in een geautomatiseerd gegevensbestand, of openbaar gemaakt, op welke wijze dan ook, zonder voorafgaande schriftelijke toestemming van de directie van Nutriënten Management Instituut NMI.

Rapporten van NMI dienen in eerste instantie ter informatie van de opdrachtgever. Over uitgebrachte rapporten, of delen daarvan, mag door de opdrachtgever slechts met vermelding van de naam van NMI worden gepubliceerd. Ieder ander gebruik (daaronder begrepen reclame-uitingen en integrale publicatie van uitgebrachte rapporten) is niet toegestaan zonder voorafgaande schriftelijke toestemming van NMI.

Disclaimer

Nutriënten Management Instituut NMI stelt zich niet aansprakelijk voor eventuele schadelijke gevolgen voortvloeiend uit het gebruik van door of namens NMI verstrekte onderzoeksresultaten en/of adviezen.

---

**Verspreiding**

Waterleiding Maatschappij Limburg (WML)

## Inhoud

	pagina
Samenvatting	2
1 Inleiding	4
1.1 Achtergrond	4
1.2 Doelstelling	4
2 Methodebeschrijving	5
2.1 Nitraatanalyse bodemvocht WML	5
2.2 Nitraatanalyse bodemvocht RIVM	5
2.3 Nitraatanalyse bodemvocht PL	6
3 Vergelijking meetprotocol meetnetten	8
3.1 Aanleiding	8
3.2 Oorzaken van verschillen	10
3.3 Inschatting effecten	12
4 Vooruitblik	15
4.1 Inleiding	15
4.2 Evaluatie verschillen DSG-LMM	15
4.3 Oplossingsrichtingen	16
5 Literatuur	18
Bijlage I. Methodebeschrijving (resultaten kennisbijeenkomst I)	20
Bijlage II. Methodevergelijking (resultaten kennisbijeenkomst II)	24

## Samenvatting

In Limburg zijn diverse grondwatermeetnetten actief waarbij het nitraatgehalte in het bovenste grondwater wordt gemonitord. Dit zijn het Landelijk Meetnet effecten Mestbeleid (LMM) van het RIVM, het Duurzaam Schoon Grondwater (DSG) meetnet van WML en het Bodemvochtmeetnet nitraat Mergelland (BVM) van provincie Limburg. Het nitraatgehalte wordt gemonitord om inzicht te krijgen in de relatie tussen grondwaterkwaliteit en het agrarisch handelen én de kwaliteit van het toekomstig drinkwater te beschermen. De grondwaterstand staat in lössgronden diep, zodat in de meetnetten bodemvochtmonsters worden genomen. Dit bodemvocht geeft een indicatie van de nitraat-concentratie van het water dat uit de wortelzone spoelt.

Eind 2013 is er discussie ontstaan over mogelijke discrepanties tussen het LMM en het DSG-meetnet naar aanleiding van een verkennend vergelijkend onderzoek. Omdat de betrouwbaarheid van een goede nitraatmeting belangrijk is om een relatie te leggen tussen het landbouwkundig handelen en de grondwaterkwaliteit op lössgronden, zijn er in 2014 diverse kennisbijeenkomsten georganiseerd. In dit rapport worden de verschillende meetprotocollen beschreven en worden de resultaten van de kennisbijeenkomsten geïntegreerd en samengevat.

Een accurate inschatting van het nitraatgehalte in het bodemvocht is relevant voor de drie meetnetten. Daarnaast is er overlap in doelen, data-verzameling en schaalniveau. Het DSG-meetnet is vooral gefocust op perceel- en bedrijfsniveau, het LMM op bedrijfs- en regioniveau en het BVM op regioniveau. De drie protocollen meten het nitraatgehalte in het bodemvocht en geven (mits goed uitgevoerd) een goede indicatie van de N-verliezen die *kunnen* optreden via uitspoeling. De protocollen variëren in bemonsteringsdiepte, gebruikte laboratoriumprocedures, doorlooptijd en uitvoeringskosten.

Deze studie laat zien dat er een discrepantie bestaat tussen het NO<sub>3</sub>-gehalte in het DSG-meetnet en het LMM, waarbij het DSG-protocol tot circa 30% lagere gehalten leidt dan het LMM-protocol. De reden hiervoor is waarschijnlijk de gebruikte methode om het bodemvocht te bemonsteren. Verschillen tussen het BVM en LMM hangen samen met het bemonsteringsgebied waarbij hogere nitraatgehalten in het LMM mogelijk samenhangen met een hoger gebruik van dierlijke mest en een groter N-overschot op bedrijven buiten de plateaus. De protocollen van de drie meetnetten zijn in staat om identieke trends en ontwikkelingen zichtbaar te maken als ze in dezelfde regio worden toegepast. Omdat het gemeten nitraatgehalte consequenties heeft (of kan hebben) voor agrariërs in de regio en omdat WML deze gegevens gebruikt voor prognoses van nitraat in grondwater, is een structurele discrepantie onwenselijk.

De drie protocollen zijn goed onderbouwd en leveren een accurate schatting van het nitraatgehalte *in het verzamelde* bodemvocht. Het grootste verschil tussen de protocollen *an sich* ligt niet in de monsternamen, doorlooptijd of gebruikte analytische methoden, maar in de bemonsterde bodemlaag (diepte onder maaiveld) en de keuze voor extraheren (een schudmethode) dan wel centrifugeren om het bodemvocht uit het grondmonster te verzamelen. Het BVM- en DSG-protocol meten het nitraatgehalte via een extractiemethode waarbij het BVM de bodemlaag op 140 cm-mv bemonstert en het DSG-protocol de bodemlagen op zowel 130-150 cm-mv als 230-250 cm-mv. Het LMM-protocol meet daarentegen het nitraatgehalte in de bodemlaag 150-300 cm-mv en verzamelt het daar aanwezige bodemvocht door een grondmonster te centrifugeren. Beide technieken (de schudmethode én het centrifugeren) om bodemvocht te verzamelen, worden in de wetenschappelijke literatuur toegepast. In welke mate beide technieken een accurate indicatie geven van de nitraatflux naar het grondwater, is onduidelijk en binnen het huidige wettelijke kader niet (of minder) relevant.

Gezien de discrepantie tussen beide meetnetten, is het gewenst/ aan te bevelen om:

- de conclusie dat het DSG-protocol structureel lagere nitraatgehaltes meet dan het LMM-protocol beter te onderbouwen voor identieke locaties én mogelijke oorzaken te kwantificeren. Dit kan via een kleinschalig vergelijkend onderzoek op perceelsniveau, aangevuld met een meerjarige data-analyse van bestaande gegevens;
- inzicht te krijgen in welk meetprotocol de beste schatting geeft van de nitraatconcentratie in het neerwaarts bewegende bodemvocht; en
- algoritmes te ontwikkelen of bestaande meetprotocollen te verbreden waardoor de verschillende meetnetten gebruik kunnen maken van elkaar expertise en gegevens.

## 1 Inleiding

### 1.1 Achtergrond

Binnen het project Duurzaam Schoon Grondwater (DSG) wordt door Waterleiding Maatschappij Limburg (WML) al meerdere jaren actief samengewerkt met de agrarische sector om de emissie van stikstof naar het grondwatersysteem te verlagen. Omdat de grondwaterstand in lössgronden diep staat, worden bodemvochtanalyses uitgevoerd die een indicatie geven van de nitraatconcentratie van het water dat uit de wortelzone spoelt (Velthof & Fraters, 2009). Vanaf 2003 zijn er in het DSG-meetnet bodemvocht-onderzoeken uitgevoerd om de nitraatgehaltes in bodemvocht (toekomstig grondwater) te monitoren. Daarmee krijgt WML informatie over de effecten van DSG-maatregelen én de kwaliteit van het toekomstig grondwater. Naast het bodemvochtonderzoek van DSG vinden er in Limburg ook bodemvochtanalyses plaats door Provincie Limburg en het RIVM.

Via een korte pilotstudie in het najaar van 2013, en een vergelijking van historische projectresultaten, lijken er structurele verschillen aanwezig te zijn in de ‘gemeten’ nitraatgehaltes in het bodemvocht van de verschillende meetnetten. In het voorjaar van 2014 heeft WML daarom het initiatief genomen tot een kennisbundeling om op basis van gezamenlijk inzicht te komen tot de beste methode(n) voor de meting van nitraat in lössgronden. Op 16 mei, 30 juni en 9 december 2014 zijn hiervoor discussiebijeenkomsten gehouden waarbij de verschillende methoden zijn toegelicht en potentiële oorzaken van mogelijke verschillen tussen de methoden zijn besproken.

Tijdens de bijeenkomst van 30 juni is het volgende afgesproken:

- Actie 1. Historische gegevens van bedrijven die participeren in meerdere meetnetten worden gedeeld en verder geanalyseerd met de vraag of – en in welke mate – er structurele verschillen zijn tussen de meetmethodes. De resultaten hiervan worden gekoppeld aan de vergelijking die het RIVM uitvoert voor het provinciale meetnet en het LMM.
- Actie 2. De verzamelde informatie (methode-beschrijving, analyse mogelijke verschillen) moet worden gebundeld en geïntegreerd in één heldere rapportage.

De analyse van de historische gegevens (actie 1) gebeurt door AgriConnection in samenwerking met DSG, RIVM en DLV. Het WML heeft NMI de vraag gesteld om de verzamelde informatie van deze twee bijeenkomsten te bundelen en te integreren (actie 2). De resultaten van de kennisbijeenkomsten worden in het voorliggende rapport beschreven. Bij de evaluatie van de verschillende meetprotocollen worden ook de financiële aspecten voor uitvoering van de drie methoden meegenomen. Tegelijk wordt een vooruitblik gegeven hoe de resultaten van de verschillende meetnetten elkaar kunnen versterken, welke verbeterpunten er mogelijk zijn, en welke oplossingsrichtingen er zijn om verschillen op te lossen.

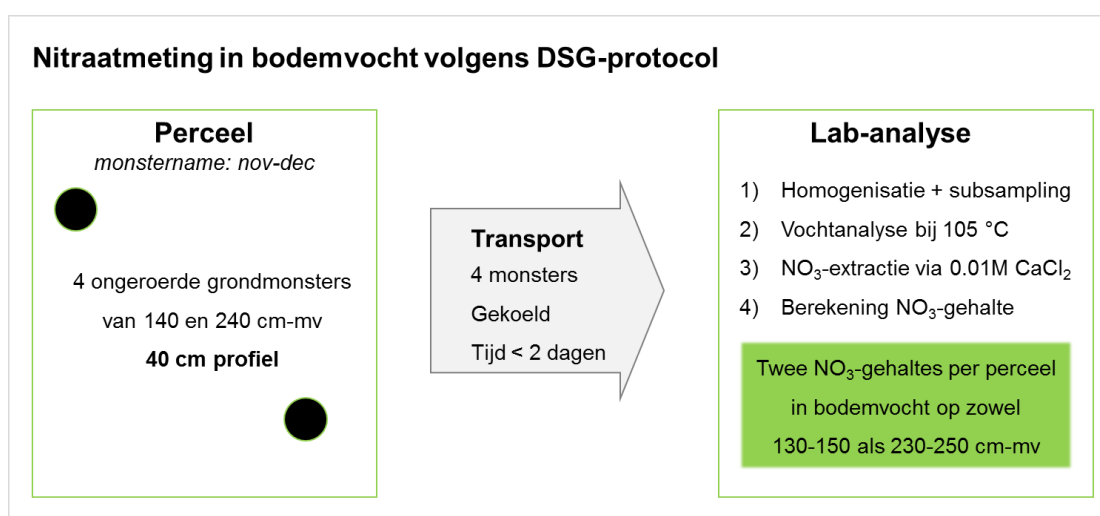
### 1.2 Doelstelling

Verzameling, interpretatie, kritische beoordeling en integratie van de verzamelde kennis uit de kennisbijeenkomsten met als doel te komen tot gezamenlijk inzicht over de beste methode(n) voor meting van het nitraatgehalte in het bodemvocht in lössgronden. De resultaten van deze studie kunnen vervolgens gebruikt worden als leidraad voor de ontwikkeling van een gezamenlijk vervolgtraject.

## 2 Methodebeschrijving

### 2.1 Nitraatanalyse bodemvocht WML

Het project Duurzaam Schoon Grondwater (DSG) is gestart in 1998. Binnen dit project wordt vanaf 2007 in circa 13 grondwaterbeschermingsgebieden het nitraatgehalte in het bodemvocht gemonitord. Het aantal bemonsterde percelen varieert tussen de jaren. In het DSG-project heeft WML een protocol ontwikkeld om het nitraatgehalte in het bodemvocht te meten. De resultaten worden gebruikt om agrariërs inzicht te geven in de milieukundige effecten van de uitgevoerde bemesting op perceelsniveau. Op langere termijn is het hiermee mogelijk het nitraatgehalte in het grondwater duurzaam te verlagen. De gebruikte methodiek wordt conceptueel samengevat in Figuur 2.1. Een gedetailleerd protocol is opgenomen in bijlage I.



Figuur 2.1. Protocol monstername en analyse nitraat in bodemvocht volgens het DSG-protocol.

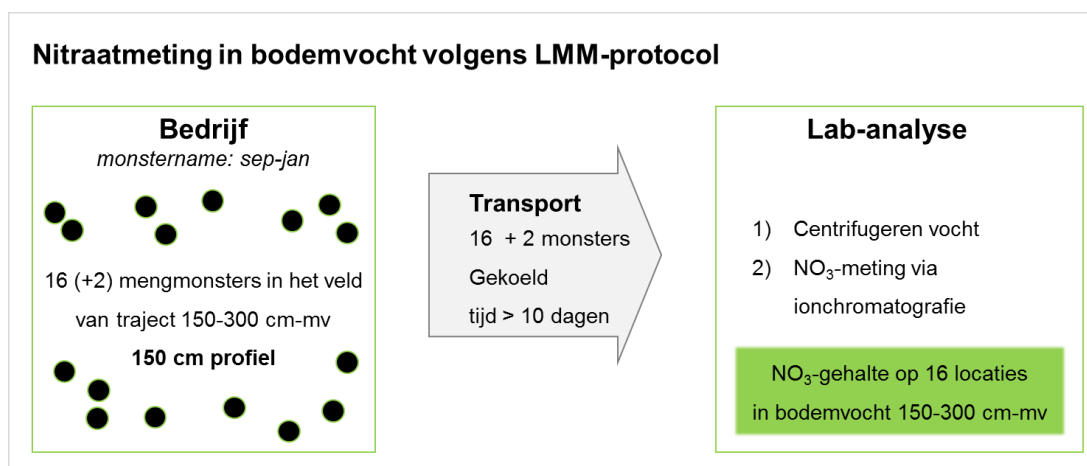
Kort samengevat: op een specifiek perceel worden twee *ongestoorde* grondmonsters genomen op een diepte van 140 en 240 cm-mv. De vier monsters per perceel worden gekoeld en in steekbussen vervoerd om het risico op vochtverlies te minimaliseren. In het laboratorium worden de grondmonsters na homogenisatie gesplitst waarna één deel gebruikt wordt voor een vochtbepaling (bij 105 °C) en één deel voor een  $N_{\min}$ -bepaling via de  $CaCl_2$ -methode (1:2 grond-vloeistofverhouding, 60 min, schudfrequentie van 200  $\text{min}^{-1}$ ,  $N_{\min}$ -bepaling via colorimetrie). Het nitraatgehalte in het extract wordt vervolgens omgerekend naar het nitraatgehalte in het originele bodemvocht. Per perceel zijn er twee analyses beschikbaar van het nitraatgehalte op zowel 130-150 cm-mv als op 230-250 cm-mv.

De kosten voor uitvoering van het meetprotocol (op een specifiek perceel) bedragen 195 euro voor monstername en 172 euro voor analyses. Per perceel komen de kosten uit op 367 euro. Voor een bedrijf met 8 percelen levert het meetprotocol 16 monsterpunten waarvan het nitraatgehalte op twee dieptes bekend is. In totaal kost dit 2936 euro per bedrijf.

### 2.2 Nitraatanalyse bodemvocht RIVM

Het RIVM heeft in het Landelijk Meetnet effecten Mestbeleid (LMM) een meetprotocol ontwikkeld om op bedrijfs- en regionaal niveau de effecten van het Nederlandse mestbeleid op de waterkwaliteit te monitoren. Sinds 2012 wordt er op circa 50 bedrijven het nitraatgehalte in het bodemvocht gemonitord.

Per bedrijf worden er gedurende de winterperiode (van september tot december/ januari) zestien grondmonsters én twee mengmonsters verzameld, waarbij de locatie samenhangt met de grootte van de percelen. Elk van de grondmonsters bestaat uit een goed (in het veld) gemengd monster uit de bodemlaag 150-300 cm-mv. Het gemengde monster wordt gekoeld naar het laboratorium getransporteerd waarna het bodemvocht via centrifugeren uit het monster wordt verwijderd. Het nitraatgehalte in het gecentrifugeerde bodemvocht (gemeten via ionchromatografie) wordt als maat gebruikt voor het nitraatgehalte in het grondwater. De gebruikte methodiek is conceptueel samengevat in Figuur 2.2 (voor details, zie bijlagen I en II). Per bedrijf zijn er 16 metingen beschikbaar van het nitraatgehalte in het bodemvocht op een diepte van 150-300 cm-mv.



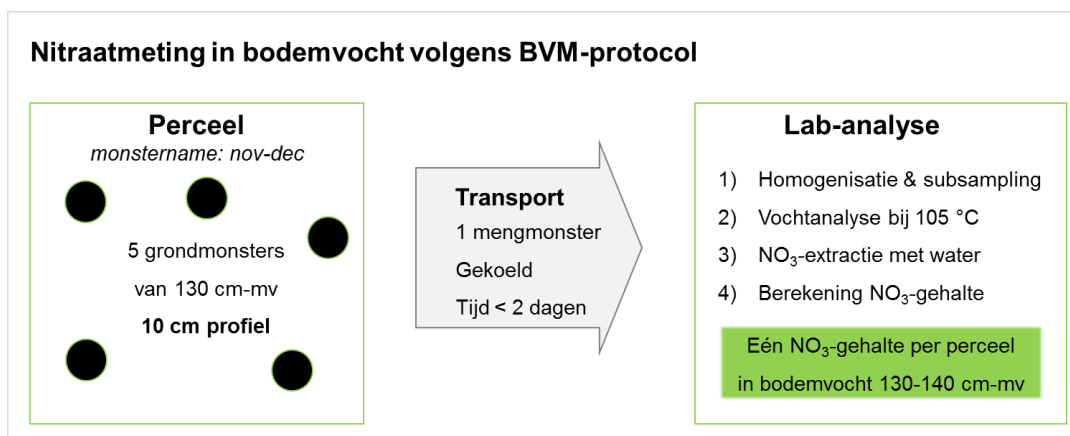
Figuur 2.2. Protocol monstername en analyse nitraat in bodemvocht volgens LMM-protocol.

De kosten voor uitvoering van het meetprotocol (op een specifiek perceel) worden geschat op 200 euro voor monstername en 158 euro voor analyse (van alleen het nitraatgehalte). Per bemonstering komen de kosten uit op 358 euro. Voor een bedrijf met 16 meetlocaties kost het meten van het nitraatgehalte in totaal 5720 euro. Per bedrijf worden alleen de resultaten van beide mengmonsters gepresenteerd. De 16 meetlocaties op percelen wordt gebruikt om een schatting te geven van het bedrijfsgemiddelde nitraatgehalte in het bodemvocht. De resultaten worden gepresenteerd op bedrijfsniveau.

### 2.3 Nitraatanalyse bodemvocht PL

De provincie Limburg heeft een bodemvochtmeetnet om inzicht te krijgen in de ontwikkeling van de waterkwaliteit van de grondwateraanvulling in Mergelland. Hiervoor worden tweejaarlijks op circa 158-181 landbouwpercelen (binnen een set van 200 locaties) bodemvochtmonsters genomen van een diepte van 130 tot 140 cm-mv. Per perceel worden vijf steken genomen die na transport naar het lab worden gehomogeniseerd tot één mengmonster. In dit monster wordt via een waterextractie het nitraatgehalte bepaald via ionchromatografie. Het resultaat is het nitraatgehalte in het bodemvocht op 130-140 cm-mv op de bemonsterde percelen. De gebruikte methodiek is conceptueel samengevat in figuur 2.3.





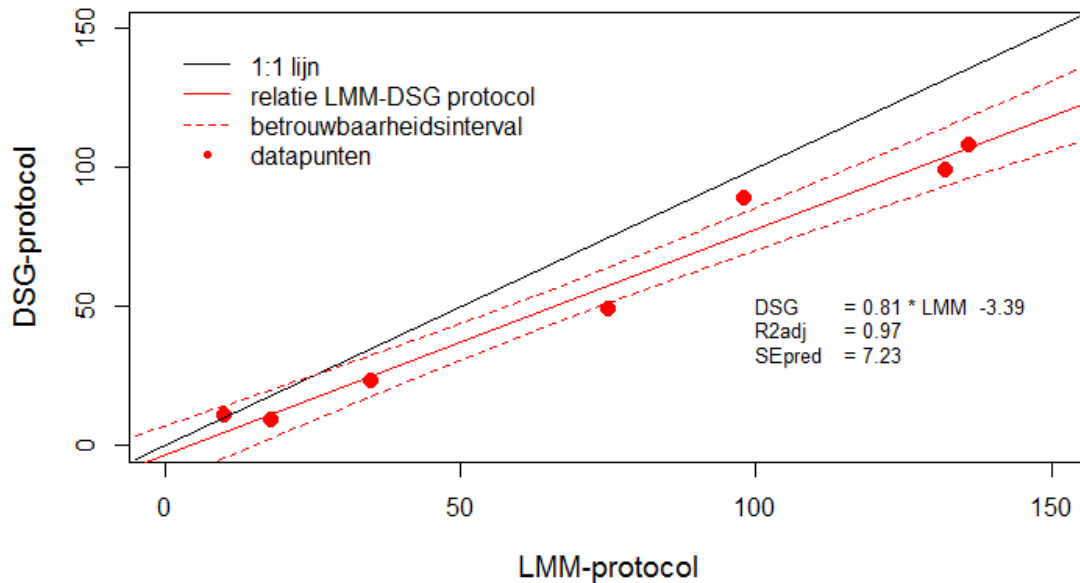
Figuur 2.3. Protocol monstername en analyse nitraat in bodemvocht volgens BVM-protocol.

De kosten voor uitvoering van het meetprotocol (op een specifiek perceel) bedragen 100 euro voor monstername en 145 euro voor analyse. Per perceel komen de kosten uit op 245 euro.

### 3 Vergelijking meetprotocol meetnetten

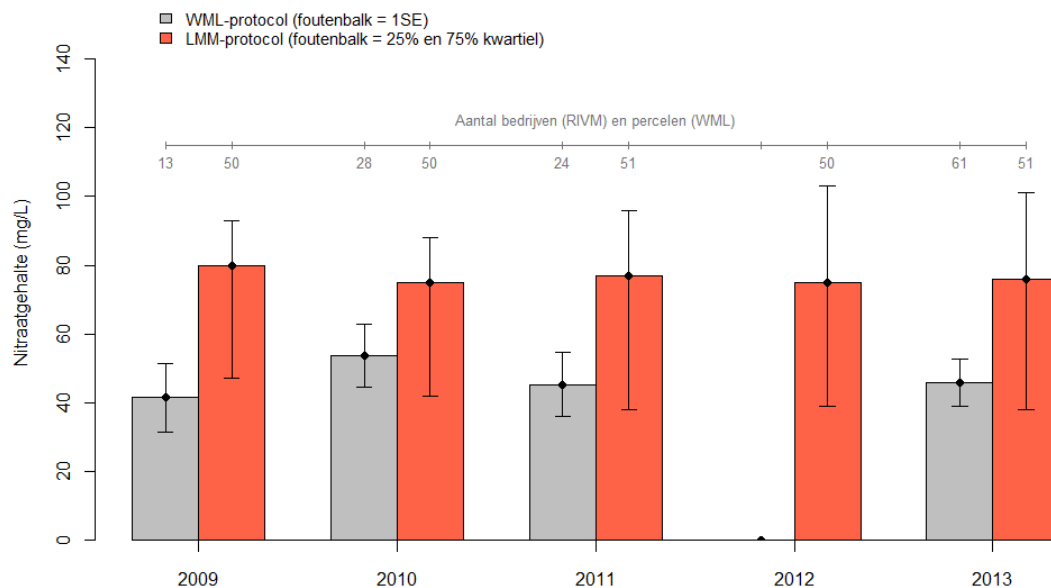
#### 3.1 Aanleiding

In december 2013 is er door WML een indicatief onderzoek uitgevoerd op twee percelen in Limburg (Vaessen et al., 2014). Op beide percelen zijn vier boorpunten geanalyseerd volgens de methodiek van RIVM én WML. Op basis van dit onderzoek lijkt er een indicatie te zijn dat het nitraatgehalte volgens het DSG-protocol circa 20% lager ligt dan het nitraatgehalte bij toepassing van het LMM-protocol (Figuur 3.1.). Beide meetprotocollen zijn positief aan elkaar gerelateerd: hogere concentraties bij het LMM-protocol leveren ook hogere concentraties op bij het DSG-protocol. Deze proef laat ook zien dat er aanzienlijke variatie kan optreden binnen het perceel: alle datapunten komen van slechts twee percelen.



Figuur 3.1. Indicatieve vergelijking nitraatgehaltenes in bodemvocht volgens DSG- en LMM-protocol (n=8).

Vergelijkbare resultaten komen ook naar voren als de gebiedsgemiddelde nitraatgehaltenes in het lössgebied van Limburg (dus excl. de droge zandgronden) met elkaar worden vergeleken (Figuur 3.2.).

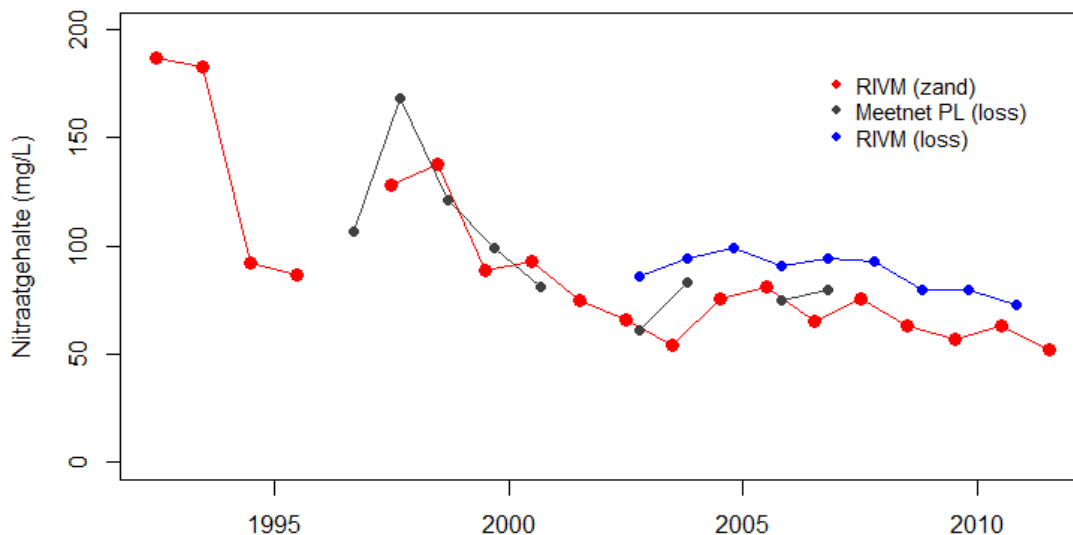


Figuur 3.2. Vergelijking gebiedsgemiddelde nitraatgehaltenes op lössgrond volgens DSG- en RIVM-methode (gemeten in Zuid-Limburg, maar op verschillende tijdstippen, percelen en bedrijven).

Let wel, het bemonsterde areaal is in beide meetnetten niet hetzelfde. Het WML heeft het grondwater bemonsterd in 2 tot 6 grondwaterbeschermingsgebieden: Heer-Vroendaal, IJzeren Kuilen, Roodborn, De Dommel, Craubeek en De Tombe. In totaal zijn er 13 tot 61 percelen bemonsterd, met minimaal 2 bemonsteringen per perceel. Het LMM heeft het grondwater bemonsterd op circa 50 bedrijven in de lössregio (met 16 percelen per bedrijf).

Het gemiddelde nitraatgehalte ligt 20 tot 40 mg NO<sub>3</sub> l<sup>-1</sup> lager in het DSG-meetnet (30 tot 50%), waarbij het verschil de laatste jaren kleiner lijkt te worden. Ondanks de grote variatie, lijkt er een structureel verschil aanwezig te zijn in het nitraatgehalte tussen beide meetnetten. Het nitraatgehalte over de jaren 2009 tot 2013 verandert weinig. Hierdoor is het niet mogelijk om aan te tonen of beide meetprotocollen in staat zijn om identieke veranderingen in het bodemvocht zichtbaar te maken. De resultaten van het indicatieve vergelijkingsonderzoek (Vaessen et al., 2014) lijken dat wel te suggereren: monsters met een hoog gehalte in het LMM-protocol hebben ook een hoog gehalte in het DSG-protocol.

Uit een eerdere analyse van Baumann et al. (2012) blijkt dat de trend in nitraatconcentraties vergelijkbaar is tussen het bodemvochtmeetnet (BVM) van de provincie en de resultaten van LMM-bedrijven in de zandregio. Voor lössgrond blijken de resultaten van het LMM hoger te zijn (Figuur 3.3.).



Figuur 3.3. Vergelijking gebiedsgemiddelde nitraatgehaltenes volgens LMM-protocol (RIVM) en het bodemvochtmeetnet van provincie Limburg (meetnet PL). Bron: Baumann et al. (2012).

De discrepantie tussen de gegevens van het bodemvochtmeetnet en het LMM (Figuur 3.3.) hangt mogelijk samen met een verschil in schaal (bedrijven versus percelen), de meetperiode en een andere verhouding in gewasarealen. Het percentage landbouwpercelen waarbij het nitraatgehalte de norm van 50 mg l<sup>-1</sup> overschrijdt, lag in 2004-2006 op circa 40% in het bodemvochtmeetnet van provincie Limburg. Het percentage LMM-bedrijven waarbij de concentratie onder de EU-norm lag, was 10-20% in de periode 2002-2007, maar steeg naar 35% in de periode 2008-2010 (Baumann et al., 2012).

Het vergelijkingsonderzoek dat eind 2014 is uitgevoerd, laat zien dat de oorzaak van het verschil in nitraat samenhangt met het gebied waarvoor elk meetnet representatief is: het bodemvochtmeetnet van

de provincie Limburg voor de lössplateaus en het LMM voor Zuid-Limburg (Fraters et al., 2014). Het hogere nitraatgehalte bij LMM-bedrijven buiten de plateaus lijken samen te hangen met een hoger gebruik van dierlijke mest en een groter N-overschot.

### 3.2 Oorzaken van verschillen

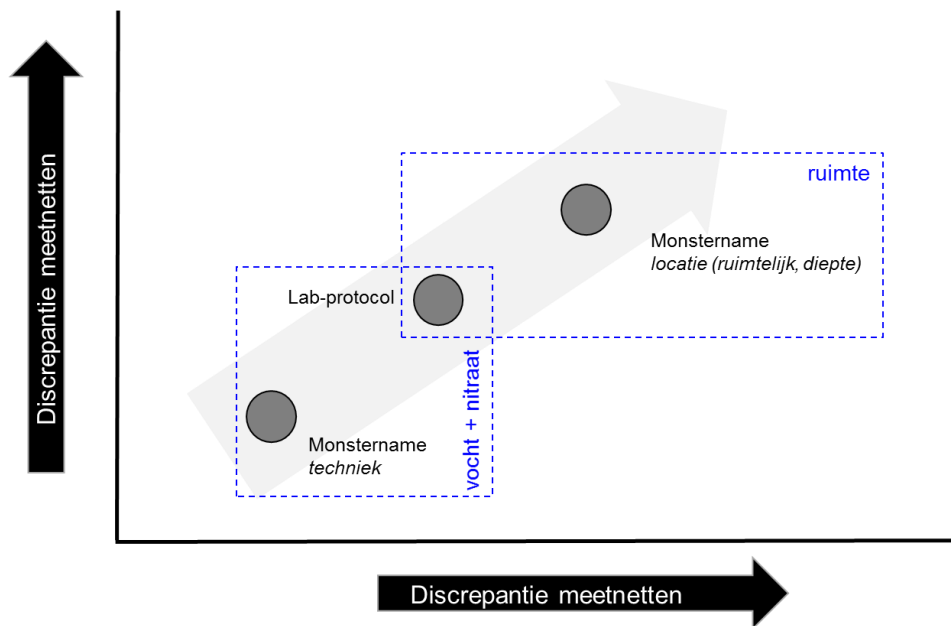
De drie protocollen (dan wel meetnetten) meten het nitraatgehalte in het bodemvocht. Het nitraatgehalte in het bodemvocht onder landbouwpercelen is de resultante van allerlei processen in de bodem. Stikstof komt namelijk in de bodemoplossing via natuurlijke afbraak van organisch materiaal en bemesting (door depositie dan wel meststoffen) en kan verdwijnen door gewasopname, uitspoeling of gasvormige verliezen ( $N_2$ ,  $N_2O$ ). Monitoring van het nitraatgehalte gebeurt om inzicht te krijgen in de relatie tussen het landbouwkundig handelen én de nitraatverliezen richting het grondwater inzichtelijk te maken. Het Landelijk Meetnet effecten Mestbeleid focust hierbij op het schaalniveau bedrijf - regio, het bodemvochtmeetnet van provincie Limburg focust op het schaalniveau plateau - regio terwijl het DSG-meetnet gericht is op perceel dan wel bedrijfsniveau. Alle meetnetten zijn (bij voldoende bemonsteringen) in staat om ook op gebiedsniveau uitspraken te doen. Let wel, het gaat hier niet perse om hetzelfde gebied: DSG meet vooral in de grondwaterbeschermingsgebieden, het BVM op de vijf plateaus en het LMM in heel Zuid-Limburg. De gebiedsgrootte neemt toe van DSG < BVM < LMM.

Het gehanteerde meetprotocol heeft gevolgen voor het nitraatgehalte dat in het bodemvocht wordt gemeten. Er zijn in theorie drie oorzaken te bedenken waardoor en structurele verschillen kunnen optreden tussen meetnetten (zie bijlage II voor details). Dit zijn:

- Factoren die het **vochtgehalte** van het grondmonster beïnvloeden tijdens monsternamen, transport en verwerking. Er kan sprake zijn van verdamping of herverdeling binnen het monster door uitzakken van het bodemvocht of condensvorming.
- Factoren die het **nitraatgehalte procesmatig** beïnvloeden. Mineralisatie, immobilisatie, en denitrificatie zijn natuurlijke processen die in de bodem optreden. Bij monsternamen, transport en verwerking blijven deze processen actief en kunnen deze zelfs gestimuleerd worden door handelingen die de bodemstructuur actief verstoren (homogenisatie). De invloed van deze processen neemt af bij lagere temperaturen. Of er netto  $NO_3$  wordt gevormd dan wel verdwijnt hangt samen met biologische activiteit in het monster en het  $NO_3$ -gehalte bij monsternamen.
- Factoren die het **nitraatgehalte ruimtelijk** beïnvloeden. Nitraat is een mobiel nutriënt en het gehalte is als resultante daarvan sterk ruimtelijk variabel. Het nitraatgehalte hangt samen met bodemtextuur, gewastype, weersomstandigheden en nutriëntenmanagement. Op kleinere schaal kan er sprake zijn van een nitraatfront (variatie over diepte), maar ook de ruimtelijke verdeling over macro-, meso- en microporiën in de bodem kan indirect een effect hebben omdat de gebruikte 'sampling'-methode bepaalt hoeveel water en nitraat er wordt gemeten.

Alle meetprotocollen worden uitgevoerd in het najaar, waarbij de metingen in het LMM maximaal twee maanden eerder kunnen worden gestart. Elk van de drie methoden heeft daarnaast een eigen meetonzekerheid die samenhangt met de gebruikte sampling- en analysetechniek. Meetonzekerheid is *bij goede uitvoering* van protocollen geen oorzaak van structurele discrepanties tussen meetnetten, met uitzondering van nitraatgehaltenes rond de detectielimiet.

Binnen het hele traject van protocolontwikkeling tot monitoring zijn er drie clusters te onderscheiden die zorgen voor discrepantie tussen meetnetten (Figuur 3.4.). Dit zijn achtereenvolgens de locatie van monstername, het gebruikte lab-protocol en de techniek van bemonstering (zie bijlage II voor details).



Figuur 3.4. Conceptuele analyse van factoren die discrepantie tussen meetnetten kunnen veroorzaken (in blauw causale oorzaken, in donkergrijs drie relevante clusters van protocol-onderdelen die het nitraatgehalte beïnvloeden).

Er is aanzienlijke variatie tussen bedrijven qua landgebruik en bemesting, tussen percelen en zelfs tussen regio's binnen de lössgronden in Zuid-Limburg. Omdat de verschillende meetnetten niet op dezelfde percelen meten, is de hierboven genoemde ruimtelijke variatie de belangrijkste factor (factor 1) die verantwoordelijk is voor discrepanties tussen meetnetten. Het effect van ruimtelijke differentiatie is groter dan dat van eventuele verschillen in laboratoriumprocedures (factor 2) of de techniek van monstername (factor 3). Verschillende meetprotocollen kunnen tot structurele verschillen in nitraatgehaltes leiden omdat er niet op dezelfde diepte wordt gemeten, er stikstofomzettingen of waterverliezen plaatsvinden gedurende de verwerking van het monster, of er een ander deel van het bodemvocht wordt bemonsterd. Monstername en veldbehandeling van het grondmonster is bij goede uitvoering van de drie protocollen geen relevante factor die mogelijke discrepantie tussen meetnetten kan verklaren: de invloed van vocht en stikstofprocessen wordt waar mogelijk geminimaliseerd. De verschillende aspecten worden hieronder kort uitgewerkt.

**Ruimtelijke differentiatie.** Er zijn in de praktijk grote verschillen tussen én binnen percelen als het gaat om de aanvoer en afvoer van stikstof. De keuze van de bemonsteringstrategie (waar, hoe diep en wanneer) is daarmee één van de belangrijkste factoren die zorgt voor discrepantie tussen meetnetten wanneer het gaat om het gemeten nitraatgehalte op perceelsniveau.

- Op regionaal niveau (bij voldoende monsters) kan dit echter geen reden zijn voor structurele verschillen tussen meetnetten: de ruimtelijke variatie wordt namelijk uitgemiddeld. Ook blijft het mogelijk om identieke trends over de jaren zichtbaar te maken: een afname in bemesting zal in alle meetnetten namelijk zorgen voor een verlaging van het nitraatgehalte. Wel gaat dit alleen op als de bemonsterde regio's vergelijkbaar zijn: een vergelijking tussen het LMM en BVM laat bijvoorbeeld zien dat bemonstering buiten het plateau van invloed is op het gemeten

nitraatgehalte. In welke mate dit een oorzaak is van de discrepantie tussen het LMM en DSG-meetnet is niet bekend.

- Het nitraatgehalte varieert ook over de diepte, en omdat de verschillende meetnetten niet op dezelfde diepte een grondmonster nemen, kan er sprake zijn van variatie in het nitraatgehalte. Een beperkt aantal proefgegevens van WML *suggereert* echter dat de bemonsterde laag niet de oorzaak kan zijn van structureel lagere nitraatgehalten in het DSG-meetnet in vergelijking met het LMM: het nitraatgehalte op 280 cm-mv was in de bemonsterde percelen lager dan het nitraatgehalte op 250 cm-mv. Omdat het bemonsterde profiel in het LMM-protocol groter (en dieper) is dan het bemonsterde profiel in het DSG-protocol, zou het nitraatgehalte lager moeten zijn in het LMM. Het aantal bemonsterde punten is echter te laag om dit goed te onderbouwen. Wanneer de resultaten van verschillende meetnetten met elkaar worden vergeleken, moet ook rekening worden gehouden met de lengte van de tijdreeks: verschillen hoeven niet constant te zijn door weersvariaties.
- Op kleinere schaal is nitraat heterogeen verdeeld in de bodem, en treden er verschillen op binnen de hoeveelheid 'geëxtraheerde' nitraat. Voorlopige resultaten van RIVM laten zien dat het nitraatgehalte structureel hoger ligt in gecentrifugeerd bodemvocht in vergelijking met geëxtraheerd bodemvocht via schudden met water (Fraters & Boumans, 2014; Fraters et al., 2014). Het verschil kan oplopen tot 30%.

**Monstername en veldbehandeling.** Bij monstername gaat het om de gebruikte techniek om een grondmonster te steken (via guts- dan wel Edelmanboor, *sonic drill*). De bemonstering in de drie meetnetten gebeurt via een Edelmanboor. Het wel of niet verstoren van het grondmonster kan een effect hebben op het vocht- en nitraatgehalte. In zowel het DSG- als LMM en bodemvochtmeetnet-protocol wordt de tijd tussen bemonstering en gekoelde opslag geminimaliseerd. De opslag in potten dan wel afgesloten steekbussen vermindert het risico op vochtverlies door verdamping (eerdere ervaringen van WML laten zien dat het gemiddelde vochtgehalte met 5% kan variëren). Het wel of niet homogeniseren in het veld is vergelijkbaar met homogenisatie in het laboratorium. Verschillen tussen meetnetten in monstername of veldbehandeling zijn wel van invloed op het gemeten nitraatgehalte, maar het effect is kleiner dan de variatie door ruimtelijke differentiatie.

**Laboratoriumprocedures.** Het grootste verschil tussen de drie meetnetten ligt in de gekozen extractietechniek: het RIVM 'verzamelt' het bodemvocht uit een gemengd grondmonster via centrifugeren waarna het nitraat in de oplossing wordt gemeten via ionchromatografie. Het WML en PL gebruiken een extractietechniek waarbij een veldvochtig monster wordt geschud met  $\text{CaCl}_2$  dan wel demiwater waarna het nitraat wordt gemeten via colorimetrie (WML) of ionchromatografie (PL).

### 3.3 *Inschatting effecten*

Gebaseerd op een beperkt aantal meetgegevens is in tabel 3.1. een inschatting gegeven van de fout- en meetonzekerheid op het nitraatgehalte in de drie meetprotocollen. Er zijn weinig tot geen gegevens beschikbaar waarbij gestructureerd de invloed van de verschillende onderdelen in relatie tot elkaar in kaart zijn gebracht voor lössgronden. De geschatte effecten zijn daarom indicatief.

Tabel 3.1. Indicatieve inschatting effect van protocol-onderdelen op het gemeten nitraatgehalte.

Onderdeel	Effect (%)	Omschrijving	Gebaseerd op data van:
Selectie percelen	< 20 – 50	Gras, mais- of bouwland	Vaessen et al. (2014), Velthof & Fraser (2007), Radersma & De Willigen (2003)
Diepte	< 10 – 30	Aanwezigheid nitraatfront	Baumann et al. (2012), WML (2009, 2010, 2011, 2013)
Boortechiek	< 5	Gebruikte boortype	Fraters & Boumans (2014)
Mengen & homogeniseren	< 5	Beïnvloedt vocht en N-processen	Fraters & Boumans (2014)
Opslag & transport & doorlooptijd	< 5	Resultaat van denitrificatie en mineralisatie	Velthof (2003); aanname 50 mg N l <sup>-1</sup> , 15% vocht, proces is 1/10 van bouwvoor, Q <sub>10</sub> =2.
Sub-sampling	< 5	Sub-sampling creëert random ruis.	Expert judgement
Vochtbepaling	5 – 10	Bij 1% afwijking op balans	Berekend o.b.v. DSG-data (2013); data van Fraters et al. (2014)
Centrifugeren	< 10 – 40	Centrifugeren alleen mobiel water, extractie 'verzameld' mobiel en immobiel water	WML (2014), Fraters & Boumans (2014), Fraters et al. (2014)
Filtratie <sup>§</sup>	< 5	Bij filtratie kan NO <sub>3</sub> vrijkomen. Correctie via blanco's.	Expert judgement
Analyse <sup>§</sup>	< 5	Toelaatbare afwijking	BLGG (2014), CBLB (2014)

<sup>§</sup> analytische methoden leveren geen systematische afwijking op.

Wel is duidelijk dat de grootste variatie in NO<sub>3</sub>-gehaltenes samenhangt met ruimtelijke variatie binnen en tussen percelen. Dit heeft de volgende consequenties:

- Bij het **vergelijken van gegevens van beide meetnetten** is het belangrijk om te differentiëren naar landgebruik, bodemtextuur en (mogelijk?) landschapselementen die het watertransport naar de ondergrond beïnvloeden. Ook voor de analyse van trends is het belangrijk om vergelijkbare datasets te gebruiken, al lijkt de vergelijking tussen het bodemvochtmeetnet en het LMM (en de indicatieve studie van Vaessen et al. (2014)) aan te geven dat het nitraatgehalte in de verschillende meetnetten positief aan elkaar gerelateerd zijn. Dit biedt mogelijkheden om de resultaten van de verschillende meetnetten met elkaar te integreren, en zo een efficiënt en gebiedsdekkend beeld te geven van de NO<sub>3</sub>-gehaltenes in het bodemvocht. Gebruik makend van historische data lijkt het mogelijk om deze algoritmes te ontwikkelen.
- Om een **relatie te leggen tussen bemesting en waterkwaliteit op perceelsniveau** is het gewenst om het bemonsteringsschema (het aantal herhalingen én de locatie) aan te laten sluiten bij de aanwezige variatie binnen het perceel. Er zijn voor de lössgronden in Limburg geen studies bekend die inzicht geven in de ruimtelijke spreiding van nitraat op perceelsniveau. Omdat de NO<sub>3</sub>-gehaltenes in het bodemvocht relatief stabiel lijken te zijn over de laatste jaren, is het mogelijk om via een gerichte studie deze ruimtelijke variatie in kaart te brengen, en het bemonsteringsplan daarop aan te passen. Op gebiedsniveau blijft een goed bemonsteringsschema uiteraard belangrijk (zoals bij het LMM), maar door een groter aantal herhalingen wordt de geschatte NO<sub>3</sub>-gehalte meer robuust. Tegelijkertijd betekent dat ook dat resultaten van het

LMM en het bodemvochtmeetnet niet één-op-één gebruikt kunnen worden om adviezen te geven voor de bemesting op perceelsniveau.

- **Bemonstering, opslag en transport** hebben een relatief beperkte invloed op het nitraatgehalte, mits de monsterbehandeling accuraat en volgens protocol verloopt.
  - De langere doorlooptijd (> 10 dagen) van monsters bij het RIVM kan mogelijk voor onverwachte resultaten zorgen. De onderbouwing van de schattingen in tabel 3.1. is zwak, omdat er geen gegevens zijn van mineralisatie en denitrificatiesnelheden in de ondergrond van lössbodems.
  - Vochtverlies heeft weinig invloed op het gemeten nitraatgehalte bij uitvoer van de drie meetprotocollen: het vochtgehalte verandert maximaal met 3% bij sommige individuele monsters genomen onder ongunstige omstandigheden (> 20°C en sterke wind). Het vochtverlies is temperatuurafhankelijk.
- Eenmaal op het **laboratorium** zijn er verschillende handelingen die van invloed zijn op het nitraatgehalte. Het grootste effect is zichtbaar bij de keuze voor de methode om bodemvocht (dan wel nitraat) uit de bodem te extraheren: via centrifugeren (RIVM) of schudextractie met CaCl<sub>2</sub> (WML) en water (PL). Het is vooralsnog onduidelijk of een schudextract dan wel een gecentrifugeerde bodemoplossing (een centrifuge-extract) de beste indicator is voor N-uitspoeling naar het grondwater.
  - Via centrifugeren wordt vooral 'mobiel' water uit de grond verwijderd. Afhankelijk van de centrifugesnelheid en duur kan 30-60% (Fraters & Boumans, 2014) of 24 tot 92% (Sheppard et al., 1992) van het aanwezige water worden verwijderd. Een deel van het aanwezige bodemvocht en nitraat blijft daarmee in de bodem achter.
  - In niet-agrarische systemen kan de hoeveelheid immobiel NO<sub>3</sub> oplopen tot 52% (Schlotter et al. 2012; Darrouzet-Nardi & Weintraub, 2014). Wel blijft dit nitraat beschikbaar voor gewasopname mits het in de bewortelbare zone blijft of er sprake is van capillaire opstijging. Recente proeven van RIVM laten zien dat er 30-40% verschil zit in de concentraties van geëxtraheerd en gecentrifugeerd bodemvocht (Fraters, 2014).
  - Het is vooralsnog onduidelijk in welke mate het nitraatgehalte in het gecentrifugeerde bodemvocht beïnvloed wordt door het vochtgehalte van het grondmonster. Voor protocollen die gebruik maken van extractie-methoden is een accuraat vochtgehalte belangrijk omdat het één-op-één doorwerkt in het berekende nitraatgehalte.
  - Omdat nitraat goed oplosbaar is en weinig absorbeert (Sposito, 2008) is het effect van extractiecondities minimaal: of een bodem met CaCl<sub>2</sub> of water wordt geschud, zal naar verwachting weinig effect hebben op het nitraatgehalte.
  - Het effect van filters en verschillende analytische methodieken is klein omdat in een geaccrediteerd laboratorium continu controles worden uitgevoerd om accurate metingen te garanderen (met andere woorden: voor eventuele afwijkingen wordt gecorrigeerd via blanco controlemetingen). De reproduceerbaarheid voor nitraat (dat wil zeggen de fout die kan optreden bij het meten van een identiek monster) ligt bij verschillende laboratoria onder de 5%.
  - Wijze van centrifugeren (duur en snelheid) heeft vooral invloed op de opbrengst en niet op de gemeten concentratie (Fraters et al., 2014).



## 4 Vooruitblik

### 4.1 Inleiding

Het indicatieve vergelijkingsonderzoek tussen het LMM- en DSG-meetnetprotocol cirkelde om de vraag 'welke methode geeft de beste schatting voor het nitraatgehalte in het bodemvocht op lössgronden'. Op veel plaatsen riep deze rapportage vragen op over de betrouwbaarheid van het LMM-protocol en de mogelijke gevolgen ervan voor het gebruiksnormenstelsel (o.a. Tweede Kamer, 2014). De huidige jaargemiddelde nitraatgehaltenes *suggereren* dat het gemiddelde nitraatgehalte op lössgronden lager ligt in het DSG-meetnet dan in het LMM. De verschillen tussen beide meetnetten hangen *naar alle waarschijnlijkheid* samen met de betrokken populatie bedrijven én de gebruikte methodiek om water (dan wel nitraat) uit het grondmonster te halen.

Een accurate inschatting van het nitraatgehalte in het bodemvocht is relevant voor al de drie meetnetten. Daarnaast is er overlap in doelen, data-verzameling en schaalniveau. Het WML gebruikt de nitraatmeting in het bodemvocht om agrariërs op perceelsniveau inzicht te geven in de milieueffecten van het gevoerde nutriëntenmanagement en bodembeheer. De toepassing ligt daarmee primair op het schaalniveau van perceel naar bedrijf. Op langere termijn is een duurzaam nutriëntenmanagement op de percelen binnen de grondwaterbeschermingsgebieden relevant voor de kwaliteit van het grondwater en de daaraan gekoppelde zuiveringskosten. Het bodemvochtmeetnet van de provincie Limburg wordt gebruikt om de kwaliteit van het toekomstig grondwater in Mergelland te monitoren voor nitraat, waarbij onderscheid wordt gemaakt naar plateau, bodemsoort en bodemgebruik. Het LMM heeft als doel gegevens te verzamelen over waterkwaliteit en bedrijfsvoering in relatie tot milieukwaliteit en nutriëntenhuishouding (niet alleen nitraat) op landbouwbedrijven. De toepassing van de resultaten gebeurt op het schaalniveau bedrijf en regio. De metingen van zowel het LMM als het bodemvochtmeetnet worden meegenomen in de vierjaarlijkse rapportage voor de nitraatrichtlijn en hebben indirect invloed op de afleiding van de gebruiksnormen in lössgebieden in Nederland.

De drie protocollen meten het nitraatgehalte in het bodemvocht en geven (mits goed uitgevoerd) een indicatie van de N-verliezen die kunnen optreden via uitspoeling. De werkelijke uitspoeling naar het diepere grondwater kan lager zijn omdat er gedurende het transport denitrificatie kan plaatsvinden. De wettelijke norm die gebruikt wordt om de milieubelasting van het landbouwkundig handelen in beeld te brengen, is echter niet gebaseerd op de N-flux maar op het nitraatgehalte in de ondiepe ondergrond. Dat is de context waarbinnen de drie meetnetten opereren. Verschillen in nitraatgehaltenes tussen de drie meetnetten zijn relevant omdat er (direct of indirect) overlap bestaat in doelen en doelgroepen. Een structurele discrepantie tussen de meetnetten is daarom niet wenselijk.

Omdat mogelijke verschillen tussen het DSG-meetnet en het LMM de directe aanleiding zijn van deze studie, wordt in de volgende paragraaf dieper ingegaan op de oorzaken van deze verschillen.

### 4.2 Evaluatie verschillen DSG-LMM

De resultaten van deze studie *suggereren* dat er een structurele discrepantie bestaat tussen het nitraatgehalte in het DSG-meetnet en het LMM, waarbij het DSG-protocol tot lagere gehaltenes leidt dan het LMM-protocol zodra deze worden toegepast op hetzelfde schaalniveau. Beide protocollen zijn goed onderbouwd en leveren een accurate schatting van het nitraatgehalte *in het verzamelde* bodemvocht, waarbij

- het DSG-protocol goed scoort op doorlooptijd en kosten. De combinatie van meerdere vocht- en nitraatmetingen om het nitraatgehalte in de ondergrond te berekenen, is gevoelig voor fouten, maar wordt afgedekt door extra metingen binnen het protocol; en
- het LMM-protocol goed scoort op de integratie van 1,5 meter bodemprofiel, kwaliteitsborging (via multi-element analyse) en minder gevoelig is voor foutenpropagatie. De langere doorlooptijd levert risico's op, maar deze worden beperkt door opslag en transport bij lage temperaturen.

Het grootste verschil in beide protocollen (wanneer toegepast op identieke percelen) ligt niet in de monsternamen, doorlooptijd of gebruikte analytische methoden, maar **in de bemonsterde bodemlaag en de keuze voor extraheren dan wel centrifugeren**. Het DSG-protocol analyseert de bodemlagen 130-150 cm-mv en 230-250 cm-mv, terwijl het LMM-protocol meet in de bodemlaag op 150-300 cm-mv. Beide technieken om bodemvocht te verzamelen, worden in de wetenschappelijke literatuur toegepast en geven een betrouwbare analyse van het nitraatgehalte in het *verzamelde* bodemvocht. Beide protocollen hebben als doel een indicatie te geven van de nitraatconcentratie van het water dat uit de wortelzone spoelt. Welk meetprotocol de meest accurate indicatie geeft van deze nitraatflux naar het diepere grondwater is onduidelijk. Omdat het wettelijk kader uitgaat van het nitraat*gehalte* in het bovenste grondwater (bodemvocht) en niet van een nitraat*flux*, is dit vraagstuk vanuit wettelijk kader niet (of minder) relevant.

#### 4.3 Oplossingsrichtingen

Gezien de mogelijke discrepantie tussen beide meetnetten, is het gewenst om de conclusie dat het DSG-protocol structureel lagere nitraatgehaltenes meet dan het LMM-protocol beter te onderbouwen. Dit kan op twee manieren:

- een **directe vergelijking** op perceelsniveau: op 30 tot 50 percelen moeten beide protocollen worden getest, waarbij percelen moeten variëren in landgebruik, geohydrologie en bemesting.
  - Deze proef laat zien of beide methodes vergelijkbare resultaten opleveren én of er algoritmes ontwikkeld kunnen worden die het mogelijk maken de resultaten van beide meetnetten te integreren of te koppelen. Het maakt bijvoorbeeld duidelijk hoeveel procent van het aanwezige nitraat aanwezig gemeten wordt via een bodemextractie dan wel schudmethode of via het afcentrifugeren van bodemvocht.
  - Vanuit praktisch oogpunt is het aan te bevelen om eerst te focussen op het analytische deel. Dit kan door een 30-50 grondmonsters te verzamelen die variëren in vocht- en nitraatgehaltenes. Na homogenisatie wordt één deel geanalyseerd volgens het DSG-protocol en één deel via het LMM-protocol. Hiermee is snel, goedkoop en eenvoudig inzicht te krijgen in het effect van centrifugeren dan wel extraheren van de bodemoplossing.
  - In opvolging daarvan is het aan te bevelen om een vergelijkbare proef uit te voeren onder veldomstandigheden, waarbij op 30-50 percelen het nitraatgehalte volgens beide protocollen wordt bepaald. Dit geeft inzicht in zowel de analytische variatie als de ruimtelijke variatie over de diepte. Hierbij is het aan te bevelen om het DSG-protocol uit te breiden met een extra meting voor de bodemlaag 280-300 cm-mv.
- een **indirecte vergelijking** op basis van historische gegevens: beide meetnetten hebben een grote dataset aan bemonsteringsgegevens op perceelsniveau. Wanneer de resultaten worden geïntegreerd op gebiedsniveau wordt duidelijk of er structurele verschillen aanwezig zijn tussen beide methoden. Een meerjarige data-analyse met aandacht voor lokale geohydrologie,

landgebruik en bemesting maakt duidelijk of de geobserveerde verschillen samenhangen met de eigenschappen van deelnemende bedrijven (dan wel betrokken percelen).

Om het DSG- en LMM-meetprotocol op elkaar aan te laten sluiten, is het mogelijk/ aan te bevelen om:

- het DSG-protocol uit te breiden met een extra meting op een diepte van 290 cm-mv of de huidige monsternamediepte van 250 cm-mv te verplaatsen naar 290 cm-mv.
- het LMM-protocol uit te breiden met een vochtanalyse van het gehomogeniseerde grondmonster voor één na centrifugeren. Een eenvoudiger alternatief is om één deel van het mengmonster te gebruiken voor een extractiemethode.

Als uit de voorgestelde acties blijkt, dat er structurele verschillen aanwezig zijn tussen beide protocollen, dan is het vanuit *inhoudelijk* perspectief gewenst om inzicht te krijgen in de dynamiek van nitraat tussen mobiel en immobiel water in de ondiepe ondergrond van lössbodems. Het is vooralsnog onduidelijk welke methode de beste schatting geeft van de nitraatflux die richting het grondwater gaat. Het is aan te bevelen om een kort overzicht te maken van mogelijke meettechnieken waarmee aangetoond kan worden welke methode (de schud- dan wel centrifugatie-methode) de beste schatting geeft van de nitraatflux.

Als blijkt dat er structurele verschillen zijn, dan is de keus voor de onderliggende techniek vervolgens een politieke keus. Omdat elke wijziging in protocollen een trendbreuk oplevert binnen de individuele meetnetten, is het voor de individuele meetnetten ongewenst om van protocol te wisselen. Uiteraard moet het mogelijk zijn om mogelijke verbeteringen in monsternamen en uitvoering door te voeren. Algoritmes die de resultaten van beide meetnetten aan elkaar relateren, zijn waardevol omdat daarmee duidelijk wordt welke factoren van invloed zijn op de verschillen tussen meetnetten, en het mogelijk wordt om gebruik te maken van elkaars gegevens en expertise. Omdat elk meetnet zoekt naar de optimale balans tussen statistische zekerheid en de financiële aspecten van nitraatmetingen in de ondergrond, is deze laatste ontwikkeling aan te bevelen. Bovendien krijgen beide meetnetten hierdoor een beter inzicht in de relatie tussen het landbouwkundig handelen en de waterkwaliteit.

## 5 Literatuur

- Baumann RA, Hooijboer AEJ, Vrijhoef A, Fraters B, Kotte M, Daatselaar CHG, Olsthoorn CSM & JN Bosma (2012) Landbouwpraktijk en waterkwaliteit in Nederland, periode 1992-2010. RIVM-rapport 68716007/2012, 143 pp.
- BLGG (2014) Reproduceerbaarheid laboratorium analysemethoden. Persoonlijke mededeling.
- CBLB (2014) Reproduceerbaarheid laboratorium analysemethoden. Meetprotocollen CBLB.
- Darrouzet-Nardi A & MN Weintraub (2014) Evidence for spatially inaccessible labile N from a comparison of soil core extractions and soil pore water lysimetry. *Soil Biology & Biochemistry* 73, 22-32.
- Fraters D (2014) Update resultaten proefgegevens. Persoonlijke mededeling.
- Fraters D & L Boumans (2014) LMM in de lössregio: overzicht van resultaten meetmethodisch onderzoek. Presentatie op WML-kennisbijeenkomst, 16 mei 2014, 25 pp.
- Fraters D, Veldstra B & L Boumans (2014) Verschillen in nitraatmetingen in de lössregio. Overzicht van de resultaten van een vergelijking van het BVM Limburg en het LMM in de Lössregio. Presentatie op WML-kennisbijeenkomst, 9 december 2014, 21 pp.
- Fraters D, Boom G, De Weerd H & M Wolters (2014) Effecten van extractie van vocht uit lössmonsters. Eerste voorlopige resultaten van het onderzoek. Presentatie op WML-kennisbijeenkomst, 9 december 2014, 20 pp.
- Houba VJG, Van der Lee JJ & I Novozamsky (1997) Soil analysis procedures, other procedures (Soil and Plant analysis, part 5B). Landbouwniversiteit Wageningen, Dep. of Soil Science and Plant Nutrition.
- Houba VJG, Temminghoff EJM, Gaikhorst GA & W van Vark (2000) Soil analysis procedures using 0.01 M calcium chloride as extraction reagent' *Communications in Soil Science and Plant Analysis* 31, 1299-1396.
- Hubeek AA, Lambie JBJ, Vaessen FMJ & PJJM Kusters (2011) Nitraatbodenvochtonderzoek 2010 (Roodborn, Craubeek, Bergen, Breehei, Roosteren, De Dommel en De Tombe). WML-rapport 6653B, 41 pp.
- Radersma S & P de Willigen (2003) Vergelijking van nitraat concentraties in grondwater onder löss; verband met stikstofaanvoer, stikstofafvoer en stikstoftransport. PPO Akkerbouw, Groene Ruimte en Vollegrondsgroente, PPO-projectrapport 510399, 24 pp.
- Sposito G (2008) *The chemistry of soils*, second ed., vol xii, Oxford University Press, Oxford, New York, p 329.
- Tweede Kamer (2014) Aanhangsel van handelingen vergaderjaar 2013-2014, nummer 2218, code ah-tk-20132014-2218, Den Haag, 3 pp.
- Schlotter D, Schack-Kirchner HS, Hildebrand EE & K von Wilpert (2012) Equivalence or complementarity of soil-solution extraction methods. *J. Plant Nutr. Soil Sci* 175, 236-244.
- Sheppard MI, Thibault DH & PA Smith (1992) Effect of extraction techniques on soil pore-water chemistry. *Communication in Soil Science and Plant Analysis* 23, 1643-1662.
- Vaessen F, Kusters E, Crijns S & A Hubeek (2014) Vergelijking protocol monsternamen en nitraatanalyse bodenvochtonderzoek DSG- RIVM. WML-rapport 6951, versie 2.0., WML, Maastricht, 21 pp.
- Van Rijsselt EWJM, Vaessen FMJ, Hubeek AA & PJJM Kusters (2010) Nitraatbodenvochtonderzoek 2009 (Roodborn Craubeek Bergen Breehei Roosteren), Projectnummer 899929-89000-004, WML-rapport, 28 pp.
- Veldstra B (2014) Bodenvochtmeetnet Provincie Limburg: monitoring en gegevensverzameling. Presentatie op WML-kennisbijeenkomst, 16 mei 2014.
- Velthof GL (2003) Relaties tussen mineralisatie, denitrificatie en indicatoren voor bodemkwaliteit in

landbouwgronden. Alterra-rapport 769, 38 pp.

Velthof GL & B Fraters (2007) Nitraatuitspoeling in duinzand en lössgrond. Wettelijke Onderzoekstaken Natuur & Milieu, WOt-rapport 54, 36 pp.

WML (2011) Nitraatbodemvochtonderzoek 2011. Oorspronkelijke data. Ongepubliceerd.

WML (2013) Nitraatbodemvochtonderzoek 2013. Oorspronkelijke data. Ongepubliceerd.

## **Bijlage I. Methodebeschrijving (resultaten kennisbijeenkomst I)**

*Samengevat van presentaties deelnemers kennisbijeenkomst 16 mei 2014 en Vaessen et al. (2014)*

### **I.1. Methode WML**

#### *Inleiding*

Hieronder wordt het protocol weergegeven dat in de loop der jaren opgebouwd is. Binnen het project Duurzaam Schoon Grondwater wordt het nitraatgehalte in het bodemvocht gemonitord. Doel hiervan is het verloop van de nitraatgehalten in het bodemvocht onder de wortelzone vast te stellen. Dit wordt gezien als een indicator voor de resultaten van de maatregelen zoals die binnen DSG genomen worden om te komen tot een duurzame verlaging van het nitraatgehalte in het grondwater. Binnen DSG wordt niet het bodemvocht direct bemonsterd maar wordt gewerkt met een afgeleide methode waarbij op 2 dieptes grondmonsters genomen worden die geanalyseerd worden volgens de N-mineraal methode. Door ook het vochtgehalte van het monster vast te stellen kan een berekening gemaakt worden met als resultaat het nitraatgehalte in het bodemvocht. Om een langjarige reeks op te bouwen is het noodzakelijk dat bemonstering en analyse consistent uitgevoerd worden. Het huidige meetprotocol is het resultaat van meerdere jaren praktijkonderzoek.

#### *Monstername algemeen*

Monstername dient uitgevoerd te worden in de periode november-december. Monstername vindt plaats middels handboring. De genomen monsters worden dagelijks getransporteerd naar het laboratorium. Binnen 24 uur na aankomst op het laboratorium worden de analyses ingezet c.q. uitgevoerd. Alle analyses in een monster worden binnen 24 uur uitgevoerd. Percelen in hetzelfde grondwater-beschermingsgebied worden opeenvolgend bemonsterd. Alle monsters op een perceel worden op 1 dag genomen. Wanneer, de bemonstering afgebroken moet worden, moet de reeds uitgevoerde bemonstering herhaald worden indien de doorlooptijd tussen het eerste en laatste monster langer is dan 1 week (bij bemonstering van één perceel) of indien de doorlooptijd langer is dan drie weken (bij bemonstering van percelen in hetzelfde grondwaterbeschermingsgebied). Wanneer de weersomstandigheden dusdanig zijn dat verwacht mag worden dat het nitraatgehalte in het bodemvocht of het vochtgehalte van de monsters substantieel gewijzigd is, moeten reeds genomen monsters altijd herhaald worden. Weersomstandigheden waarbij dit het geval is, zijn in ieder geval sterke regen- of sneeuwval, meer dan 5 graden vorst en temperaturen hoger dan 20°C. Wanneer andere weersomstandigheden optreden, wordt ter plaatse in overleg besloten of monstername wel of niet doorgang kan vinden.

Een lijst met te bemonsteren percelen wordt beschikbaar gesteld door de opdrachtgever. De percelen zijn gelegen in grondwaterbeschermingsgebieden in Limburg. Van ieder perceel worden de XY-coördinaten beschikbaar gesteld, dit betreft de coördinaten van het midden van het perceel. Bemonsterde percelen dienen achter gelaten te worden in de staat waarin ze aangetroffen zijn. Dus geen spoorvorming, geen beschadiging, geen verstoring vee, etc. Het boorgat dient weer gevuld te worden met het uitgekomen bodemmateriaal.

Op ieder te bemonsteren perceel wordt op 2 punten een monsterpunt gekozen. De monsterpunten bevinden zich verspreid op het perceel op een representatieve plek. Deze monsterpunten dienen vastgelegd te worden middels XY-coördinaten en zo mogelijk aan te sluiten bij de eerder uitgevoerde bemonsteringen, tenzij anders aangegeven. Per monsterpunt wordt een monster genomen op 150 cm

en 250 cm beneden maaiveld. Deze dieptes geven de onderkant van het monster aan. In alle gevallen geldt dat bemonstering boven het grondwaterniveau plaats moet vinden. Wanneer dat voor de diepste monsters niet mogelijk is dient, in plaats van een grondmonster, een watermonster van het bovenste grondwater genomen te worden. Per perceel worden dus 4 monsters verkregen. Per monster dient minimaal 200 ml ongeroerd monstermateriaal verzameld te worden. Dit ongeroerde monster dient te worden genomen met de “Eijkelpark grondmonstersteekset (04.16)” of vergelijkbare apparatuur. De monsters dienen te worden verpakt en verstuurd in de steekbussen met bijhorende deksels. Er mag na monsternamen geen wijziging in het vochtgehalte optreden.

#### *Analyse*

Aan ieder monster worden ten minste de volgende bepalingen uitgevoerd: vochtgehalte, ammonium-N, Nitraat-N en inweeggewicht van de nitraatanalyse. Het vochtgehalte wordt vastgesteld aan 50 cc grond door vastlegging van het leeggewicht van de pot, gewicht voor drogen van 50cc grond plus pot en gewicht na drogen van grond plus pot. Gewichten worden weergegeven in gram. Drogen bij 105°C tot constante massa. De te hanteren analysemethode voor de overige bepalingen betreft extractie van het verse grondmonster met 0.01 M CaCl<sub>2</sub> (1:2 volume / volume verhouding) volgens de methode van Houba et al. (1997, 2000). Hierbij wordt 0,1 liter extractiemiddel aangevuld met grond tot een volume van 0,150 liter verkregen is. De massa van deze 50 ml grond wordt aangeduid als “inweeggewicht”. De extractie wordt uitgevoerd in een potje van 180 ml. Het inweeggewicht wordt vastgesteld door pot + extractiemiddel te wegen voor toevoeging van grond en weging van pot + extractiemiddel + 50 ml grond. Het verschil tussen beide is het inweeggewicht. Vervolgens wordt 60 minuten geschud op een schudmachine met een instelling van 200 min<sup>-1</sup>. Na het schudden wordt de vloeistof gefiltreerd en geanalyseerd via een colorimetrische SFA-methode (Houba et al., 2000). Het nitraatgehalte wordt vastgesteld in mg N-NO<sub>3</sub> l<sup>-1</sup>. Tevens wordt het ammoniumgehalte bepaald. Voor een beperkt aantal percelen moet ook het zwavel- en kaligehalte bepaald worden.

De detectiegrens voor NO<sub>3</sub> ligt op 0,6 mg l<sup>-1</sup>, met een toegelaten afwijking van 0,21 mg NO<sub>3</sub> l<sup>-1</sup> voor monsters in de range van 0 tot 6 mg NO<sub>3</sub> l<sup>-1</sup> en een afwijking van 3,57% bij hogere concentraties (BLGG, 2014).

#### *Berekening nitraatgehalte bodemvocht*

De laboratoriumanalyse bepaalt het ammonium-N en het nitraat-N gehalte. Bij de DSG-methode wordt het nitraatgehalte in het bodemvocht berekend door het nitraatgehalte gemeten in het extract te combineren met het vochtgehalte en het inweeggewicht.

## **I.2. Methode LMM**

### *Inleiding*

Binnen het LMM worden gegevens verzameld over waterkwaliteit en bedrijfsvoering in zand, klei, veen en lössgebieden in Nederland. Waterkwaliteit is hierbij breder dan nitraat alleen: ook uit- en afspoeling van andere nutriënten wordt in kaart gebracht. Op bedrijven waar het grondwater te laag staat om te bemonsteren (zoals in de lössregio) worden monsters van het bodemvocht genomen. Het meetprotocol is ontwikkeld op basis van allerlei onderliggende proefgegevens (over het wel/ niet extraheren of centrifugeren, gebruik van guts of Edelmanboor, de gebruikte schudmethode of het gebruik van individuele dan wel gemengde monsters).

### *Monstername*

Bemonstering vindt plaats in de periode september tot en met december/ januari. Per bedrijf worden 16 monsters genomen (en twee mengmonsters) die representatief zijn voor het landgebruik op het desbetreffende bedrijf. De monsterpunten worden over het bedrijf verdeeld naar de grootte van de percelen. De locatie van de punten op de percelen is willekeurig gekozen. Handmatig is met een Edelmanboor een traject van 150-300 cm beneden het maaiveld bemonsterd. Dit traject is gekozen omdat hiermee het risico wordt verkleint om het uitspoelfront van nitraat te missen ( $20\% \text{ vocht} * 1,5 \text{ m} = 300 \text{ mm jaar}^{-1}$ ). Per 10 centimeter wordt materiaal uit de boorkern apart opgevangen. Hierna wordt vanuit ieder bakje eenzelfde hoeveelheid bodemmateriaal genomen, dat verdeeld is over een individueel monster van het betreffende punt en een mengmonster van acht monsterpunten. In het veld worden de luchttemperatuur, het boortraject en de weersgesteldheid bepaald.

De grondmonsters worden gekoeld getransporteerd naar het analyselaboratorium van het RIVM in Bilthoven. Hier wordt de verzamelde grond overgebracht in buizen en gecentrifugeerd. Het aangehechte grondwater wordt uit de grond geslingerd, opgevangen en vervolgens geanalyseerd op diverse componenten, waaronder nitraat, fosfaat en zware metalen.

De grondwater(meng)monsters worden geanalyseerd in het analytisch chemisch laboratorium van het RIVM. De geanalyseerde parameters zijn:

- Algemene paramaters: elektrische geleidbaarheid, zuurgraad en opgelost organisch koolstof;
- Stikstof componenten: nitraat, ammonium, en totaal stikstof;
- Fosfor componenten: ortho-fosfaat en totaal-fosfor;
- Macro-elementen: Natrium, Kalium, Magnesium, Calcium, Sulfaat, en Chloor;
- Sporelementen: IJzer, Arseen, Cadmium, Koper, Chroom, Mangaan, Nikkel, Lood, en Zink.

Nitraat wordt gemeten via ionchromatografie.

### **I.3. Bodemvochtmeetnet provincie Limburg**

Het bodemvochtmeetnet van provincie Limburg heeft als doel de kwaliteit van grondwateraanvulling in Mergelland te monitoren. Het heeft een regionale toepassing: validatie op perceelsniveau is niet mogelijk. Tweejaarlijks wordt op circa 158-181 landbouwpercelen (binnen een set van 200 locaties) bodemvochtmonsters genomen. Per perceel worden er 5 grondmonsters gestoken van 130-140 cm beneden maaiveld met behulp van een Edelmanboor. Monstername vindt plaats in de periode november-december en bij droog weer. Contact van het grondmonster met maaiveld of huid wordt voorkomen. Het grondmonster wordt direct in een goed afgesloten pot gestopt (deze wordt laag voor laag gevuld vanuit de vijf grondmonsters per perceel), waarna het gekoeld wordt bewaard tot analyse. Via uitkruisen na homogenisatie wordt een sub-monster genomen voor een water extractie (1: 20 grond: vloeistofverhouding, Milliporewater, 1 uur schudden met  $180 \text{ min}^{-1}$  op kamertemperatuur). Na extractie worden de oplossing gecentrifugeerd (10 min, 15.000 rpm) en geanalyseerd via ionchromatografie.

### **I.3. Methodevergelijking discussiebijeenkomst 16 mei 2014**

In de eerste discussiebijeenkomst is in samenwerking met alle betrokken partijen een overzicht gemaakt van de mogelijke verschillen tussen de drie meetprotocollen. Een samenvattende tabel van deze discussie wordt weergegeven in tabel I.1.



Tabel I.1. Resultaten methode-vergelijking RIVM, WML en PL.

Onderdeel	LMM-protocol	DSG-protocol	BVM-protocol
Focus	Bedrijf	Perceel	Regio
Monsternaam	Edelmanboor	Edelmanboor	Edelmanboor
Diepte (cm-mv)	150 – 350 16 +2 monsters bedrijf <sup>1</sup>  Gehomogeniseerd mengmonster (over diepte) in het veld	130 - 150 en 230 - 250 2 locaties per perceel  Ongestoord monster	130 - 140 1 mengmonster per perceel  Niet gehomogeniseerd mengmonster in het veld
Sampling tijd	2 dag bedrijf <sup>1</sup>	1 dag	1 dag
Opslag & transport	gekoeld	gekoeld	gekoeld
Tijd tot analyse	> 10 dagen	< 1 á 2 dagen	< 1 á 2 dagen
Laboratoriumprotocol			
acclimatisatie	12 uur	< 2 uur	< 2 uur
homogenisatie	n.v.t.	mengen	uitkruisen/ mengen
sub-sampling	n.v.t.	ja	ja
extractie vocht	centrifuge	nee	nee
vochtbepaling	nee	ja, 105 °C	ja, 105 °C
Extractie NO <sub>3</sub>	nee	met CaCl <sub>2</sub> (1:2)	met water (1:20)
Filtratie	0,45 µm	2 – 3 µm	centrifugeren
Nitraatanalyse	ionchromatografie	colorimetrisch	ionchromatografie
Omrekening nodig	nee	ja	Ja


## **Bijlage II. Methodevergelijking (resultaten kennisbijeenkomst II)**

Resultaten kennisbijeenkomst 30 juni 2014, samenvattende tabel met beschrijving protocol-onderdelen en de oorzaak van mogelijke verschillen tussen protocollen.

Tabel II.2. Samenvattende tabel met mogelijke oorzaken die verantwoordelijk kunnen zijn voor discrepantie tussen meetnetten (resultaat discussiemeeting).

	Methode onderdeel	Oorzaak verschil?					Omschrijving oorzaak
		1	2	3	4	5	
							1 = water verdwijnt, 2 = N verdwijnt, 3 = N productie, 4 = ruimtelijke variatie, 5 = meetonzekerheid
A	Selectie percelen				x		Provincie meet ca. 200 locaties. WML meet ca. 60 percelen in lössgronden binnen grondwaterbeschermingsgebieden. Beide: perceels-gemiddelde. RIVM 30-40 locaties per jaar en bedrijfsgemiddelde via 16 meetpunten. Ruimtelijke variatie kan oorzaak zijn van structurele verschillen tussen methoden. <i>Zijn percelen random verdeeld?</i>
B	Diepte				x		RIVM meet nitraat over 150-300 cm profiel, WML over 140-160 en 240-260 cm en PL over 130-140 cm. Als Prec > ET dan uitzakken nitraat. In het najaar zal PL << WML & RIVM. Is weersafhankelijk. Bij aanwezigheid front is WML ≠ RIVM
C	Steken grondmonster	-	-	-	-	-	Geen verschillen tussen de methodes. <i>Behalve als aangedreven boring uitgevoerd wordt (uittreding vocht). Stelling gaat wel op bij handboringen</i>
D	Mengen monster	x	x	x			Bij mengen van grondmonster is er sprake van verstoring. Het gebeurt in open lucht. Bij RIVM is er de mogelijkheid van verdamping (waterverlies/-winst). Effect is maximaal 5% vocht (van 20% naar 19%, praktijkschatting). Of er netto productie/ verlies van N op treedt, is niet duidelijk. Bewerkingstijd is kort. <i>Weersomstandigheden zijn van invloed</i>
E	Opslag en transport	-	-	-	-	-	Is gekoeld (< 5 C). Geen oorzaak van verschillen.
F	Doorlooptijd	x	x	x			Monsters van WML en PL worden binnen 2 dagen bewerkt/ geanalyseerd. Bij RIVM is doorlooptijd > 10 dagen. In alle gevallen opslag in afgesloten pot/ steekbus. Bij temp < 5 C is er nog steeds sprake van N-productie en N-verlies. Waarschijnlijk netto productie. Via condensvorming kan er water verdwijnen na openen van de pot (RIVM). Waterverlies geschat op maximaal 5%.
G	voorbehandeling	x	x	x			Doorlooptijd RIVM > PL > WML. Gebeurt bij 20C => mogelijkheid tot N-mineralisatie en N-verlies tijdens opwarmen (RIVM), homogenisatie (PL+WML), inwegen (ALL). Waarschijnlijk netto N-productie. Tijdens proces zal via verdamping water verdwijnen. <i>Omvang effect onbekend, kan vrij behoorlijk zijn vanwege aard monsters</i>
H	Sub-sampling				x		RIVM maakt geen sub-selectie maar gebruikt al het materiaal voor centrifuge. Sub-sampling zorgt voor random ruis. SSR is 1:20 bij PL en 1:2 bij WML => WML gebruikt kleiner sub-sample. Ruis is dus PL > WML > RIVM. Mogelijkheid van uitzakken bodemvocht => sub-monster vocht ≠ sub-monster NO3 meting. <i>groter effect door vochtbepaling aan ander sub-monster dan nitraat</i>
I	Vochtbeplating	-	-	-	-	-	Onduidelijk. Voor RIVM niet relevant. Drogen grond PL & WML bij 105C. Resterend vocht < 0.5%.
J	Centrifuge/ extract	x	x	x			Centrifugeren slingert 90% van bodemvocht eruit (90% = <i>praktijkervaring zandgrond. Loss ws minder</i> ). <i>Kan proefondervindelijk vastgesteld worden door extractie van overblijvend bodemmateriaal van centrifuge (uitgevoerd bij 9400G)</i> Er blijft altijd rest over. Niet al het NO3 zal daarom in oplossing terecht komen. Anderszins is NO3 erg mobiel => >95% wordt gemeten in afgeslingerd bodemvocht (?). Bij extractie komt alle NO3 in oplossing. Extractie met water beïnvloedt molariteit oplossing, flocculatie en pH van oplossing (anders dan CaCl2). Effecten op NO3 zijn klein. Mogelijk effect van DOC (hoger bij water dan bij CaCl2). Discussiepunt.
K	Filtratie	-	-	-	-	-	RIVM over 0.45 µm. PL geen filtratie. WML standaard filter. Effect op NO3 is klein.
L	Analyse					x	Colorimetrie hogere reproduceerbaarheid dan chromatografie? Theoretisch mogelijkheid tot interferentie (met Fe, DOC?). Hangt af van gekozen methode. Effect waarschijnlijk klein (uitgaand van goede lab-methoden). Testen is mogelijk via spike analyse, maar niet nodig
M	Omrekening					x	Nitraatgehaltes worden gemeten bij RIVM. Nitraatgehaltes worden berekend voor WML en PL. Er is sprake van errorpropagatie. Verdunningseffect grootst bij PL. Effect onzekerheid is PL =? WML > RIVM





[www.nmi-agro.nl](http://www.nmi-agro.nl)

nutriënten management  
instituut nmi bv  
postbus 250  
6700 ag wageningen  
binnenhaven 5  
6709 pd wageningen  
tel. (088) 876 1280  
internet [www.nmi-agro.nl](http://www.nmi-agro.nl)